



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

ESCUELA NACIONAL DE ESTUDIOS PROFESIONALES

CAMPUS ARAGON

***“EL CONTROL ESTADÍSTICO DEL PROCESO EN EL
LABORATORIO DE CONTROL DE CALIDAD DE
COMBUSTIBLES DE AEROPUERTOS Y SERVICIOS
AUXILIARES”***

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE

**INGENIERO MECÁNICO-ELECTRICISTA
ÁREA: INDUSTRIAL**

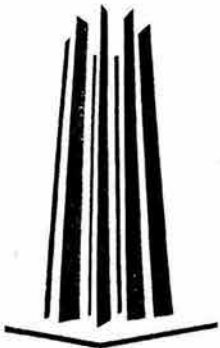
P R E S E N T A:

ALFREDO CONTRERAS BARRÓN

ASESOR:

ING. FRANCISCO RAÚL ORTÍZ GONZÁLEZ

SAN JUAN DE ARAGÓN ESTADO DE MÉXICO. SEPTIEMBRE DEL 2004.





Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



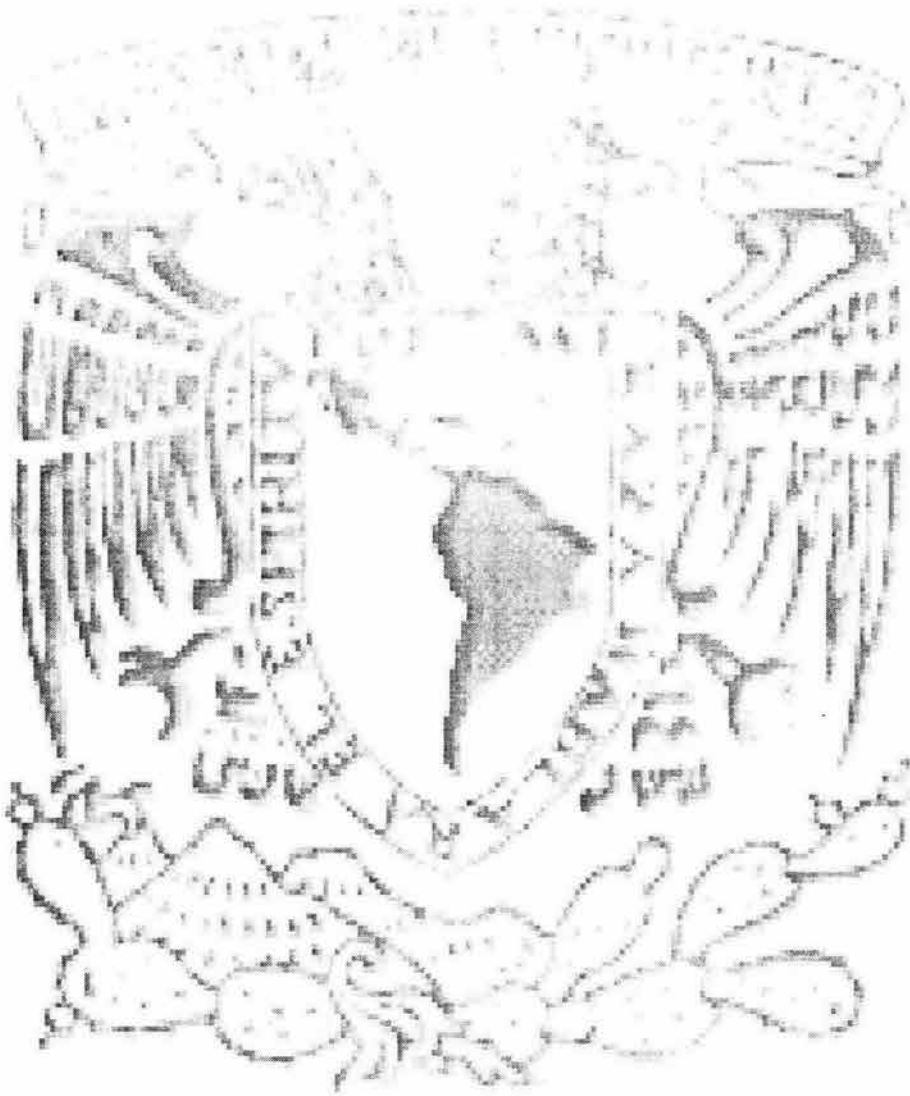
UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

AGRADECIMIENTOS



A mis padres:

Andrés y Hortensia con cariño a quien les debo la vida, por la educación y el apoyo recibido durante toda mi formación académica, y que este logro quiero que lo sientan suyo por hacer de mi un hombre de bien.

Al amor de mi vida:

Xóchitl por todo el amor, comprensión y el apoyo para obtener uno mas de nuestros logros, estoy muy agradecido con la vida de haberte conocido, te dedico este trabajo de tesis con todo mi amor mi chinita preciosa.

A mi abuelito:

Arturo por ser una de las personas que más quiero y admiro por todo su apoyo por estar siempre pendiente de mi con mucho cariño.

A mis hermanos:

Andrés y Alan: Con cariño fraternal ya que son un complemento esencial para mi vida, quiero que jamás olviden que cuentan con migo para todo.

A mi familia:

A todos mis tíos, tías, primos que en algún momento se tomaron la molestia de preguntarme por mis estudios, de alentarme en cada momento se que cuento con todos ustedes.

A mi nueva familia:

Con mucho cariño a mi esposa, mis suegros, mis cuñadas, mis concuños y sobrinos por que en ellos encontré amor, cariño, estima, apoyo y consejos.

A la UNAM ENEP Aragón:

Que dentro de sus aulas me formo como ingeniero dándome los conocimientos para desempeñarme como profesionista.

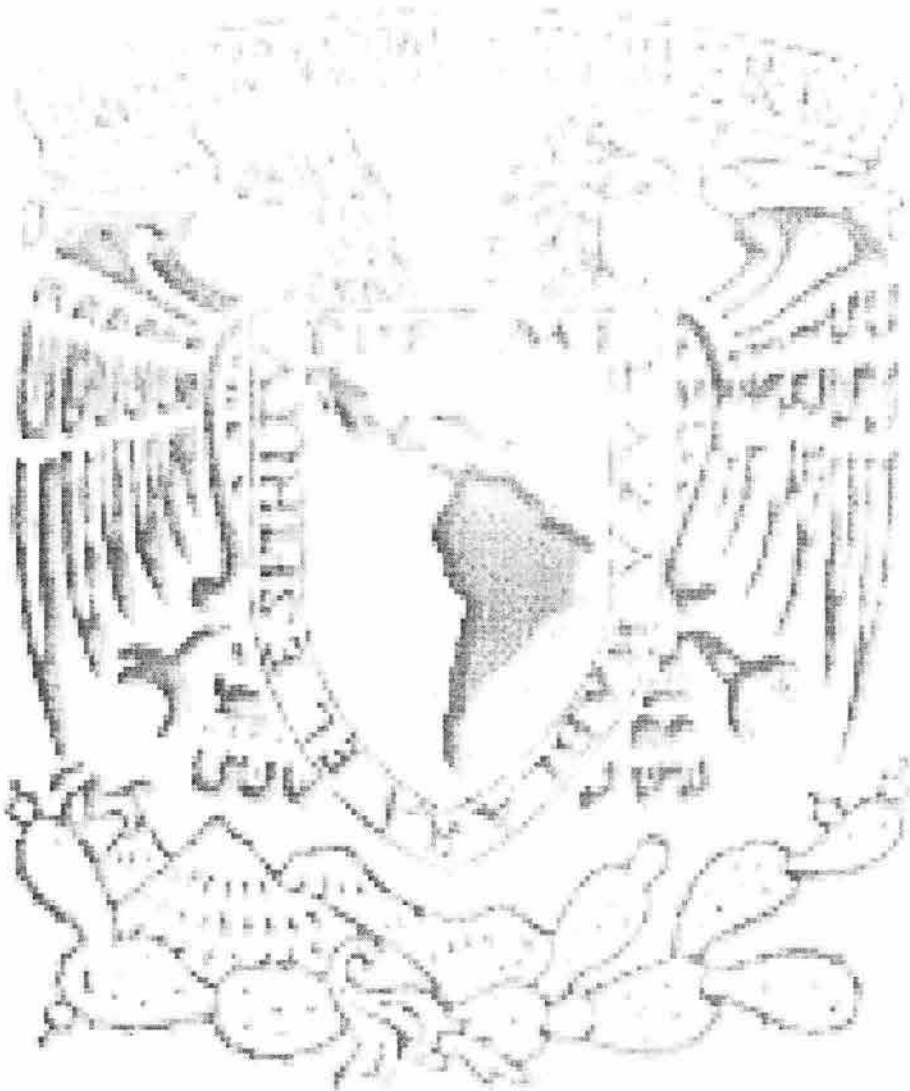
A los profesores:

Agradeciendo a todos y a cada uno de ellos por su amistad y por sus conocimientos que me transmitieron a lo largo de mi formación académica.

A mis dos primeros y grandes maestros:

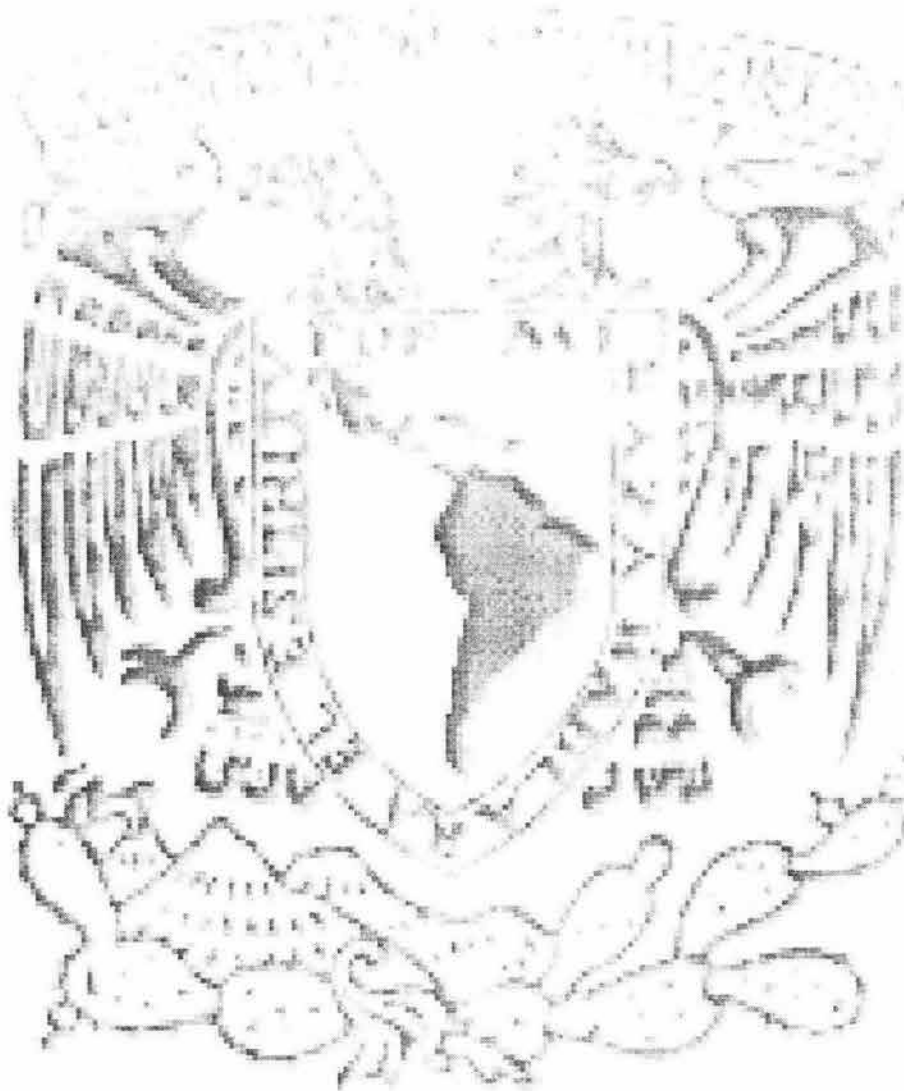
Que despertaron el iteres por la ingeniería mi padre y mi abuelo.

CONTENIDO GENERAL



Introducción	Pág. I
Capítulo I GENERALIDADES	1
Capítulo II LAS PRINCIPALES CORRIENTES DE LA CALIDAD	11
Capítulo III CONTROL ESTADÍSTICO DEL PROCESO	21
Capítulo IV ORGANIZACIÓN	41
Capítulo V APLICACIÓN DEL CONTROL ESTADÍSTICO DEL PROCESO EN EL LABORATORIO DE COMBUSTIBLES	61
Conclusiones	83
Bibliografía	85
Anexo	87

CONTENIDO



	Pág.
INTRODUCCIÓN	I
CAPÍTULO I	
GENERALIDADES	
La primera empresa de aerotransportación en México	1
El sistema aeroportuario	1
Proceso de desincorporación	4
Red aeroportuaria	4
ASA Combustibles	8
Capacidad instalada de almacenamiento	9
CAPÍTULO II	
LAS PRINCIPALES CORRIENTES DE LA CALIDAD	
Antecedentes	11
Las principales corrientes ideológicas de la calidad	12
Filosofía Deming	12
Los catorce puntos Deming	13
Filosofía Juran	14
Planificación de la calidad y el control de calidad	15
Espiral de la calidad	15
Filosofía Crosby	16
Filosofía Taguchi	18
Filosofía Ishikawa	18
Diagrama Causa Efecto	19
CAPÍTULO III	
CONTROL ESTADÍSTICO DEL PROCESO	
Control estadístico del proceso	21
Conceptos estadísticos fundamentales	22
La población de datos	23
Gráfica de control	24
La producción y la estadística	27
Herramientas estadísticas	28

Registro	29
Procesos de análisis estadísticos	29
Gráficas estadísticas	31
Causas de variación	32
Capacidad del proceso	34

CAPÍTULO IV

ORGANIZACIÓN

Organización	41
Los organigramas	42
Finalidad del organigrama	43
Función del organigrama	43
Ventajas del organigrama	44
Desventajas del organigrama	44
Contenido de un organigrama	45
Criterios fundamentales para su preparación	45
Información sobre relaciones	47
Clasificación	47
Descripción de puestos	51
Subgerente	54
Superintendente	55
Coordinador de área	57
Técnico especialista en aeropuertos	58
Analista profesional	59
Organigrama del laboratorio	60

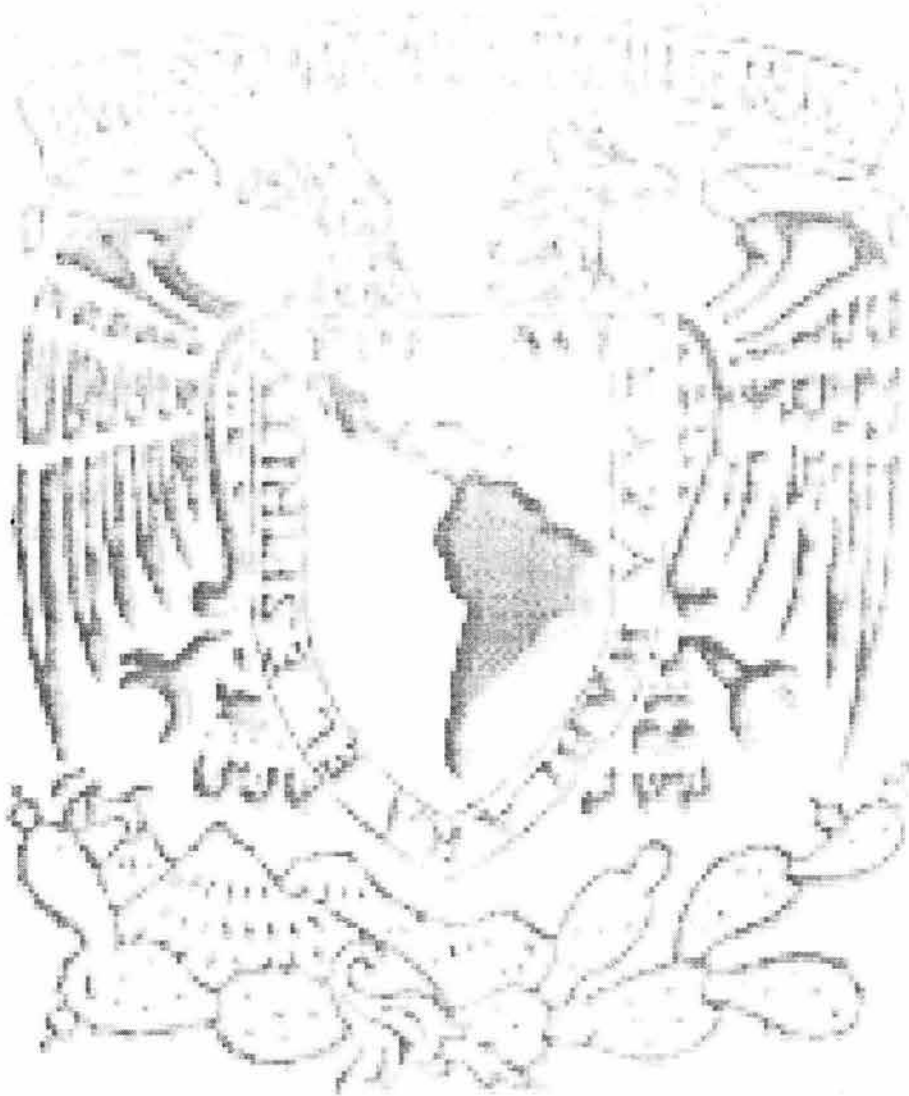
CAPÍTULO V

APLICACIÓN DEL CONTROL ESTADÍSTICO DEL PROCESO EN EL LABORATORIO DE COMBUSTIBLES

Refinación del petróleo crudo	61
Primera etapa	61
Segunda etapa	61
Tercera etapa	61
Etapas de refinación para la obtención de productos	62
Turbosina	64
Composición	64

Propiedades	66
Especificación para turbosina	69
Control de calidad en combustibles de aviación	70
Consideraciones del proceso	70
Datos estadísticos y representación gráfica	72
Interpretación de muestreos	81
Conclusiones	83
Bibliografía	85
Anexos	87

INTRODUCCIÓN



En el ámbito aeronáutico la demanda actual de combustible ha generado la necesidad de proveer con grandes volúmenes de turbosina, para la aviación comercial la cual debe cumplir con los estrictos estándares de calidad establecidos.

La función que realiza el laboratorio de control de calidad de combustibles es, garantizar que cada litro de combustible suministrado a los aviones de líneas aéreas tanto nacionales, como extranjeras que operan en el Aeropuerto Internacional de la Ciudad de México cumplan con los estándares internacionales de calidad.

El interés que motivo a desarrollar este trabajo de tesis surge de la necesidad que existe dentro de el laboratorio de Control de Calidad adscrito a la Gerencia de Combustibles y pertenecientes a la Subdirección de Operaciones de Aeropuertos y Servicios Auxiliares en el cual no contaba con un monitoreo del comportamiento del combustible para poder verificar de una forma grafica cuando el combustible estaba dentro o aproximándose a los limites de especificación que establece la norma ASTM, con referencia a combustibles para la aviación.

Esta es una de las tantas aplicaciones que le podemos dar al Control Estadístico del Proceso y aprovechar los conocimientos adquiridos durante la formación como Ingeniero y, para tener una idea de la importancia de el cuidado de la calidad se presenta el siguiente ejemplo.

Cuando tenemos la necesidad de transportarnos en un vehículo automotor en específico en un automóvil, si se tiene una falla a consecuencia de combustible contaminado por agua, basura, tierra o algún otro tipo de contaminante que impide el funcionamiento o descompostura del motor tendríamos la alternativa de orillarnos o salirnos del camino y si fuera posible reparar el desperfecto y esperar algún tipo de auxilio vial.

En una aeronave en pleno vuelo esto es imposible y el tener una falla tendría consecuencias catastróficas reflejadas en perdidas materiales y lo mas grave las vidas humanas.

En el primer capítulo se encuentran las generalidades de la primera empresa de aerotransportación en México siendo la base de la creación de otra compañía de tipo paraestatal que ofreciera el servicio de suministro de combustibles de aviación.

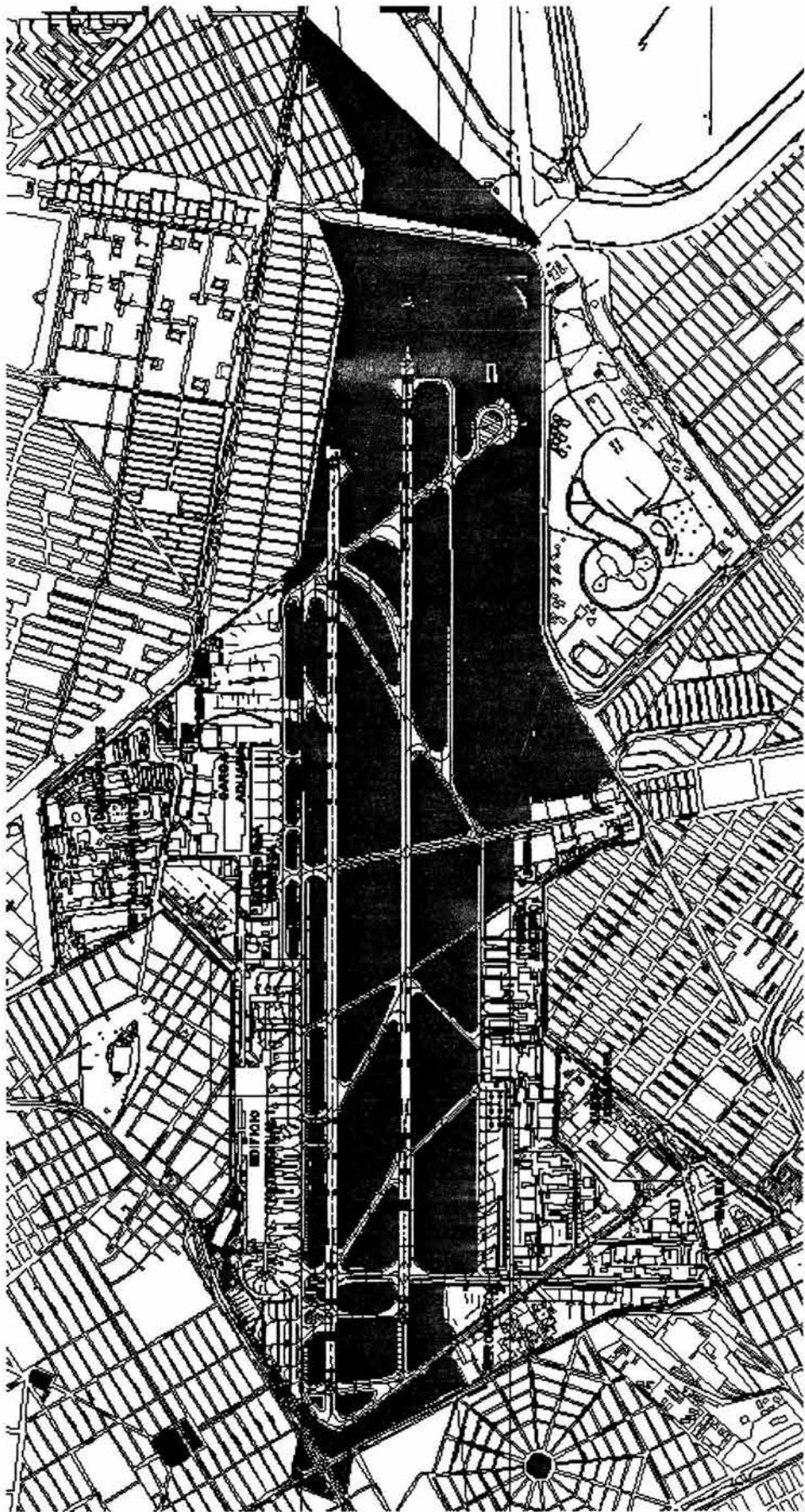
En el segundo capítulo se presentan las principales corrientes ideológicas de la calidad que cada autor expresa para tomar este conocimiento basándose en la conjunción de estos.

En el tercer capítulo se menciona el funcionamiento de control estadístico del proceso el cual es el soporte principal para la aplicación del mismo orientado a la necesidad que dio origen a este trabajo de tesis.

En el cuarto capítulo se define el término organización referente a los distintos tipos de organigramas, presentando la estructura organizacional de Aeropuertos y Servicios Auxiliares (ASA), en particular del laboratorio de control de calidad de combustibles.

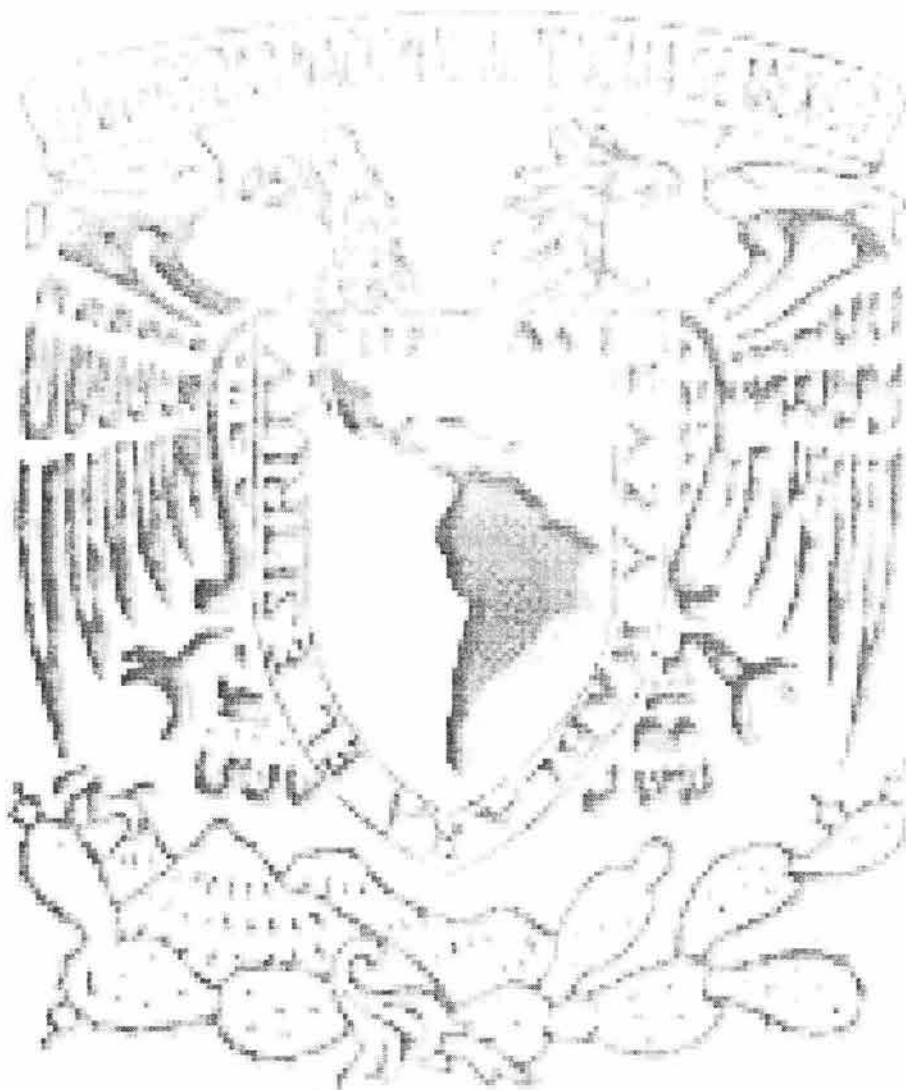
Y en el quinto capítulo se presenta por medios gráficos la aplicación del control estadístico de proceso para las pruebas más relevantes que se realizan en el laboratorio en lo referente al combustible para las aeronaves.

Como información complementaria en el anexo se encuentran los métodos y procedimientos actualizados empleados en el laboratorio para la realización de las pruebas de calidad al combustible como lo marca la norma ASTM.



CAPÍTULO I

GENERALIDADES



La primera empresa de aerotransportación en México

La primera empresa de aerotransportación en México aun vigente, nació el 20 de agosto de 1924 en Tampico Tamaulipas, con el nombre de "Compañía Mexicana de Aviación" con la ruta Tampico-Tuxpan-México. Fue en estos 3 lugares donde se construyeron los primeros campos de aviación en México.

El sistema aeroportuario

El sistema aeroportuario en México inicio en 1929, año en el que se establece el primer aeropuerto de la ciudad de México contando solo con 2 pistas.

A partir de ese año con la intensificación del tráfico aéreo, el Gobierno Federal Mexicano comprende la importancia que tendrán los aeropuertos para la integración y la economía del país, con lo que se evoca a la tarea de construir una red aeroportuaria para así satisfacer los requerimientos de esa época.

Para el año 1960 el país contaba con 31 aeropuertos con características propias, ya que unos eran propiedad federal, otros de PEMEX, y la mayoría de compañías particulares, muchas de ellas extranjeras y no todos satisfacían los requisitos mínimos de seguridad del transporte aéreo.

El 15 de enero de 1964 se constituye "Nacional de combustibles de Aviación" (NACOA) con la finalidad de prestar el Servicio de Almacenamiento, Distribución de Combustibles y Lubricantes para aeronaves en el Aeropuerto de la Ciudad de México.

El Aeropuerto de la Ciudad de México fue el primero de varios Aeropuertos donde operó NACOA. Por el desarrollo que se tenía a nivel nacional y por las necesidades de competencia internacional, se impulsó la unificación de la Administración, Operación y Conservación, de los Aeropuertos más importantes en un solo organismo, que fuera eficiente, capaz y autosuficiente económicamente para garantizar el progreso del transporte además de apoyar consecuentemente al desarrollo del país.

Ante esta trascendente necesidad, el 10 de junio de 1965 el C. Presidente de los Estados Unidos Mexicanos Gustavo Díaz Ordaz, con fundamento en el artículo 89, fracción I de la Constitución General de la República, 2da De la ley para el control por parte del Gobierno Federal para los organismos públicos descentralizados y empresas de participación estatal.²⁵ fracción II del código Civil para el Distrito Federal y de, Territorios Federales en materia común y para toda la República en materia Federal y 332 de la Ley de vías Generales de Comunicación; se crea por decreto el organismo "AEROPUERTOS Y SERVICIOS AUXILIARES" (ASA).

Que es un organismo público descentralizado, con personalidad jurídica y patrimonio propio, es un concesionario de la Secretaria de Comunicaciones y Transportes (SCT), encargado de impulsar el desarrollo de aeropuertos mediante su operación, construcción, suministro de combustibles y administración, acciones que concibe como instrumentos de apoyo al desarrollo del país y de sus diferentes regiones.

En el momento de su creación ASA proporcionaba servicios relacionados con el aterrizaje y despegue de aeronaves en 34 aeropuertos, pero en el año de 1978 y por acuerdo presidencial del 4 de julio se fusiona a ASA la empresa NACIONAL DE COMBUSTIBLES DE AVIACIÓN (NACOA) logrando que el organismo suministrara los combustibles y lubricantes en todos los aeropuertos de la República Mexicana.

En 1989, ASA una empresa mexicana, modifica su estructura organizacional al integrarse la Dirección General de Aeropuertos de la Secretaria de Comunicaciones y Transportes (SCT) a la entonces Subdirección de Construcción y Conservación de pistas y plataformas, estacionamientos, hangares y edificios terminales en los 57 aeropuertos y las 2 estaciones de servicio que conformaban su patrimonio.

Cabe mencionar que ASA se ha coordinado con Servicios a la Navegación en el Espacio Aéreo Mexicano (SENEAM) de la SCT, quien facilita a los usuarios la obtención de la información y tramites para la elaboración de autorización y

plan de vuelo, ofreciendo servicios de tránsito aéreo, telecomunicaciones e información meteorológica.

Desde sus inicios, el transporte aéreo ha sido símbolo de modernidad, la demanda por un medio de transporte capaz de recorrer largas distancias de forma rápida y segura impulsó durante el último siglo el desarrollo vertiginoso de este medio, convirtiéndolo en pieza fundamental del mundo contemporáneo.

En los últimos años, el peso estratégico de la aviación se ha acrecentado significativamente, a raíz de la acelerada apertura de México hacia el exterior.

Así mismo la aviación se ha convertido en una herramienta indispensable para la integración nacional, el turismo, la creación de negocios y el comercio nacional e internacional de mercancías con alto valor económico.

Dentro del proceso de globalización que vive el mundo contemporáneo, la conexión aérea de las ciudades turísticas y de negocios se ha convertido en factor determinante de la competitividad y el desarrollo.

ASA tiene como misión contribuir al desarrollo social, económico y cultural del país, impulsando una red aérea eficiente y promoviendo la actividad y desarrollo de la industria aeroportuaria nacional, con una visión de alcance internacional, mediante la identificación, estructuración e implementación de nuevos proyectos aeroportuarios.

Por ello, entre sus tareas más importantes se encuentra la de promocionar a cada una de las unidades aeroportuarias a su cargo, con énfasis en tres líneas de negocio.

- 1.- CONSULTORÍA
- 2.- OPERACIÓN AEROPORTUARIA
- 3.- SUMINISTRO DE COMBUSTIBLES

Proceso de desincorporación

Debido a la política de reestructuración del Sistema Aeroportuario Mexicano, que derivó en la desincorporación y privatización de 36 aeropuertos que conformaban los grupos Aeroportuarios del Sureste, Pacífico, Centro Norte, Aeropuerto Internacional de la Ciudad de México y Operadora Estatal de Aeropuertos S.A. de C.V., lo que originó la separación de las plantas de combustibles de la Administración de los aeropuertos, en los grupos aeroportuarios, convirtiéndose en Estaciones de Combustibles y un prestador de servicios complementarios el cual está facultado para proporcionar el servicio de almacenamiento, suministro y succión de combustibles para aeronaves, conforme a lo dispuesto en el artículo 48, fracción II de la ley de Aeropuertos, así como el 2do del Decreto de creación de "Aeropuertos y Servicios Auxiliares"

Red Aeroportuaria

En la década de los 60's, del siglo próximo pasado (XX), al continuar con la incorporación de aeropuertos, ya sea por decreto presidencial, convenios estatales o nuevas construcciones, se agregan al patrimonio de ASA, 17 aeropuertos más sumando para 1979 un total de 48. Para 1987 se habían integrado otros nueve y dos estaciones de servicio que dan un total de 60, y en la actualidad cuenta con 62 aeropuertos.

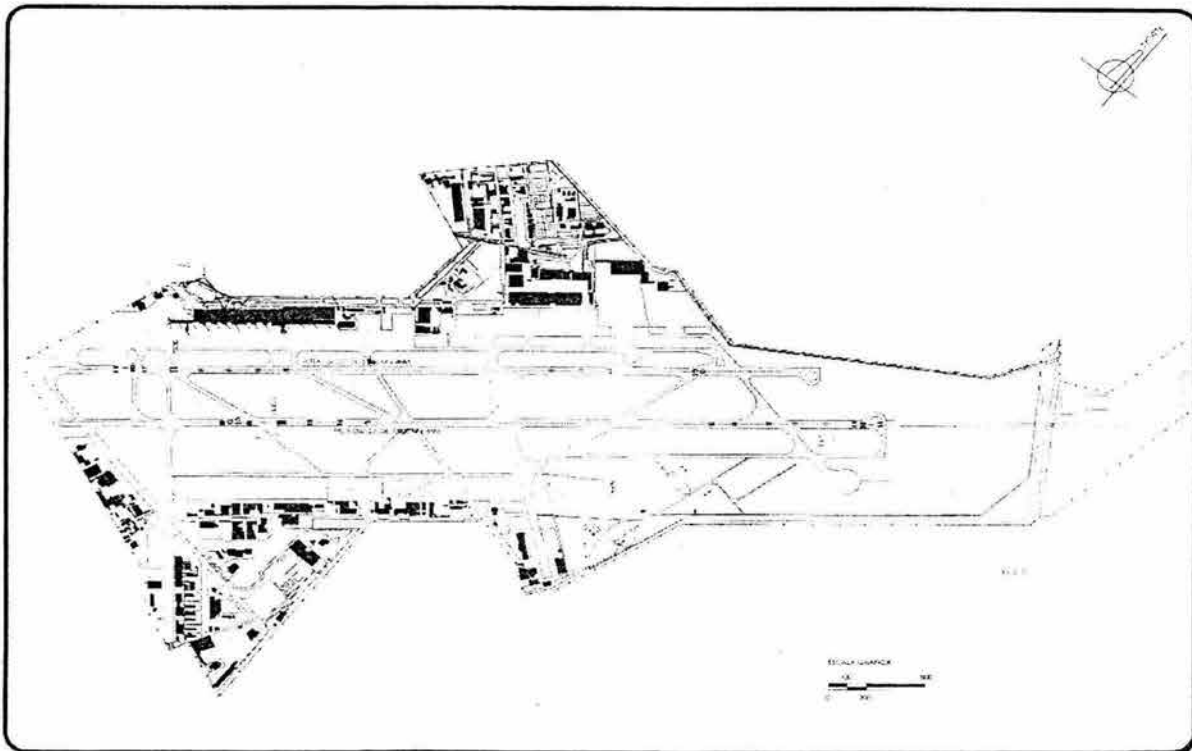
Hay datos estadísticos fehacientes sobre el incremento de operaciones, así como el número total de pasajeros atendidos, con relación a los aeropuertos de la red. México ha dependido mucho de la operación de aerolíneas nacionales y extranjeras que transportan pasajeros e infinidad de productos que generan divisas y ayudan a la activación de la economía interna.

De esta manera se observa como ASA ha participado decisivamente en el crecimiento económico nacional, su administración positiva y eficiente ha construido una red aeroportuaria muy extensa. Cada aeropuerto, de acuerdo con el número y la naturaleza de las operaciones que realiza se divide en diferentes categorías: metropolitano, turístico, regional y fronterizo.

No obstante todos tienen la misma estructura orgánica, intervienen las mismas dependencias gubernamentales, independientemente de los concesionarios que otorga ASA.

El objetivo principal de las instalaciones dispuestas para proporcionar el servicio de almacenamiento y suministro de combustibles de aviación, operados por Aeropuertos y Servicios Auxiliares, ya sea en las plantas de combustibles de los aeropuertos corporativos de la red ASA o en las estaciones de combustibles de los aeropuertos desincorporados, es prestar dicho servicio en forma oportuna eficiente y segura.

Además de cumplir con los lineamientos, normatividad y procedimientos de seguridad establecidos por las normas oficiales mexicanas, y de acuerdo a las recomendaciones de organismos internacionales para el control de calidad y el manejo de combustibles de aviación, es preciso señalar la importancia en cuanto a los procedimientos de seguridad y control de calidad del combustibles de aviación, en cualquier lugar donde sea proporcionado el servicio de almacén y suministro de dichos productos por parte del organismo.



A continuación se enlistan los Aeropuertos de la red:

GRUPO AEROPORTUARIO DEL PACIFICO		GRUPO AEROPORTUARIO DEL SURESTE	
AGS	AGUASCALIENTES, AGS.	CUN	CANCUN, Q. ROO.
BJX	EL BAJIO	CZM	COZUMEL, Q. ROO
GDL	GUADALAJARA, JAL.	HUX	BAHIAS DE HUATULCO, OAX.
HMO	HERMOSILLO, SON.	MID	MERIDA, YUC.
LAP	LA PAZ, B.C.N.	MTT	MINATITLAN, VER.
LMM	LOS MÓCHIS, SIN.	OAX	OAXACA, OAX.
MLM	MORELIA, MICH.	PBC	PUEBLA, PUE.
MXL	MEXICALI, B.C.S.	TAP	TAPACHULA, CHIS.
PVR	PUERTO VALLARTA, JAL.	VER	VERACRUZ, VER.
SJD	SAN JOSE DEL CABO, B.C.S.	VSA	VILLAHERMOSA
TIJ	TIJUANA, B.C.	GRUPO AEROPORTUARIO DE LA CIUDAD DE MÉXICO	
ZLO	MANZANILLO, COL.	MEX	MEXICO, D.F.
CORPORATIVO SUR		CORPORATIVO NORTE	
CPE	CAMPECHE, CAMP.	CEN	CD. OBREGON, SON.
CME	CD. DEL CARMEN, CAMP.	CVM	CD. VICTORIA, TAMPS
CVA	CUERNAVACA, MOR.	IMA	COLIMA, COL
CTM	CHETUMAL, Q. ROO	GYM	GUAYMAS, SON
PCA	PACHUCA, HGO.	LZC	LAZARO CARDENAS, MICH.
PQE	PALENQUE, CHIS.	LTO	LORETO, B.C.S.
PAZ	POZA RICA, VER	MAM	MATAMOROS, TAMPS
PXM	PUERTO ESCONDIDO, OAX	NOG	NOGALES, SON
SZT	SAN CRISTOBAL DE LAS CASAS, CHIS.	NLD	NUEVO LAREDO, TAMPS
TCN	TEHUACAN, PUE.	QET	QUERETARO, QRO.
TLC	TOLUCA, EDO. DE MEX.	TMN	TAMUIN, SLP.
TGM	TUXTLA GUTIERREZ, CHIS. TERAN	TNY	TEPIC, NAY.
TGZ	TUXTLA GUTIERREZ, CHIS.(Llano San Juan)	UPN	URUAPAN, MICH.
GRUPO AEROPORTUARIO CENTRO NORTE			
ACA	ACAPULCO, GRO	MZT	MAZATLAN, SIN.
CJS	CD. JUÁREZ, CHIH.	REX	REYNOSA, TAMPS.
CUL	CULIACAN, SIN.	SLP	SAN LUIS POTOSI, S.L.P.
CUU	CHIHUAHUA, CHIH.	TAM	TAMPICO, TAMPS.
DGO	DURANGO, DGO.	TRC	TORREON, COAH.
MTY	MONTERREY, NL.	ZCL	ZACATECAS, ZAC.
		ZIH	ZIHUATANEJO, GRO.

SISTEMA AEROPORTUARIO



SIMBOLOGÍA

AEROPUERTOS

Aeropuertos Internacionales	
Aeropuertos Nacionales	

ASA Combustibles

Actualmente ASA es la única empresa que abastece de combustible (turbosina) a las aeronaves que hacen uso del Aeropuerto Internacional de la Ciudad de México (AICM).

El combustible es producido en las instalaciones de PEMEX refinación en Tula Hgo. siendo bombeado a la Terminal de Almacenamiento y Distribución (TAD) Azcapotzalco por medio de un poliducto llamado este así por manejar variedad de productos como Diesel, Turbosina, Gasolinas, Magna y Premium cada uno de estos productos son almacenados en la TAD Azcapotzalco para su posterior comercialización.

En el caso de turbosina este producto es conducido de la TAD Azcapotzalco a las instalaciones de ASA por medio de un ducto exclusivo para este combustible llamado turbosinoducto donde el combustible es almacenado.

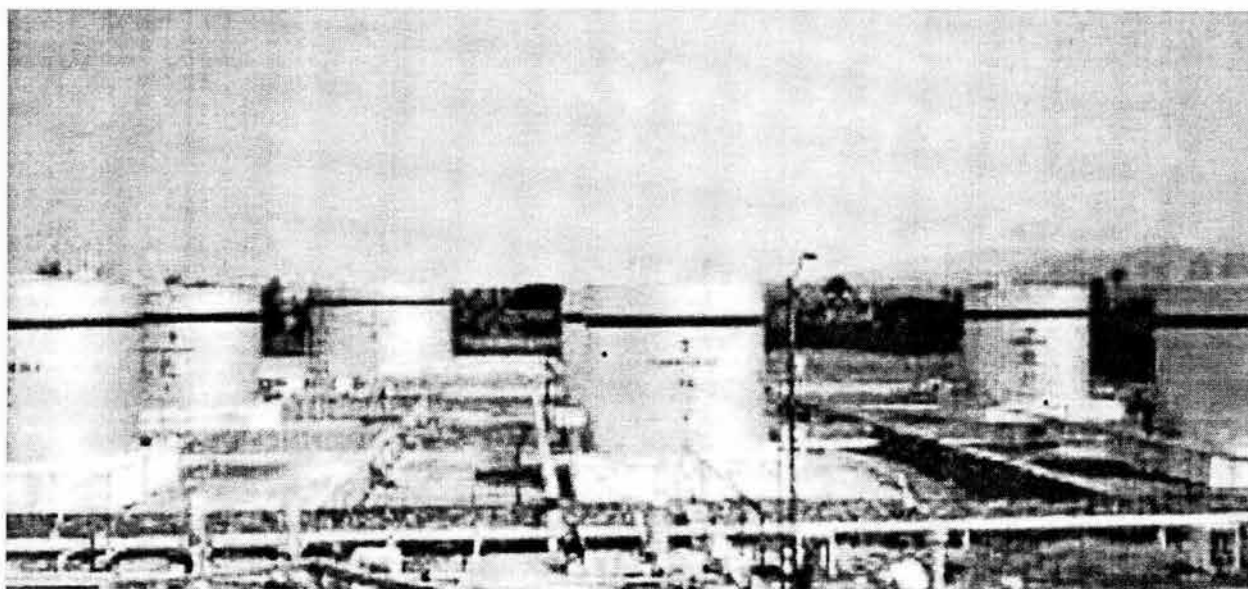
El objetivo principal de las instalaciones dispuestas para proporcionar el servicio de almacenamiento y suministro de combustibles de aviación, operados por Aeropuertos y Servicios Auxiliares, ya sea en las plantas de combustibles de los aeropuertos corporativos de la red ASA o en las estaciones de combustibles de los aeropuertos desincorporados, es prestar dicho servicio en forma oportuna eficiente y segura.

Además de cumplir con los lineamientos, normatividad y procedimientos de seguridad establecidos por las normas oficiales mexicanas, y de acuerdo a las recomendaciones de organismos internacionales para el control de calidad y el manejo de combustibles de aviación, es preciso señalar la importancia en cuanto a los procedimientos de seguridad y control de calidad del combustibles de aviación, en cualquier lugar donde sea proporcionado el servicio de almacén y suministro de dichos productos por parte del organismo.

Capacidad instalada de almacenamiento

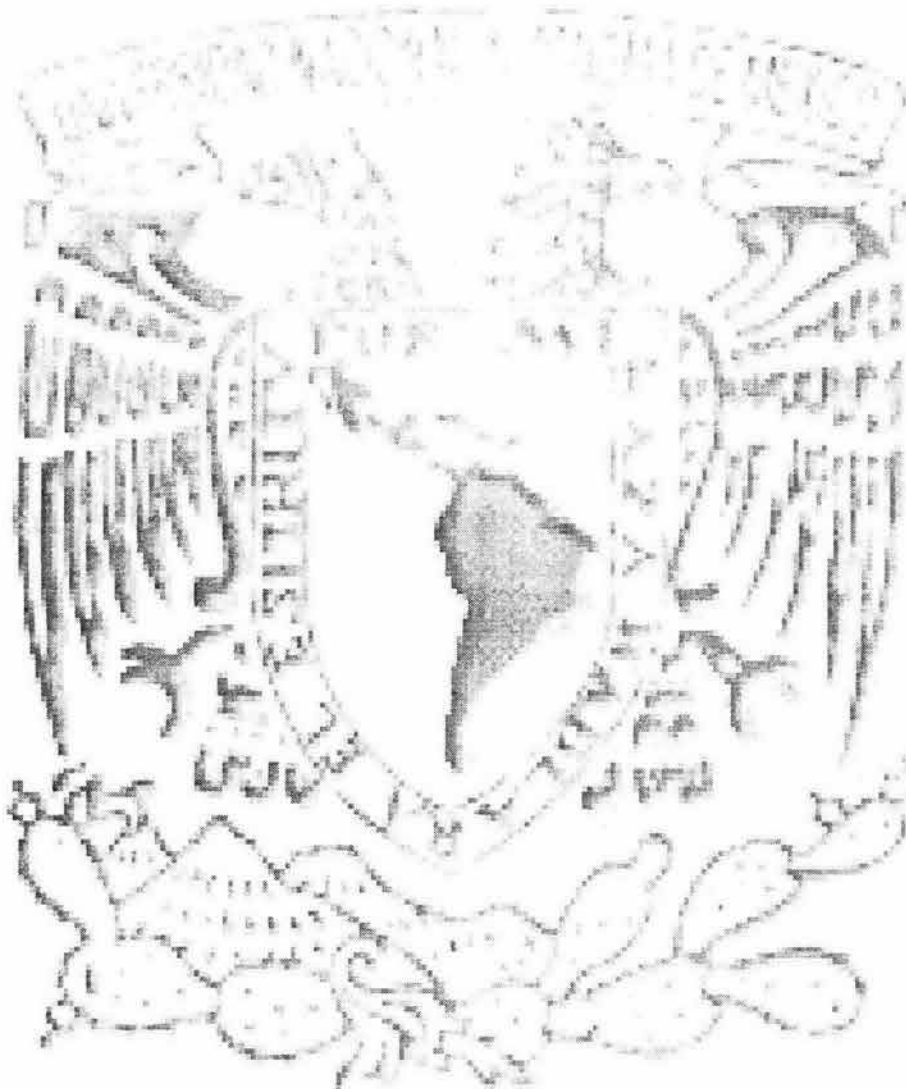
El combustible es almacenado en 7 tanques verticales de acero al carbón con distintas capacidades.

Tanque	Capacidad Lts. al 100 %	Capacidad max. por seguridad Lts.
2	2.000.000	1.700.000
3	2.000.000	1.700.000
4	2.000.000	1.700.000
5	2.000.000	1.700.000
6	2.000.000	1.700.000
7	2.000.000	1.700.000
8	12.000.000	10.000.000



CAPÍTULO II

LAS PRINCIPALES CORRIENTES DE LA CALIDAD



Antecedentes

El concepto de calidad es tan antiguo como la misma civilización, y se ve reflejado en todas las actividades realizadas por el hombre.

El control de calidad empieza con educación y termina de la misma manera, desde la directiva hasta los obreros, para lograr aprovechar lo mejor de cada individuo.

La mejora en forma continua en todas las actividades del quehacer del hombre en las obras de arquitectura, piezas de ingeniería, herramientas, armamentos, equipos de electrónica, electricidad e hidráulica, comunicaciones, entre otros, son algunos ejemplos del desarrollo existente en cuanto a calidad se refiere a partir de su invención para brindar al hombre mayor comodidad.

En los Estados Unidos de América (EUA) durante la Segunda Guerra Mundial, cuando los sistemas productivos resultaron inadecuados para cumplir las exigencias del estado de guerra y semiguerra, tuvieron que utilizar el control de calidad para poder producir artículos militares de bajo costo y en gran volumen.

En Inglaterra también se desarrolló el control de calidad muy pronto, haciéndose evidente su aplicación, en la adopción de las normas británicas 600 en 1935 basadas en el trabajo estadístico de E.S. Pearson.

Aunque el concepto de calidad ha sido retomado durante los últimos 50 años después de la Segunda Guerra Mundial, este ha venido evolucionando conservando la esencia de la mejora continua.

En la Segunda Guerra Mundial el concepto de calidad que se manejaba era cumplir con las especificaciones del producto, en la actualidad el concepto más moderno y vanguardista es el del Dr. Ginechi Taguchi, quien dice que calidad es la mínima pérdida impartida a la sociedad desde el momento en que el producto se embarca.

Para alcanzar el concepto de calidad descrito anteriormente el Dr. Taguchi ha desarrollado técnicas estadísticas que permiten idealizar problemas reales con planteamientos matemáticos.

El control de calidad no introduce calidad al producto, solo verifica que los estándares de pureza, uniformidad y desempeño establecidos por las especificaciones se satisfagan.

Sin embargo el concepto más común es la satisfacción total del cliente, para lo cual la empresa debe cumplir con tres requerimientos básicos que son:

Excelente calidad

Precio justo, y

Justo a tiempo (Just at Time).

Para alcanzar los tres requerimientos básicos anteriores se debe implantar un sistema de calidad que permita asegurar la calidad del producto, minimizando los costos de producción y mantenimiento, para poder realizar las entregas en tiempo solicitado.

Las empresas que se han preocupado en forma seria por actualizarse para cubrir los tres requerimientos son aquellas que mantienen altos índices de productividad, calidad y ventas, además, de que son capaces de competir a nivel mundial pues maneja conceptos de calidad total.

Las principales corrientes ideológicas de la calidad

Filosofía Deming

El Dr. Deming es considerado como precursor del nuevo concepto de filosofía de calidad de los últimos 50 años del siglo próximo pasado (XX) y comienzos del actual tomando como base estos conceptos, y otros autores han estructurado su propia filosofía.

El Dr. Deming (1900-1993) nacido el 4 de Octubre en Sioux (EUA), consiguió su doctorado en física matemática en 1928. Trabajó posteriormente en el US Government Service varios años.

Después de la guerra fue enviado al Japón como consejero del censo japonés.

Estuvo vinculado a la Unión de Científicos e Ingenieros Japoneses (JUSE). Los miembros del JUSE estaban fascinados con sus teorías y sus conocimientos por pensar que les ayudaría en sus esfuerzos de recuperación.

El 19 de Junio de 1950 ante un grupo de 500 personas realiza la primera de doce conferencias para trabajadores y gerentes con respecto al uso de gráficas de control y técnicas estadísticas, orientados al control de calidad.

En 1951 los japoneses para mostrar su aprecio establecen el premio Deming. El cual consta de una medalla de plata, que se otorga en dos categorías, a un individuo por sus conocimientos de teoría estadística y a una compañía por logros obtenidos en la aplicación estadística.

Dentro del círculo Deming se establece el siguiente planteamiento, cuando se mejora la calidad se logra que los costos disminuyan debido a menos reprocesos (menor número de errores), mejor utilización de las máquinas, del tiempo, de los materiales, menos demora y obstáculos.

Los catorce puntos de Deming

Los catorce puntos se consideran como los ingredientes que requieren las organizaciones para llevar a cabo una transformación total basada en una filosofía de mejora de la calidad

1. Crear consistencia de propósitos hacia las mejoras de los productos y servicios, con el objetivo de volverse competitivos y sostener el negocio creando empleos.
2. Adoptar una nueva filosofía (ya no necesitamos vivir con las excusas de retrasos, errores, materiales defectuosos y mano de obra deficiente).
3. Debe eliminarse la necesidad de inspecciones, incorporando la calidad al producto desde la primera operación.
4. El costo total debe reducirse al mínimo (cambie a un solo proveedor para un solo material, estableciendo una relación a largo plazo).
5. Mejore constantemente el sistema de producción y servicio para mejorar la calidad y la productividad.
6. Instituya métodos modernos de entrenamiento y capacitación al trabajo, incluyendo al nivel directivo.

7. Instituya liderazgo (el objetivo de la supervisión debe ser ayudar a las personas, las maquinas y los instrumentos a realizar un mejor trabajo).
8. Elimine el temor para que todos puedan trabajar de manera efectiva para la compañía.
9. Rompa las barreras entre los departamentos (el personal debe trabajar como equipo, para prevenir los problemas en la producción y en el uso del producto o servicio).
10. Elimine las frases, exhortaciones y los objetivos numéricos para la fuerza de trabajo, que demanda cero defectos y nuevos niveles de productividad, pues la mayoría de las causas de baja calidad y productividad recaen en el sistema y están fuera del alcance de la fuerza de trabajo.
11. Elimine los estándares de trabajo (cuotas) de la fábrica, sustituyéndolos por liderazgo.
12. Rompa las barreras que impiden al trabajador estar orgulloso de su trabajo.
13. Instituya un programa vigoroso de educación y auto desarrollo.
14. Promueva que todo el personal de la compañía este motivado para lograr esta transformación.

Para establecer estos puntos es necesario una política de calidad, asignar los recursos necesarios planificar y orientar el proyecto.

Filosofía de Juran

Juran ha contribuido tanto como Deming a la calidad, analiza la contribución de la calidad en reducción de costos y la mejora de estándares. Calidad es el conjunto de características de un producto que satisfacen las necesidades de los clientes y en consecuencia hacen satisfactorio el producto sin tener deficiencias, entiéndase esto también como la prestación de cualquier tipo de servicio.

Planificación de la calidad y el control de calidad

Donde la planificación de la calidad consiste en desarrollar los productos y procesos necesarios para satisfacer las necesidades de los clientes.

El primer paso para planear la calidad es identificar quienes son los clientes, porque esto representa la venta del producto.

Para identificar a los clientes hay que seguir el producto para ver sobre quienes repercute, situación decisiva para la venta de este.

Para comprender las necesidades de los clientes, se debe ir más allá de las necesidades manifestadas y descubrir las no manifestadas.

Las percepciones de los clientes pueden parecer irreales, pero para los clientes son una realidad y por lo tanto se tienen que tomar en serio.

La precisión en asuntos de calidad exige que se diga con números.

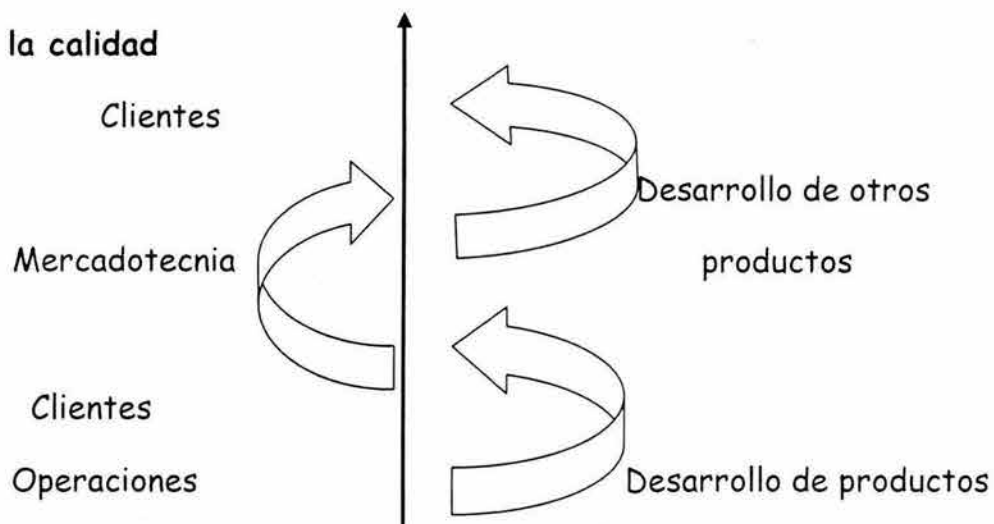
Antes de planificar el proceso, deben ser revisados los objetivos por las personas involucradas.

El objetivo óptimo de la calidad tiene que satisfacer las necesidades de los clientes y proveedores por igual.

La calidad de una empresa empieza por la planeación de la misma.

Muchas empresas tienen que hacer frente a graves pérdidas, desechos y deficiencias del proceso de planeación.

Espiral de la calidad



Filosofía de Crosby

La filosofía de Crosby se define como la administración de la calidad y el compromiso de mejorar, donde los cuatro principios absolutos para el mejoramiento de la calidad son:

A. -Cumplir con los requisitos.

Esta tiene como propósito analizar el trabajo como un proceso e identificar requisitos de los diferentes clientes, escuchando y preguntando. Estos pueden ser:

- Clientes.
- Organizaciones.
- Proveedores.
- Instituciones de Investigación tecnológicas.
- Gubernamentales.
- Mercado.
- Competencia.

B.-Prevención.

El propósito de aplicar la prevención es hacer que algo indeseable no ocurra y para alcanzar lo anterior se debe:

- Establecer políticas de mejora, y
- Desarrollar sistemas preventivos.

C. -Cero defectos.

Comprender el cero defectos como estándar de realización, no debiendo aceptar:

- Porcentajes aceptables de incumplimiento.
- Incumplimientos por actividad.
- Incumplimientos por periodo.

D. -Precio de incumplimiento.

Que tiene por objeto aprender a medir la calidad en función de lo que cuesta y para esto se cuentan con las siguientes técnicas:

-Partidas contables.

-Mano de obra asignada.

-Precio por defecto.

-Desviación de lo ideal.

Para ello se han establecido etapas en el proceso de mejoramiento de la calidad que son:

1. Compromiso en la dirección.
2. Equipos de mejoramiento de la calidad.
3. Medición de la calidad.
4. Evaluación del costo de la calidad.
5. Concientización de la calidad.
6. Equipos de acción correctiva.
7. Comités de acción.
8. Capacitación.
9. Día cero defecto.
10. Establecimiento de metas.
11. Eliminación de la causa de error.
12. Reconocimiento.
13. Consejo de calidad.
14. Repetir el proceso de mejoramiento de calidad.

Filosofía de Taguchi

Taguchi trabajo como director de la academia Japonesa de Calidad entre 1978-1982. Recibió los premios Deming de 1960 por sus contribuciones en el desarrollo de técnicas para la optimización industrial. Ha desarrollado métodos para el control de calidad en línea y fuera de línea, que constituyen la base de su enfoque al aseguramiento del control de calidad total.

Estas técnicas están planeadas para que los diseñadores e ingenieros optimicen las bases de productos más duraderos.

Taguchi define la calidad de un producto como el detrimento que dicho producto imparte a la sociedad desde el momento en que se despacha. El daño puede incluir cosas tales como quejas del cliente, costos adicionales de garantías, deterioro de la reputación de la compañía y pérdida de penetración de mercado.

Solo en la etapa de diseño de un producto podemos tomar medidas contra la variabilidad causada por agentes internos, externos y por imperfecciones de manufactura.

Filosofía de Ishikawa

Ishikawa esta considerado en el Japón como el principal precursor de la administración de la calidad total. Es muy admirado por las siguientes contribuciones:

Círculos de control de calidad (fue el primero en introducir este concepto y ponerlo en práctica con éxito); y fue el precursor de los diagramas de pescado o diagramas de Ishikawa, que se usan en todo el mundo en las mejoras continuas, para representar el análisis de causa efecto.

- 1) Para ello utilizo las técnicas estadísticas elementales que son:

Análisis de pareto

Diagrama causa efecto

Estratificación

Lista de comprobación (bitácora)

Histograma

Diagrama de dispersión

Controles de Shewart (grafica de CEP)

2) El método estadística intermedio que comprende:

Análisis teórico y de muestreo

Técnicas estadísticas de muestreo

Diversos métodos de estimación estadística y comprobación de hipótesis

Métodos basados en pruebas sensoras

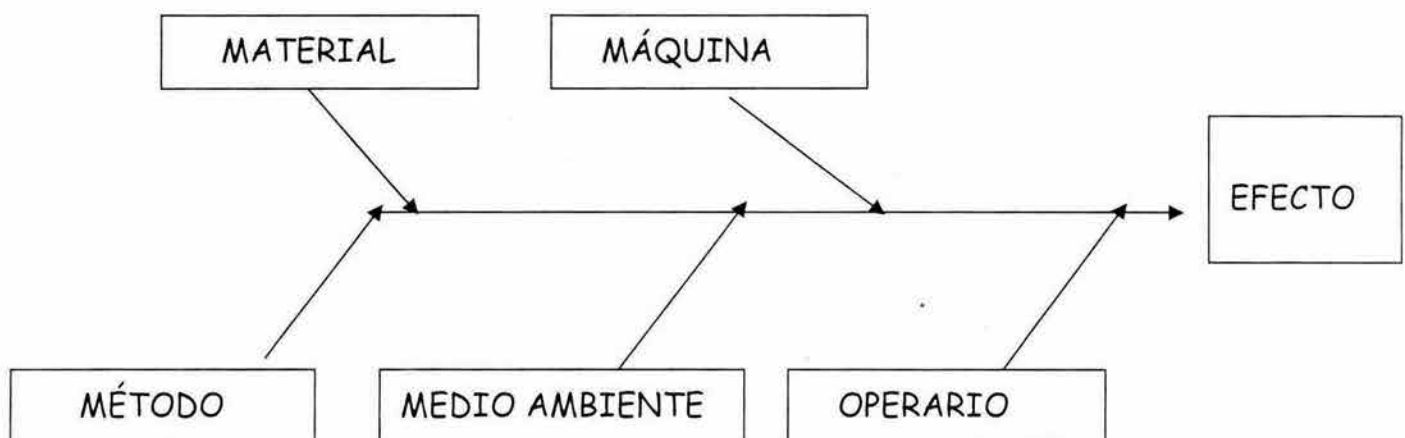
Método de diseño de experimentos

3) Métodos estadísticos avanzados

Análisis multivariado, y

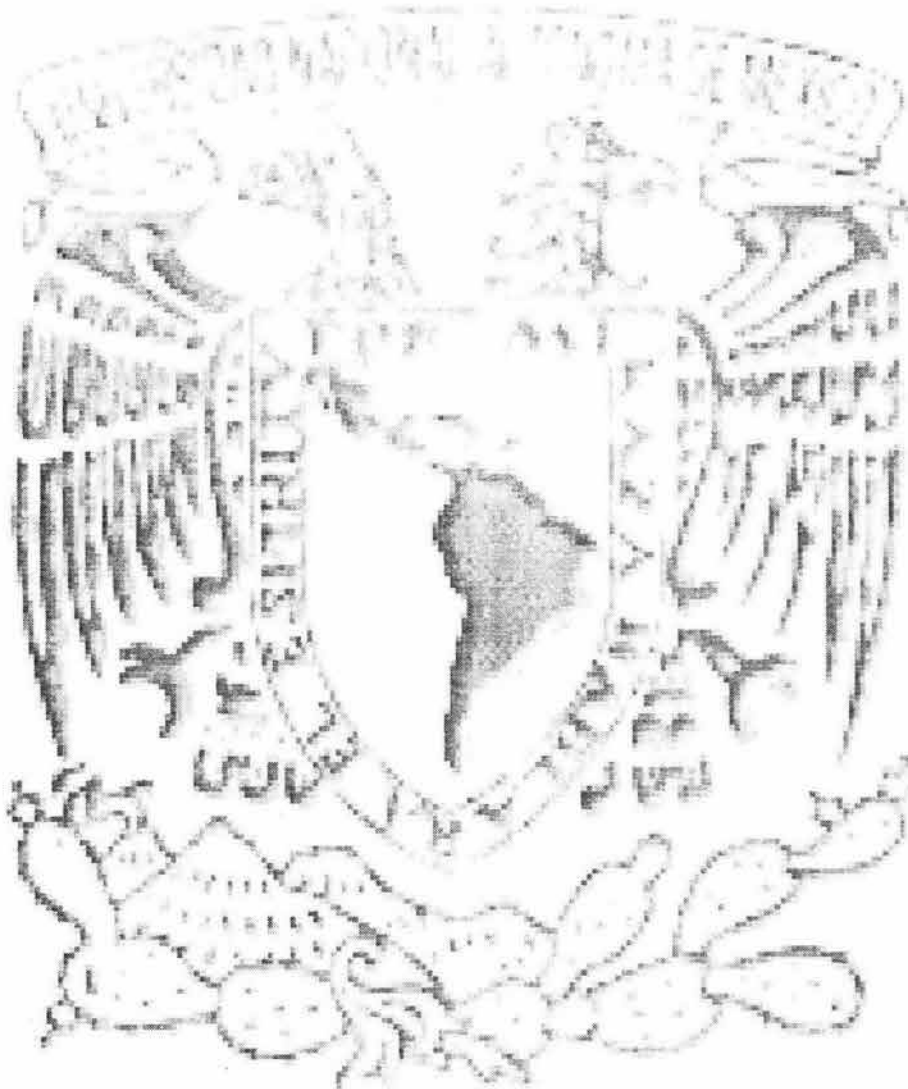
Métodos de investigación de operaciones

Diagrama causa efecto



CAPÍTULO III

CONTROL ESTADÍSTICO DEL PROCESO



Control estadístico del proceso

El Control Estadístico del Proceso (CEP), es un conjunto de procedimientos en base a técnicas estadísticas que se han utilizado por décadas en la industria.

En la Segunda Guerra Mundial, muchas compañías regulaban la calidad de sus productos por medio de estos procedimientos, pero la historia muestra que el uso generalizado del Control Estadístico del Proceso casi llegó a su fin en los años 50's o 60's del siglo XX, debido a que los negocios marchaban tan bien en todos los sectores de la economía desde que terminó la Guerra, hasta fines de los años 70's. Pocos gerentes sintieron la necesidad de usar cualquier técnica diseñada para mejorar la calidad, solo en caso de que existiera un problema serio los ingenieros de calidad contaban con técnicas estadísticas para solucionar el problema, pero una vez resuelto, los gerentes de producción desechaban dichas técnicas.

Entonces a principio de los 80's, del siglo pasado irrumpía en la escena industrial un serio problema. Muchas operaciones de manufactura salieron de los Estados Unidos de América (EUA) con el propósito de incrementar la productividad o de reducir costos, por lo que muchos productos dejaron de producirse en ese país.

Cuando los ejecutivos se dieron cuenta de este problema, se dispusieron a corregirlo. Muchos gerentes enviaron representantes al extranjero para descubrir por que la competencia los superaba en producción. Los informes recibidos no dieron una respuesta completa ni correcta.

Quienes visitaron plantas en el extranjero informaron que la competencia los superaba porque se trabajaba más por salarios menores, otros informaron que la competencia, especialmente la de Japón, utilizaba algo llamado "círculos de calidad" para lograr que el personal de producción se hicieran mas eficiente, fabricando mejores productos.

Visitantes a las plantas de producción japonesas observaron que los operarios de producción tomaban decisiones respecto a sus operaciones como una parte normal de sus labores diarias.

En cambio a los operarios de producción en EUA siempre se les enseñó a realizar sus actividades siguiendo instrucciones, sin tomar en cuenta los

resultados, en otras palabras, los operarios no eran responsables por el resultado de su trabajo mientras hubieran seguido las instrucciones.

Se considera en especial a los ingenieros, los responsables de la calidad del producto, en raras ocasiones se pedía a los operarios de producción y a los supervisores de línea que recopilaran información o que la registrasen en una gráfica de control; lo que en realidad sucedía si el producto no cumplía con las normas, era que la gerencia discutía la falta de cuidado de los operarios por la mala calidad del producto.

Hoy en día los gerentes de muchas compañías consideran que todos son responsables de mantener la calidad; los operarios en el área de producción son alentados a monitorear sus operaciones y tomar acciones correctivas cuando sea necesario, la gerencia por lo tanto se encarga de proporcionar la capacitación, las herramientas y el ambiente adecuado que ayude a los trabajadores a realizar mejor su trabajo.

Las labores del supervisor también están cambiando, este ya no es un policía que trata de sorprender al operario que fabrica productos defectuosos, sino que es alguien que está ahí para ayudarlo a impedir los defectos y a la vez, se espera que los operarios de producción sean responsables de sus operaciones.

Las herramientas de calidad son útiles no solo para controlar la calidad de productos y procesos, sino también para identificar las causas de problemas en el área de trabajo y resolverlos.

Conceptos estadísticos fundamentales

En muchos casos es necesario trabajar con experiencias o procesos que generan un número muy grande de datos o resultados numéricos, es decir, espacios muestrales con un número infinito o muy grande de elementos.

Cuando existe un conjunto muy grande de datos numéricos para analizar decimos se tiene un Universo o Población de observaciones. Cada dato numérico es un elemento de la población o universo. Una Muestra es un subconjunto pequeño de observaciones extraídas de un universo o población.

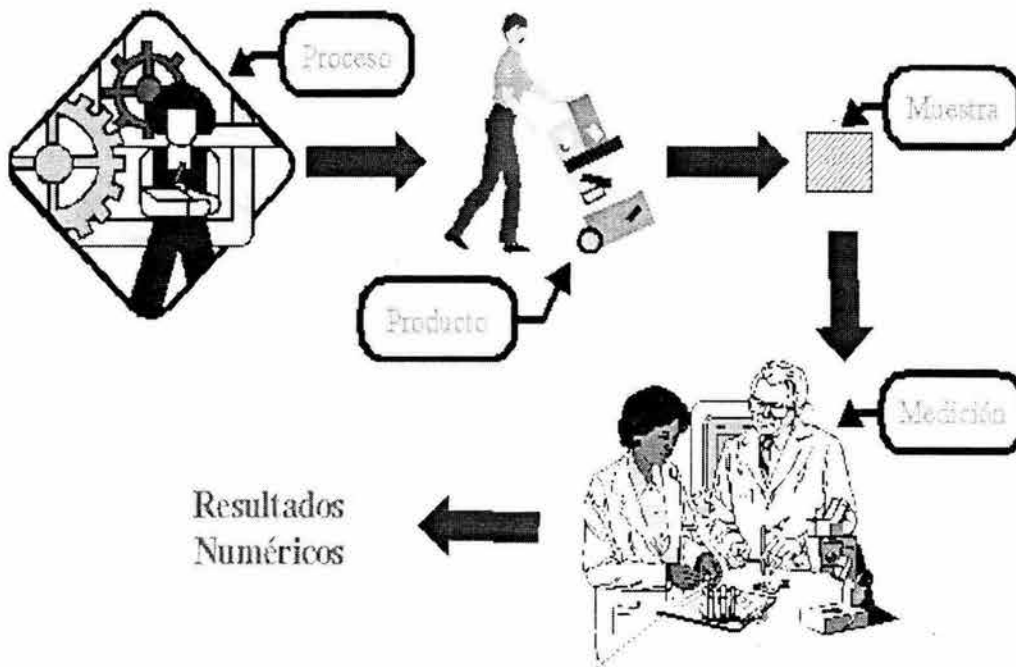
La Estadística trabaja con poblaciones de datos y con muestras extraídas de las mismas. Los conceptos de población y muestra a veces resultan ambiguos en su aplicación práctica pero cuando se habla en términos estadísticos, se hace referencia a poblaciones o universos de datos.

La población de datos

El análisis estadístico de una población o universo de datos tiene como objetivo final descubrir las características y propiedades de aquello que generó los datos.

Un ingeniero controla un proceso industrial, que genera a diario muchos lotes de un producto (población de lotes), para cada lote se mide una característica de calidad, obteniéndose una gran cantidad de resultados numéricos (población de datos).

El ingeniero realiza esta tarea no porque esté interesado en jugar con números, sino porque a través de los datos numéricos obtenidos se puede evaluar el comportamiento del proceso, que es lo que realmente le interesa.



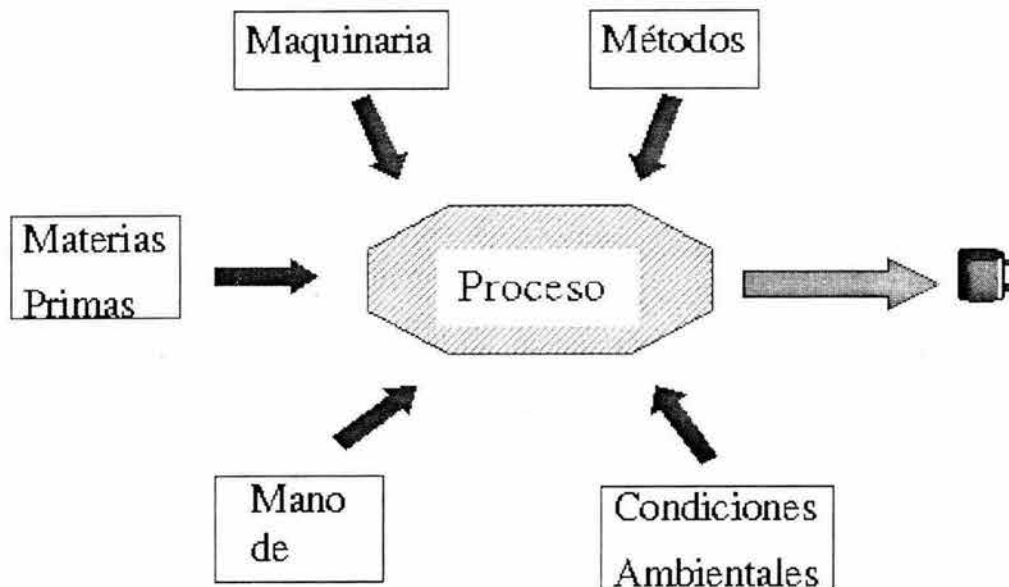
Gráficos de control

Los gráficos de control o cartas de control son una importante herramienta utilizada en Control de Estadístico del Proceso. Básicamente, una Carta de Control es un gráfico en el cual se representan los valores de algún tipo de medición realizada durante el funcionamiento de un proceso continuo, y que sirve para controlar dicho proceso. Se observa una línea quebrada irregular, que muestra las fluctuaciones o variantes.



Esta es la fluctuación esperada y natural del proceso. Los valores se mueven alrededor de un valor central (el promedio de los datos), la mayor parte del tiempo cerca del mismo. Pero en algún momento puede ocurrir que aparezca uno o más valores demasiado alejados del promedio y pudiendo distinguir si esto se produce por la fluctuación natural del proceso, o porque el mismo ya no está funcionando bien.

Esta es la respuesta que provee el Control Estadístico del Proceso, todo proceso de fabricación funciona bajo ciertas condiciones o variables que son establecidas por las personas que lo manejan para lograr una producción satisfactoria.



Cada uno de estos factores está sujeto a variaciones que realizan aportes significativos a la fluctuación de las características del producto, durante el proceso de fabricación.

Los responsables del funcionamiento del proceso de fabricación fijan los valores de algunas de estas variables, que se denominan variables controlables. Pero un proceso de fabricación es una suma compleja de eventos grandes y pequeños. Hay una gran cantidad de variables que sería imposible o muy difícil controlar y estas se denominan variables no controlables.

Los efectos que producen las variables no controlables son aleatorios. Además, la contribución de cada una de las variables no controlables a la variabilidad total es cuantitativamente pequeña. Son las variables no controlables las responsables de la variabilidad de las características de calidad del producto.

Los cambios en las variables controlables se denominan Causas Asignables de variación del proceso, porque es posible identificarlas.

Las fluctuaciones al azar de las variables no controlables se denominan Causas No Asignables de variación del proceso, porque no son posibles de ser identificadas.

Existen además Causas Asignables que son: causas que pueden ser identificadas y que conviene descubrir y eliminar, por ejemplo, una falla de la máquina por desgaste de una pieza, un cambio muy notorio en la calidad de la materia prima, etc.

Estas causas provocan que el proceso no funcione como se desea y por lo tanto es necesario eliminar la causa, y retornar el proceso a un funcionamiento correcto.

Asimismo existen Causas No Asignables; Son una multitud de causas no identificadas, ya sea por falta de medios técnicos o porque no es económico hacerlo, donde cada una de las cuales ejerce un pequeño efecto en la variación total. Son inherentes al proceso mismo y no pueden ser reducidas o eliminadas a menos que se modifique el proceso.

Cuando el proceso trabaja afectado solamente por un sistema constante de variables aleatorias no controlables (causas no asignables) se dice que está funcionando bajo Control Estadístico. Cuando, además de las causas no asignables, aparece una o varias causas asignables, se dice que el proceso está fuera de control.

El uso del Control Estadístico del Procesos lleva implícitas algunas hipótesis que se describen a continuación:

- 1) Una vez que el proceso está en funcionamiento bajo condiciones establecidas, se dice que la variabilidad de los resultados en la medición de una característica de calidad del producto se debe sólo a un sistema de causas aleatorias, que es inherente a cada proceso en particular.
- 2) El sistema de causas aleatorias que actúa sobre el proceso genera un universo hipotético de observaciones (mediciones) que tiene una Distribución Normal.
- 3) Cuando aparece alguna causa asignable provocando desviaciones adicionales en los resultados del proceso, se dice que el proceso está fuera de control.

La función del Control Estadístico de Procesos es comprobar en forma permanente si los resultados que van surgiendo de las mediciones están de acuerdo con las dos primeras hipótesis. Si aparecen uno o varios resultados que contradicen o se oponen a las mismas, es necesario detener el proceso,

encontrar las causas por las cuales el proceso se apartó de su funcionamiento habitual y corregirlas.

La producción y la estadística

Las mediciones estadísticas constituyen una herramienta muy importante para la calidad en los procesos de producción, porque permiten conocer las desviaciones en las especificaciones de los productos, ya que estos pueden ser fabricados con características que difieren de la norma establecida, o de los requerimientos y necesidades de los clientes; en peso, tamaño, volumen y demás especificaciones técnicas, físicas o de calidad.

En producción a estas diferencias se les denomina variaciones y puede tener como origen causas externas a la empresa, o bien, causas imputables a esta respecto a la producción y organización interna de su administración.

Para identificar estas variaciones el Control Estadístico tiene un papel importante. Para ejercer un control estadístico es imprescindible que se realicen pruebas de medición o chequeo de los productos, pruebas que deben realizar de manera sistemática mediante muestreos.

Dependiendo del producto, empresa, tiempo de fabricación de una unidad, calidad deseada, políticas de la empresa, necesidades del cliente, riesgos que pudieran generar al hombre o al ambiente los productos y procesos, etc., será la frecuencia con que deban llevarse a cabo estas pruebas. De tal manera que algunas empresas realizan estas pruebas cada 15 minutos. Otras las practican cada hora y unas más en intervalos de varios días.

Las mediciones de los intervalos pueden ser encargadas al operario de producción, en cuyo caso se le pide llevar un registro para hacer las anotaciones correspondientes. En otras ocasiones esta función corresponde a un jefe o supervisor, en otras más a personal especializado y puede llegar el caso que estas actividades sean realizadas por laboratorios especializados.

El equipo y herramientas de medición dependerá del tipo de producto, características de la materia prima que se utilice, o de la facilidad de revisión por el acabado del producto, ya que este puede estar cerrado o tener diversidad de partes ocultas que limiten su prueba.

Algunos productos pueden permitir que se realicen las pruebas durante las diferentes etapas de su proceso de fabricación.

Herramientas estadísticas

La estadística contribuye con una diversidad de herramientas, técnicas y métodos a mejorar la calidad de la producción de las empresas, entre otras:

- Graficas de control y tiempo.
- Diagramas de pareto, de árbol, de dispersión, de flujo, de causa-efecto, etcétera.
- Histogramas
- Estratificaciones.
-

Ishikawa desde la época en que Japón se levantó de la Segunda Guerra Mundial, estableció ocho herramientas para aplicar a los problemas y mejorar la producción:

1. Tempestad de ideas
2. Listas de comprobación
3. Diagramas de pareto
4. Diagrama causa-efecto
5. Histograma
6. Diagrama de dispersión, y
7. Grafica de Control estratificación.

Por lo que la estadística es la ciencia que se ocupa de obtener, clasificar, analizar, evaluar y presentar los datos, mediante generalizaciones y cálculos, para la toma de decisiones. También es una herramienta valiosa para mejorar la calidad de los procesos de la empresa, desde compras, producción, almacenamiento, hasta la distribución y venta de sus productos y servicios.

La mejora de la calidad se debe hacer con base en la medición, análisis y diagnostico continuo y no solo en atención a una sola medición.

Las mediciones se realizan sobre pequeñas muestras, pero suficientes para que sean representativas de la totalidad llamada universo. Donde un modelo de registro de mediciones puede ser el que se representa a continuación, que muestra como ejemplo, 30 muestras con una especificación de 0.450 ± 0.425 (columnas A C) y el promedio o media de las muestras.

-Registro

Producto:

Fecha(s):

Intervalo de pruebas:

Tolerancia de 0.450 ± 0.425

Muestra	A	B	C	PROMEDIO
1	0.427	0.454	0.449	0.443
2	0.432	0.439	0.441	0.437
3	0.456	0.436	0.458	0.450
4	0.427	0.461	0.439	0.442
5	0.442	0.426	0.469	0.446
6	0.437	0.487	0.437	0.454
7	0.429	0.428	0.461	0.439
8	0.451	0.432	0.442	0.442
9	0.444	0.454	0.438	0.445
10	0.443	0.451	0.459	0.448

De todos los datos que figuran en el modelo de registro, se desprende una distribución de frecuencias que se mencionan a continuación:

De 0.421 a 0.430 = 5 casos
 De 0.431 a 0.440 = 9 casos
 De 0.441 a 0.450 = 5 casos
 De 0.451 a 0.460 = 7 casos
 De 0.461 a 0.470 = 3 casos
 De 0.471 a 0.480 = 0 casos
 De 0.481 a 0.490 = 1 casos

-Proceso de análisis estadístico

Las etapas del proceso de análisis estadístico que usualmente se presentan se pueden resumir de la siguiente manera:

- Recolectar los registros e información
- Calcular las estadísticas
- Elaborar gráficas estadísticas
- Analizar e interpretar las gráficas y resultados
- Identificar las causas de las variaciones
- Tomar decisiones preventivas o correctivas

Ejemplo

Registro de mediciones de un cierto producto que tiene las siguientes bases:

Producto: ACM-15

Fecha(s): 7-Ago-2003

Intervalo de prueba: cada 4 hrs.

Tolerancia: 150 ± 20

Muestras	A	B	C	D	E	F	G	Promedio
1	160	149	138	162	159	147	133	150
2	171	161	152	141	166	164	149	158
3	146	153	169	156	144	131	162	152
Sumas	477	463	459	459	469	442	444	
Promedio	159	154	153	153	156	147	148	153
Rango	25	12	31	21	22	33	29	25

La tolerancia es de 150 ± 20 , se aceptan productos con no menos de 130 y no mas de 170 que son desviaciones significativas y que se consideran producción con falla. En este caso, queda excluido el producto de la prueba A-2 con 171.

Calculo de estadísticas. El promedio de "A" se determina mediante la siguiente

$$\bar{X} = \frac{\sum X_i}{N} = \frac{160+171+146}{3} = \frac{477}{3} = 159$$

De la misma manera se calculan el rango de la muestra "A" medición mayor menos medición menor.

$$171 - 146 = 25$$

La media general de los promedios: 153

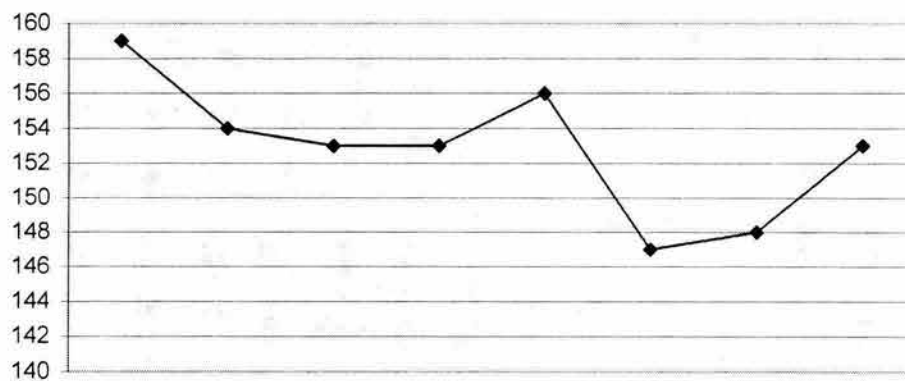
La media de los rango: 25

Gráficas estadísticas

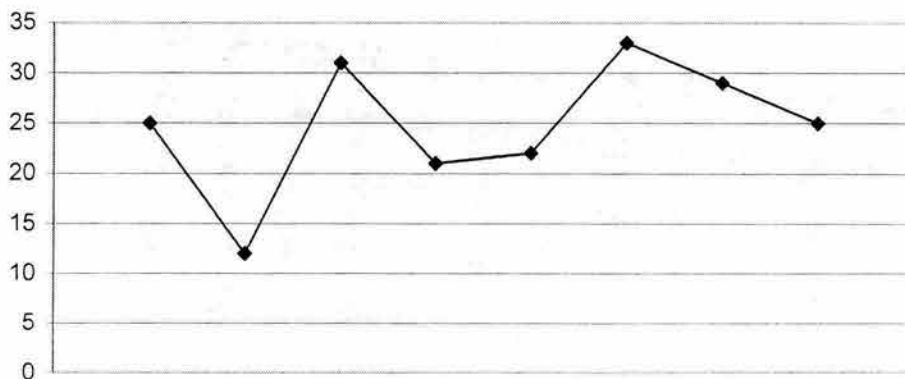
Se elaboran las gráficas de las mediciones:

Muestras	A	B	C	D	E	F	G	Promedio
1	160	149	138	162	159	147	133	150
2	171	161	152	141	166	164	149	158
3	146	153	169	156	144	131	162	152
Sumas	477	463	459	459	469	442	444	
Promedio	159	154	153	153	156	147	148	153
Rango	25	12	31	21	22	33	29	25

PROMEDIOS



RANGOS



Del análisis se pueden presentar los dos grandes grupos de situaciones:

1. Puntos en una gráfica estadística cuyas mediciones se encuentran bajo control, es decir que los puntos fluctúan entre los límites \pm establecidos, y
2. Puntos en una gráfica estadística cuyas puntos fluctúan más allá de los límites de control establecidos, por caso:
 - * Uno o muchos puntos mas allá de los límites de tolerancia.
 - * Varios puntos que semejan patrones de conducta como ciclos.
 - * Varios puntos que evidencian tendencias a mejorar o a desviarse de los parámetros establecidos.
 - * Varios puntos que se encuentran en línea de control o en los límites de esta o fuera de dicha línea.
 - * Puntos que muestran una evidente irregularidad.

Causas de variaciones

Permite interpretar que el trabajo se esta realizando con normalidad dentro de los límites de control establecidos, o bien que existen ciertas variaciones que exigen investigación de las causas para adoptar decisiones de medidas de prevención o corrección.

Las causas que se presentan en las gráficas son de diversa índole, de manera general pueden ser las siguientes:

Cálculos equivocados del procedimiento estadístico.

Fallas de energía eléctrica.

Fallas de los operadores.

Fallas de supervisión.

Fallas de la maquinaria.

Fallas de la herramienta de trabajo.

Fallas de planeación de la producción.

Fallas de ineficiencia en el mantenimiento.

Fallas por insuficiencia en las especificaciones de la materia prima y materiales.

Personal nuevo o en entrenamiento o sin la debida capacitación.

Cambios de sistemas, procedimientos, maquinaria, etc.

Fatiga de los trabajadores o equipos.

Cambio de turnos.

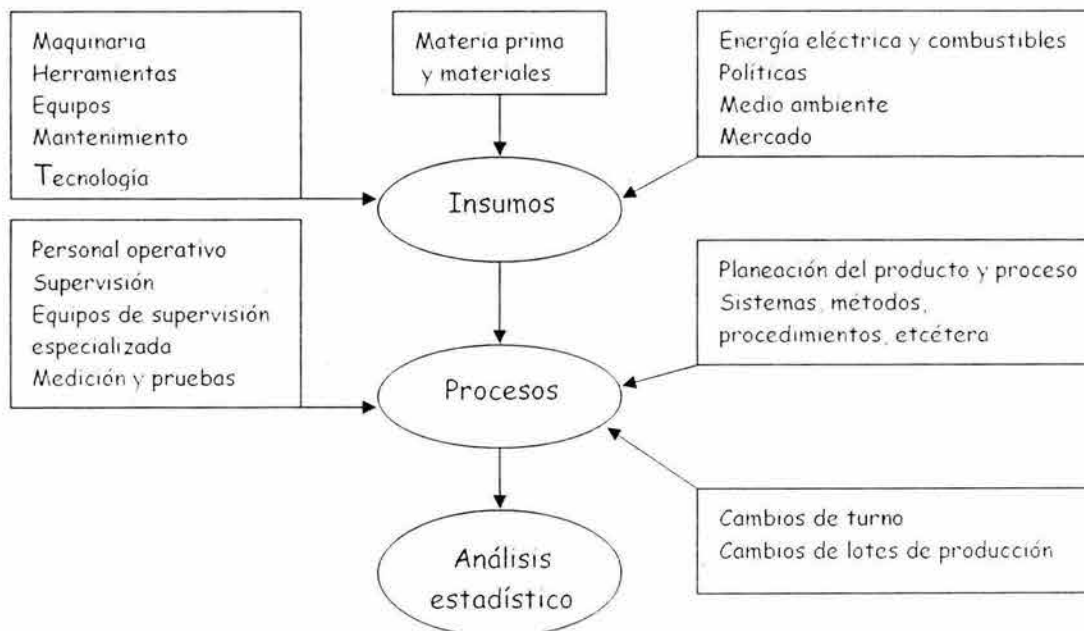
Cambios de producción de un lote de producción a otro.

Se puede apreciar que gran parte de las causas son atribuibles a los operarios o, por lo menos, que estos podrían darse cuenta a tiempo y corregir oportunamente, para lo cual es necesario que los trabajadores adquieran la capacitación necesaria.

En producción se distinguen dos fuentes de variación:

1. Causas comunes de variación. Se afirma que un proceso de producción está bajo control porque las variaciones son normales y esperadas, además de ser previsibles dentro de ciertos límites. Las causas comunes representan aproximadamente el 80% de las variaciones en la producción.
2. Causa especiales de variación. Generalmente se originan en fuentes externas a los procesos de producción, como: material defectuoso, desgaste de la herramientas, calibración inadecuada de los equipos, etcétera. Las causas especiales representan el 20% de las variaciones de la producción.

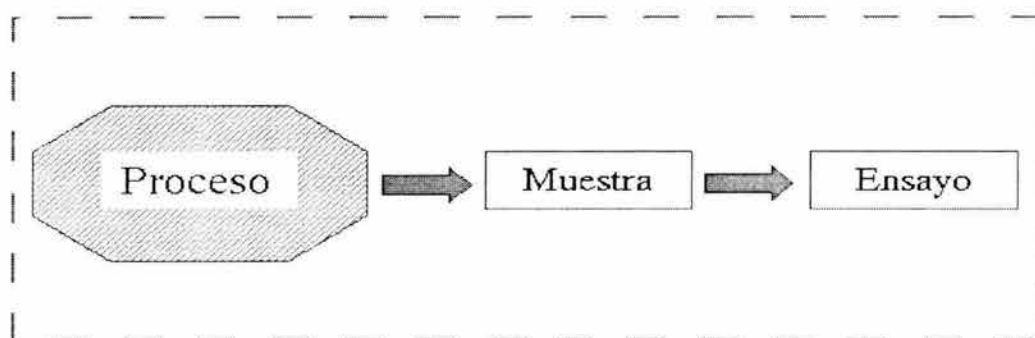
En una visión general de las causas que afectan y son las que originan las fallas en la producción, veamos el siguiente esquema:



Capacidad del proceso

Un proceso de fabricación es un conjunto de equipos, materiales, personas y métodos de trabajo que genera un producto fabricado.

Para analizar el comportamiento del proceso, se toman muestras de producto fabricado y se realizan ensayos para determinar el valor de una característica de calidad seleccionada previamente, desde el punto de vista del Control Estadístico del Proceso, es conveniente incluir la etapa de muestreo y ensayo dentro del proceso mismo.



Cualquier modificación en las condiciones del proceso (modificación en el equipo, cambio de materias primas, etc.) conceptualmente debe considerarse como que se trata de otro proceso, diferente del anterior.

El primer paso para aplicar una técnica estadística es definir la característica de calidad que se va a medir en el producto fabricado, desde el punto de vista estadístico, esta característica de calidad constituye una variable aleatoria, porque aún después de realizar una serie de mediciones, el valor que se obtendría en la siguiente medición no puede predecirse por cálculo.

El conjunto de todos los resultados de mediciones que pueden obtenerse es la población o universo, cualquier subconjunto de mediciones extraído del universo constituye una muestra.

Con respecto al concepto de universo o población, cuando se aplica a resultados de mediciones en un proceso, es necesario puntualizar lo siguiente: La población o universo de resultados es el conjunto de datos que se obtuvieron hasta ese momento más aquellos que se obtendrían si el proceso continuara funcionando siempre bajo las mismas condiciones, esto se

conoce como Universo hipotético de mediciones de la característica de calidad.

Antes de aplicar cualquier técnica estadística, es necesario establecer algunas hipótesis bajo las cuales se va a desarrollar el análisis.

En primer lugar, se establece que la característica de calidad (variable aleatoria) es continua y de distribución normal.

En segundo lugar, se considera que el proceso está bajo control estadístico, es decir que la variabilidad se debe solamente a un sistema constante de causas aleatorias (no intervienen causas asignables).

Al realizar una serie de mediciones de la característica de calidad sobre muestras del producto fabricado, se encuentra que los valores fluctúan alrededor de un valor central, a esta se le llama fluctuación natural y esperable del proceso.

Esta variación de la característica de calidad medida se debe a un conjunto muy grande de causas que afectan el proceso, cuyo efecto individual es pequeño y que actúan en forma aleatoria (sistema constante de causas aleatorias).

La fluctuación natural del proceso es inherente al mismo y no puede eliminarse, sólo puede reducirse realizando modificaciones al proceso mismo, lo cual significa, como ya se ha dicho, trabajar con otro proceso. La fluctuación natural de un proceso puede cuantificarse a través de la desviación standard del mismo, con la cual podemos calcular Límites de Tolerancia Natural del proceso, se debe insistir en que estos límites no pueden fijarse voluntariamente, dependen del proceso y de las variables no controlables del mismo y, que generalmente se toma un rango para la fluctuación natural de 6 sigmas.

Los Límites de Especificación de un producto son fijados voluntariamente por el cliente, por el fabricante o por alguna norma, estos límites constituyen un requisito a cumplir por el producto y no deben confundirse en ningún caso con los Límites de Control o con los Límites de Tolerancia Natural del proceso.

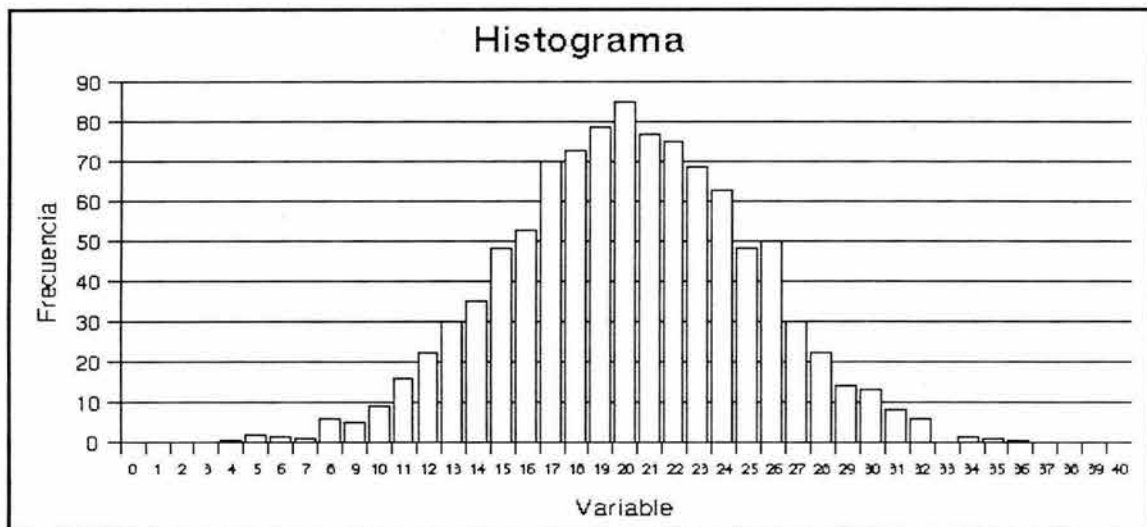
La Capacidad de un proceso es la aptitud para generar un producto que cumpla con determinadas especificaciones, en el mejor de los casos, es

conveniente que los Límites de Tolerancia Natural del proceso se encuentren dentro de los Límites de Especificación del producto.

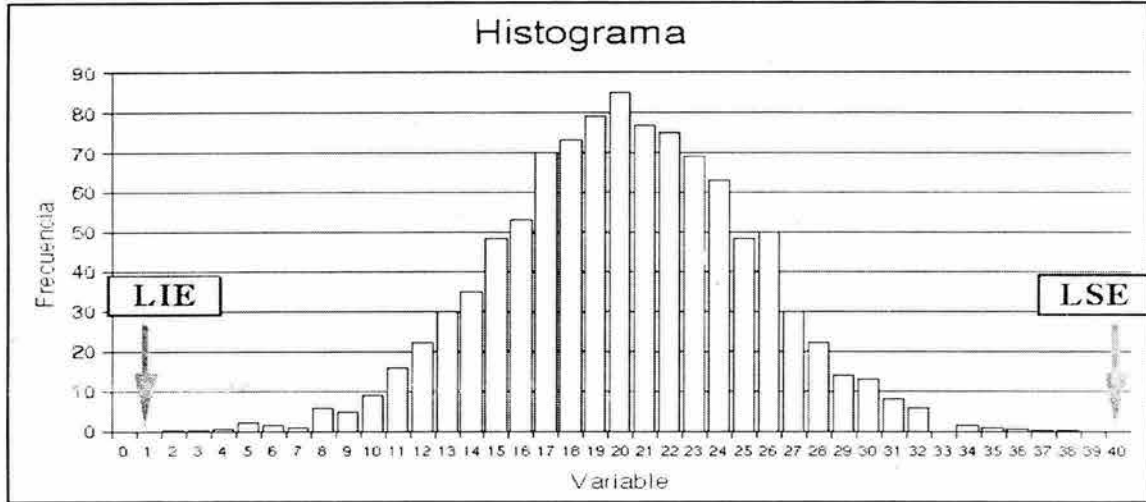
Esta es la manera de asegurar que toda la producción cumplirá con las especificaciones.

Para analizar la capacidad del proceso se puede utilizar un histograma de frecuencias.

Si se dispusiera de todos los datos del universo para la característica de calidad medida y se hiciera un histograma este permitiría tener una idea exacta de la fluctuación natural del proceso. Como esto es imposible, es necesario tomar un cierto número de mediciones y efectuar con ellas un histograma de frecuencias.



Este es el histograma de una muestra y por lo tanto es sólo una estimación del verdadero histograma del universo. Si se representa en las abscisas los Límites de Especificación del producto, puede ver gráficamente si el proceso tiene aptitud (Capacidad) para fabricar dicho producto.



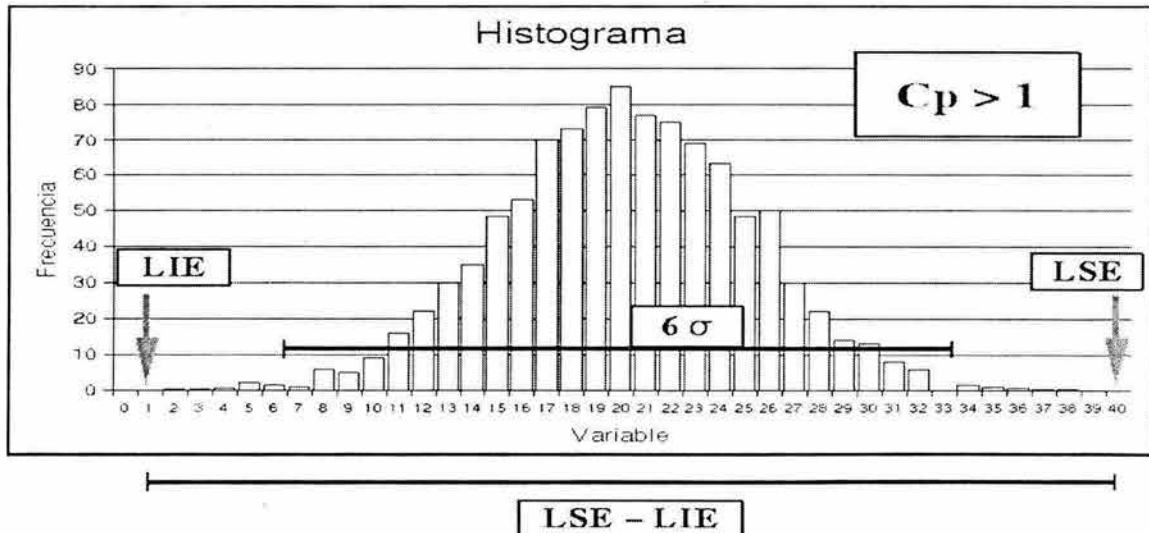
Para cuantificar la Capacidad de Proceso se utilizan coeficientes que permiten comparar el rango de especificaciones con la fluctuación natural del proceso. Uno de ellos es Cp:

$$Cp = \frac{(LSE - LIE)}{6 * \sigma}$$

Donde: LSE es el Límite Superior de Especificación y

LIE es el Límite Inferior de Especificación

Si el proceso tiene capacidad para fabricar el producto, entonces $Cp > 1$. En general se exige $Cp > 1.30$ para mayor seguridad.

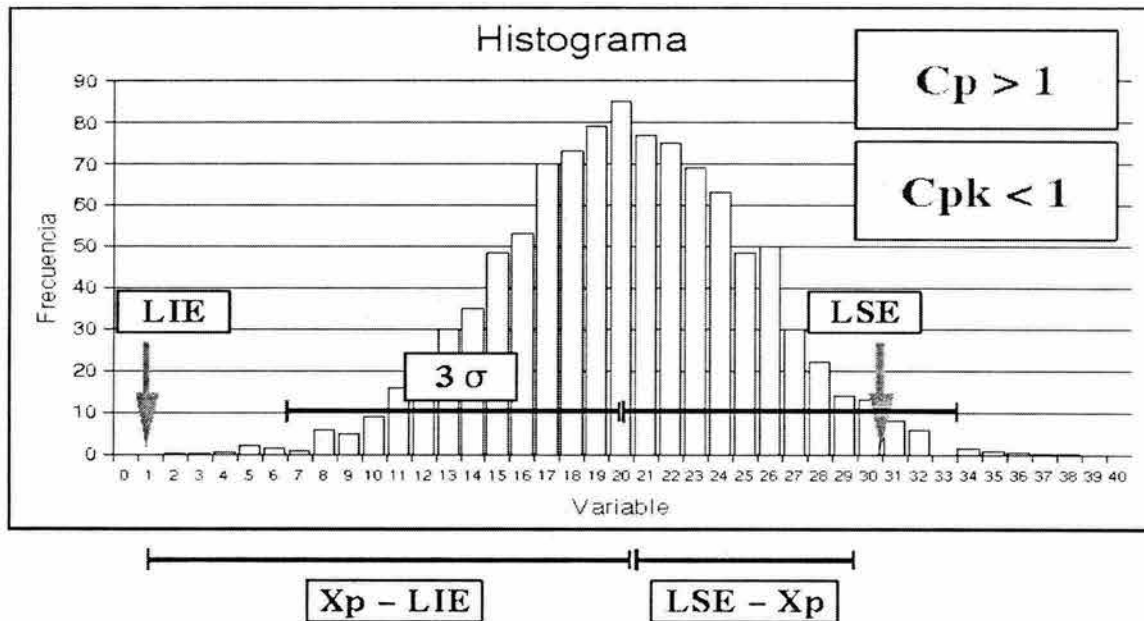


Este coeficiente tiene el inconveniente de que para poder aplicarlo el centro de gravedad del rango de especificaciones debe coincidir con la tendencia central de las mediciones del proceso. Cuando esto no ocurre se emplea el C_{pk} :

$$C_{pk} = \frac{\Delta}{3 * \sigma}$$

Donde:

$$\Delta = \text{Mínimo entre } [LSE - \bar{X}] \text{ y } [\bar{X} - LIE]$$



En el gráfico se observa que una buena parte del producto está por encima del Límite Superior de Especificación (LSE). Aún así resulta $C_p > 1$, indicando erróneamente que el proceso tiene capacidad suficiente. En este caso se debe usar el segundo coeficiente que muestra claramente que el proceso no tiene capacidad suficiente ($C_{pk} < 1$), tal como se puede observar en el gráfico.

El uso de un histograma para analizar la capacidad de un proceso tiene la ventaja de que se puede apreciar la forma de la distribución, con lo cual se puede confirmar o rechazar la hipótesis de que la misma es normal, pero el problema es que no se puede detectar la presencia de patrones no aleatorios,

con lo cual no es posible confirmar o rechazar la hipótesis de que el proceso está bajo Control Estadístico, si el proceso no está bajo control estadístico los resultados del análisis de la capacidad de proceso no serán válidos y pueden llevar a conclusiones equivocadas.

Otra manera de analizar la capacidad de un proceso es por medio de los gráficos de control. La implementación de gráficos de control exige necesariamente colocar al proceso bajo Control Estadístico. En consecuencia, se puede utilizar la desviación standard utilizada para calcular los Límites de Control para calcular los coeficientes de capacidad de proceso C_p o C_{pk} .

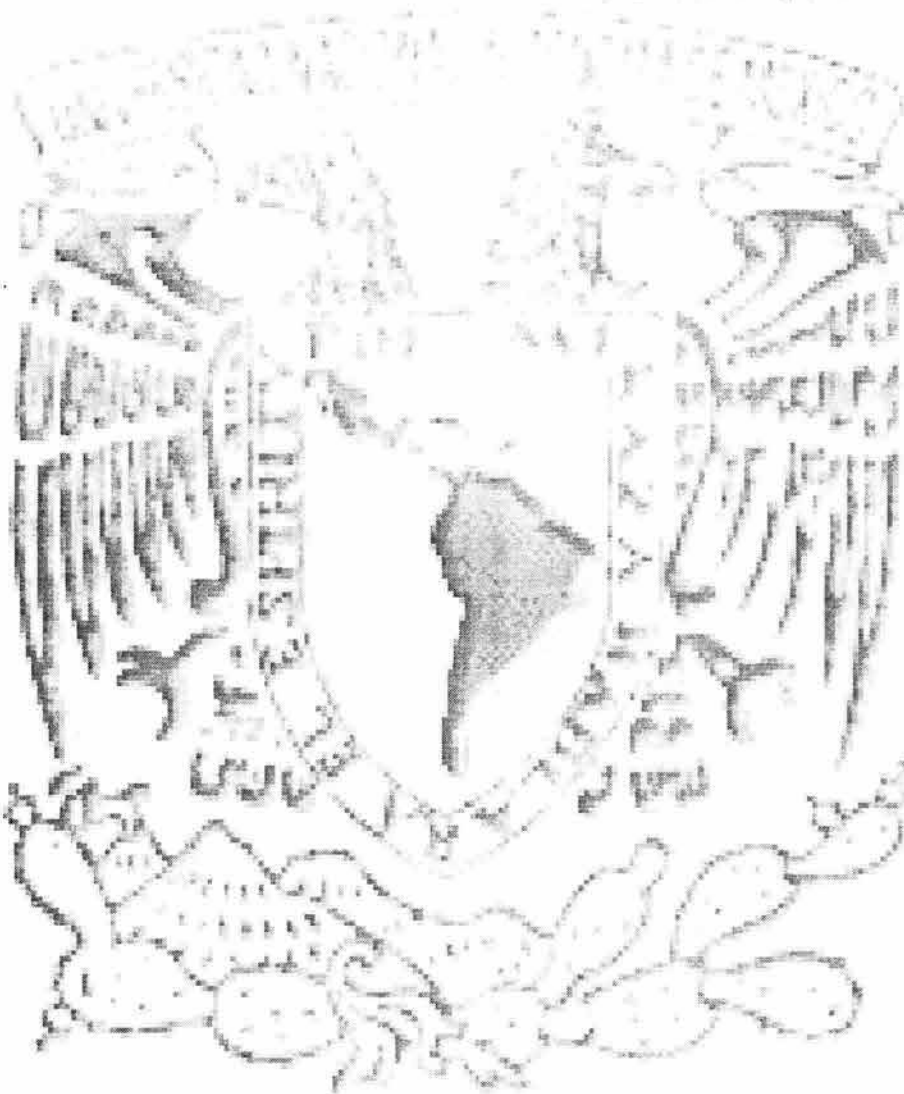
Si este es el caso, se debe hacer una aclaración muy importante. Cuando se utilizan gráficos X-R, en el gráfico de X se representan los promedios de subgrupos, es decir, promedios muestrales. No se debe confundir la desviación standard del proceso con la desviación standard de los promedios muestrales. Si la desviación standard del proceso es S y cada subgrupo tiene n mediciones, la desviación standard entre subgrupos es:

$$\sigma_{\bar{x}} = \frac{\sigma}{n}$$

Si se utiliza por error la desviación standard entre subgrupos para calcular los coeficientes de capacidad del proceso, se obtendrán valores más altos que los que corresponden a la verdadera capacidad del proceso.

CAPÍTULO IV

ORGANIZACIÓN



Organización

Por organizar se entiende el establecimiento o reformar de algo, sujeto a reglas en números, orden, armonía y dependencia de sus partes. Las organizaciones son entes complejos que requieren un ordenamiento jerárquico que especifique la función que cada uno debe ejecutar en la empresa.

Por ello la funcionalidad de ésta, recae en la buena estructuración del organigrama, el cual indica la línea de autoridad y responsabilidad, así como también los canales de comunicación y supervisión que acoplan las diversas partes de un componente organizacional.

A fin de concluir con la definición más propia se analizan las definiciones de los autores mas prestigiados, así como de los más recientes.

Benjamín Franklin. Un organigrama es la representación gráfica de la estructura orgánica de una institución o de una de sus áreas o unidades administrativas, en las que se muestran las relaciones que guardan entre sí los órganos que la componen.

Guillermo Gómez Ceja. Es la gráfica que muestra la estructura orgánica interna de la organización formal de una empresa, sus relaciones, sus niveles de jerarquía, y las principales funciones que desarrollan.

Kast, Freemont y James E. Rosenzweig. Una manera característica de describir la estructura es por medio del organigrama impreso, en el que se especifican las redes de autoridad y comunicación formal de la organización, a menudo, el organigrama es un modelo simplificado de la estructura, no es una representación exacta de la realidad y por lo tanto tiene limitaciones, muestra sólo algunas relaciones aun en el nivel de la organización formal, y ninguna en la organización informal.

Harold Koontz. Toda estructura organizacional, incluso una deficiente, se puede representar en forma gráfica puesto que un diagrama simplemente señala las relaciones entre los departamentos a lo largo de las líneas principales de autoridad.

Galindo Munch y García Martínez. Los organigramas son representaciones gráficas de la estructura formal de una organización, que muestran las

interrelaciones, las funciones, los niveles jerárquicos, las obligaciones y la autoridad, existentes dentro de ella.

Agustín Reyes Ponce. Los sistemas de organización se representan en forma intuitiva y con objetividad en los llamados organigramas, conocidos también como Cartas o Gráficas de Organización.

Los organigramas

El organigrama consiste en hojas o cartulinas en las que se muestran gráficamente las funciones, departamentos o posiciones de la organización y cómo están relacionados, mostrando el nombre del puesto y en ocasiones de quien lo ocupa. Las unidades individuales suelen aparecer dentro de casillas que están conectadas unas a otras mediante líneas llenas, las cuales indican la cadena de mando y los canales oficiales de comunicación.

El organigrama puede describirse como un instrumento utilizado por las ciencias administrativas para los análisis teóricos y la acción práctica.

Sobre del concepto, existen diferentes opiniones, pero todas muy coincidentes. Al analizar estas definiciones se observa que cada una de ellas conserva la esencia del mismo, y únicamente se diferencian en su forma y especificación.

Según el concepto de organigrama, este muestra:

Un elemento (figuras)

La estructura de la organización

Los aspectos más importantes de la organización

Las funciones

Las relaciones entre las unidades estructurales

Los puestos de mayor y aun los de menor importancia

Las comunicaciones y sus vías

Las vías de supervisión

Los niveles y los estratos jerárquicos

Los niveles de autoridad y su relatividad dentro de la organización

El organigrama tiene alcances mayores y otros propósitos, por ejemplo, para relaciones públicas, para formación de personal, fiscalización e inspección de la organización, evaluación de la estructura, reorganización, evaluación de cargos, entre otros.

Finalidad del organigrama

Un organigrama posee diversas funciones y finalidades.

1. Representa las diferentes unidades que constituyen la compañía con sus respectivos niveles jerárquicos.
2. Refleja los diversos tipos de trabajo, especializados o no, que se realizan en la empresa debidamente asignados por área de responsabilidad o función.
3. Muestra una representación de la división de trabajo, indicando:
 - a. Los cargos existentes en la compañía.
 - b. Como estos cargos se agrupan en unidades administrativas.
 - c. Como la autoridad se le asigna a los mismos.

Funciones del organigrama

- Para la ciencia de la administración:

Sirve de asistencia y orientación de todas las unidades administrativas de la empresa al reflejar la estructura organizativa y sus características gráficas y actualizaciones.

- Para el área de organización y sistema:

Sirve para reflejar la estructura así como velar por su permanente revisión y actualización (en las empresas pequeñas y medianas, generalmente la unidad de personal asume esta función), la cual se da a conocer a toda la compañía a través de los manuales de organización.

- Para el área de administración de personal:

El analista de personal requiere de este instrumento para los estudios de descripción y análisis de cargos, los planes de administración de sueldos y salarios y en general como elemento de apoyo para la implementación, seguimiento y actualización de todos los sistemas de personal.

Y en forma general sirve para:

- Descubrir y eliminar defectos o fallas de organización.
- Comunicar la estructura organizativa.
- Reflejar los cambios organizativos.

Ventajas del organigrama

El uso de los organigramas ofrece varias ventajas precisas entre las que sobresalen las siguientes:

- Obliga a sus autores aclarar sus ideas (Leener, 1959)
- Puede apreciarse a simple vista la estructura general y las relaciones de trabajo en la compañía, mejor de lo que podría hacerse por medio de una larga descripción (Leener op. cit)
- Muestra quién depende de quién (Leener op. cit)
- Indica alguna de las peculiaridades importantes de la estructura de una compañía, sus puntos fuertes y débiles (Leener op. cit)
- Sirve como historia de los cambios, instrumentos de enseñanza y medio de información al público acerca de las relaciones de trabajo de la compañía (Leener op. cit)
- Son apropiados para lograr que los principios de la organización operen (Melinkoff, 1990)
- Indica a los administradores y al personal nuevo la forma como se integran a la organización (Melinkoff op. cit)

Desventajas del organigrama

No obstante las múltiples ventajas que ofrece el uso de los organigramas, al usarlos no se deben pasar por alto sus principales defectos que son:

- Ellos muestran solamente las relaciones formales de autoridad dejando por fuera muchas relaciones informales significativas y las relaciones de información.
- No señalan el grado de autoridad disponible a distintos niveles, aunque sería posible construirlo con líneas de diferentes intensidades para

indicar diferentes grados de autoridad, ésta en realidad no se puede someter a esta forma de medición. Además si se dibujaran las distintas líneas indicativas de relaciones informales y de canales de información, el organigrama se haría tan complejo que perdería su utilidad.

- Con frecuencia indican la organización tal como debería ser o como era, más bien como es en realidad. Algunos administradores descuidan actualizarlos, olvidando que la organización es dinámica y permiten que los organigramas se vuelvan obsoletos.
- Puede ocasionar que el personal confunda las relaciones de autoridad con el status.

Contenido del organigrama

Un organigrama puede contener diversos datos, estos son sus principales contenidos:

1. Títulos de descripción condensada de las actividades. Esto incluye generalmente el nombre de la compañía y la actividad que se defina.
2. Nombre del funcionario que formuló las cartas.
3. Fecha de formulación.
4. Aprobación (del presidente, vicepresidente ejecutivo, consejo de organización, etc.).
5. Leyenda (explicación de líneas y símbolos especiales)

Criterios fundamentales para su preparación:

Los organigramas deben ser muy claros; se recomienda que no contengan un número excesivo de cuadros y puestos; no deben comprender ordinariamente a los trabajadores o empleados, lo más frecuente es hacerlos del Director o Gerente General y terminarlos con los jefes o supervisores del último nivel.

Los organigramas deben contener nombres de funciones y no de personas; cuando se desea que estos últimos figuren, conviene colocar dentro del mismo cuadro, con una letra mayor el nombre del puesto y con letra menor el nombre de la persona que lo ocupe.

Los organigramas no pueden representar un número muy grande de elementos de organización, los colores, líneas gruesas, etc., los hace confusos.

El organigrama debe contener principalmente los siguientes datos:

1. Títulos de descripción condensada de las actividades.
2. Nombre del funcionario que formuló las cartas.
3. Fecha de formulación.
4. Aprobación (del presidente, vicepresidente ejecutivo, etc.)
5. Leyenda (explicación de líneas y símbolos especiales).

Los organigramas departamentales, usarán el formato vertical en el que las líneas de autoridad van de arriba hacia abajo. Los puestos se agruparán por secciones, que serán las divisiones de la oficina, cada puesto se indicará con su rectángulo, que llevará adentro el nombre del puesto.

Las oficinas o secciones se indicarán por medio de dos líneas horizontales paralelas, que llevarán en medio el nombre de la oficina o sección, en la parte superior del organigrama, va el nombre de la institución seguido del nombre del departamento y el título: organigrama; así como en el ángulo superior derecho, la fecha de elaboración.

Entre las técnicas reales para la elaboración de un organigrama se deben considerar:

- Los datos que deben recogerse,
- Las fuentes de información,
- Los métodos de recogerlos.

Lo primero que debe determinarse es el tipo de organigrama que se va a elaborar y el área de la institución que vaya a representarse para recoger sólo la información que a ambas cosas se ajuste.

Para la elaboración de un organigrama se debe recoger principalmente la siguiente información:

Información sobre unidades:

1. El primer dato a obtener será el número de personas que trabajan en la institución. Ésta será una cifra de control.

2. Un segundo dato será el número de niveles, partiendo del órgano en que radique la autoridad total y los órganos que comprenden cada nivel.
3. Se investigarán los puestos que corresponden a cada órgano y las plazas que comprenden cada puesto.

Información sobre relaciones

Debe precisarse con que otros órganos y qué tipo de relaciones tiene cada uno de ellos en los niveles de la estructura administrativa.

Información sobre funciones o labores

Para el caso de elaborar organigramas funcionales, se requiere información sobre las funciones o labores que realice cada una de las unidades que vayan a quedar representadas en el organigrama.

Planeación de la organización

En el caso de planeación de una organización nueva, las únicas fuentes de información las constituyen los estudios y proyectos realizados.

Registro de datos:

Los datos recogidos deberán quedar registrados de tal manera que permitan su análisis, y su tabulación en su caso.

Análisis de datos:

La información recogida debe ser sometida a un procedimiento de análisis e interpretación. Analizada, interpretada y confirmada toda la información, se está en condiciones de proceder a la elaboración del organigrama.

Clasificación:

Los organigramas se pueden clasificar dentro de cuatro grandes grupos de acuerdo a diferentes criterios que son: por su naturaleza, por su ámbito, por su contenido y por su presentación.

Por su naturaleza: Los Micro administrativos, corresponden a una sola organización, pero pueden referirse a ella en forma global o a alguna de las unidades que la conforman.

Los Macro administrativos: involucran a más de una organización.

Los Meso administrativos: contemplan a todo un sector administrativo, o a dos o más organizaciones de un mismo sector.

Por su ámbito: Generales, contienen información representativa de una organización hasta determinado nivel jerárquico, dependiendo de su magnitud y características, por lo tanto, presentan toda la organización y sus interrelaciones; se llaman también carta maestra.

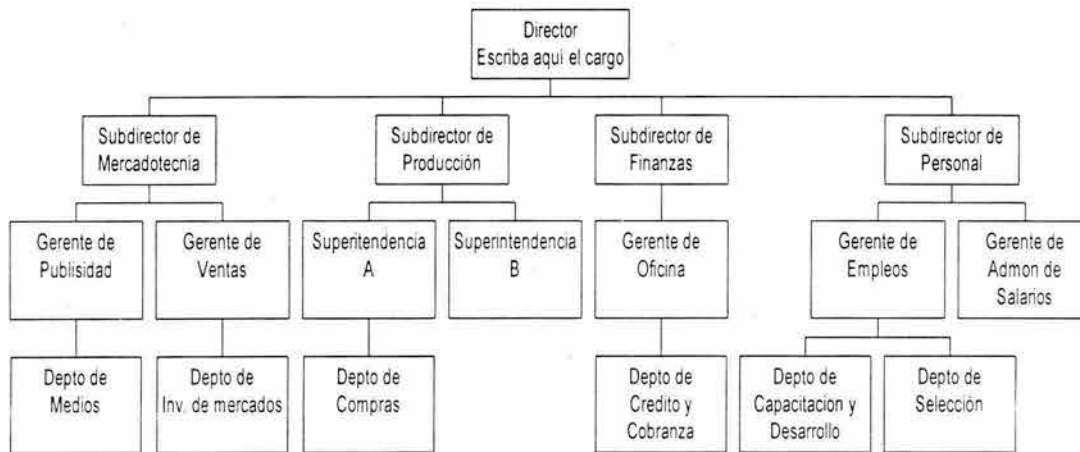
Específicos: Muestran en forma particular la estructura de una unidad administrativa o área de la organización, por lo tanto, representan la organización de un departamento o sección de una empresa.

Por su contenido: Integrales, es la representación gráfica de todas las unidades administrativas de una organización así como sus relaciones de jerarquía o dependencia.

Funcionales: Incluyen en el diagrama de organización, además de las unidades y sus interrelaciones, las principales funciones que tienen asignadas las unidades en el gráfico.

De puestos, plazas y unidades: Indican, para cada unidad consignada, las necesidades en cuanto a puestos, así como el número de plazas existentes o necesarias. También pueden incorporar los nombres de las personas que ocupan las plazas.

Por su presentación: Verticales, presentan las unidades ramificadas de arriba abajo a partir del titular en la parte superior, desagregando los diferentes niveles jerárquicos en forma escalonada. Son los de uso más generalizado en la administración, por lo cual se recomienda su uso en los manuales de organización.



Horizontales: Despliegan las unidades de izquierda a derecha y colocan al titular en el extremo izquierdo. Los niveles jerárquicos se ordenan en forma análoga a columnas, mientras que las relaciones entre las unidades por líneas se disponen horizontalmente.

Mixtos: La presentación utiliza combinaciones verticales y horizontales con el objeto de ampliar las posibilidades de gratificación. Se recomienda su utilización en el caso de organizaciones con un gran número de unidades en la base.

De Bloque: Parten del diseño vertical e integran un número mayor de unidades en espacios más reducidos, al desagregar en conjunto varias unidades administrativas en los últimos niveles jerárquicos seleccionados para el gráfico.

Estructuras organizacionales

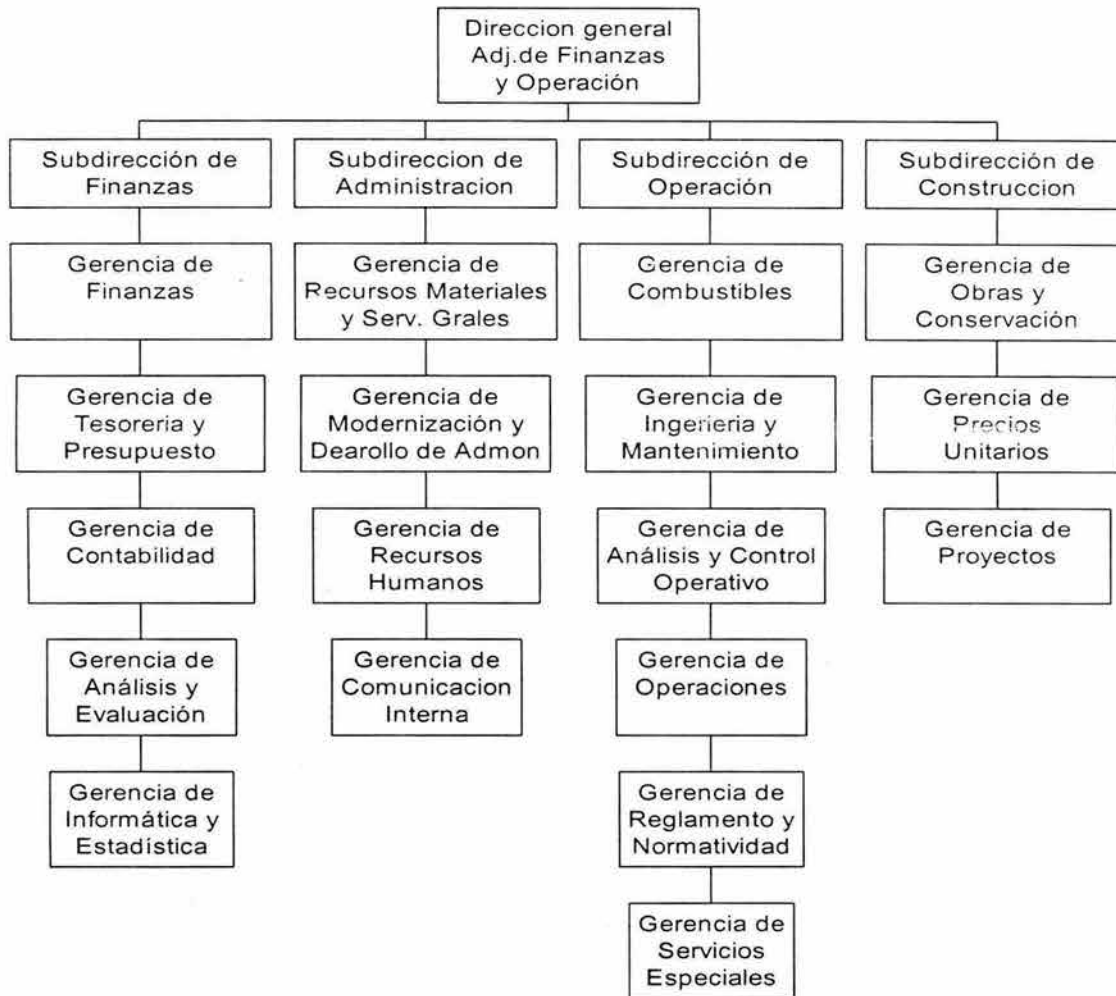
El organigrama es un instrumento metodológico de la ciencia administrativa. Este tiene una virtud dual, por una parte trae ventajas, debido a que permite observar la estructura interna de una organización; y por otra parte trae desventajas que esa estructura de adecue a algo escrito y no a lo que es en realidad.

El organigrama es el resultado de la creación de la estructura de una organización la cual hay que representar, estos muestran los niveles jerárquicos existentes en una empresa u organización.

En cuanto a los tipos de organigramas, los verticales con los que se utilizan con mas frecuencias, mientras que los de tipo escalar y circular son los menos conocidos.

Entre la ventaja más resaltante de un organigrama es que muestra quien depende de quien y tiene la particularidad de indicar a los administradores y al personal nuevo la forma como se integra la organización. Así como existen múltiples factores positivos, también se detallan las desventajas, considerándose muy desfavorable de aspecto que con frecuencia indican la organización como era antes y no como actualmente es, ya que algunos administradores olvidan actualizarlos y descuidan el dinamismo de la organización lo cual hace que un organigrama sea obsoleto. La jerarquía constituye un principio básico de la organización y también lo es de la dirección.

A continuación se presenta de forma general el organigrama actual de ASA en sus principales niveles jerárquicos.



Descripción de puestos

La descripción de puestos administrativos (sitio o lugar que ocupa una persona de acuerdo a una clasificación) como una ayuda importante para una amplia planeación y no como guías para la remuneración o compensación.

Comparación externa de la compensación: "Las descripciones de puestos administrativos proporcionan un fundamento sobre el que se pueden comparar los puestos de la compañía con otros externos a modo de tomar la mayor ventaja de las encuestas de la industria, comunidad ínter compañías, ínter divisionales y otras encuestas de compensación administrativa a modo de pagar sueldos que estén de acuerdo con el mercado actual".

Comparación interna de la compensación: "Las descripciones de puestos administrativos proporcionan una base para la evaluación de puestos ejecutivos y representan una parte integral de un programa bien alineado de administración de sueldos administrativos, ya que cristalizan el significado del puesto en las mentes de los evaluadores. Posteriormente, las revisiones de las descripciones originales se usan para detectar cambios en el contenido del puesto, que sean suficientes para reevaluar y revalorizar el puesto. Las descripciones escritas también aseguran a los ocupantes y a sus jefes de departamento que las personas que están evaluando su trabajo tienen un entendimiento adecuado de los deberes y responsabilidades del puesto".

Clasificación de Meritos: "Las descripciones de puestos administrativos forman el fundamento de una clasificación periódica de la actuación del ejecutivo en su trabajo. Calificando cuán completamente o que tan bien el ejecutivo está desempeñando las responsabilidades de su puesto, pueden localizarse sus áreas de fortaleza y debilidad y de acuerdo con ello puede ser aconsejado".

Desarrollo administrativo: "Las descripciones de puestos son una parte necesaria del programa de desarrollo administrativo en tanto que permiten un análisis más precisos de los requerimientos necesarios para cubrir satisfactoriamente un puesto ejecutivo. Estos requerimientos "de blanco" sirven entonces como una guía para seleccionar, adiestrar y desarrollar a hombres que posteriormente puedan llenar estos puestos".

Reclutamiento, contratación y colocación: "Las descripciones de puestos son una ayuda para el reclutamiento, contratación y colocación ya que forman la base para especificaciones escritas de los mismos que listan todas las cualidades que son necesarias para cubrir satisfactoriamente un puesto".

Orientación de nuevos ejecutivos: "Rápida y eficientemente orientan a los nuevos ocupantes hacia sus puestos y respecto a sus cualidades. Las descripciones de puestos administrativos son particularmente útiles y confortadoras para dos grupos de ejecutivos recientemente ascendidos.

Ascensos: "Las descripciones se usan para establecer las secuencias promocionales más claramente. Además, las descripciones de puestos como plano de su responsabilidades actuales con aquellas del puestos, cuando se colocan una junto a otra-junto con la ultima calificación de meritos del ocupante del puesto proporcionan un instrumento de medición con el que se puede medir el potencial para trasladarse al nuevo puesto".

Auto comprensión: "Ayudan al ejecutivo para llegar a una clara comprensión de las ramificaciones del puesto y analizar y determinar la importancia relativa de sus varios deberes y responsabilidades. Para este propósito, el proceso de preparación de las descripciones, a menudo tiene un valor tan grande como el de la descripción ya terminada.

Acuerdo con el superior: " Proporcionan los medios por los cuales un ejecutivo y superior pueden llegar a un entendimiento común sobre el significado y ámbito de un puesto. El deletreo de los aspectos de un puesto tales como su grado de autoridad delegada, sus relaciones indirectas, libertad de acción y aún los deberes y responsabilidades presentes del mismo a menudo hacen surgir a la luz diferencias arraigadas entre la interpretación del puesto que hace el ocupante y la que hace su jefe. Una vez que se conocen, estas interpretaciones diferentes pueden reconciliarse en la descripción final del puesto".

Esclarecimiento de la organización: "Aclaran quien es responsable dentro de la organización, y registran las relaciones que existen entre o dentro de varios departamentos de la empresa. En donde la autoridad de línea y la funcional se cruzan, o donde hay instalaciones revueltas dentro de una localidad, las descripciones de puestos redactadas claramente tienden a mantener el balance y la armonía y reducir los conflictos, ya que no dejan duda respecto a las responsabilidades y autoridad de varios ejecutivos. En donde deben trabajar juntas instalaciones ampliamente separadas, las descripciones de puestos establecen sus líneas de contacto más prácticas y provocan el mejoramiento en las comunicaciones y una mejor coordinación de esfuerzos entre ellas".

Planeación de la organización: "Las descripciones administrativas se utilizan para analizar y mejorar la estructura orgánica. Las descripciones de puestos ejecutivos y de administradores clave determinan si todas las responsabilidades corporativas están totalmente cubiertas y muestran cuando es necesaria una redistribución de responsabilidades que lleve a un mejor balance de asignaciones. Las descripciones de puestos frecuentemente descubren duplicaciones de esfuerzo y actividades que ya no se necesitan. Posteriormente cuando se añaden responsabilidades, las descripciones determinan a quién deben asignarse las nuevas tareas. Conforme se cambien las tareas o se reasignen los deberes, se modifican descripciones de puestos que se adapten a la nueva situación para notificar los cambios al personal de la campaña".

Descripción de puestos del laboratorio de control de calidad

Subgerente de Control de Calidad

Objetivo

El Subgerente de Control de Calidad administra la dirección del control de calidad y las actividades de inspección de los combustibles de aviación. Desarrolla y ejecuta planes para traer mejoras en la conservación de la calidad de los productos y, a solicitud, ayuda en la mejoría de procedimientos o procesos que tengan efecto sobre la calidad del combustible.

Responsabilidades y autoridad

Bajo la Dirección del Gerente de Combustibles, el Subgerente de Control de Calidad tiene la responsabilidad y la autoridad para:

Dirigir al cuerpo de control de calidad de ASA combustibles.

Dar dirección general a las funciones de, recibo e inspección de combustibles.

Dar dirección general a las funciones de inspección de productos en tanto estén relacionadas al control de calidad de los combustibles.

Establecer políticas y procedimientos generales relacionados con la recepción y descarga de autotanques con PEMEX y tercería contratada, conforme sea necesario para asegurar que tales procedimientos, estén de conformidad con las instrucciones, los estándares y especificaciones predeterminados.

Evaluar y recomendar la mejoría necesaria en los sistemas de inspección y en las actividades de control de calidad de proveedores y subcontratistas.

Desarrollar y hacer recomendaciones para el mejoramiento en la calidad de los productos que surgen de la ejecución de sus otras responsabilidades y a solicitud.

Dirigir y coordinar las actividades de secciones dentro del departamento para asegurar que todos los esfuerzos están enfocados a una meta común.

Relaciones

En el desempeño de su responsabilidad, el Subgerente de Control de Calidad tiene las siguientes relaciones:

1. Con el Subdirector de Operaciones y Gerente de Combustibles. Es responsable ante el Gerente de Combustibles de interpretar y llevar a cabo las responsabilidades arriba mencionadas y cualesquiera responsabilidades adicionales que el Gerente de Combustibles pueda asignarle.
2. Con otros Departamentos. Mantiene relaciones de trabajo con otros miembros de la administración para asegurar la coordinación y el logro de los objetivos divisionales y del organismo.
3. Con otras autoridades gubernamentales. Mantiene contacto con la Dirección General de Aeronáutica Civil (DGAC) para asegurar que los requerimientos de calidad estén adecuadamente coordinados entre la DGAC Y ASA

Superintendencia de Control de Calidad

Objetivo

En el desempeño de su responsabilidad y designaciones el Superintendente de Control de Calidad tiene las siguientes funciones:

1. Supervisar el análisis físico-químico de los combustibles de aviación suministrados por PEMEX en el Aeropuerto Internacional de la Ciudad de México (AICM). Así mismo controla la calidad de los combustibles de aviación que se suministran en todos los aeropuertos de la red.
2. Periódicamente revisa todas las actividades de inspección y control de calidad del laboratorio para determinar la conformidad con los procedimientos establecidos y la buena práctica; y hace las recomendaciones adecuadas para la corrección y mejora, según sean necesarias.
3. Busca y evalúa nuevas ideas de desarrollo en los actuales campos de control de calidad e inspección; y recomienda los medios para su aplicación, siempre que sean aconsejables.
4. Asesora a la Sección de Compras respecto a la calidad de los materiales comprados.
5. Proporciona los estándares aprobados y la información relativa a las áreas interesadas.
6. Muestreo. Dirige el establecimiento de estándares y procedimientos para tomar muestras de prueba de combustibles de aviación.

Dirige la investigación técnica de las quejas sobre calidad y la devolución de mercancías; y recomienda o toma la acción necesaria.

Relaciones

El Superintendente de Control de calidad tiene relación directa con:

1. El subgerente de control de calidad para llevar a cabo las responsabilidades arriba mencionadas y cualesquiera

responsabilidades adicionales que el Subgerente de Control de calidad pueda asignarle.

2. Con otros departamentos. Mantiene relaciones de trabajo con otros miembros de la administración para asegurar la coordinación y el logro de los objetivos divisionales y del organismo.

Coordinador de área

Objetivo

Por la demanda continua y creciente que tiene el combustible, se hace necesario el control de calidad. Para cumplir con este propósito, se cuenta con el laboratorio, equipos, el personal profesional y técnico necesario para efectuar las pruebas según normas contenidas en la designación 1655 del ASTM En el desempeño de su responsabilidad y designaciones el Coordinador de área de Control de Calidad tiene las siguientes funciones:

1. El control de existencias de los elementos filtrantes para su distribución en todos los aeropuertos de la red.
2. El monitoreo y programación de el lavado de tanques de almacenamiento.
3. Realizar la pruebas de control de calidad en unidades, líneas y equipos nuevos para el abastecimiento de combustible para dar el visto bueno por parte de la subgerencia de control de calidad.
4. Capacitar al personal correspondiente de las plantas y estaciones de combustibles, para asegurar que el combustible siempre cumpla con todas las especificaciones necesarias.

Relaciones

El Coordinados de área de Control de calidad tiene relación directa con:

El subgerente de para llevar a cabo las responsabilidades arriba mencionadas y cualesquiera responsabilidades adicionales que el Subgerente de Control de calidad pueda asignarle.

El superintendente para lograr todos los objetivos de las tareas asignadas para que el combustible cumpla con los especificaciones de calidad.

Técnico Especialista en Aeropuertos

Objetivo

En base a los métodos establecidos efectuar la calificación de las pruebas de partículas contaminantes (análisis gravimétrico), del combustible de Aviación efectuadas en todo el sistema de manejo de combustible de toda la red aeroportuaria.

1. Controla el envío de monitores para efectuar las pruebas de partículas contaminantes en todas las plantas de combustibles de la red.
2. Registro los resultados de los diferentes análisis efectuados en el laboratorio , enviándolos a los lugares de procedencia.
3. Participa en la implantación de nuevas técnicas y procedimientos de control de calidad.
4. Informa al jefe inmediato toda irregularidad concerniente al análisis gravimetrico.
5. Apoya en la realización de pruebas de laboratorio al combustible de aviación.

Analista profesional

Objetivo

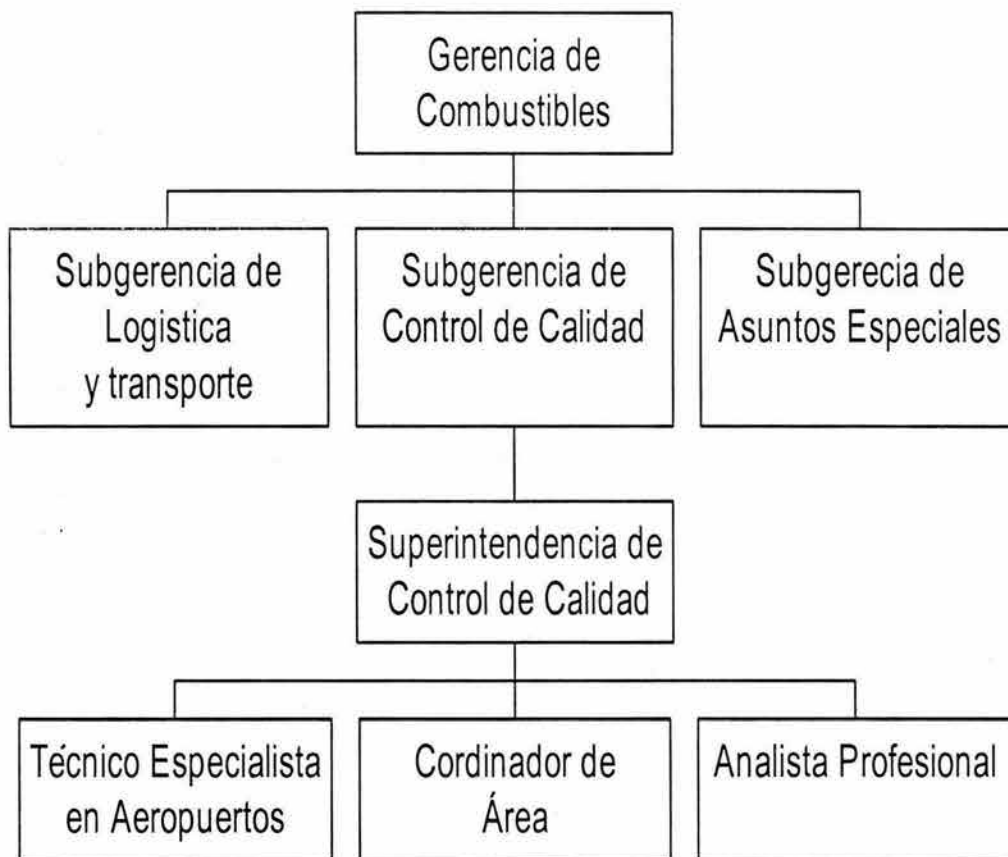
En base a los métodos establecidos efectuar el análisis físico-químico a los combustibles de aviación:

1. Se encarga de mantener limpio y en buen estado el material y equipo de laboratorio.
2. Prepara los reactivos necesarios para efectuar el análisis físico-químico al combustible.
3. Programa el mantenimiento preventivo, correctivo y calibración de los equipos.
4. Informa al jefe inmediato los resultados obtenidos en los análisis efectuados al combustibles.
5. Recibe las muestras procedentes de los aeropuertos, compañías aéreas y dependencia que lo solicitan para llevar a cabo su análisis.
6. Registra los datos obtenidos de análisis efectuados, en los formatos correspondientes para la entrega de resultados.
7. Realiza muestreos de combustible, cuando se requiere, para pruebas específicas de control de calidad.
8. Participa en la implementación de nuevas técnicas de control de calidad.
9. Asiste a guardias efectuadas en los días sábado, domingo y festivos que lo requiera para efectuar el análisis .

Organigrama del laboratorio

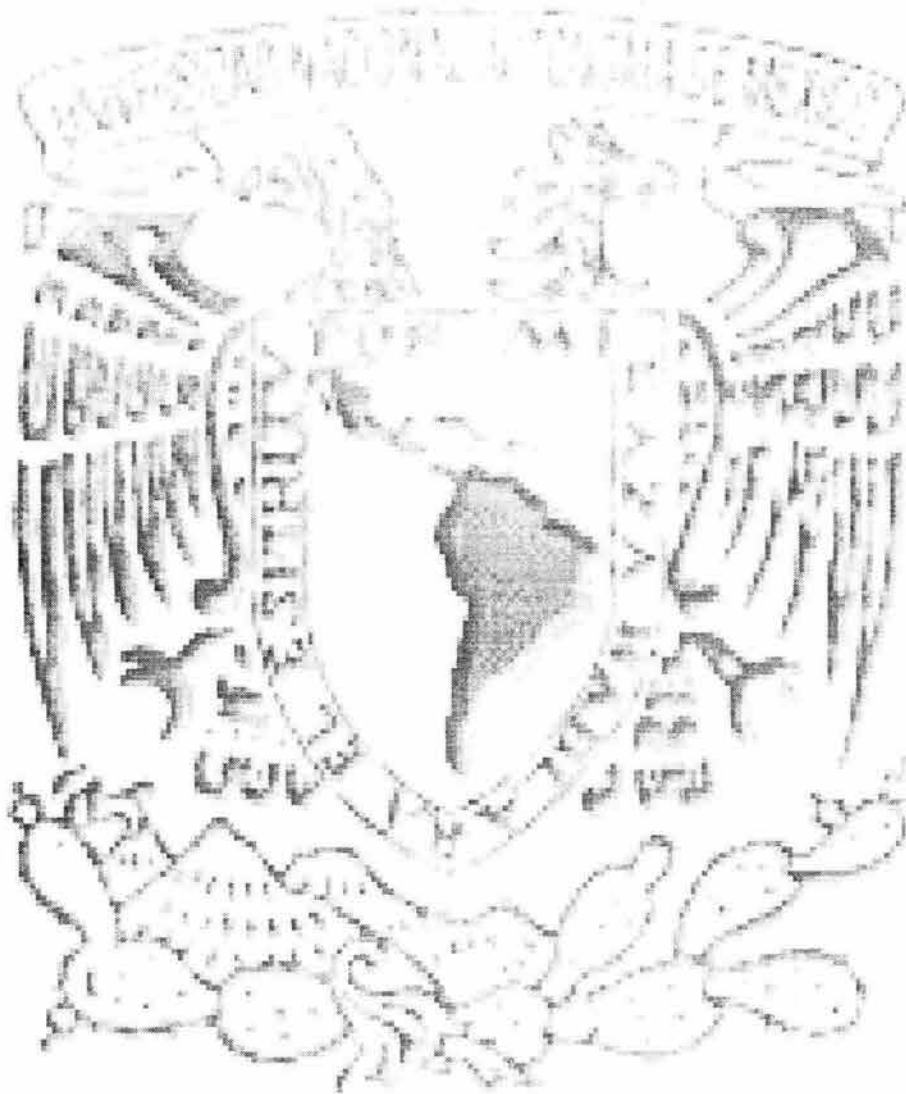
A continuación se representa el organigrama del laboratorio de control de calidad de combustibles de ASA.

Organigrama del laboratorio de control de calidad de combustibles



CAPÍTULO V

APLICACIÓN DEL CONTROL ESTADÍSTICO DEL PROCESO EN EL LABORATORIO DE COMBUSTIBLES



Refinación del petróleo crudo

Para poder obtener los productos derivados del petróleo este debe pasar por diversos procesos de refinación y así eliminar contaminantes como compuestos de azufre, oxígeno, sal, agua y algunos residuos de compuestos metálicos. Las cantidades de los crudos mostrarán una variación considerable en rendimiento debido a las diversas etapas por las que pasa para obtener productos como: gas licuado de petróleo (L.P.), nafta, gasolina, querosína, gasóleo, combustóleo, coque, aceites lubricantes, parafinas, asfalto y otros derivados de estos. Para lograr esto, el petróleo crudo debe pasar las siguientes etapas:

Primera etapa

Destilación (atmosférica y al vacío).- Esta consiste en la separación física del crudo debido a la volatilidad de los diferentes compuestos que van desde el gas licuado hasta el asfalto. Su separación en columnas de destilación se logra aprovechando las diferencias de temperatura de condensación de cada uno de ellos, obteniéndose productos con características correspondientes a la del gas licuado, gasolina, querosína y combustibles diesel.

Segunda etapa

Conversión de aceite pesado (desintegración).- En esta etapa se realiza el rompimiento de los componentes de alto peso molecular a más ligeros para la obtención de lubricantes o para convertirlos en productos comerciales; estos a su vez se obtienen de dos formas.

Catalítica	Térmica
Desintegración catalítica	Reducción de viscosidad
Hidrodesitegracion	Coquización

Tercera etapa

Conversión de calidad (purificación).- En esta parte del proceso se realiza una reestructuración de moléculas de los destilados ligeros para elaborar productos

de alta calidad y valor, eliminando las impurezas para satisfacer las especificaciones correspondientes.

El proceso se lleva a cabo por deformación catalítica, alquidación e isomerización y, la purificación por hidrotratamiento y tratamiento químico.

CRUDO	DESULFURIZACIÓN	FRACCIONAMIENTO	PLANTA DE AZUFRE		
			GAS PEMEX		
			GASOLVENTE		
			GAS NAFTA		
	DESTILACIÓN PRIMARIA	TRATAMIENTO	TURBOSINA	GASOLINA	MAGNA
		HIDRODESULFURIZACIÓN	KEROSINA		PREMIUM
		HIDRODESULFURIZACIÓN	DIESEL		
	DESTILACIÓN AL ALTO VACIO	DESINTEGRACIÓN CATALÍTICA	GASOLINA CATALITICA	GASVION 100/130	
		EXTRACCIÓN CON FURFURAL	DESPARAFINACIÓN CON METIL, ETIL, CETONA	ACEITES	
	PLANTA DE COQUE	REDUCTORA DE VISCOSIDAD	DESASFALTIZADORA	VASELINAS	
GRASAS					

Etapas de refinación para la obtención de los productos

A continuación se mencionan algunas de las etapas que se llevan a cabo en las plantas de refinación para la obtención de los productos.

Destilación atmosférica. - Su función es separar las principales fracciones de crudo para su posterior tratamiento, los productos obtenidos en esta etapa son: gas combustible, gasolina primaria, nafta, turbosina, gasolina, diesel, gasoleo y crudo reducido.

Destilación al vacío. - En esta se realiza la máxima extracción de productos como: gasóleos ligeros y pesados al vacío, a partir del crudo reducido de destilación atmosférica.

Hidrotratadora de gasóleos de coquización.- Su función es eliminar compuestos de: azufre, nitrógeno y metales pesados en corrientes de gasóleos de coquización para preparar la carga a procesar en la planta catalítica y diesel de bajo azufre.

Desintegración catalítica FCC.- Su función es obtener gasolina de alto octano al desintegrar térmicamente los gasóleos pesados de vacío en un lecho fluidizado en presencia de catalizador, los productos obtenidos en esta etapa son principalmente: gasolina catalítica, propano, propileno, butano-butileno, aceite cíclico ligero y aceite decantado.

Reformadora de naftas.- Elimina los compuestos de azufre, oxígeno, nitrógeno y metales pesados en corrientes de gasóleos de coquización para preparar carga que se procesa en la planta catalítica y diesel de bajo azufre, los productos que se obtienen son: diesel de bajo contenido de azufre y gasoleo con un contenido de 0.2 % de azufre para alimentación catalítica.

Hidrodeshulfuradora de destilados intermedios.- Elimina compuestos de azufre, oxígeno, nitrógeno y metales pesados, oleofinas saturadas y reducción del contenido de aromáticos en corrientes de destilación intermedia por adición de hidrógeno en presencia de un catalizador para formar ácido sulfhídrico, productos obtenidos: turbosina desulfurada, gasolina y gas.

Hidrodeshulfuradora de naftas.- Elimina compuestos de azufre, oxígeno, nitrógeno y metales pesados, oleofinas saturadas. También se reduce el contenido de aromáticos en corrientes de naftas de destilación atmosférica por adición de hidrógeno en presencia de un catalizador para formar ácido sulfhídrico, productos obtenidos: gasolina hidrodeshulfurada y gases amargos.

MTBE.- Se produce un componente oxigenado para gasolina a partir de butanobutileno y metanol, obteniendo: MTBE (Metil-Terbutil-Éter) como producto refinado que sirve de carga para la alquidación.

Alquidación.- Se produce alquilado, componente para gasolina de alto octano; a partir de butano e isobutano, productos: alquilado, propano, butano.

Hidrógeno.- La reformación del gas natural, para producir productos como: hidrógeno con pureza de 99.5 a 99.9 % que se emplea en las unidades hidrosulfuradoras.

Fraccionadora de ligeros.- Es una sección de fraccionamiento en el que se obtiene: gas L.P., nafta ligera, propano-propileno, butanos-butilenos, isopentano, gas nafta y hexano.

Plantas agotadoras de aguas amargas.- Aquí se elimina el ácido sulfhídrico y amoníaco contenido en el agua de desecho para su reutilización, obteniendo: agua desflamada y gas ácido.

Recuperación de azufre.- Recuperación del azufre en las corrientes ácidas provenientes de las unidades de hidrosulfuración y desintegración catalítica, recuperando azufre líquido y sólido. Estos son algunos de los productos que se obtienen durante el refinamiento del petróleo crudo en sus distintas etapas y unidades correspondientes.

Turbosina

La turbosina es un combustible derivado del petróleo que se obtiene a partir de la fracción del crudo que se destila entre 175 y 325 °C y, que una vez separada recibe diversos tratamientos para eliminar los compuestos indeseables, incrementar la proporción de los compuestos que son favorables y aumentar el volumen del combustible e inhibir los residuos de algunos compuestos y metales que son imposibles de eliminar en su totalidad, añadiendo hidrocarburos parafínicos y naftenos que por su estructura molecular permite una combustión sin la producción excesiva, de residuos carbonosos y aromáticos.

De esta manera, eliminándose metales y derivados de hidrocarburos inadecuados que contienen azufre, nitrógeno y oxígeno, que perjudican las propiedades del combustible.

Composición

La turbosina es una mezcla de hidrocarburos y de manera general se puede decir que esta constituida por:

Parafínicos.- Tanto de cadena lineal como cíclicos, contenido hasta un 80% en volumen. Por ser mas inertes física y químicamente, resisten más durante el almacenamiento, tiene un efecto reducido como solvente, su contenido calorífico por unidad de peso es alto y de combustión limpia.

Aromáticos.- Se encuentran hasta en un 25% en volumen, tienen un alto contenido calorífico por unidad de volumen, pero bajo por unidad de peso, no se quema en forma limpia y su efecto como solvente es mayor. La combustión de turbosina alta en aromáticos produce generalmente humo, carbón, depósitos de hollín y por lo tanto, es conveniente limitar su contenido.

Oleofinas.- Su proporción se limita a un máximo de 5% en volumen debido a su inestabilidad química y a la tendencia de formar gomas, en nuestro país se encuentra en un máximo de 1 a 3% en volumen.

Azufre.- Puede encontrarse en estado elemental, como sulfuro de hidrógeno o en mercaptanos, estos dan al combustible un olor desagradable, atacan los hules sintéticos y corroen los recubrimientos de cadmio. Los compuestos de azufre se controlan para evitar la corrosión en las áreas de combustión y los alabes de las turbinas.

Acidez total.- Algunos productos de petróleo se tratan con ácido mineral o cáustico ambos como parte del procedimiento de refinación y cualquier residuo es inconveniente.

Nitrógeno.- Los compuestos que contienen nitrógeno están limitados debido a que contribuyen a la formación de gomas.

Oxígeno.- Es indeseable, ya que puede hallarse presente en fenoles o ácidos naftenicos, los que dan cierto carácter ácido al combustible, encontrándose en alcoholes que son perjudiciales a causa de su afinidad por el agua y bajo contenido calorífico.

Metales.- Los metales como el níquel, cobre, plomo, estaño y en general son indeseables, ya que pueden actuar como catalizadores en las reacciones a través de las cuales se originan las gomas, por otra parte, estos se depositan en

las partes metálicas en las turbinas formando áreas de baja temperatura de fusión, las cuales con el calor de la combustión se funden formando corrosión.

Propiedades

La turbosina debe seguir un determinado comportamiento para que funcione correcta y eficientemente y, su patrón de comportamiento es el siguiente:

Estabilidad. - La turbosina debe ser de carácter estable ya que en su composición pueden encontrarse metales, compuestos de hidrocarburos y derivados de estos y al encontrarse sustancias que por su naturaleza inestable tienden a modificar su estructura molecular formando nuevos compuestos que perjudican las características del combustible. Para verificar esta propiedad el combustible se somete a una prueba, tomando una muestra aproximada de 600 ml esta se coloca en el equipo de estabilidad térmica a una presión de 500 psi (lb/in²) y una temperatura de 260° C por un lapso de 150 min. Las mediciones de la estabilidad térmica están relacionadas con la cantidad de depósitos formados en el sistema de combustión.

Goma existente. - La goma es un residuo no volátil que se queda después de la evaporación del combustible. Se utiliza un chorro de vapor como agente de evaporación y la cantidad de goma presente es una indicación de la condición del combustible que debe tener como máximo de 7 mg/100 ml.

Punto de inflamación. - El punto de inflamación es una indicación de la temperatura máxima para el manejo y el almacenamiento de combustible sin grave peligro de incendio, siendo como mínimo de 38° C.

Reacción al agua. - El método de reacción al agua proporciona un auxiliar para determinar la presencia de materiales extractables fácilmente por agua o que tienen una tendencia de absorber agua.

Combustión. - La combustión debe ser lo mas limpia posible ya que la formación de residuos carbonosos tienden a producir dobleces y quemaduras al forro de la línea del quemador, en términos generales los hidrocarburos parafínicos ofrecen las características de limpieza mas conveniente para el combustible de aviación. Los gases calientes producidos se diluyen continuamente con el exceso de aire para bajar su temperatura hasta un nivel operativo seguro para la

turbina. Los aromáticos al quemarse producen humo y desprenden una proporción mayor de energía química como radiación térmica inconveniente para utilizar como combustible.

Punto de humo.- Este método proporciona una indicación de las propiedades productoras de humo en la combustión y esta relacionado con la composición del tipo de hidrocarburo. En términos generales cuando mas aromática sea la turbosina mas humeante será la llama; un alto punto de humo indica un combustible con tendencia baja de producir humo.

Fluidez.- El combustible debe fluir a temperaturas bajas y no contener sustancias que se solidifiquen, en la actualidad las aeronaves se desplazan a grandes alturas, donde es frecuente encontrar temperaturas de $-40^{\circ} C$ o menores; ha estas condiciones las sustancias que no soporten esta temperatura tenderán a cristalizarse las cuales obstruirían los ductos, filtros y sistema de inyección, generándose una falla de combustión lo que representa un grave riesgo.

Volatilidad.- La turbosina debe tener una volatilidad prácticamente nula ya que su combustión se efectúa atomizada y mezclándose con aire caliente. La atomización origina que se reduzca la temperatura de ignición y, la volatilidad la proporcionan los hidrocarburos ligeros de baja temperatura de inflamación que en caso de tener una volatilidad alta se producirá la preignición del combustible, para conocer la volatilidad se deben conocer la destilación.

Destilación.- La volatilidad del combustible y la facilidad de vaporización a diferentes temperaturas se determina por la destilación; las temperaturas de destilado al 10% están limitadas para asegurar un arranque fácil y, el limite de 90% excluye las fracciones mas pesadas que serian difíciles de vaporizar.

Calor neto de combustión.- El diseño de los motores se basa en la conversión de la energía térmica de la combustión en energía mecánica. El calor neto de la combustión proporciona un conocimiento sobre la cantidad de energía que se puede obtener a partir de un combustible dado, para la ejecución en rendimiento del trabajo útil, que en este caso seria la potencia.

Viscosidad.- La viscosidad está relacionada estrechamente con su bombeabilidad en el margen de temperaturas y consistencia de los patrones de rociado de las boquillas.

Punto de congelación.- Es particularmente importante y debe ser, lo suficientemente bajo para excluir interferencias por la formación de cristales en los tanques de combustible del aeronave así como en el flujo correspondiente a través de los ductos, pantallas de filtros, hasta la turbina garantizando un estado líquido durante la duración del vuelo.

Sulfuro Mercaptano.- Los mercaptanos reaccionan con ciertos elastómeros, por lo tanto es especificado su contenido para excluir su reacción y reducir al mínimo el olor desagradable del Mercaptano.

Densidad.- Es igual a la masa de un cuerpo por unidad de volumen.

Peso Específico.- También conocida como densidad relativa que es la relación entre la densidad de la turbosina a 20°C y la densidad del agua a 4 °C, que se toma como unidad. Como un centímetro cúbico de agua a 4 °C tiene una masa de 1 g, la densidad relativa de la sustancia equivale numéricamente a su densidad expresada en gr/cm³.

Especificaciones para la turbosina.- En la siguiente tabla se encuentran las especificaciones para turbosina, mismas que se deben tomar en cuenta para su producción y así poder ser utilizado como combustible de aviación.

Esta es la especificación más reciente para turbosina, en la que se basa el análisis estadístico de este trabajo.

ESPECIFICACIÓN PARA TURBOSINA			
DETERMINACIÓN	MÉTODO ASTM	ESPECIFICACIONES	UNIDADES
Peso específico @ 20°C	D-1298	0.772 a 0.837	g/cm
Densidad API 60/60 °F	D-127	37 a 51	Adimensional
Apariencia	Visual	Brillante y clara	Apreciación
Color SAYBOLT	D-156	+21 Min.	Adimensional
Temperatura de inflamación	D-56	38 Min.	°C
Viscosidad cinemática @-20°C	D-445	8 Max.	CS+
Temperatura de congelación	D-5901	-47 Max.	°C
Goma existente	D-381	7 Max.	Mg/100ml
Destilación		Destilación	Destilación
Temperatura Inicial de Ebullición			
Al 10% destilado		Reportar	°C
Al 20% destilado	D-381	205 Max.	°C
Al 50% destilado		Reportar	°C
Al 90% destilado		Reportar	°C
Temperatura Final de Ebullición		300 Max.	°C
Residuo %		1.5 Max.	ml
Perdida %		1.5 Max.	ml
Corrosión al Cobre	D-130	Estándar 1 Max. ASTM	Adimensional
Acidez total	D-3242	0.1	Mg KOH/g
Reacción al agua	D-1094	1-b Max.	Apreciación
Aromáticos	D-1319	25 Max.	% Vol.
Naftalenos	D-1840	3 Max.	% Vol.
Punto de humo	D-1322	18 Min.	Mm
Punto de anilina	D-611		°C
Valor calorífico	D-1405	18,400 Min.	Btu/lb
Estabilidad térmica			
Caída de presión	D-3241	25 Max.	mmHg
Clasificación de tubo		Menor de 3	
Partículas contaminantes			
Sólidos	D-5452	3 Max.	mg/gl
Retención		C Max.	
Coloración		3 A, B, G	
Prueba Doctor	D-4952	Negativa	Apreciación
Contenido de agua	D-1744	30 Max.	ppm
Azufre total	D-4294	0.30 Max.	% peso
Azufre Mercaptanico	D-3227	0.003 Max.	% peso

Control de calidad en combustible de aviación

El combustible es elaborado en la refinería de Tula Hidalgo de Petróleos Mexicanos cumpliendo con la estricta especificación de PEMEX 201/2003 para Turbosina. La cual es distribuida estratégicamente en todo el país; una vez producida es certificada por una tercería con acreditación internacional, responsable de que el combustible cumpla con las especificaciones de calidad establecidas.

En el ámbito aeronáutico, el control de calidad adquiere una gran importancia, ya que su empleo implica la seguridad de las aeronaves y primordialmente de quienes las usan, las normas y procedimientos se implantan tomando como base los requerimientos de constructores de aeronaves y motores, así como las compañías aéreas reguladas por autoridades e instituciones oficiales.

Las instalaciones para el manejo de combustible deben contar con los dispositivos de operación necesarios, desde la recepción, almacenamiento, filtración, sistema de bombeo, hasta el quipo de servicio a las aeronaves ya sea por red de hidrantes autotank e isleta, todos los sistemas tienen los dispositivos necesarios para la conservación de la calidad del combustible.

Los procedimientos de control de calidad que se llevan a cabo, requieren registrarse adecuadamente en formatos que proporcionan la información para establecer los criterios respecto a la calidad del combustible, asegurando a los usuarios un combustible 100% confiable.

Consideraciones del proceso

Para mejorar la calidad del producto o mantenerla en los niveles actuales se debe contar con procesos estables, técnicas que puedan usarse como solución a problemas específicos de calidad:

¿Estamos haciendo algo que no debemos hacer?

¿No estamos haciendo algo que deberíamos hacer?

¿El proceso está operando en forma satisfactoria, o hay algún error que necesite corregirse?

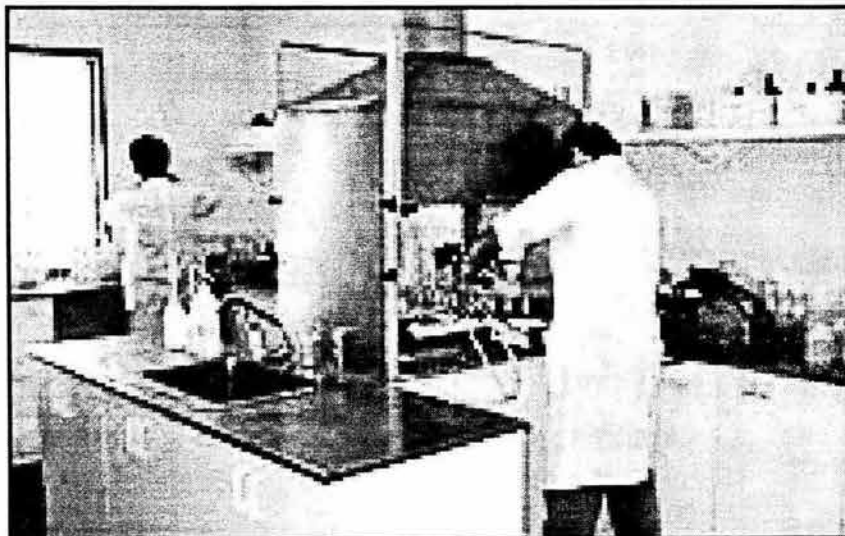
El mayor valor de las técnicas se obtiene al usarlas diariamente para el control de calidad, estas deben convertirse en un estilo de trabajo y el objetivo debe ser que el trabajo se desarrolle de manera estable y cuando se logra esto y solo entonces será posible conocer el nivel de calidad y cuando la operación del proceso es estable la productividad y la calidad son los mejores resultados que se pueden obtener.

Los métodos de control estadístico proporcionan una forma de ilustrar y controlar la calidad por medio de las siguientes "herramientas de calidad"

1. El histograma o distribución de frecuencia.
2. La grafica de control

Datos estadísticos y representación grafica

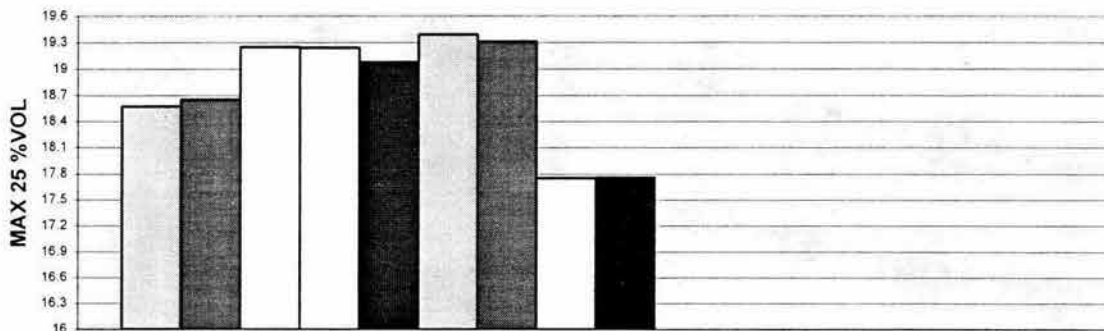
En esta parte del trabajo se muestra el comportamiento del combustible de aviación con respecto a las principales pruebas de control de calidad realizadas a cada nuevo lote de turbosina que llega a las instalaciones de ASA.



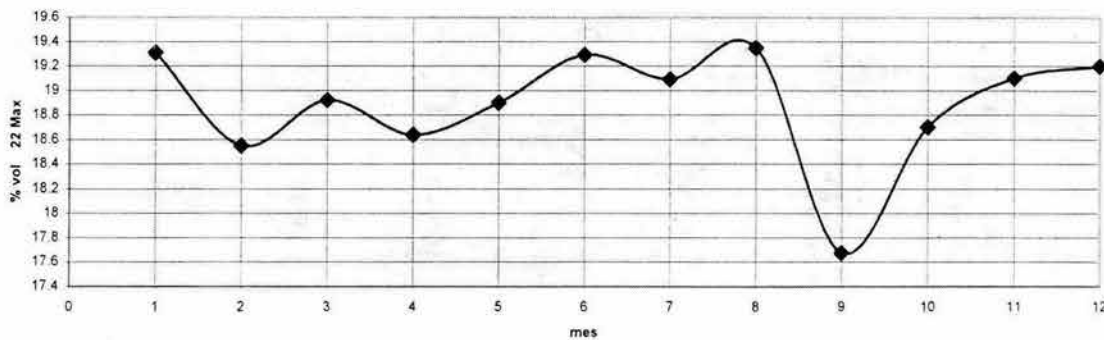
AROMÁTICOS Método ASTM D- 1319 25% Vol. máx.

Lotes	19.1	19.2	18	18	18.55	18.5	18.3	18.3	18.5	18.9	18.9	18.7	19.08	19.2	17.1	17.15
Lotes	19.2	19.3	18.1	18.1	18.8	18.8	18.4	18.4	18.5	19.2	19	18.9	19.2	19.2	17.1	17.22
Lotes	19.2	19.3	18.2	18.5	18.8	18.8	18.5	18.5	18.5	19.2	19.1	19	19.3	19.2	17.17	17.3
Lotes	19.2	19.3	18.2	18.7	18.9	18.8	18.6	18.5	18.5	19.2	19.1	19	19.3	19.2	17.2	17.33
Lotes	19.2	19.4	18.4	18.8	18.9	18.8	18.7	18.6	18.64	19.2	19.2	19.1	19.4	19.3	17.35	17.67
Lotes	19.3	19.4	18.5	18.9	18.9	19	18.8	18.6	18.7	19.3	19.3	19.1	19.4	19.3	17.43	17.96
Lotes	19.3	19.4	18.6	19	19	19	18.9	18.6	18.7	19.3	19.4	19.1	19.5	19.4	17.45	17.96
Lotes	19.4	19.4	18.8	19	19	19.1	18.9	18.6	18.7	19.4	19.4	19.1	19.5	19.4	18	18.06
Lotes	19.4	19.5	19.1	19	19	19.2	19	18.7	18.9	19.4	19.5	19.1	19.6	19.4	19.3	18.29
Lotes	19.5	19.6	19.1	19.1	19	19.2	19	18.9	18.9	19.4	19.5	19.7	19.7	19.5	19.4	18.69
Suma	192.8	194	185	187	188.85	189	187.1	186	186.54	193	192.4	191	193.98	193	177.5	178
Prom	19.28	19.38	18.5	18.71	18.885	18.92	18.71	18.57	18.654	19.25	19.24	19.08	19.398	19.31	17.75	17.763
Rango	0.4	0.4	1.1	1.1	0.45	0.7	0.7	0.6	0.4	0.5	0.6	1	0.62	0.3	2.3	1.54
LSE	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25
LIE	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0

Aromaticos Método ASTM D-1319



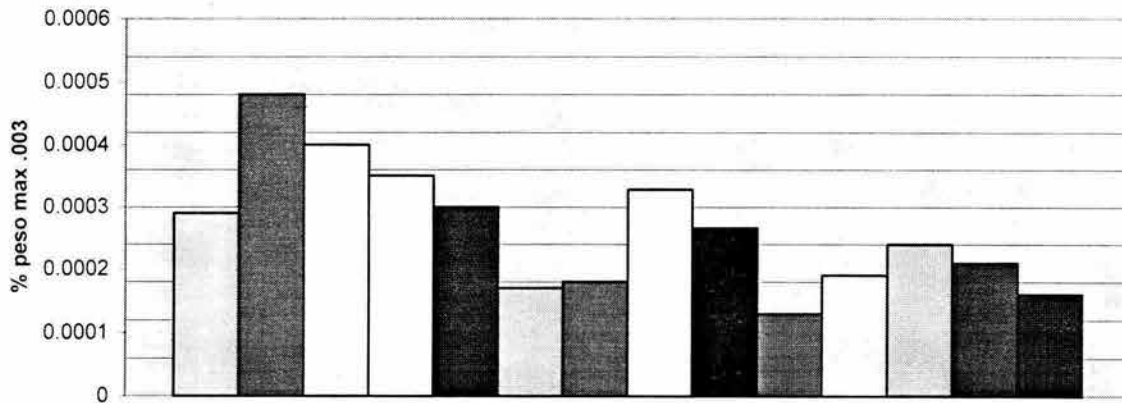
Aromaticos Método ASTM D-1319



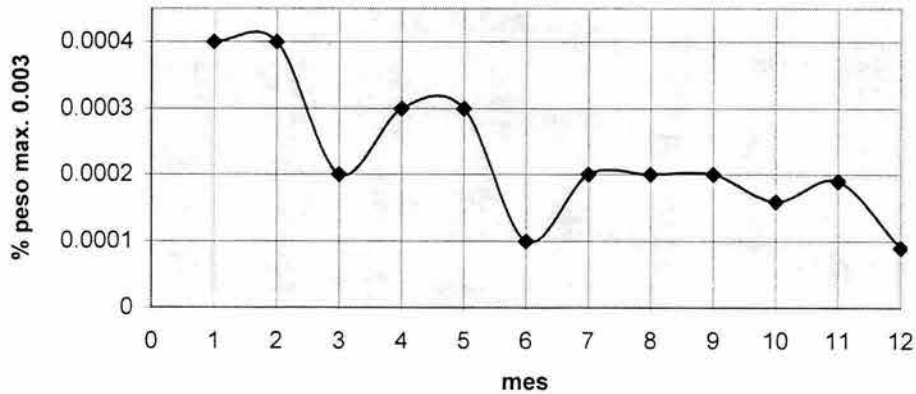
AZUFRE MERCAPTANICO Método ASTM D-3227 0.003% Peso máx.

Lotes	0.00007	0.00008	0.0001	0.0001	0.00008	0.00007	0.00002	0.00007	0.000074	0.00009	0.00009	0.0001	0.00007	0.0001
Lotes	0.00007	0.0001	0.00012	0.00013	0.0001	0.00008	0.0001	0.000076	0.00011	0.0001	0.0001	0.00016	0.0001	0.0001
Lotes	0.00008	0.0001	0.00012	0.00014	0.00012	0.0001	0.0001	0.00008	0.00012	0.0001	0.00011	0.00018	0.00011	0.00013
Lotes	0.0001	0.00017	0.00018	0.00021	0.00012	0.0001	0.0001	0.00013	0.00013	0.00012	0.00012	0.0002	0.00013	0.00016
Lotes	0.00014	0.0002	0.00033	0.00024	0.00016	0.0001	0.0001	0.00015	0.00013	0.00013	0.00015	0.0002	0.0002	0.00017
Lotes	0.00015	0.0004	0.0004	0.00033	0.0002	0.0001	0.0001	0.00018	0.00014	0.00013	0.00017	0.0002	0.0002	0.00018
Lotes	0.00023	0.00067	0.0004	0.0004	0.00023	0.00012	0.00012	0.00023	0.00015	0.00019	0.0002	0.00022	0.0002	0.00019
Lotes	0.0003	0.00092	0.0006	0.0005	0.00052	0.0002	0.00023	0.00028	0.0004	0.00026	0.0002	0.00023	0.0002	0.0002
Lotes	0.00082	0.00096	0.0008	0.0007	0.0007	0.0002	0.0004	0.00068	0.00061	0.0001	0.00033	0.00032	0.0002	0.0002
Lotes	0.0009	0.0012	0.0009	0.00074	0.0008	0.0006	0.0005	0.0014	0.0008	0.0001	0.0004	0.00061	0.00069	0.0002
Suma	0.00286	0.0048	0.00395	0.00349	0.00303	0.00167	0.00177	0.003276	0.002664	0.00132	0.00187	0.00242	0.0021	0.00163
Promedio	0.0003	0.0005	0.0004	0.0003	0.0003	0.00017	0.0002	0.00033	0.0003	0.0001	0.0002	0.0002	0.0002	0.00016
Rango	0.00083	0.00112	0.0008	0.00064	0.00072	0.00053	0.00048	0.00133	0.000726	0.00001	0.00031	0.00051	0.00062	0.0001
LSE	0.0003	0.0003	0.0003	0.0003	0.0003	0.0003	0.0003	0.0003	0.0003	0.0003	0.0003	0.0003	0.0003	0.0003
LIE	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0

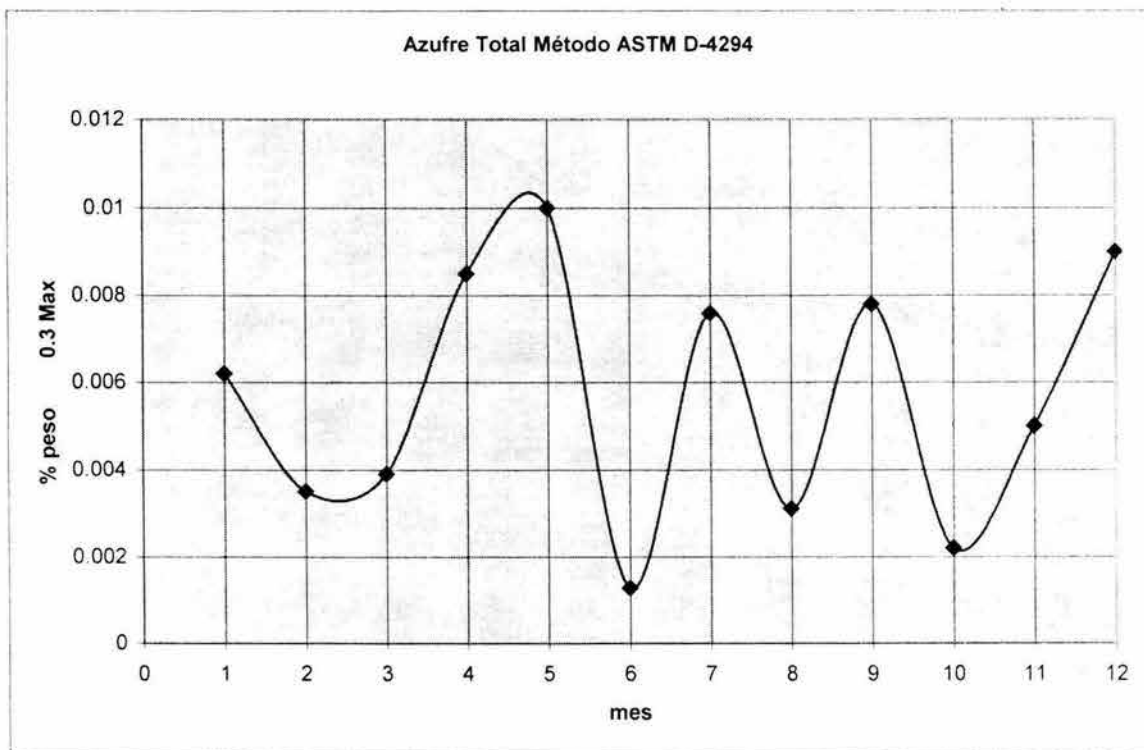
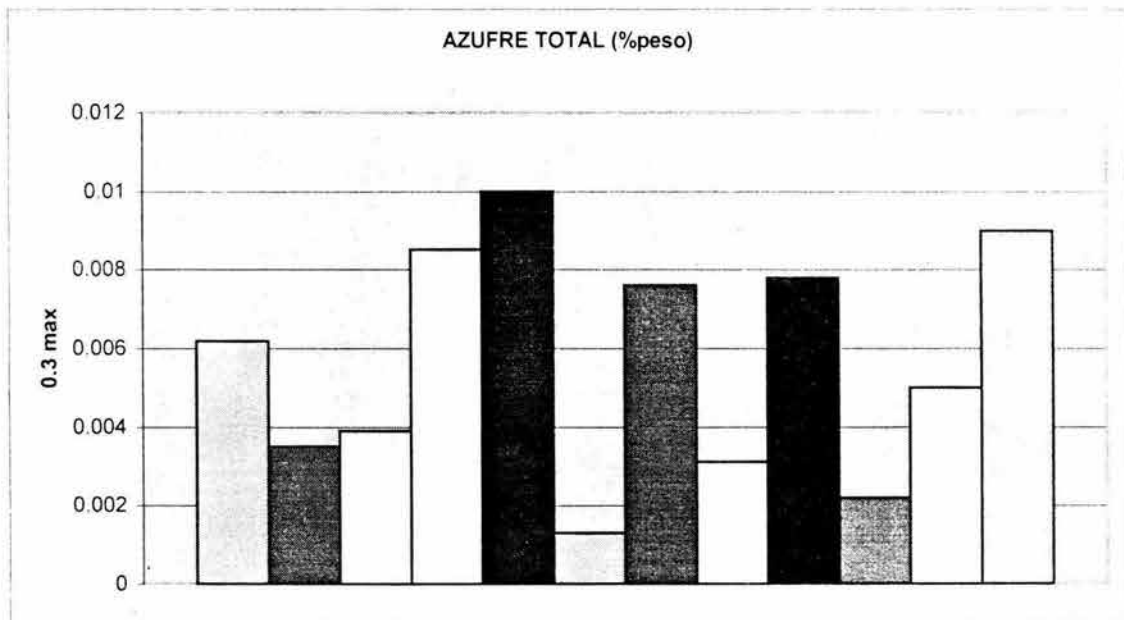
Azufre Mercaptanico Método ASTM-D3227



Azufre Mercaptanico Método ASTM D-3227



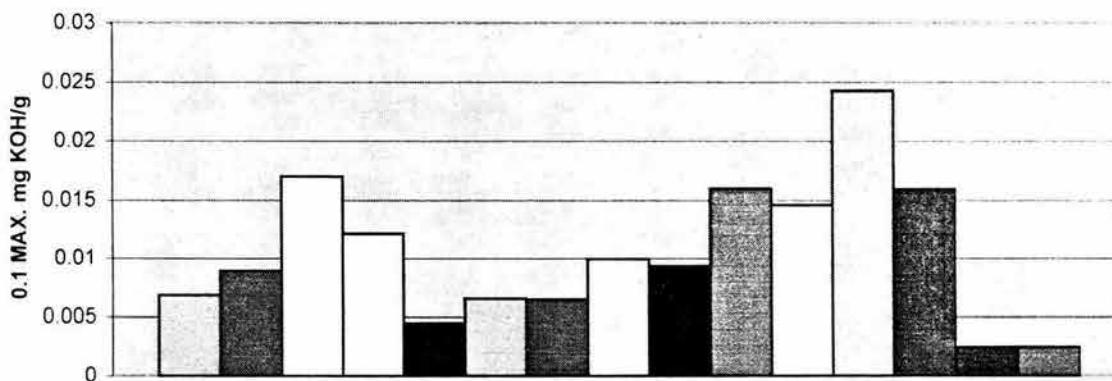
Azufre total Método ASTM D-4294



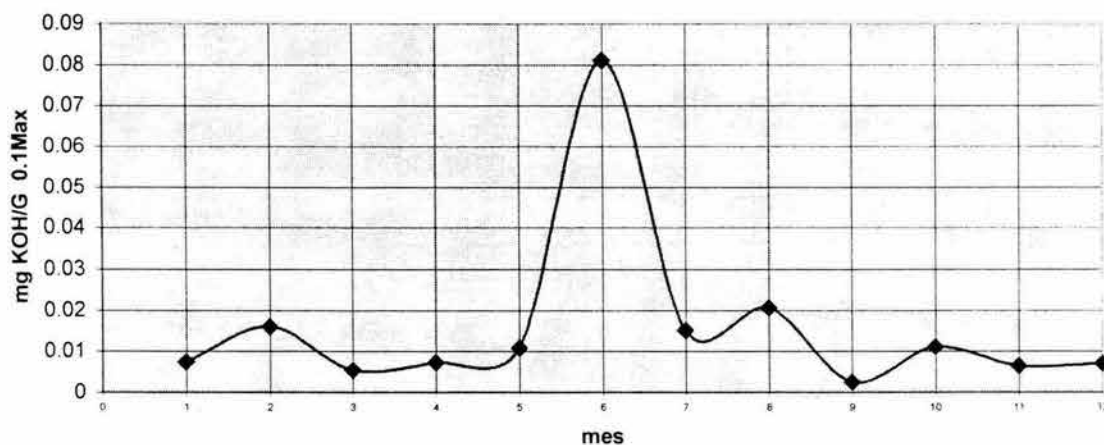
ACIDEZ TOTAL Método ASTM D-3242

Lotes	0.003	0.0024	0.0007	0.0049	0.0007	0.0035	0.004	0.003	0.0019	0.0064	0.0067	0.0147	0.0031	0.002	0.002
Lotes	0.004	0.0055	0.006	0.0077	0.0022	0.004	0.004	0.0078	0.006	0.0078	0.012	0.0178	0.0032	0.0022	0.0022
Lotes	0.006	0.008	0.008	0.008	0.0022	0.005	0.0046	0.0085	0.0063	0.008	0.0125	0.0178	0.006	0.0022	0.0022
Lotes	0.0063	0.009	0.009	0.01	0.003	0.0057	0.0062	0.0091	0.007	0.0091	0.014	0.021	0.0065	0.0022	0.0022
Lotes	0.0068	0.009	0.01	0.011	0.0036	0.0057	0.0065	0.0098	0.0076	0.0111	0.015	0.0234	0.0072	0.0024	0.0023
Lotes	0.0075	0.009	0.01	0.011	0.004	0.007	0.0065	0.011	0.0102	0.012	0.015	0.0269	0.0081	0.0024	0.0024
Lotes	0.008	0.009	0.01	0.015	0.005	0.0071	0.0072	0.011	0.0111	0.014	0.017	0.027	0.0281	0.0024	0.0025
Lotes	0.008	0.009	0.016	0.016	0.007	0.0071	0.008	0.0131	0.013	0.015	0.0172	0.0271	0.032	0.0028	0.0028
Lotes	0.009	0.01	0.02	0.017	0.0072	0.0071	0.008	0.0131	0.015	0.018	0.0172	0.033	0.0323	0.0028	0.0028
Lotes	0.01	0.018	0.08	0.021	0.01	0.013	0.0098	0.0132	0.015	0.058	0.0191	0.0336	0.03234	0.0033	0.0033
Suma	0.0686	0.0889	0.1697	0.1216	0.0449	0.0652	0.0648	0.0996	0.0931	0.1594	0.1457	0.2423	0.15884	0.0247	0.0247
Prom	0.00686	0.00889	0.01697	0.01216	0.00449	0.00652	0.00648	0.00996	0.00931	0.01594	0.01457	0.02423	0.01588	0.00247	0.00247
Rango	0.007	0.0156	0.0156	0.0161	0.0093	0.0095	0.0058	0.0102	0.0131	0.0516	0.0124	0.0189	0.02924	0.0013	0.0013
LSE	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
LIE	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0

Acidez Total Método ASTMD-3242



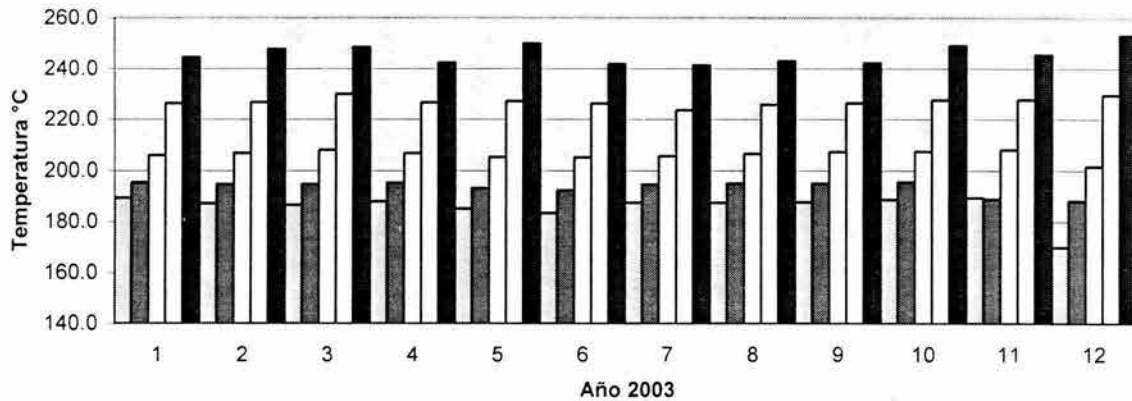
Acidez Total Método ASTM D-3242



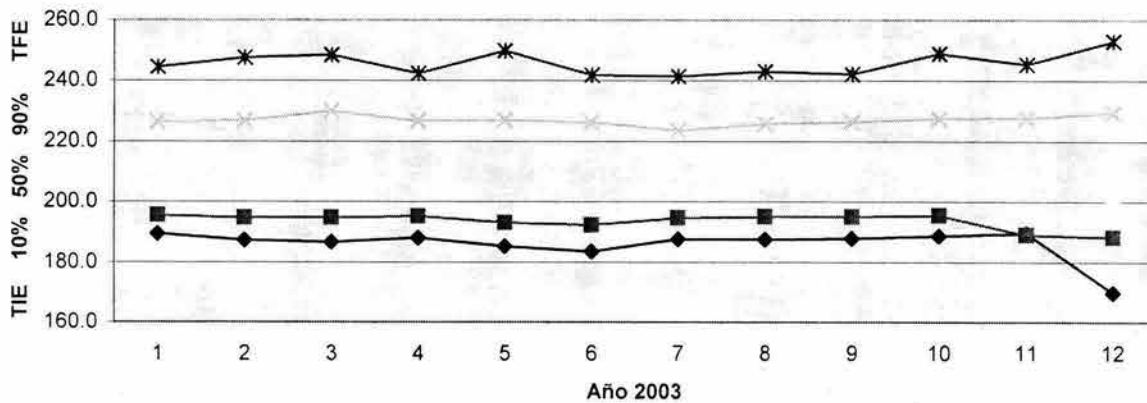
Destilación Método ASTM D-86

Destilación	Ene	Feb	Mar	Abr	May	Jun	Jul	Ago	Sep	Oct	Nov	Dic	Suma	Prom	Rango	LSE	LIE
Temp. Inicial de Ebullición (°C)	189.4	187.3	186.6	188.0	185.2	183.5	187.6	187.5	187.8	186.7	189.5	169.9	1854.3	185.4	6	reportar	a reportar
10% Recuperado (°C)	195.5	194.7	194.7	195.2	193.1	192.3	194.6	195	195	195.4	189	188.2	1932.5	193.2	6.4	205°C	a reportar
50% Recuperado (°C)	206	206.7	208	206.7	205.2	205.1	205.5	206.5	207.2	207.4	208	201.5	2061.3	206.1	2.9	reportar	a reportar
90% Recuperado (°C)	226.4	226.8	230	226.7	227.1	226.3	223.6	225.8	226.4	227.5	227.7	229.4	2270.5	227	3.7	reportar	a reportar
Temp. Final de ebullición (°C)	244.6	247.7	248.5	242.4	249.9	241.9	241.4	243	242.2	249	245.4	253	2456.7	245.6	10.8	300°C	a reportar

Destilación Método ASTM D-86



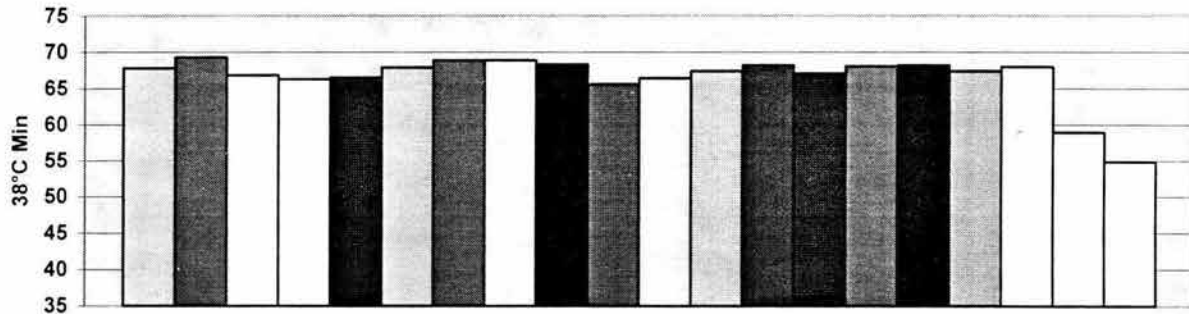
Destilación Método ASTM D-86



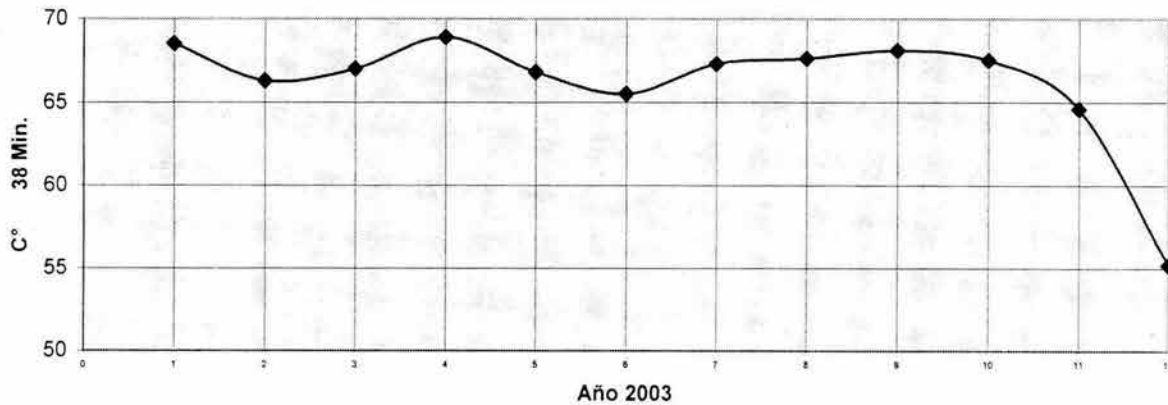
Temperatura de Inflamación Método ASTM D-56

Lotes	67	67	61	64	65	66	67	68	66	63	66	66	68	66	67	67	64	66	51.5	52.5
Lotes	67	68	66	66	65	66	68	68	67	64	66	67	68	66	67	67	65	67	54	52.5
Lotes	67	69	66	66	66	67	68	68	68	64	66	67	68	66	67	68	66	67	55.5	53
Lotes	67	69	67	66	66	67	69	69	68	65	66	67	68	67	68	68	67	67	56	54
Lotes	67	69	67	66	66	68	69	69	68	65	66	67	68	67	68	68	68	67	59.5	54.5
Lotes	68	70	67	66	67	68	69	69	69	66	66	68	68	67	68	68	68	68	60	54.5
Lotes	68	70	68	67	67	69	69	69	69	67	66	68	68	67	69	68	68	69	62	55.5
Lotes	69	70	68	67	67	69	70	69	69	67	67	68	68	68	69	69	69	69	62	56
Lotes	69	70	69	67	68	69	70	70	69	67	67	68	69	68	69	69	70	70	63.5	58
Lotes	69	71	69	68	68	70	70	70	70	68	68	68	69	69	69	70	70	70	65	58
Suma	678	693	668	663	665	679	689	689	683	656	664	674	682	671	681	682	674	680	589	548.5
Prom	67.8	69.3	66.8	66.3	66.5	67.9	68.9	68.9	68.3	65.6	66.4	67.4	68.2	67.1	68.1	68.2	67.4	68	58.9	54.85
rango	2	4	8	4	3	4	3	2	4	5	2	2	1	3	2	3	6	4	13.5	5.5
LSE																				
LIE	38	38	38	38	38	38	38	38	38	38	38	38	38	38	38	38	38	38	38	38

Temperatura de Inflamación Método ASTM D-56



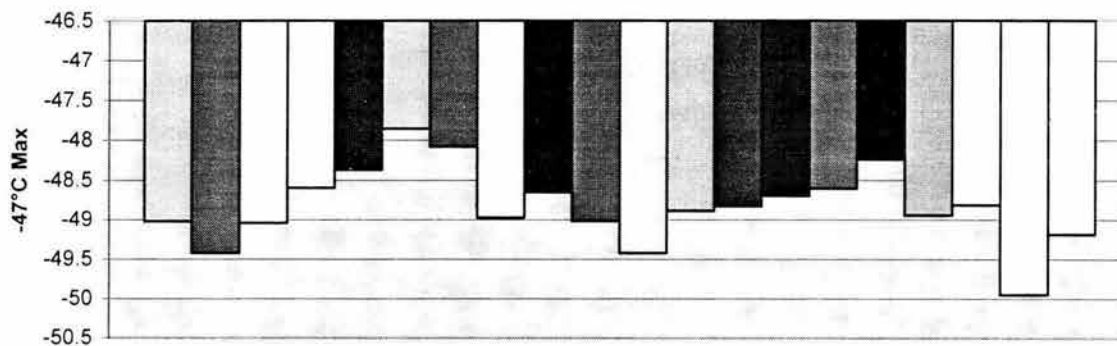
Temperatura de Inflamación Método ASTM D-56



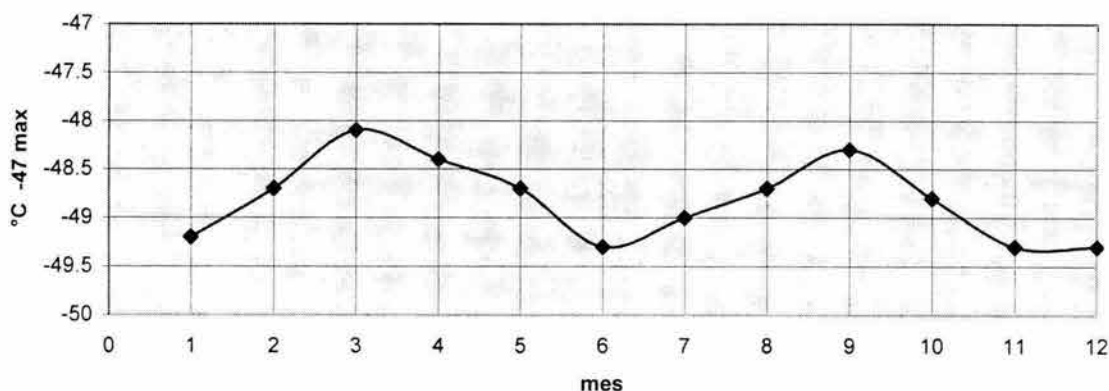
Temperatura de congelación Método ASTM D-5901

Lotes	-49.71	-49.62	-49.35	-48.91	-49.1	-48.15	-48.9	-49.42	-49.27	-49.33	-49.76	-49.32	-49.05	-48.86	-49.2	-48.75	-49.7	-49.5	-51.2	-50.78
Lotes	-49.57	-49.6	-49.29	-48.76	-48.9	-48.01	-48.3	-49.31	-49.15	-49.25	-49.72	-49.1	-48.96	-48.73	-48.8	-48.64	-49.66	-49.3	-51.17	-49.85
Lotes	-49.42	-49.55	-49.19	-48.74	-48.5	-47.99	-48.29	-49.27	-48.81	-49.23	-49.58	-49.01	-48.9	-48.73	-48.7	-48.34	-49.23	-49.2	-50.8	-49.84
Lotes	-49.19	-49.44	-49.17	-48.68	-48.4	-47.96	-48.07	-49.15	-48.77	-49.23	-49.5	-48.96	-48.86	-48.7	-48.7	-48.29	-49.07	-49.1	-50.27	-49.15
Lotes	-49.13	-49.42	-49.09	-48.66	-48.3	-47.95	-48.04	-49.01	-48.54	-49.17	-49.46	-48.95	-48.82	-48.69	-48.7	-48.26	-49.05	-49.1	-50.13	-49.1
Lotes	-49.11	-49.41	-49.09	-48.63	-48.3	-47.9	-48.03	-48.99	-48.49	-48.95	-49.37	-48.93	-48.79	-48.68	-48.6	-48.09	-48.79	-49	-49.98	-48.75
Lotes	-48.66	-49.35	-49.08	-48.48	-48.2	-47.8	-47.85	-48.88	-48.49	-48.85	-49.29	-48.92	-48.79	-48.67	-48.4	-48.09	-48.77	-48.3	-49.46	-48.61
Lotes	-48.53	-49.35	-48.85	-48.46	-48.2	-47.75	-47.83	-48.74	-48.43	-48.77	-49.24	-48.89	-48.77	-48.66	-48.4	-48.09	-48.46	-48.3	-49.1	-48.6
Lotes	-48.51	-49.27	-48.67	-48.46	-48	-47.67	-47.8	-48.53	-48.36	-48.74	-49.18	-48.83	-48.7	-48.65	-48.3	-48.01	-48.46	-48.2	-48.78	-48.58
Lotes	-48.36	-49.21	-48.6	-48.18	-47.9	-47.42	-47.74	-48.44	-48.23	-48.63	-49.1	-47.98	-48.66	-48.62	-48.2	-47.87	-48.28	-48.2	-48.61	-48.56
Suma	-490.19	-494.22	-490.38	-485.96	-483.7	-478.6	-480.85	-489.74	-486.54	-490.15	-494.2	-488.89	-488.3	-486.99	-486.03	-482.43	-489.47	-488.12	-499.5	-491.82
Prom	-49.019	-49.422	-49.038	-48.6	-48.4	-47.86	-48.085	-48.974	-48.65	-49.015	-49.42	-48.89	-48.83	-48.7	-48.6	-48.24	-48.95	-48.8	-49.95	-49.18
Rango	1.35	0.41	0.75	0.73	1.18	0.73	1.16	0.98	1.04	0.7	0.66	1.34	0.39	0.24	1.01	0.88	1.42	1.23	2.59	2.22
LSE	-47	-47	-47	-47	-47	-47	-47	-47	-47	-47	-47	-47	-47	-47	-47	-47	-47	-47	-47	-47
LIE																				

Temperatura de Congelacion Método ASTM D-5901

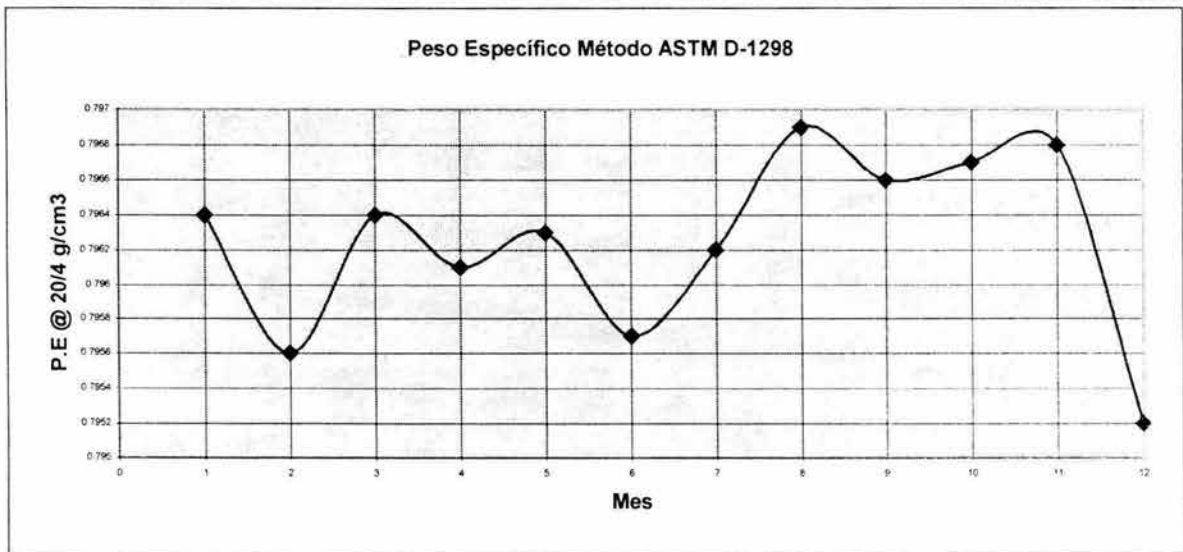
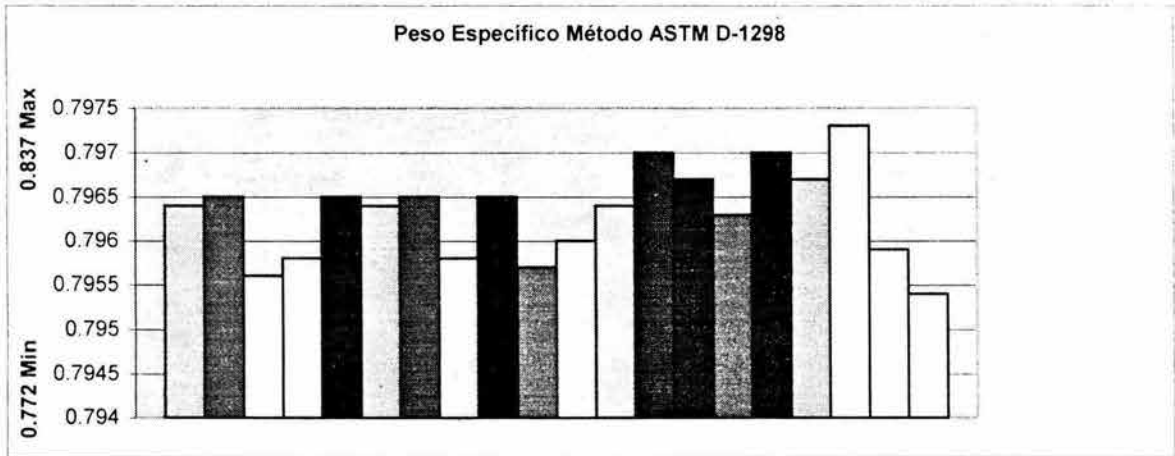


Temperatura de Congelación Método ASTM D-5901



Peso Específico Método ASTM D-1298

Lotes	0.796	0.796	0.795	0.795	0.796	0.796	0.796	0.795	0.796	0.795	0.796	0.796	0.796	0.795	0.796	0.796	0.796	0.793	0.794
Lotes	0.796	0.796	0.795	0.795	0.796	0.796	0.796	0.795	0.796	0.795	0.796	0.796	0.797	0.796	0.796	0.797	0.796	0.794	0.795
Lotes	0.796	0.796	0.795	0.796	0.796	0.796	0.796	0.796	0.796	0.795	0.796	0.796	0.797	0.796	0.796	0.797	0.796	0.795	0.795
Lotes	0.796	0.796	0.795	0.796	0.796	0.796	0.796	0.796	0.796	0.796	0.796	0.796	0.797	0.796	0.797	0.796	0.797	0.795	0.795
Lotes	0.796	0.796	0.795	0.796	0.796	0.796	0.796	0.796	0.796	0.796	0.796	0.796	0.797	0.796	0.797	0.796	0.797	0.795	0.795
Lotes	0.796	0.796	0.795	0.796	0.796	0.796	0.796	0.796	0.796	0.796	0.796	0.796	0.797	0.796	0.797	0.796	0.797	0.795	0.795
Lotes	0.797	0.797	0.796	0.796	0.797	0.797	0.797	0.796	0.797	0.796	0.796	0.797	0.797	0.796	0.797	0.797	0.796	0.797	0.796
Lotes	0.797	0.797	0.796	0.796	0.797	0.797	0.797	0.796	0.797	0.796	0.796	0.797	0.797	0.796	0.797	0.797	0.796	0.797	0.796
Lotes	0.797	0.797	0.796	0.796	0.797	0.797	0.797	0.796	0.797	0.796	0.796	0.797	0.797	0.796	0.797	0.797	0.796	0.797	0.796
Lotes	0.797	0.798	0.797	0.796	0.797	0.797	0.797	0.796	0.797	0.796	0.796	0.797	0.798	0.797	0.797	0.798	0.798	0.799	0.798
Suma	7.964	7.965	7.956	7.958	7.965	7.964	7.965	7.958	7.965	7.957	7.96	7.964	7.97	7.967	7.963	7.97	7.967	7.973	7.959
Prom	0.7964	0.7965	0.7956	0.7958	0.7965	0.7964	0.7965	0.7958	0.7965	0.7957	0.796	0.7964	0.797	0.7967	0.7963	0.797	0.7967	0.7973	0.7959
Rango	0.001	0.002	0.002	0.001	0.001	0.001	0.001	0.001	0.001	0.001	0	0.001	0.002	0.001	0.001	0.002	0.002	0.003	0.005
LSE	0.837	0.837	0.837	0.837	0.837	0.837	0.837	0.837	0.837	0.837	0.837	0.837	0.837	0.837	0.837	0.837	0.837	0.837	0.837
LIE	0.772	0.772	0.772	0.772	0.772	0.772	0.772	0.772	0.772	0.772	0.772	0.772	0.772	0.772	0.772	0.772	0.772	0.772	0.772

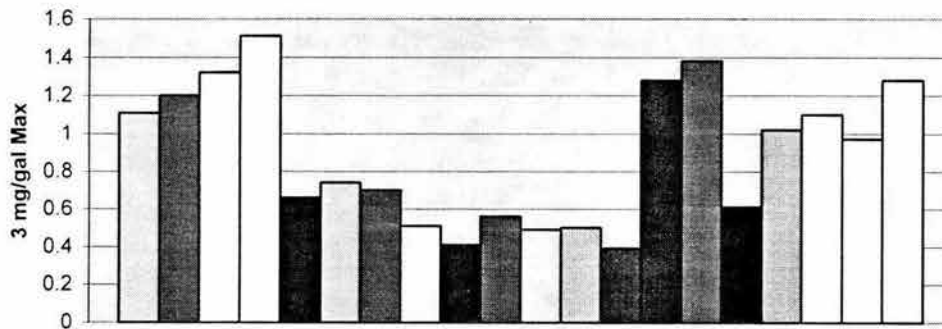


ESTA TESIS NO SALE
DE LA BIBLIOTECA

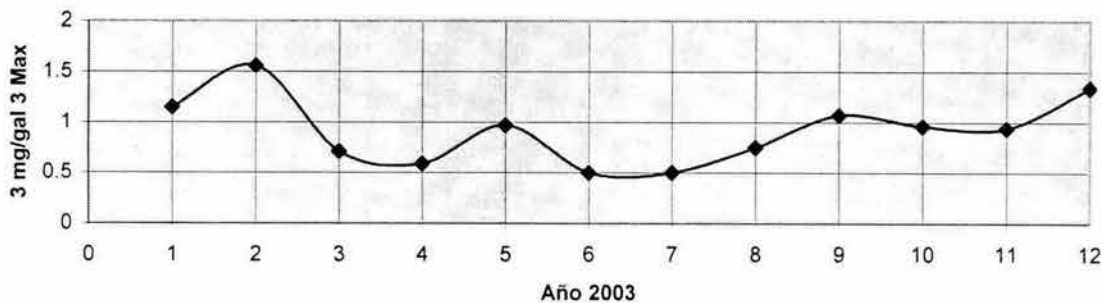
Partículas Contaminantes Método ASTM D-5452

Lote	0.5	0.6	0.5	0.7	0.2	0.4	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.3	0.2	0.3	0.2	0.3	0.6	0.5	0.4	0.2
Lote	0.6	0.7	0.7	0.7	0.3	0.4	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.4	0.2	0.4	0.5	0.3	0.7	0.6	0.5	0.4
Lote	0.8	0.6	0.8	1.2	0.4	0.4	0.4	0.3	0.3	0.4	0.3	0.4	0.3	0.8	0.9	0.3	0.7	0.7	0.6	0.5
Lote	0.8	0.9	1	1.2	0.4	0.4	0.5	0.4	0.3	0.4	0.4	0.4	0.3	1.1	0.9	0.5	1	0.7	0.7	0.5
Lote	0.9	1	1	1.2	0.5	0.5	0.5	0.4	0.4	0.5	0.4	0.4	0.3	1.2	1	0.5	1	0.9	0.9	0.7
Lote	0.9	1.1	1.5	1.4	0.6	0.6	0.6	0.4	0.4	0.5	0.5	0.4	0.3	1.2	1.4	0.5	1.1	0.9	1	0.9
Lote	1	1.3	1.5	1.5	0.8	0.6	0.7	0.5	0.4	0.6	0.5	0.5	0.4	1.4	1.8	0.5	1.1	1	1	1
Lote	2	1.4	1.8	2.1	1	0.7	0.8	0.7	0.5	0.8	0.5	0.6	0.4	1.6	1.9	0.9	1.3	1.2	1.2	1.7
Lote	2.5	1.7	1.8	2.3	1.1	0.8	1.2	0.8	0.6	0.8	0.8	1	0.5	1.8	2.3	1.1	1.3	1.9	1.5	2.5
Lote	1.1	2.5	2.6	2.8	1.3	2.6	1.8	1.1	0.7	1.1	1	0.6	1	3	2.9	1.2	1.4	2.6	1.9	4.4
Suma	11.1	12	13.2	15.1	6.6	7.4	7	5.1	4.1	5.6	4.9	5	3.9	12.8	13.8	6.1	10.2	11	9.7	12.8
Prom	1.11	1.2	1.32	1.51	0.66	0.74	0.7	0.51	0.41	0.56	0.49	0.5	0.39	1.28	1.38	0.61	1.02	1.1	0.97	1.28
Rango	0.6	1.9	2.1	2.1	1.1	2.2	1.6	0.9	0.5	0.9	0.8	0.3	0.8	2.7	2.7	0.9	0.8	2.1	1.5	4.2
LSE	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3
LIE	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0

Partículas Contaminantes Método D-5452



Partículas Contaminantes Método ASTM D-5452



Interpretación del muestreo

En caso de que el producto surtido por PEMEX no cumpla con las especificaciones de la norma ASTM o que en los tanques de almacenamiento sufra algún tipo de contaminación será necesario efectuar alguna corrección correspondiente o la devolución del producto vía auto-tanques a las instalaciones de PEMEX para su reproceso y en algunos casos mandarlo hacia otros productos con menos exigencias.

Aromáticos: Un alto contenido en aromáticos produce generalmente humo, carbón, depósitos de hollín y por lo tanto, es conveniente limitar su contenido, si se detectan contenidos de aromáticos fuera de especificación se detendrá el bombeo y el combustible será devuelto en auto-tanques y los gastos generados correrán por parte de PEMEX.

Azufre: El alto contenido de azufre en los combustibles es perjudicial al medio ambiente, por lo cual se regresará el combustible fuera de especificación a las instalaciones de PEMEX en auto-tanques cubriendo los gastos generados.

Azufre Mercaptanico: Estos dan al combustible un olor desagradable, atacan los hules sintéticos en el sistema de combustible y corroen los recubrimientos de cadmio, un combustible que no cumpla debe ser devuelto a PEMEX.

Congelación: Debe ser, lo suficientemente bajo para excluir interferencias por la formación de cristales en los tanques de combustible del aeronave, esto por la altura y la velocidad a la que vuelan los aviones comerciales, el combustible que no cumpla con esta especificación debe ser devuelto a PEMEX.

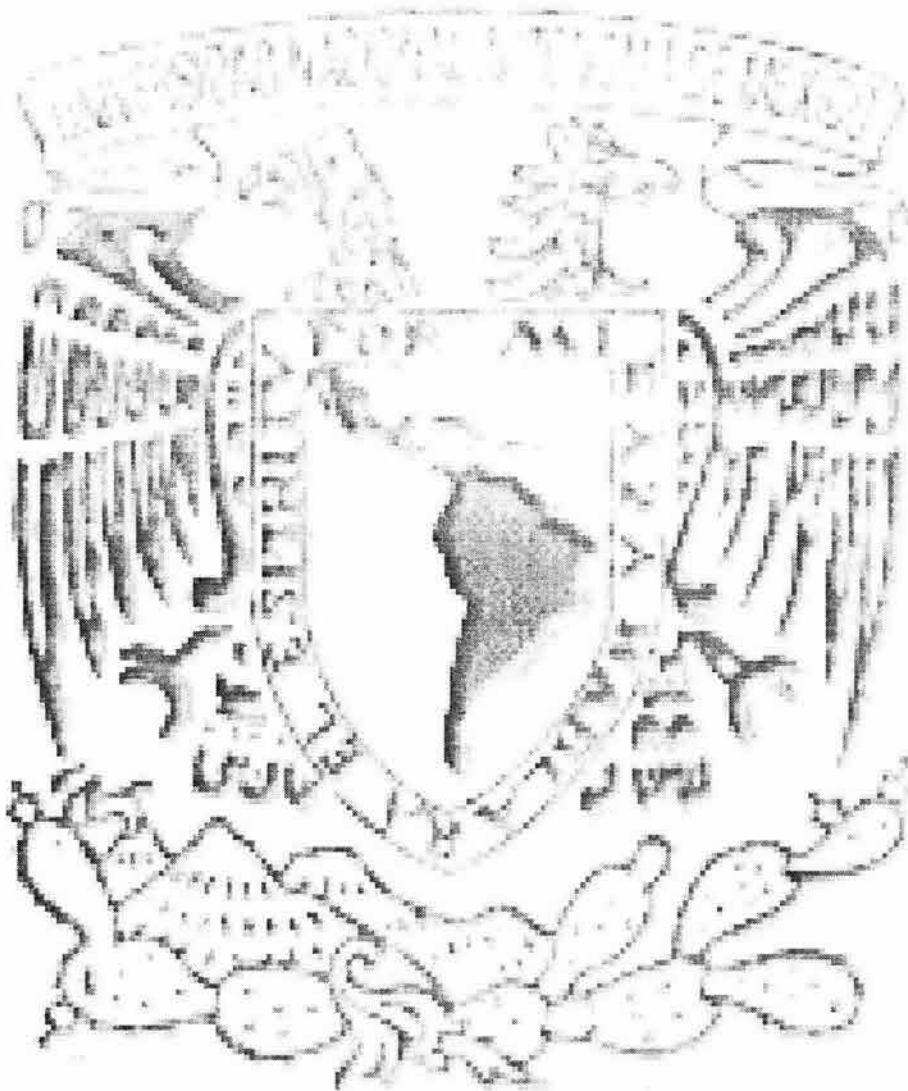
Destilación: Las temperaturas de destilado al 10% están limitadas para asegurar un arranque fácil y, el limite de 90% excluye las fracciones mas pesadas, esto garantiza que no exista mezcla con ningún otro producto similar.

Inflamación: Indica la temperatura máxima para el manejo y el almacenamiento de combustible, sin grave peligro de incendio, el combustible garantiza que es seguro y confiable al quemarse, si no cumple se regresa el combustible a PEMEX.

Partículas contaminantes: Si en la recepción se detecta que el combustible tiene un contenido mayor de 3mgr/gal se suspende el bombeo y se cambian los elementos filtrantes de recepción resolviendo este problema.

Peso especifico: Debe de estar dentro de la especificación para tener la seguridad que el producto no se ha contaminado con productos ligeros o más pesados en caso de estar fuera de especificación el producto se regresa a PEMEX.

CONCLUSIONES



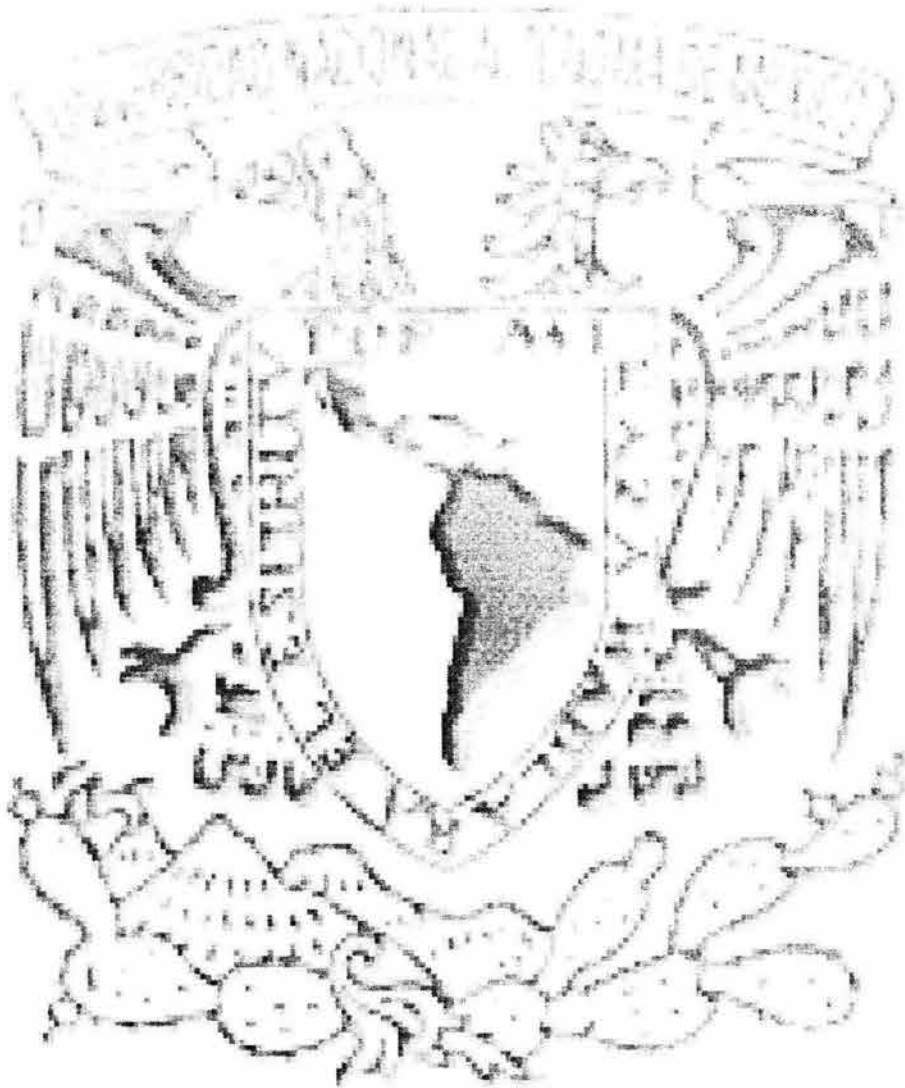
Este trabajo de tesis demuestra en base a los conocimientos adquiridos durante la formación académica como ingeniero en lo referente a la estadística y la calidad lo importante que es tener la información, que es parte fundamental para formar la base de datos necesarios de los resultados correspondientes a cada análisis realizado en este caso del combustible para avión y, verificar que la calidad de cada litro de combustible suministrado cumple con los requerimientos de acuerdo a la especificación.

Cubriendo así la necesidad de tener un registro gráfico y fidedigno de el comportamiento de el combustible, que refleja la garantía del buen desempeño del combustible durante su combustión en las turbinas del aeronave ofreciendo seguridad al transporte aéreo.

Por lo que se tiene la seguridad de que el laboratorio de control de calidad de combustibles de ASA, dentro de su estructura administrativa y funcional opera con gran competitividad técnica, material y humana, debido a que cuenta con los procedimientos de análisis que son actualizados constantemente y se apegan a la norma ASTM existente.

Haciendo mención de que el ingeniero mecánico electricista (área industrial) valiéndose del conocimiento adquiridos planea, organiza, produce, controla, opera y mantiene sistemas integrados por hombres y máquinas. En este caso se invirtió tiempo y conocimientos obteniendo una herramienta más, que puede ser utilizada al mostrar gráficamente los resultados de los análisis a las visitas de inspectores de líneas aéreas nacionales y extranjeras a las que se les suministra el combustible en el Aeropuerto Internacional de la Ciudad de México (AICM) por parte de Aeropuertos y Servicios Auxiliares (ASA) con la finalidad de otorgar seguridad a todos las empresas aéreas a las que se les abastece turbosina.

BIBLIOGRAFÍA



Eugene L. Grant
CONTROL DE CALIDAD ESTADÍSTICO
Continental S.A. de México

Acheson J. Duncan
CONTROL DE CALIDAD Y ESTADÍSTICA INDUSTRIAL
Alfaomega, 1989

Rafael Aguayo
EL MÉTODO DEMING
Javier Vergara Editor S.A., 1993

Cesar Pérez López
CONTROL ESTADÍSTICO DE LA CALIDAD
RA-MA, 1999

Ángel Paola Maseda
APLICACIÓN DE LA ESTADÍSTICA AL CONTROL DE CALIDAD
Marcombo Editores

Elsayed A. Elsayed, Thomas Hsiang, Genichi Taguchi
QUALITY ENGINEERING IN PRODUCCIÓN SYSTEMS
Mc Graw Hill, 1989

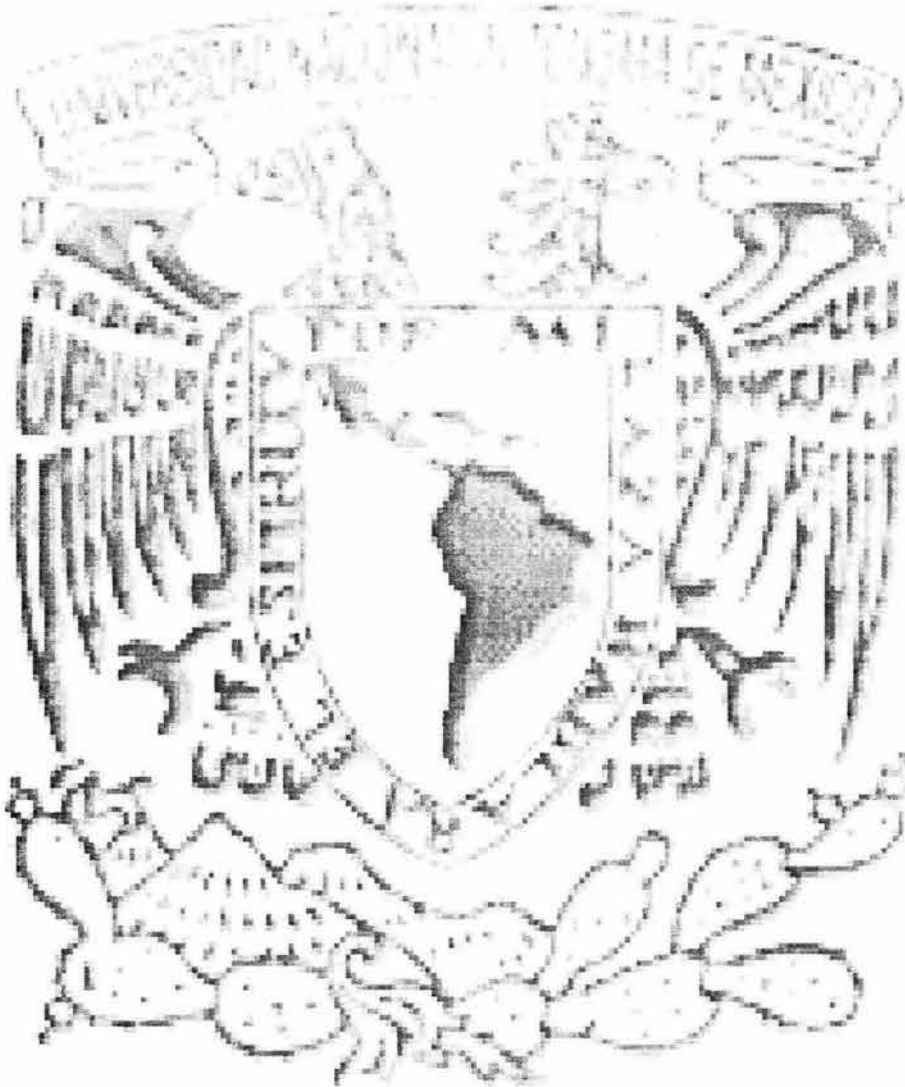
Robert T. Amsden, Howard M. Butler, Davida m. Amsden
CONTROL ESTADISTICO DE PROCESOS SIMPLIFICADO
Panorama editorial, 1993

J. M. Juran
TOTAL QUALITY CONTROL
Mc Graw Hill

Richard C. Vaughn
CONTROL DE CALIDAD
Limusa, 1986

ESPECIFICACIÓN DE CONTROL DE CALIDAD ASA COMBUSTIBLES
Aeropuertos y Servicios Auxiliares, 2003

ANEXOS





Standard Test Method for Flash Point by Tag Closed Tester¹

This standard is issued under the fixed designation D 56; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon (ϵ) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

This test method has been adopted for use by government agencies to replace Method 1101 of Federal Test Method Standard No. 791b, and Method 4291 of Federal Test Method Standard No. 141A.

1. Scope

1.1 This test method covers the determination of the flash point, by Tag closed tester, of liquids with a viscosity of below 5.5 centistokes (cSt) at 104°F (40°C), or below 9.5 cSt at 77°F (25°C), and a flash point below 200°F (93°C) except cut-back asphalts, those liquids which tend to form a surface film under test conditions, and materials which contain suspended solids.

NOTE 1—For the closed-cup flash point of liquids with a viscosity of 5.5 cSt or more at 104°F (40°C), or 9.5 cSt or more at 77°F (25°C), with a flash point of 200°F (93°C) or higher, which tend to form a surface film under test conditions, or suspensions of solids, use Method D 93. For cut-back asphalts refer to Methods D 1310 and D 3143.

NOTE 2—The U. S. Department of Transportation (RSTA)² and U. S. Department of Labor (OSHA) have established that liquids with a flash point under 100°F (37.8°C) are flammable as determined by this method for those liquids which have a viscosity less than 5.5 cSt at 104°F (40°C), or 9.5 cSt or less at 77°F (25°C), or do not contain suspended solids or do not have a tendency to form a surface film while under test. Other classification flash points have been established by these Departments for liquids using this test.

1.2 Liquids having viscosities more than 5.5 cSt at 104°F (40°C), or 9.5 cSt or more at 77°F (25°C), and contain suspended solids or have a tendency to form a surface film while under test should be tested in accordance with Test Methods D 93.

1.3 The values stated in inch-pound units are to be regarded as the standard. Temperatures are in degrees Fahrenheit and viscosity is in Centistokes units. The values in parentheses are for information only.

1.4 *This standard should be used to measure and describe the properties of materials, products, or assemblies in response to heat and flame under controlled laboratory conditions and should not be used to describe or appraise the fire hazard or fire risk of materials, products, or assemblies under actual fire conditions. However, results of this test may be used as elements of fire risk assessment which takes into account all of the factors which are pertinent to an assessment of the fire hazard of a particular end use.*

1.5 *This standard may involve hazardous materials, operations, and equipment. This standard does not purport to address all of the safety problems associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability or regulatory limitations prior to use. For specific hazard statements, see Note 5.*

1.6 Related Standards are Test Methods D 93, D 3828 and D 3941.

2. Referenced Documents

2.1 ASTM Standards:

D 93 Test Methods for Flash Point by Pensky-Martens Closed Tester³

D 850 Method for Distillation of Industrial Aromatic Hydrocarbons and Related Materials⁴

D 1015 Test Method for Freezing Points of High-Purity Hydrocarbons³

D 1078 Test Method for Distillation Range of Volatile Organic Liquids⁴

D 1310 Test Method for Flash Point and Fire Points of Liquids by Tag Open-Cup Apparatus³

D 3143 Test Method for Flash Point of Cutback Asphalt with Tag Open-Cup Apparatus⁵

D 3828 Test Method for Flash Point by Setaflash Closed Tester⁶

D 3941 Test Method for Flash Point by the Equilibrium Method with a Closed-Cup Apparatus⁴

E 1 Specification for ASTM Thermometers⁷

3. Definition

3.1 *flash point*—the lowest temperature corrected to a pressure of 760 mm Hg (101.3 kPa, 1013 m bar) at which application of a test flame causes the vapors of a portion of the sample to ignite under specified conditions of test.

4. Summary of Test Method

4.1 The sample is placed in the cup of the tester and, with the lid closed, heated at a slow constant rate. A small flame of specified size is directed into the cup at regular intervals. The flash point is taken as the lowest temperature at which application of the test flame causes the vapor above the sample to ignite.

¹ This test method is under the joint jurisdiction of ASTM Committee D-2 on Petroleum Products and Lubricants and is the direct responsibility of Subcommittee D 02.08 on Volatility.

Current edition approved Dec. 14, 1987. Published February 1988. Originally published as D 56 – 18 T. Last previous edition D 56 – 82.

² For information on U. S. Department of Transportation's regulations, see Codes of U. S. Regulations 49 CFR Chapter 1 and for information on U. S. Department of Labor's regulations see Code of U. S. Regulations 29 CFR Chapter XVII. Each of these items are revised annually and may be procured from the Superintendent of Documents, Government Printing Office, Washington, DC 20402.

³ Annual Book of ASTM Standards, Vol 05.01.

⁴ Annual Book of ASTM Standards, Vol 06.03.

⁵ Annual Book of ASTM Standards, Vol 04.03.

⁶ Annual Book of ASTM Standards, Vol 05.03.

⁷ Annual Book of ASTM Standards, Vols 05.01 and 14.03.

5. Significance and Use

5.1 Flash point measures tendency of the sample to form a flammable mixture with air under controlled laboratory conditions. It is only one of a number of properties that must be considered in assessing the overall flammability hazard of a material.

5.2 Flash point is used in shipping and safety regulations to define "flammable" and "combustible" materials. One should consult the particular regulation involved for precise definitions of these classes.

5.3 Flash point can indicate the possible presence of highly volatile and flammable materials in a relatively nonvolatile or nonflammable material. For example, an abnormally low flash point on a sample of kerosine may indicate gasoline contamination.

6. Apparatus

6.1 *Tag Closed Tester*—The apparatus is shown in Fig. 1 and described in detail in Annex A1. Refer to Annex A2 for

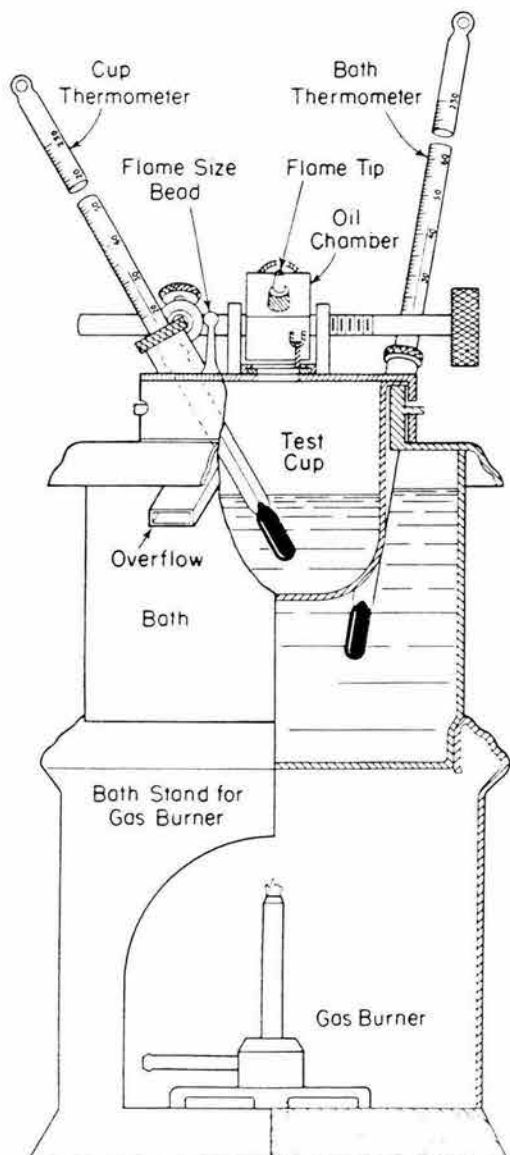


FIG. 1 Tag Closed Flash Tester

directions for checking the condition and operation of the tester.

6.2 *Shield*—A shield 18 in. (460 mm) square and 24 in. (610 mm) high, open in front, is recommended.

6.3 *Thermometers*—For the test cup thermometer, use one as prescribed in Table 1. For the bath thermometer, any convenient type that has an adequately open scale covering the required range may be used; it is often convenient to use the same type of thermometer as used in the test cup.

NOTE 3—Whenever thermometers complying with ASTM requirements are not available, thermometers complying with the requirements for The Institute of Petroleum thermometer IP 15F PM-Low may be used.

NOTE 4—There are automatic flash point testers available and in use which may be advantageous in that they save testing time, permit the use of small samples, and exhibit other factors which may merit their use. When automatic testers are used, the user must be sure that all of the manufacturer's instructions for calibrating, adjusting, and operating the instrument are followed. In any case of dispute, the flash point as determined manually shall be considered the referee test.

7. Sample

7.1 Erroneously high flash points can be obtained when precautions are not taken to avoid the loss of volatile material. Containers shall not be opened unnecessarily and transfers shall not be made unless the sample temperature is at least 20°F (11°C) below the expected flash point. Samples in leaky containers shall be discarded.

7.2 Samples are not to be stored in plastic (polyethylene, polypropylene, etc.) bottles, since volatile material may diffuse through the walls of the bottle.

8. Preparation of Apparatus

8.1 Support the tester on a level steady table. Unless tests are made in a draft-free room or compartment, surround the tester on three sides by the shield for protection from drafts. Tests are not to be made in a laboratory draft hood or near ventilators.

8.2 Gas is recommended for the test flame.

9. Procedure

9.1 For flash points below 55°F (13°C) or above 140°F (60°C), use as bath liquid a 1+1 mixture of water and ethylene glycol (see **Warning**—see Note 5). For flash points between 55°F (13°C) and 140°F (60°C), either water or a water-glycol mixture may be used as bath liquid (Note 5). The temperature of the liquid in the bath shall be at least 20°F (11°C) below the expected flash point at the time of introduction of the sample into the test cup. Do not cool bath liquid by direct contact with dry ice (solid carbon dioxide). Place the test cup in position in the bath.

NOTE 5: **Precaution**—Although ethylene glycol is considered low oral toxicity, nonirritating to the skin, and appears to be no respiratory hazard during normal handling, caution should be exercised when using

TABLE 1 Thermometers

For Tests	Below 40°F (4°C)	At 40 to 120°F (4 to 49°C)	Above 120°F (49°C)
Use ASTM Thermometer ^A	57F or 57C	9F or 9C	9F or 9C
		57F or 57C	

^A Complete specifications for these thermometers are given in Specification

it. The operator must avoid oral ingestion of the liquid, inhalation of large quantities of vapors, and contact of the liquid with the eyes or extended areas of the skin.

NOTE 6—Due to possible difficulty in maintaining the prescribed rate of temperature rise and due to the formation of ice on the lid, results by this method for samples having flash points below 32°F (0°C) may be somewhat unreliable. Trouble due to ice formation on the slide may be minimized by carefully lubricating the slide shutter with high-vacuum silicone lubricant.

9.2 Using a graduate and taking care to avoid wetting the cup above the final liquid level, measure 50 ± 0.5 mL of the sample into the cup, both the sample and graduate being precooled, if necessary, so that the sample temperature at the time of measurement will be $80 \pm 10^\circ\text{F}$ ($27 \pm 5^\circ\text{C}$) or at least 20°F (11°C) below the expected flash point, whichever is lower. It is essential that the sample temperature be maintained at least 20°F (11°C) below the expected flash point during the transfers from the sample container to the graduate and from the graduate to the test cup. Destroy air bubbles on the surface of the sample. Wipe the inside of the cover with a clean cloth or absorbent tissue paper; then attach the lid, with the thermometer in place, to the bath collar.

9.3 Light the test flame, adjusting it to the size of the small bead on the cover. Operate the mechanism on the cover in such a manner as to introduce the test flame into the vapor space of the cup, and immediately bring it up again. The time consumed for the full operation shall be about 1 s, or the time required to pronounce distinctly the words "thousand and one." Avoid any jerkiness in the operation of depressing and raising the test flame.

9.4 *Flash Points Below 140°F (60°C)*—When the flash point of the sample is known to be below 140°F (60°C), apply and adjust the heat so that the temperature of the portion will rise at a rate of 2°F (1°C)/min ± 6 s. When the temperature of the portion in the test cup is 10°F (5°C) below its expected flash point, apply the test flame in the manner just described in 9.3, and repeat the application of the test flame after each 1°F (0.5°C) rise in temperature of the portion.

9.5 *Flash Points at or Above 140°F (60°C)*—If the flash point of the sample is known to be 140°F (60°C) or higher, apply and adjust the heat so that the temperature of the portion will rise at a rate of 5°F (3°C)/min ± 6 s. When the temperature of the portion in the test cup is 10°F (5°C) below its expected flash point, apply the test flame in the manner described in 9.3 and repeat the application of the test flame each 2°F (1°C) rise in temperature of the portion, at each temperature reading that is a multiple of 2°F (1°C).

9.6 When the test flame application causes a distinct flash in the interior of the cup, observe and record the temperature of the portion as the flash point. Do not confuse the true flash with the bluish halo which sometimes surrounds the test flame during applications immediately preceding the actual flash.

9.7 Discontinue the test and remove the source of heat. Lift the lid and wipe the thermometer bulb. Remove the sample cup, empty, and wipe dry.

9.8 If, at any time between the first introduction of the test flame and the observation of the flash point, the rise in temperature of the portion is not within the specified rate or if the actual flash point differs from the expected flash point

by an amount greater than 4°F (2°C), discard the result and repeat the test, adjusting the source of heat to secure the proper rate of temperature rise, or using a modified "expected flash point," or both, as required.

NOTE 7—Never make a repeat test on the same portion of sample; always take a fresh portion of sample for each test.

10. Correction for Barometric Pressure

10.1 Observe and record the ambient barometric pressure (Note 8) at the time of the test. When the pressure differs from 760 mm Hg (101.3 kPa), correct the flash point as follows:

$$(A) \text{ Corrected flash point} = C + 0.25 (101.3 - p)$$

$$(B) \text{ Corrected flash point} = F + 0.06 (760 - P)$$

$$(C) \text{ Corrected flash point} = C + 0.033 (760 - P)$$

where:

F = observed flash point, °F.

C = observed flash point, °C.

P = ambient barometric pressure, mm Hg, and

p = ambient barometric pressure, kPa.

NOTE 8—The barometric pressure used in this calculation must be the ambient pressure for the laboratory at the time of test. Many aneroid barometers, such as those used at weather stations and airports, are precorrected to give sea level readings; these must not be used.

10.2 Record the corrected flash point to the nearest 1°F (or 0.5°C).

11. Precision and Bias⁸

11.1 *Precision*—The following criteria should be used for judging the acceptability of results (95 % probability):

11.1.1 *Repeatability*—The difference between successive test results, obtained by the same operator with the same apparatus under constant operating conditions on identical test material, would in the long run, in the normal and correct operation of the test method, exceed the following values only in one case in twenty:

Flash Point, °F (°C)	Repeatability, °F (°C)
Below 140 (60)	2 (1.1)
140 (60) to 199 (93)	3 (1.7)

11.1.2 *Reproducibility*—The difference between two single and independent results, obtained by different operators working in different laboratories on identical test material, would in the long run, in the normal and correct operation of the test method, exceed the following values only in one case in twenty:

Flash Point, °F (°C)	Reproducibility, °F (°C)
Below 55 (13)	6 (3.3)
55 (13) to 139 (59)	4 (2.2)
140 (60) to 199 (93)	6 (3.3)

11.2 *Bias*—The procedure in Test Method D 56 for measuring flash point can be defined only in terms of a test method.

⁸ Supporting data are available from ASTM Headquarters. Request RR-122-1003.

ANNEXES

(Mandatory Information)

A1. APPARATUS

A1.1 The Tag closed tester shall consist of the test cup, lid with test flame, and liquid bath conforming to the following requirements:

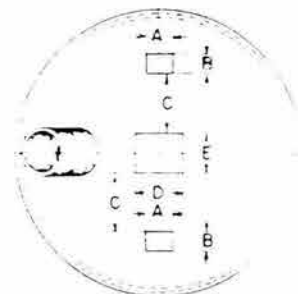
A1.1.1 *Test Cup.* of brass or other nonrusting metal of equivalent heat conductivity, conforming to dimensional requirements prescribed in Table A1.1. It shall weigh 68 ± 1 g.

A1.1.2 *Lid:*

A1.1.2.1 The lid comprises a circle of nonrusting metal with a rim projecting downward about $\frac{5}{8}$ in. (15.9 mm), a slide shutter, a device which simultaneously opens the shutter and depresses the tip of the tube which carries fuel through to the test flame, and a slanting collar in which the cup-thermometer ferrule is inserted. Figure A1.1 gives a diagram of the upper surface of the lid, showing dimensions and positions of the three holes opened and closed by the shutter, and the size and position of the opening for the cup thermometer.

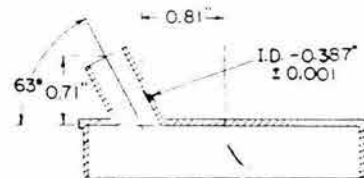
A1.1.2.2 The rim shall fit the collar of the liquid bath with a clearance not exceeding 0.002 in. (0.05 mm) and shall be slotted in such a manner as to press the lid firmly down on the top of the cup when the latter is in place in the bath. When this requirement is not met, the vertical position of the cup in the bath shall be suitably adjusted, as by placing a thin ring of metal under the flange of the cup.

A1.1.2.3 The shutter shall be of such size and shape that it covers the three openings in the lid when in the closed position and uncovers them completely when in the open position. The nozzle of the flame-exposure device shall conform to the dimensions given in Table A1.1. The device shall be designed and constructed so that opening the shutter depresses the tip to a point approximately 0.08 in. (2 mm) to the right of the horizontal center of the middle opening of the lid (Refer to lower part of Fig. A1.2). This will bring the test flame to the approximate center of the opening. The plane of the underside of the lid shall be between the top and bottom of the opening in the tip of the flame-exposure device



- A - 0.281"
- B - 0.188"
- C - 0.594"
- D - 0.469"
- E - 0.406"

Note: All dimensions ± 0.005 " unless otherwise shown.



TOP OF LID SHOWING POSITION AND DIMENSIONS OF OPENINGS

Metric Equivalents

in.	mm	in.	mm
0.001	0.03	0.406	10.32
0.005	0.13	0.469	11.92
0.188	4.78	0.594	15.10
0.281	7.15	0.71	18.0
0.387	9.84	0.81	20.6

NOTE—Dimensions relating to the size and position of the thermometer collar are recommended but not mandatory.

FIG. A1.1 Top of Lid Showing Position and Dimensions of Openings

TABLE A1.1 Dimensional Requirements

Depth of bath liquid surface below top of test cup	1.094 \pm 0.016 in. (27.8 \pm 0.4 mm)
Depth of sample surface below top of test cup	1.156 \pm 0.031 in. (29.4 \pm 0.8 mm)
Depth of bottom of bulb of test thermometer below top of cup when in place	1.77 \pm 0.03 in. (45.0 \pm 0.8 mm)
Inside diameter of test cup at top	2.125 \pm 0.005 in. (54.0 \pm 0.1 mm)
Diameter of bead on top of cover	0.156 \pm 0.031 in. (4.0 \pm 0.8 mm)
Diameter of opening in tip of test flame nozzle	0.049 \pm 0.010 in. (1.2 \pm 0.3 mm)
Outside diameter of tip of test flame nozzle	0.079 in. max (2.0 mm max)

when the latter is fully depressed.

A1.1.2.4 The collar for the cup-thermometer ferrule shall be set at an angle which permits placement of the thermometer with its bulb approximately in the horizontal center of the cup, at a depth prescribed in Table A1.1.

A1.1.3 *Liquid Bath,* conforming to the limiting or minimum dimensions shown in Fig. A1.2. It shall be of brass, copper, or other noncorroding metal of substantial construction. Sheet metal of about No. 20 B & S gage (0.812 mm) satisfactory. It may, if desired, be lagged with heat-insulating material to facilitate control of temperature.

A1.1.4 *Heater,* of any type (electric, gas, alcohol, etc) capable of controlling temperature as required in Section . An external electric heater, controlled by a variable voltage transformer, is recommended.

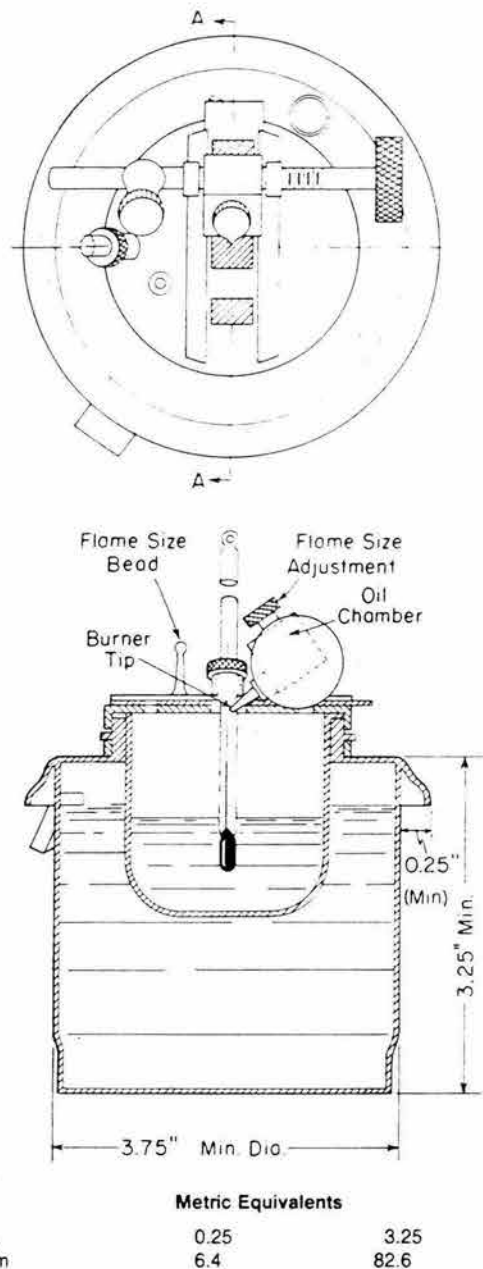


FIG. A1.2 Section of Liquid Bath and Cup

A1.1.5 *Bath Stand*—For electric heating, any type of stand may be used. For alcohol lamp or gas burner, a stand,

as illustrated in Fig. 1, to protect the flame from air currents (unless tests can be made in a draft-free room) is required.

A2. CHECKING CONDITION AND OPERATION OF TAG CLOSED TESTERS

A2.1 Material

A2.1.1 *p-Xylene*,⁹ conforming to the following requirements:

Specific gravity (60/60°F) (15.6/15.6°C), 0.860 min, 0.866 max.

Boiling range. . . .2°C max from start to dry point, when tested by Test Method D 850 or Test Method D 1078. The

range shall include the boiling point of pure *p-xylene*, which is 281°F (138.4°C).

Freezing point. . . .52.2°F (11.23°C), min (95 % molal purity) as determined by Method D 1015.

A2.2 Procedure

A2.2.1 Determine the flash point of the *p-xylene*, following the directions in Sections 6 to 9. When the tester is operating properly, a value of $81 \pm 1^\circ\text{F}$ ($27.2 \pm 0.6^\circ\text{C}$) will be obtained.

⁹ Available as Flash Point Check Fluid (*p-xylene*) from Special Products Div., Phillips Petroleum Co., Drawer O, Borger, TX 79007.

A2.2.2 When the flash point obtained on *p*-xylene is not within the limits stated in A2.2.1, check the condition and operation of the apparatus to ensure conformity with the details listed in Annex A1, especially with regard to tightness of the lid (A1.1.2.2), the action of the shutter and the

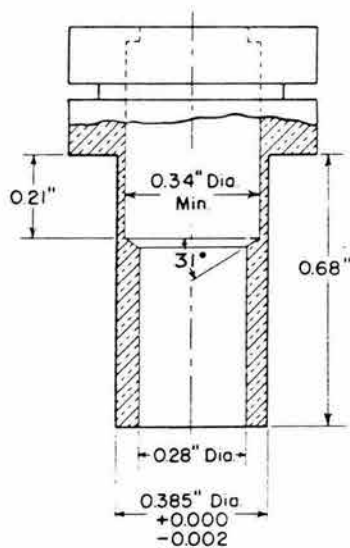
position of the test flame (A1.1.2.3), and the angle and position of the thermometer (A1.1.2.4). After adjustment, when necessary, repeat the test, with special attention to procedural details prescribed in Section 8.

A3. MANUFACTURING STANDARDIZATION

A3.1 The cup thermometer, which conforms also to the specifications for the low-range thermometer used in the Pensky-Martens flash tester, Method D 93, is frequently supplied by the thermometer manufacturer with a metal or polytetrafluoroethylene ferrule intended to fit the collar on the lid of the flash tester. This ferrule is frequently supplemented by an adapter which is used in the larger-diameter collar of the Pensky-Martens apparatus. Differences in dimensions of these collars, which are immaterial in their

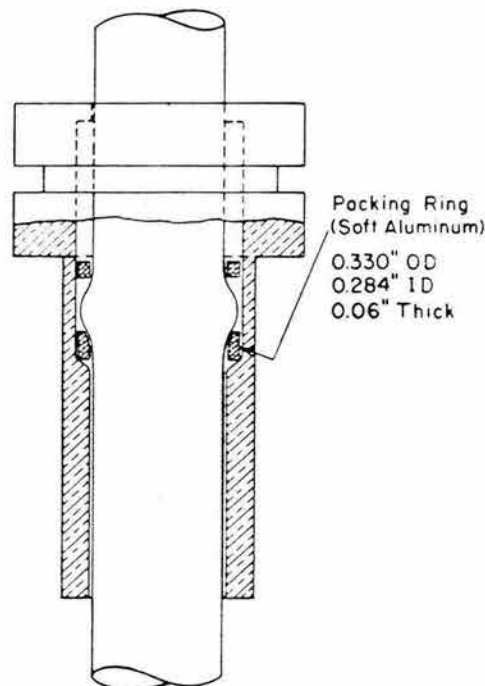
effect on the result of tests, are a source of considerable unnecessary trouble to manufacturers and suppliers of instruments, as well as to users.

A3.2 Subcommittee 21 on Metalware Laboratory Apparatus, of ASTM Committee E-1 on Methods of Testing, has studied this problem and has established some dimensional requirements which are shown, suitably identified, in Figs. A1.1, A3.1, and A3.2. Conformity to these requirements is not mandatory but is desirable to users as well as suppliers of Tag closed testers.



in.	mm	in.	mm
0.002	0.05	0.34	8.6
0.21	5.3	0.385	9.8
0.28	7.1	0.68	17.3

FIG. A3.1 Dimensions for Thermometer Ferrule (Not Mandatory)



in.	mm	0.06	0.284	0.330
		1.5	7.23	8.40

FIG. A3.2 Dimensions for Thermometer Packing Ring (Not Mandatory)

The American Society for Testing and Materials takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.

This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, 1916 Race St., Philadelphia, PA 19103.



Standard Method for Distillation of Petroleum Products¹

This standard is issued under the fixed designation D 86; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon (ϵ) indicates an editorial change since the last revision or reapproval. This is also a Standard of the Institute of Petroleum issued under the fixed designation IP 123. The final number indicates the year of last revision.

This method was adopted as a joint ASTM-IP standard in 1964.

This method has been adopted for use by government agencies to replace Method 1001 of Federal Test Method Standard No. 791b.

¹ NOTE 1—Editorial correction was made in Table A1.1 in September 1986.

² NOTE 2—The position of Fig. 1 was corrected editorially in July 1988.

1. Scope

1.1 This method covers the distillation of motor gasolines, aviation gasolines, aviation turbine fuels, special boiling point spirits, naphthas, white spirit, kerosines, gas oils, distillate fuel oils, and similar petroleum products.

NOTE 1—The values stated in inch-pound units are to be regarded as the standard.

NOTE 2—For the distillation of natural gasoline, see ASTM Method D 216, Distillation of Natural Gasoline (IP Designation: 191).² For the distillation of volatile organic liquids or relatively pure solvents, see ASTM Method D 1078, Distillation Range of Volatile Organic Liquids.³

NOTE 3—For the distillation of aviation turbine fuels and other products of such wide boiling range that the low distillation thermometer specified in Group 3 of Table 1 is inadequate, this method may be applied by substituting the high-distillation thermometer, together with the other test conditions specified in Group 3 (see 10.3).

2. Referenced Documents

2.1 ASTM Standards:

- E 1 Specification for ASTM Thermometers⁴
- E 77 Method for Inspection and Verification of Liquid-in-Glass Thermometers⁵
- E 133 Specification for Distillation Equipment⁴

3. Summary of Method

3.1 A 100-ml sample is distilled under prescribed conditions which are appropriate to its nature (Table 1). Systematic observations of thermometer readings and volumes of

condensate are made, and from these data, the results of the test are calculated and reported.

4. Significance

4.1 Distillation (volatility) characteristics of petroleum products are indicative of performance in their intended applications. Petroleum product specifications generally include distillation limits to assure products of suitable volatility performance.

4.2 The empirical results obtained by use of this distillation method have been found to correlate with automotive equipment performance factors and with other characteristics of petroleum products related to volatility.

5. Definitions

5.1 *initial boiling point*—the thermometer reading that is observed at the instant that the first drop of condensate falls from the lower end of the condenser tube.

5.2 *end point or final boiling point*—the maximum thermometer reading obtained during the test. This usually occurs after the evaporation of all liquid from the bottom of the flask. The term "maximum temperature" is a frequently used synonym.

5.3 *dry point*—the thermometer reading that is observed at the instant the last drop of liquid evaporates from the lowest point in the flask. Any drops or film of liquid on the side of the flask or on the thermometer are disregarded.

NOTE 4—The end point (final boiling point), rather than the dry point, is intended for general use. The dry point may be reported in connection with special purpose naphthas, such as used in the paint industry. Also, it should be substituted for the end point (final boiling point) whenever the sample is of such a nature that the precision of the end point (final boiling point) cannot consistently meet the requirements given in Section 11.

5.4 *decomposition point*—the thermometer reading that coincides with the first indications of thermal decomposition of the liquid in the flask.

NOTE 5—Characteristic indications of thermal decomposition are an evolution of fumes, and erratic thermometer readings which usually

¹ This method is under the jurisdiction of ASTM Committee D-2 on Petroleum Products and Lubricants.

In the IP, this method is under the jurisdiction of the Standardization Committee.

Current edition approved Aug. 27, 1982. Published October 1982. Originally published as D 86 - 21. Last previous edition D 86 - 78.

² Annual Book of ASTM Standards, Vol 05.01.

³ Annual Book of ASTM Standards, Vol 06.03.

⁴ Annual Book of ASTM Standards, Vols 05.03 and 14.03.

⁵ Annual Book of ASTM Standards, Vol 14.03.

show a decided decrease after any attempt is made to adjust the heat.

5.5 *percent recovered*—the volume in millilitres of condensate observed in the receiving graduate, in connection with a simultaneous thermometer reading.

5.6 *percent recovery*—the maximum percent recovered, as observed in accordance with 9.7.

5.7 *percent total recovery*—the combined percent recovery and residue in the flask, as observed in accordance with 9.8.

5.8 *percent loss*—100 minus the percent total recovery.

5.9 *percent residue*—the percent total recovery minus the percent recovery, or the volume of residue in millilitres if measured directly.

5.10 *percent evaporated*—the sum of the percent recovered and the percent loss.

6. Apparatus

6.1 All of the section and figure reference numbers in 6.1.1 through 6.1.7 refer to Specification E 133, the standard to which all the items listed shall conform.

6.1.1 *Flask*—Flask B, as shown in Fig. 3.

6.1.2 *Condenser and Cooling Bath*—Section 4; Figs. 1 and 2.

6.1.3 *Shield*—Section 5; Figs. 1 and 2.

6.1.4 *Heater*—Section 6; Figs. 1 and 2.

6.1.5 *Flask Support*—Table 2 (Specification E 133), boards B or C.

6.1.6 *Graduated Cylinder*—Section 8; Graduate B, 100 ml, as shown in Fig. 4.

6.1.7 *Thermometer*—Section 9. ASTM Thermometers 7F (7C) and 8F (8C) or IP Thermometers 5C (low distillation) and 6C (high distillation) conforming to the IP Specifications for Standard Thermometers. Under certain test conditions the bulb of the thermometer may be 50°F (28°C) above the temperature indicated, and at an indicated temperature of 700°F (371°C) the temperature of the bulb is approaching a critical range in the glass. Thermometers that have been exposed to such conditions should not be reused without checking their ice point to verify calibration as prescribed in Specification E 1 and Method E 77.

NOTE 6—Data have been obtained that indicate that the Precision-Shell Automatic Distillation Apparatus is capable of giving test results that correspond in level and precision with those obtained by the manual procedures of this method, when the apparatus has been calibrated according to instructions supplied by the manufacturer. A condensed summary of these supporting data is given in Appendix X1.

7. Sample

7.1 In the case of any product having a Reid vapor pressure of 9.5 psi (65.5 kPa) or higher, cool the sample bottle to the temperature range indicated in Table 1 for measuring the distillation charge. Collect the sample in the previously cooled bottle, preferably by immersing the bottle in the liquid, where possible, and discarding the first sample. Where immersion is not possible, the sample shall be drawn off into the previously cooled bottle in such a manner that agitation is kept at a minimum. Close the bottle immediately with a tight-fitting stopper, and place it in an ice bath or refrigerator capable of maintaining the sample at a tempera-

TABLE 1 Test Conditions

	Group 1	Group 2	Group 3	Group 4
Sample characteristics:				
Vapor pressure at 100°F, lb (ASTM D 323, ^A IP 69 or IP 171)	9.5 or above	below 9.5	below 9.5	below 9.5
Distillation	{ initial boiling point, °F (°C)	...	212 (100) or below	above 212 (100)
	{ end point, °F (°C)	482 (250) or below	482 (250) or below	above 482 (250)
Preparation of apparatus:				
ASTM Distillation Thermometer No.	low; 7F (7C)	low; 7F (7C)	low; 7F (7C)	high; 8F (8C)
IP Distillation Thermometer No.	5C	5C	5C	6C
Diameter of hole in flask support, in. (mm) ^C	1.5 (37.5)	1.5 (37.5)	2.0 (50)	2.0 (50)
Temperature at start of test:				
Flask and thermometer, °F (°C)	55 to 65 (13 to 18)	55 to 65 (13 to 18)	55 to 65 (13 to 18)	not above ambient
Flask support and shield	not above ambient	not above ambient	not above ambient	...
Graduate and 100-ml charge, °F (°C)	55 to 65 (13 to 18)	55 to 65 (13 to 18)	55 to 65 (13 to 18)	55 (13) to ambient
Flask (Section 6.1)	B (125 ml)	B (125 ml)	B (125 ml)	B (125 ml)
Conditions during test procedure:				
Temperature of condenser bath, °F (°C)	32 to 34 (0 to 1)	32 to 40 (0 to 4)	32 to 40 (0 to 4)	32 to 140 ^D (0 to 60)
Temperature of bath around graduate, °F (°C)	55 to 65 (13 to 18)	55 to 65 (13 to 18)	55 to 65 (13 to 18)	within ±5 (±3) of temperature of distillation charge
Time from first application of heat to initial boiling point, min	5 to 10	5 to 10	5 to 10	5 to 15
Time from initial boiling point to 5% recovered, s	60 to 75	60 to 75
Uniform average rate of condensation from 5% recovered to 5-ml residue in flask, ml/min	4 to 5	4 to 5	4 to 5	4 to 5
Time from 5-ml residue to end point, min	3 to 5	3 to 5	5 max	5 max

^A ASTM Method D 323, Test for Vapor Pressure of Petroleum Products (Reid Method).²

^B As determined under all test conditions of the group concerned.

^C The Institute of Petroleum specifies a 2-in. opening for the flask support board. Hole diameters are to be reviewed.

^D The proper condenser bath temperature will depend upon the wax content of the sample and of its distillation fractions. The minimum temperature which permits satisfactory operation should be used. In general, a bath temperature in the 32 to 40°F (0 to 4°C) range is suitable for kerosine and products meeting the specifications for Grade No. 1 fuel oil as prescribed in ASTM Specifications D 396, for Fuel Oils,² and those meeting the specifications for Grade No. 1-D diesel fuel oil as prescribed in ASTM Classification D 975, Classification of Diesel Fuel Oils.² In some cases involving Grade No. 2 fuel oil (Specifications D 396), Grade No. 2-D diesel fuel oil (Classification D 975), gas oils and similar distillates, it may be necessary to hold the condenser bath temperature at some point in the 100 to 140°F (38 to 60°C) range, in order to avoid the condensation of solid waxy material in the condenser tube.

are not to exceed 60°F (15°C).

7.2 Samples of materials that visibly contain water are not suitable for testing. If the sample is not dry, and the initial boiling point is below 150°F (66°C), obtain another sample, which is free from suspended water for the test. If the initial boiling point is above 150°F (66°C), shake the sample with anhydrous sodium sulfate or other suitable drying agent and separate it from the drying agent by decanting.

Preparation of Apparatus

8.1 Refer to Table 1 and select the flask, flask support, and thermometer, which are required by the sample to be tested. Bring the respective temperatures of the flask, thermometer, graduate, flask support, and shield to their required values for starting the test.

8.2 Fill the condenser box to cover the condenser tube with any nonflammable coolant which is suitable for the temperature required by Table 1, such as chopped ice, water, brine, or ethylene glycol solution. If chopped ice is used, add sufficient water to cover the condenser tube. If necessary, make any suitable provision, such as circulation, stirring, or air blowing, so as to maintain the required condenser bath temperature throughout the test. Similarly, make any necessary provision so that the temperature of the bath around the graduate will remain within the limits required in Table 1.

8.3 Remove any residual liquid in the condenser tube by dabbing with a piece of soft, lint-free cloth attached to a cord or copper wire.

8.4 Bring the temperature of the sample within the range prescribed in Table 1. Measure 100 ml of the sample in the graduated cylinder and transfer it as completely as practicable to the distillation flask, taking care that none of the liquid flows into the vapor tube.

8.5 Fit the thermometer, provided with a snug-fitting, well-rolled cork, tightly into the neck of the flask so that the bulb is centered in the neck and the lower end of the capillary is level with the highest point on the bottom of the inner wall of the vapor tube (see Fig. 1).

8.6 Place the flask containing the charge in its support; and by means of a cork through which the vapor tube has been passed, make a tight connection with the condenser tube. Adjust the flask so that it is in a vertical position, and so that the vapor tube extends into the condenser tube for a distance of 1 to 2 in. (25 to 50 mm).

8.7 Place the graduate that was used to measure the charge, without drying, into its bath under the lower end of the condenser tube so that the end of the condenser tube is centered in the graduate and extends therein for a distance of at least 1 in. (25 mm), but not below the 100-ml mark. Cover the graduate closely with a piece of blotting paper, or similar material, suitably weighted, which has been cut to fit the condenser tube snugly. Maintain the level of the bath around the graduate so that it is at least as high as the 100-ml mark.

8.8 Note and record the prevailing barometric pressure, and proceed at once with the distillation, as given in Section 9.

9. Procedure

9.1 Apply heat to the distillation flask and contents. The heating at this stage must be so regulated that the time interval between the first application of heat and the initial boiling point does not exceed the limit as prescribed in Table 1.

9.2 Immediately after observing the initial boiling point, move the graduate so that the tip of the condenser touches its inner wall. Continue to regulate the heating so that the rate of condensation into the graduate shall be uniform and within the limits prescribed in Table 1. Repeat any distillation which did not meet the foregoing conditions.

9.3 In the interval between the initial boiling point and the end of the distillation, observe and record whatever data are necessary for the calculation and reporting of the results of the test as prescribed in Section 10. These observed data may include thermometer readings at prescribed percentages recovered, or percentages recovered at prescribed thermometer readings, or both. Record all volumes in the graduate to

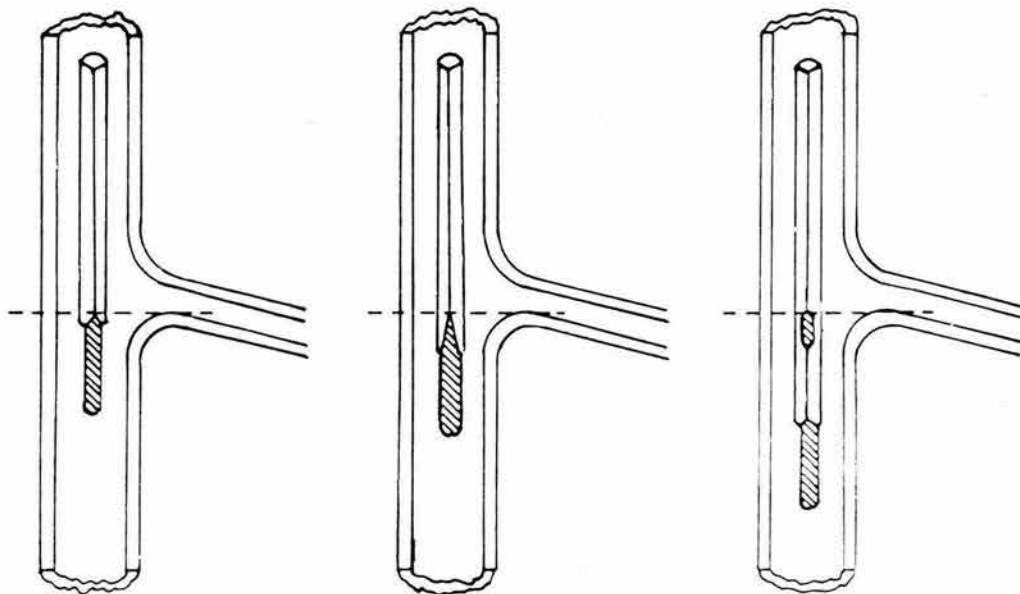


FIG. 1 Position of Thermometer in Distillation Flask

the nearest 0.5 ml and all thermometer readings to the nearest 1.0°F (0.5°C).

NOTE—In cases in which no specific data requirements have been indicated, record the initial boiling point, the end point (final boiling point) or dry point, or both, and thermometer readings at 5 % and 95 % recovered and at each multiple of 10 % recovered from 10 to 90, inclusive.

9.4 If a decomposition point is observed, discontinue the heating and resume the procedure as directed in 9.7. Otherwise, proceed as directed in 9.5.

9.5 When the residual liquid in the flask is approximately 5 ml, make a final adjustment of the heat, if necessary, so that the time from the 5 ml of liquid residue in the flask to the end point (final boiling point) shall meet the requirements given in Table 1. If this condition is not satisfied, repeat the test, with appropriate modification of the final heat adjustment.

9.6 Observe and record the end point (final boiling point) or dry point, or both, as required, and discontinue the heating. At the end point (final boiling point), observe if all the liquid has evaporated from the bottom of the flask. If not, include a note of this fact in the report as prescribed in Section 10.

9.7 While the condenser tube continues to drain into the graduate, observe the volume of condensate at 2-min intervals until two successive observations agree. Measure this volume accurately, and record it, to the nearest 0.5 ml, as percent recovery. If the distillation was previously discontinued under the conditions given in 9.4, deduct the percent recovery from 100, report this difference as "Percent Residue and Loss," and omit the procedure given in 9.8 and 9.9.

9.8 After the flask has cooled, pour its contents into the condensate in the graduate and allow to drain until no appreciable increase in the volume of liquid in the graduate is observed. Record this volume, to the nearest 0.5 ml as percent total recovery.

TABLE 2 Approximate Corrected Thermometer Readings

Temperature Range		Correction ^a per 10-mm Difference in Pressure	
°C	°F	°C	°F
10 to 30	50 to 86	0.35	0.63
30 to 50	86 to 122	0.38	0.68
50 to 70	122 to 158	0.40	0.72
70 to 90	158 to 194	0.42	0.76
90 to 110	194 to 230	0.45	0.81
110 to 130	230 to 266	0.47	0.85
130 to 150	266 to 302	0.50	0.89
150 to 170	302 to 338	0.52	0.94
170 to 190	338 to 374	0.54	0.98
190 to 210	374 to 410	0.57	1.02
210 to 230	410 to 446	0.59	1.06
230 to 250	446 to 482	0.62	1.11
250 to 270	482 to 518	0.64	1.15
270 to 290	518 to 554	0.66	1.19
290 to 310	554 to 590	0.69	1.24
310 to 330	590 to 626	0.71	1.28
330 to 350	626 to 662	0.74	1.32
350 to 370	662 to 698	0.76	1.37
370 to 390	698 to 734	0.78	1.41
390 to 410	734 to 770	0.81	1.45

^a To be added in case barometric pressure is below 760 mm Hg, to be subtracted in case barometric pressure is above 760 mm Hg

TABLE 3 Values of the Constants "A" and "B" Used in Obtaining Corrected Distillation Loss

Observed Barometric Pressure, mm	A	B
560	0.257	0.384
570	0.240	0.380
580	0.250	0.375
590	0.261	0.369
600	0.273	0.363
610	0.286	0.357
620	0.300	0.350
630	0.316	0.342
640	0.333	0.333
650	0.353	0.323
660	0.375	0.312
670	0.400	0.300
680	0.428	0.286
690	0.461	0.269
700	0.500	0.250
710	0.545	0.227
720	0.600	0.200
730	0.667	0.166
740	0.750	0.125
750	0.857	0.071
760	1.000	0.000

9.9 Deduct the percent total recovery from 100 to obtain the percent loss.

10. Calculations and Report

10.1 For each test, calculate and report whatever data are required by the specification involved, or as customarily established for the sample under test, or in accordance with Note 7.

10.2 Report all percentages to the nearest 0.5, all thermometer readings to the nearest 1.0°F (0.5°C), and the barometric pressure to the nearest 1 mm.

10.3 When ASTM Thermometer 8F (8C) or IP Thermometer 6C is used in testing aviation turbine fuels and similar products, pertinent thermometer readings may be obscured by the cork. To provide the desired data, a second distillation according to Group 3 of Table 1 may have been performed. In such cases, readings from ASTM Thermometer 7F (7C) or IP Thermometer 5C may be reported in place of the obscured ASTM Thermometer 8F (8C) or IP Thermometer 6C readings, and the test report shall so indicate. If by agreement, the obscured readings are waived, the test report shall so indicate.

10.4 When the report is to be based on thermometer readings corrected to 760-mm Hg barometric pressure (Note

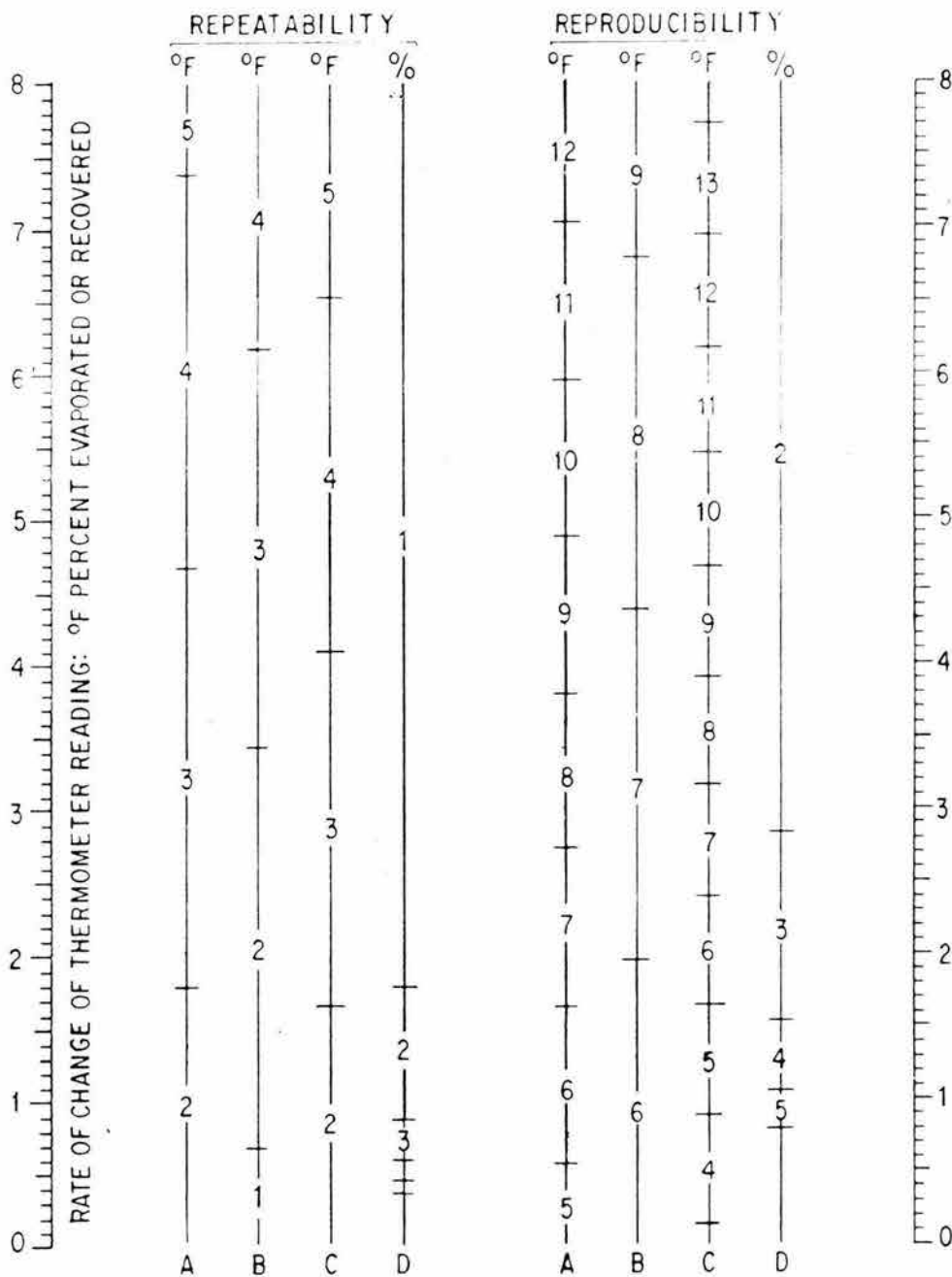
TABLE 4 Repeatability and Reproducibility

Evaporated Point	Repeatability, r	Reproducibility, R
IEP	6	10
5 %	$t_0 + 1.2$	$R_0 + 2.0$
10-80 %	t_1	R_0
90 %	t_2	$R_0 - 2.2$
95 %	t_3	$R_0 - 1.7$
FEF		13

As an example, suppose we want the repeatability, r, and the reproducibility, R, for the 90 % point when %F/W = 6. From the graph
 $r = 7.4$
 $R = 14.0$

Using the table, we determine if there is an offset and whether it is added or subtracted

$$R = R_0 - 2.2 = 14.0 - 2.2 = 11.8 \approx 12$$



A—Initial boiling point, °F (see footnote 8)
 B—End point (final boiling point) or dry point, °F (see footnote 8)
 C—Thermometer reading at prescribed percent evaporated or recovered, °F
 D—Percent evaporated or recovered at prescribed thermometer reading

FIG. 2 Precision of Distillation ASTM Method D 86 - IP 123 (Fahrenheit) (See Section 11)

8), obtain the correction to be applied to each thermometer reading by means of the Sydney Young equation as given below, or by the use of Table 2. After applying the corrections and rounding each result to the nearest 1.0°F (0.5°C), use the corrected thermometer readings in all further calculations and reporting.

For Celsius readings:

$$C_c = 0.00012 (760 - P)(273 + t_c)$$

For Fahrenheit readings:

$$C_c = 0.00012 (760 - P)(460 + t_f)$$

where:

C_c and C_f = corrections to be added algebraically to the observed thermometer readings t_c or t_f , respectively. Convenient approximations of these corrections are given in Table 2, and

P = barometric pressure, mmHg, prevailing at the time of the test.

NOTE 8—Thermometer readings shall be corrected to 760-mm Hg pressure except when product definitions, specifications, or agreements between the purchaser and the seller indicate, specifically, that such correction is not required or that correction shall be made to some other base pressure. The report shall include the observed pressure and shall

state whether corrections have or have not been applied.

10.5 After barometric corrections of the thermometer readings have been made, if required, the following data require no further calculation prior to reporting: initial boiling point, dry point, end point (final boiling point), decomposition point, and all pairs of corresponding values involving percentages recovered and thermometer readings. Percent loss and percent residue are calculated in accordance with their respective definitions as set forth in 5.8 and 5.9.

10.6 It is advisable to base the report on relationships between thermometer readings and percentages evaporated

in any case in which the sample is a gasoline, or any other product classed under Group 1 in Table 1, or in which the percent loss is greater than 2.0. Otherwise, the report may be based on relationships between thermometer readings and percentages evaporated or recovered. Every report must indicate clearly which basis has been used.

10.7 To report percentages evaporated at prescribed thermometer readings, add the percent loss to each of the observed percentages recovered at the prescribed thermometer readings, and report these results as the respective percentages evaporated.

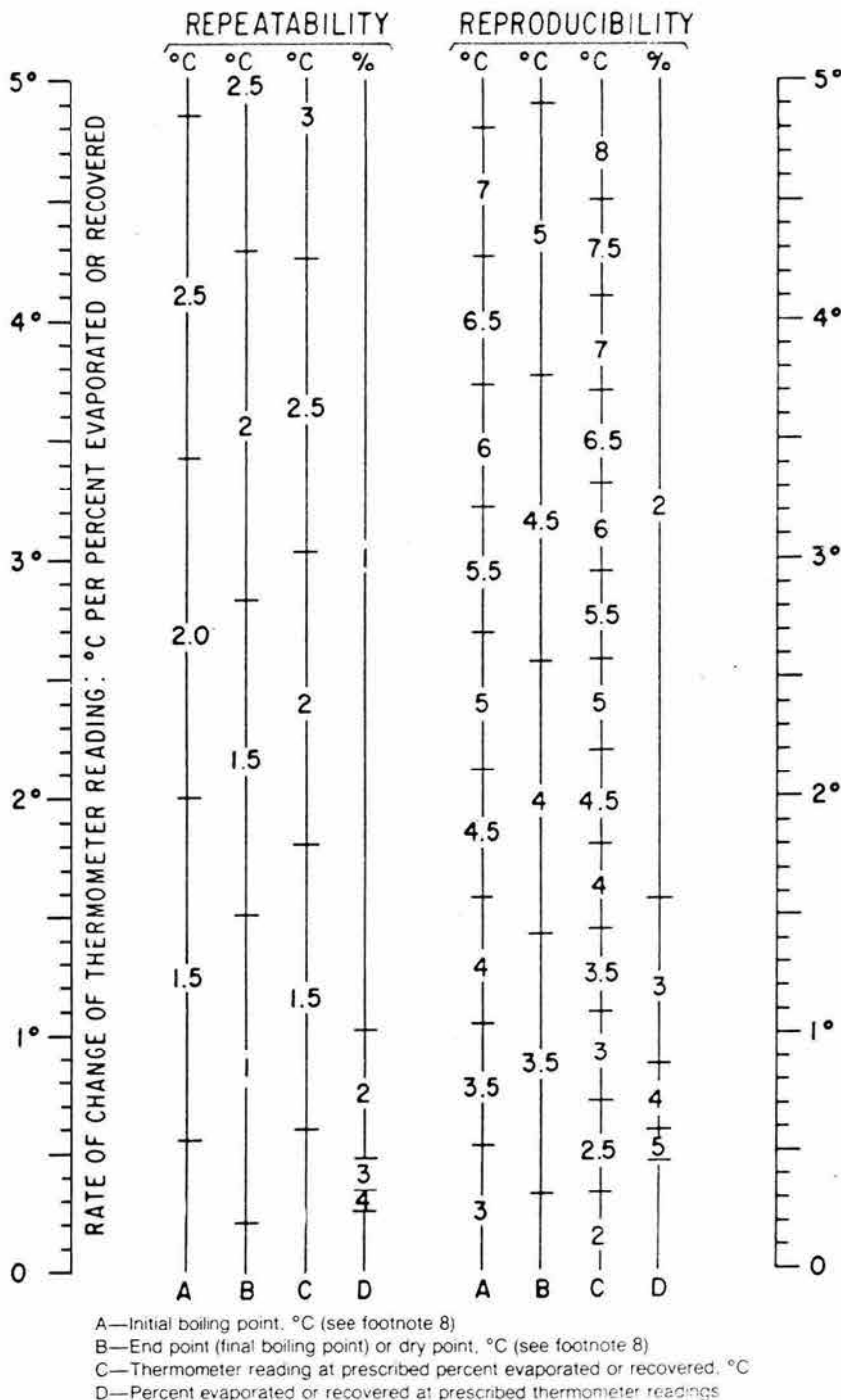


FIG. 3 Precision of Distillation ASTM Method D 86 - IP 123 (Celsius) (See Section 11)

10.8 To report thermometer readings at prescribed percentages evaporated, use either of the two following procedures, and indicate on the report whether the graphical procedure or the arithmetical procedure has been used.

10.8.1 *Graphical Procedure*—Using graph paper with uniform subdivisions, plot each thermometer reading (corrected for barometric pressure, if required) against its corresponding percent recovered. Plot the initial boiling point at 0% recovered. Draw a smooth curve connecting the points. For each prescribed percent evaporated, deduct the distillation loss, in order to obtain the corresponding percent recovered, and take from the graph the thermometer reading which this percent recovered indicates (Note 9). Values obtained by graphical interpolation procedures are affected by the care with which the plot is made.

10.8.2 *Arithmetical Procedure*—Deduct the distillation loss from each prescribed percentage evaporated in order to obtain the corresponding percentage recovered. Calculate each required thermometer reading as follows:

$$T = T_L + \frac{(T_H - T_L)(R - R_L)}{(R_H - R_L)}$$

where:

T = thermometer reading at the prescribed percent evaporated.

R = percent recovered corresponding to the prescribed percent evaporated.

R_H = percent recovered adjacent to, and higher than R , at which a thermometer reading " T_H " was noted, and

R_L = percent recovered adjacent to, and lower than R , at which a thermometer reading " T_L " was noted.

NOTE 9—Values obtained by the arithmetical procedure are affected by the extent to which the distillation graph is nonlinear. Intervals between successive data points must, at any stage of the test, be at least as narrow as indicated in Note 7. In no case shall a calculation be made which involves extrapolation.

NOTE 10—See Appendix X2 for numerical examples illustrating the foregoing graphical and arithmetical procedures.

10.9 If thermometer readings are corrected to 760-mm Hg pressure, the actual loss shall be corrected to 760-mm Hg pressure, according to the equation given below. The corre-

sponding corrected percent recovery is computed on the basis that it is greater than the actual recovery by the same amount as the corrected loss is less than the actual loss. When reporting data, state whether the corrections have or have not been applied.

$$\text{Corrected loss} = AL + B$$

where:

L = percent loss as calculated from test data, and
 A and B = numerical constants, the values of which depend upon the prevailing barometric pressure. These constants are listed in Table 3, in connection with the prevailing pressure.

11. Precision⁶

11.1 The following criteria should be used for judging the acceptability of results (95% probability):

11.1.1 Duplicate results obtained by the same operator and apparatus should not be considered suspect unless they differ by more than the repeatability which, according to Fig. 2 or 3, is appropriate to the test result obtained and to the rate of change in thermometer reading which prevailed at the stage at which the result was obtained.

11.1.2 The results obtained by each of two laboratories should not be considered suspect unless the two results differ by more than the reproducibility which, according to Fig. 2 or 3, is appropriate to the test result obtained and to the rate of change in thermometer reading which prevailed at the stage at which the result was obtained.

11.1.3 To facilitate the use of Figs. 2 and 3, the rate of change in thermometer reading in degrees Fahrenheit or Celsius per the percentage evaporated or recovered, at any point between the initial boiling point and the end point (final boiling point) or dry point, should be assumed to be the same as the average rate between two data points which are equidistant above and below the point in question. The span from the point in question to either of the other data points should not represent more than 10% evaporated or recovered in any case, nor more than 5% if the point in question is not included in the 10 to 90% range. For the initial boiling point, end point (final boiling point), or dry point, the rate of change should be assumed to be the same as the average rate over an interval, not to exceed 5% evaporated or recovered, between the extreme point and the next data point above or below it.

11.1.4 In Fig. 2 or 3, it will be noted that the left and right marginal scales, representing the rate of change in thermometer reading, are identical. This is to facilitate the establishing of a horizontal line across the chart and at the required level, which may be done in any convenient manner. Wherever this line intersects the appropriate precision scale, the zone in which such intersection falls will indicate the expected repeatability or reproducibility.

11.1.5 For gasoline and oxygenated gasoline, duplicate results obtained by the same operator and apparatus should

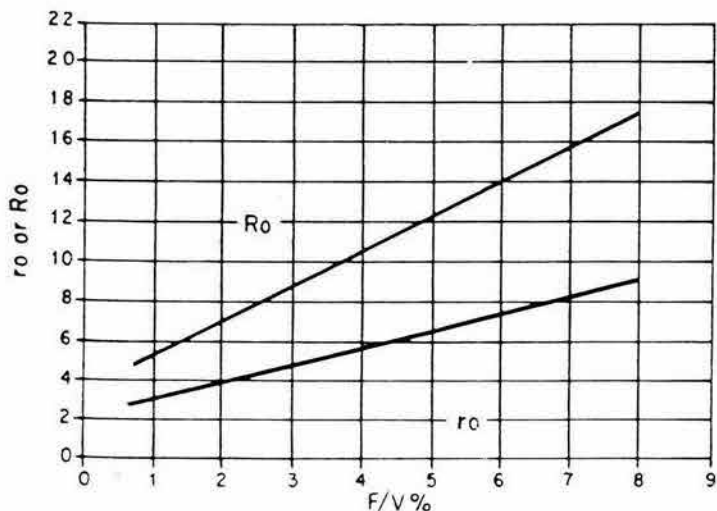


FIG. 4 Repeatability, r and Reproducibility, R . D - 85 Manual Method North American and IP Labs

⁶ Precision for this method is under review. Indications are that precision for initial boiling point and end point (final boiling point) or dry point may be indeterminate.

not be considered suspect unless they differ by more than the repeatability which according to Fig. 4 and Table 4 is appropriate to the test result obtained and to the rate of change in thermometer reading which prevailed at the stage at which the result was obtained.

11.1.6 For gasoline and oxygenated gasoline, the results

obtained by each of two laboratories should not be considered suspect unless the two results differ by more than the reproducibility that according to Fig. 4 and Table 4 is appropriate to the test result obtained and to the rate of change in thermometer reading that prevailed at the stage at which the result was obtained.

ANNEXES

(Mandatory Information)

A1. AUTOMATIC DISTILLATION OF PETROLEUM PRODUCTS

A1.1 *Scope*—This test method covers the distillation of motor gasolines, aviation gasolines, aviation turbine fuels, special boiling point spirits, naphthas, white spirit, kerosines, gas oils, distillate fuel oils, and similar petroleum products.

A1.2 *Summary of Method*—A 100-ml sample is distilled in an automatic distillation apparatus under prescribed conditions that are appropriate to its nature (Table A1.1). The automatic apparatus duplicates the distillation conditions that are described in the manual method. The prescribed conditions are selected from the program control offered by the apparatus. A smooth curve of vapor temperature readings versus percent recovered of the condensate are recorded by the apparatus. From this curve corrections must be applied to obtain temperature readings corrected for barometric pressure or on a percent evaporated basis, or both.

A1.3 *Definitions:*

A1.3.1 *initial boiling point*—the temperature reading recorded at the instant the first drop of condensate falls from the lower end of the condenser tube.

A1.3.2 *end or final boiling point*—the maximum temperature reading recorded at the end of the distillation.

NOTE A1—An automatic distillation instrument will give either dry point or final boiling point. Should a dry point be required, an optical dry point detector may be fitted and optically clear flasks used. Visual detection in reasonably clear distillation flasks also may be satisfactory.

A1.3.3 *dry point*—the temperature recorded at the instant the last drop of liquid evaporates from the lowest point in the flask.

A1.3.4 *decomposition point*—the temperature recorded which coincides with the first indications of thermal decomposition of the liquid in the flask.

TABLE A1.1 Test Conditions
(These are essentially the same as in Table 1)

	Group 1	Group 2	Group 3	Group 4
Sample characteristics:				
Vapor pressure at 100°F, psi (kPa) ASTM D 323, IP 69-171	9.5 or above (65.5)	below 9.5 (65.5)	below 9.5 (65.5)	below 9.5 (65.5)
Distillation				
Initial boiling point ^B	212°F (100°C) or below	above 212°F (100°C)
End (final boiling) point ^C	482°F (250°C) or below	482°F (250°C) or below	above 482°F (250°C)	above 482°F (250°C)
Preparation of apparatus:				
Temperature range selection	32-575°F (0-300°C)	32-575°F (0-300°C)	32-575°F (0-300°C)	32-750°F (0-400°C)
Diameter of hole in flask support, in. (mm)	1.50 (37.5)	1.50 (37.5)	2.0 (50)	2.0 (50)
Temperature at start of test:				
Flask and thermocouple/resistance thermometer	55-65°F (13-18°C)	55-65°F (13-18°C)	55-65°F (13-18°C)	not above ambient
Flask support and shield	not above ambient	not above ambient	not above ambient	...
Receiver and 100-ml charge	55-65°F (13-18°C)	55-65°F (13-18°C)	55-65°F (13-18°C)	55°F (13°C) to ambient
Flask (A1.4.2)	125 ml	125 ml	125 ml	125 ml
Conditions during test procedure:				
Temperature of condenser bath ^A	32-34°F (0-1°C)	32-40°F (0-4°C)	32-40°F (0-4°C)	32-140°F (0-60°C) ^C
Temperature of receiver compartment	55-65°F (13-18°C)	55-65°F (13-18°C)	55-65°F (13-18°C)	within 5°F (3°C) of temperature of distillation charge ^E
Time from first application of heat to initial boiling point (min) ^A	5-10	5-10	5-10	5-15
Time from initial boiling point to 5% recovered (s) ^A	60-75	60-75		
Uniform average rate of condensation from 5% recovered to 5% residue in flask, ml/min ^A	4-5	4-5	4-5	4-5
Time from 5 ml residue to end point, min	3-5	3-5	5 max	5 max

^A These parameters are fixed by setting the program controls.

^B As Table 1

^C As Table 1

NOTE A2—Erratic temperature readings can be recorded at the decomposition point but for a more precise indication, observation is necessary.

A1.3.5 *percent recovered*—the volume in millilitres of condensate observed from chart reading in connection with a simultaneous temperature reading.

A1.3.6 *percent recovery*—the maximum percent recovered. Normally the maximum volume recorded.

A1.3.7 *percent total recovery*—the combined percent recovery and residue in flask as observed in accordance with A1.8.3.

A1.3.8 *percent loss*—one hundred minus the percent total recovery.

A1.3.9 *percent residue*—volume of residue measured in millilitres.

A1.3.10 *percent evaporated*—the sum of the percent recovered and the percent loss.

A1.4 *Apparatus:*

A1.4.1 An automatic distillation apparatus is used capable of controlling the test in accordance with Table A1.1 and the procedure of the method. The program selected may include the use of a dry point detector and a cooling system if required depending on the nature of the sample. The instrument specifications are shown in the manufacturer's handbook.

A1.4.2 *Flask*, 125-ml, as shown in ASTM Specification E 133.

A1.4.3 *Flask Support*, with 1.5-in. (37.5-mm) diameter hole as described in Annex A2, A2.6.

A1.4.4 *Receiver*, 100-ml as described in Annex A2, A2.7.

A1.4.5 *Recorder Charts*, appropriate to Table A1.1.

The specifications for A1.4.3 and A1.4.4 are shown in the manufacturer's handbook.

A1.5 *Sample:*

A1.5.1 In the case of any product having a Reid vapor pressure of 9.5 psi (65.5 kPa) or higher, cool the sample bottle to the temperature range indicated in Table A1.1 for

measuring the distillation charge. Collect the sample in the previously cooled bottle, preferably by immersing the bottle in the liquid, where possible, and discarding the first sample. Where immersion is not possible, the sample shall be drawn off into the previously cooled bottle in such a manner that agitation is kept at a minimum. Close the bottle immediately with a tight fitting stopper, and place it in an ice bath or refrigerator capable of maintaining the sample at a temperature of not to exceed 60°F (0.5°C).

A1.5.2 Samples of materials that visibly contain water are not suitable for testing. If the sample is not dry, and the initial boiling point is below 150°F (66°C) obtain another sample which is free from suspended water for the test. If the initial boiling point is above 150°F (66°C) shake the sample with anhydrous sodium sulfate or other suitable drying agent and separate it from the drying agent by decanting.

A1.6 *Preparation of Apparatus*—The instrument is prepared in accordance with the manufacturer's instructions. The thermocouple or platinum resistance thermometer and temperature ranges are calibrated as follows:

A1.6.1 potentiometrically for the thermocouple.

A1.6.2 standard resistance box for the platinum resistance thermometer. The reading of the temperature indicator should be checked by distilling pure toluene (B.pt. 230°F (110.6°C ± 0.3) at 760 mmHg (101.3 kPa)).

A1.7 *Preparation of Apparatus for Test:*

A1.7.1 Bring the respective temperatures of the flask, thermocouple/resistance thermometer, receiver, flask support and receiver compartment to their required values for starting the test and set up the instrument in accordance with the manufacturer's instructions.

A1.7.2 Fill the condenser box to cover the condenser tube with any nonflammable coolant that is suitable for the temperature required by Table A1.1, such as chopped ice, water, ethylene glycol solution or use mechanical refrigeration. If chopped ice is used, add sufficient water to cover the condenser tube.

A1.7.3 Remove any residual liquid in the condenser tube by pulling through with a piece of soft, lint-free cloth attached to a cord or other suitable nonconductive line.

A1.7.4 Bring the temperature of the sample within the range prescribed in Table A1.1. Measure 100 ml of the sample in the receiver and transfer it as completely as practicable to the distillation flask, taking care that none of the liquid flows into the vapor tube.

A1.7.5 Fit the thermocouple/resistance thermometer provided with a stopper of polychloroprene, silicone rubber, cork, or similar suitable material, tightly into the neck of the flask such that the position of the thermocouple/resistance thermometer is correctly placed in relation to the vapor tube. (See the manufacturer's handbook.)

A1.7.6 Place the flask containing the charge in its support and by means of a stopper of polychloroprene silicone rubber cork or similar suitable material through which the vapor tube has been passed make a tight connection with the condenser tube. Adjust the flask so that it is in the vertical position and that the vapor tube extends into the condenser tube for a distance of 1 to 2 in. (25–50 mm).

A1.7.7 Place the receiver into the receiver compartment in the set position such that the lower end of the condenser tube is centred in the receiver and extends therein for a

TABLE A1.2 Approximate Corrected Thermometer Readings

Temperature Range		Correction ^A per 10-mm Difference in Pressure	
Deg C	Deg F	Deg C	Deg F
10 to 30	50 to 86	0.35	0.63
30 to 50	86 to 122	0.38	0.68
50 to 70	122 to 158	0.40	0.72
70 to 90	158 to 194	0.42	0.76
90 to 110	194 to 230	0.45	0.81
110 to 130	230 to 266	0.47	0.85
130 to 150	266 to 302	0.50	0.89
150 to 170	302 to 338	0.52	0.94
170 to 190	338 to 374	0.54	0.98
190 to 210	374 to 410	0.57	1.02
210 to 230	410 to 446	0.59	1.06
230 to 250	446 to 482	0.62	1.11
250 to 270	482 to 518	0.64	1.15
270 to 290	518 to 554	0.66	1.19
290 to 310	554 to 590	0.69	1.24
310 to 330	590 to 626	0.71	1.28
330 to 350	626 to 662	0.74	1.32
350 to 370	662 to 698	0.76	1.37
370 to 390	698 to 734	0.78	1.41
390 to 410	734 to 770	0.81	1.45

^A To be added in case barometric pressure is below 760 mm; to be subtracted in case barometric pressure is above 760 mm.

TABLE A1.3 Values of the Constants 'A' and 'B' Used in Obtaining Corrected Distillation Loss

Observed Barometric Pressure, kPa	mmHg	A	B	Observed Barometric Pressure, kPa	mmHg	A	B
74.7	560	0.231	0.384	89.3	670	0.400	0.300
76.0	570	0.240	0.380	90.6	680	0.428	0.286
77.3	580	0.250	0.375	92.0	690	0.461	0.269
78.7	590	0.261	0.369	93.3	700	0.500	0.250
80.0	600	0.273	0.363	94.6	710	0.545	0.227
81.3	610	0.286	0.357	96.0	720	0.600	0.200
82.6	620	0.300	0.350	97.3	730	0.667	0.166
84.0	630	0.316	0.342	98.6	740	0.750	0.125
85.3	640	0.333	0.333	100.0	750	0.857	0.071
86.6	650	0.353	0.323	101.3	760	1.000	0.000
88.0	660	0.375	0.312				

TABLE A1.4 Precision

% Collected	Repeatability		Reproducibility	
	°F	°C	°F	°C
20 to 70 %	2.2 + 2.55	1.2 + 1.38 S	5.2 + 7.15	2.9 + 3.94 S
10 and 80 %	2.2 + 2.55	1.2 + 1.38 S	5.4 + 4.75	3.0 + 2.63 S
5 %, 90 %, 95 %	2.0 + 1.95	1.1 + 1.08 S	3.6 ± 4.55	2.0 + 2.49 S
2 %	6.3	3.5	4.7 + 3.45	2.6 + 1.87 S
IBP	6.3	3.5	15.5	8.5
FBP	6.3	3.5	19.0	10.5

^AS is the average slope for the distillation curve in units of °C per percent recovered.

TABLE A1.5 Precision Values For Typical Values of Slope

% Collected	Slope		Repeatability		Reproducibility	
	°F	°C	°F	°C	°F	°C
20 to 70 %	0.9	0.5	2.7	1.5	8.1	4.5
	1.8	1.0	4.5	2.5	11.7	6.5
	2.7	1.5	5.4	3.0	15.3	8.5
	3.6	2.0	7.2	4.0	18.9	10.5
10 to 80 %	4.5	2.5	8.1	4.5	22.5	12.5
	0.9	0.5	2.7	1.5	7.2	4.0
	1.8	1.0	4.5	2.5	9.9	5.5
	2.7	1.5	5.4	3.0	12.6	7.0
5, 90, and 95 %	3.6	2.0	7.2	4.0	14.4	8.0
	4.5	2.5	8.1	4.5	17.1	9.5
	1.8	1.0	5.6	2.0	8.1	4.5
	3.6	2.0	5.4	3.0	12.6	7.0
2 %	5.4	3.0	7.2	4.0	17.1	9.5
	7.2	4.0	9.0	5.0	21.6	12.0
	3.6	2.0	6.3	3.5	10.8	6.0
	5.4	3.0	6.3	3.5	14.4	8.0
IBP	7.2	4.0	6.3	3.5	18.0	10.0
	9.0	5.0	6.3	3.5	25.6	12.0
FBP			6.3	3.5	15.3	8.5
			6.3	3.5	18.9	10.5

distance of at least 1 in. (25 mm) but not below the 100-ml mark.

A1.7.8 Note and record the prevailing barometric pressure and proceed at once with the distillation.

A1.8 Procedure:

A1.8.1 Set the apparatus controls to the positions appropriate to the sample and the group to which it is being tested. See Note A1. A1.3.2. Press the start button.

A1.8.2 The apparatus will automatically record the initial boiling point, and or final boiling point, and plot vapor

TABLE A1.6 Repeatability and Reproducibility

Evaporated Point	Repeatability, r	Reproducibility, R
IBP	7	13
5 %	r _o + 1.8	R _o - 3.2
10 %	r _o + 1.0	R _o - 1.3
20 %	r _o	R _o - 1.3
30 to 70 %	r _o	R _o
80 %	r _o	R _o - 1.7
90 %	r _o	R _o - 3.5
95 %	r _o + 2.5	R _o
FBP	8	16

As an example, suppose we want the repeatability, r, and the reproducibility, R, for the 90 % point when °F/V % = 6. From the graph

$$r_o = 6.2$$

$$R_o = 16.3$$

Using the table we determine whether there is an offset, and whether it is added or subtracted.

$$r = r_o = 6.2 \approx 6$$

$$R = R_o - 3.5 = 16.3 - 3.5 = 12.8 \approx 13$$

temperature versus percent recovered. The apparatus controls the time lapse between the start and initial boiling point, the prescribed distillation rate and the final heat adjustment. On completion of the distillation, the apparatus will automatically switch off.

A1.8.3 After the flask has cooled, drain the cooled liquid remaining in the flask into a small cylinder graduated in 0.1 ml, and observe its volume. Add this observed volume in the percent recovery in order to obtain percent total recovery.

A1.8.4 Deduct the percent total recovery from 100 to obtain the uncorrected percent loss.

A1.9 Calculations and Reporting:

A1.9.1 For each test, calculate whatever data are required by the specification involved or as customarily established for the sample under test.

A1.9.2 Complete the recorder chart table, report all percentages to the nearest 0.5 %, all temperature readings to the nearest 1°F (0.5°C) and the barometric pressure to the nearest 1 mm. If a printout is used, percentages are printed at each millilitre and the temperature to the nearest 1.0°F (0.5°C).

A1.9.3 When the report is to be based on temperature readings corrected to 760 mm Hg barometric pressure (Note A3), obtain the correction to be applied to each temperature reading by means of the Sidney Young equation as given below, or by the use of Table A1.2. After applying the corrections and rounding each result to the nearest 1.0°F (0.5°C) use the corrected temperature readings in all further

calculations and reporting.

For Fahrenheit readings:

$$C_t = 0.00012 (760 - P)(460 + t_t)$$

For Celsius readings:

$$C_t = 0.00012 (760 - P)(273 + t_t)$$

$$\text{or } C_t = 0.00009 (1013 - P_a)(273 + t_t)$$

where:

C_t = correction to be added algebraically to the observed temperature reading t_t . Convenient approximations of these corrections are given in Table A1.2.

P = barometric pressure, mmHg, prevailing at the time of the test, and

P_a = barometric pressure, mbar, prevailing at the time of the test.

NOTE A3—Temperature readings shall be corrected to 760 mmHg (101.3 kPa) pressure except when product definitions, specifications or agreements between the purchaser and the seller indicate, specifically, that such correction is not required or that correction shall be made to some other base pressure. The report shall include the observed pressure and shall state whether corrections have or have not been applied.

A1.9.4 After barometric corrections of the temperature readings have been made, if required, the following data require no further calculation prior to reporting initial boiling point, dry point, end (final boiling) point, decomposition point, percent recovery, percent total recovery, and all pairs of corresponding values involving percentages recovered and temperature readings. Percent loss and percent residue are calculated in accordance with their respective definitions as set forth in A1.3.8 and A1.3.9.

A1.9.5 It is advisable to base the report on relationships between temperature readings and percentages evaporated in any case in which the sample is a gasoline, or any other product classed under Group 1 in Table A1, or in which the percent loss is greater than 2.0. Otherwise, the report may be based on relationships between temperature readings and percentages evaporated or recovered. Every report must

indicate clearly which basis has been used.

A1.9.6 To report percentage evaporated at prescribed temperature readings, add the percent loss to each of the observed percentages recovered at the prescribed temperature readings, and report these results as the respective percentages evaporated.

A1.9.7 To report temperature readings at prescribed percentages evaporated, use either of the two following procedures, and indicate on the report whether the graphical procedure or the arithmetical procedure has been used.

(a) *Graphical Procedure*—For each prescribed percent evaporated, deduct the distillation loss, in order to obtain the corresponding percent recovered, and take from the curve on the chart the thermometer reading which this percent recovered indicates.

(b) *Arithmetical Procedure*—Deduct the distillation loss from each prescribed percentage evaporated in order to obtain the corresponding percentage recovered. Using the automatic distillation unit plot or curve of percentage recovered versus uncorrected temperature, calculate the required thermometer reading as follows:

$$T = T_L + \frac{(T_H - T_L)(R - R_L)}{(R_H - R_L)}$$

where:

T = temperature reading at the prescribed percent evaporated,

R = percent recovered corresponding to the prescribed percent evaporated.

R_H = percent recovered adjacent to, and higher than R , at which a temperature reading ' T_H ' was noted, and

R_L = percent recovered, adjacent to, and lower than R at which a temperature reading ' T_L ' was noted.

NOTE A4—Values obtained by the arithmetical procedure are affected by the extent in which the distillation graph is non-linear. In applying the above formula for the arithmetical procedure percentage intervals between successive temperature data points must be as narrow as indicated by the temperature data points for the initial boiling point, the end point (final boiling point) or dry point, 5 % recovered, 95 % recovered, and at each multiple of 10 % recovered from 10 to 90, inclusive.

NOTE A5—See Appendix X1 for numerical examples illustrating the foregoing graphical and arithmetical procedures.

A1.9.8 If temperature readings are corrected to 760 mmHg pressure, the actual loss shall be corrected to 760 mmHg pressure, according to the equation given below. The corresponding corrected percent recovery is computed on the basis that it is greater than the actual recovery by the same amount as the corrected loss is less than the actual loss. When reporting data, state whether the corrections have or have not been applied.

$$\text{Corrected loss} = .A L + B \dots \text{etc.} \dots \text{pressure}$$

where:

L = percent loss as calculated from test data, and

A and B = numerical constants, the values of which depend upon the prevailing barometric pressure. These constants are listed in Table A1.3, in connection with the prevailing pressure.

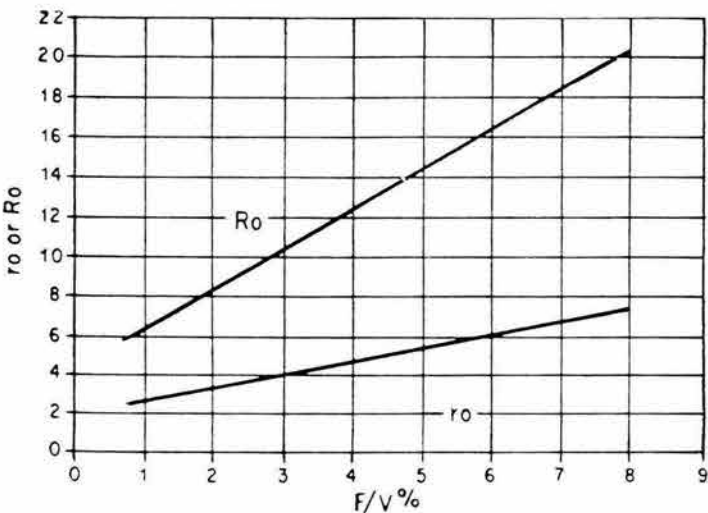


FIG. A1.1 Repeatability, r , and Reproducibility, R D - 86 ADA Method North American and IP Labs

A1.10 *Precision*—The precision of this method is shown in Table A1.4. Precision values for typical values of sloping are shown in Table A1.5.

A1.10.1 For gasoline and oxygenated gasoline the precision of this method is shown in Fig. A1.1 and Table A1.6

A2. APPARATUS

A2.1 *Distillation Apparatus*—Automatic apparatus is available from several manufacturers.

A2.2 *Distillation Flasks*—Flasks of heat-resistant glass shall be provided. Construction details and tolerances for the flask are given in Specification E 133.

NOTE A2—For tests specifying dry point, specially selected flasks with bottoms of uniform thickness are desirable.

A2.3 *Condenser and Cooling Bath:*

A2.3.1 The condenser shall be made of seamless brass tubing, 560 mm in length. It shall be 14 mm in outside diameter, and shall have a wall thickness of 0.79 to 0.91 mm.

A2.3.2 The condenser shall be set so that approximately 390 mm of the tube will be in contact with the cooling medium, with about 50 mm outside the cooling bath at the upper end and about 114 mm outside at the lower end. The length of tube projecting at the upper end shall be straight and shall be set at an angle of 75 deg with the vertical. The section of the tube inside the cooling bath may be either straight or bent in any suitable continuous smooth curve. The average gradient shall be 0.26 mm per linear mm of condenser tube (sine of angle of 15 deg) and no section of the immersed portion of the condenser tube shall have a gradient less than 0.24 mm and no more than 0.28 mm/linear mm of tube. The projecting lower portion of the condenser tube shall be curved downward for a length of 76 mm slightly backward so as to ensure contact between its tip and the wall of the receiving graduate at a point approximately 25 to 32 mm below the top of the graduate, when it is in a position to receive the distillate. The lower end of the condenser tube shall be cut off at an acute angle to provide a tip for contact with the wall of the cylinder.

A2.3.3 The capacity of the cooling bath shall be not less than 5.55 litres of cooling medium. The arrangement of the tube in the cooling bath shall be such that its centre line shall be not less than 32 mm below the place of the top of the bath at its point of entrance and not less than 19 mm above the floor of the bath at its exit.

A2.3.4 Clearances between the condenser tube and the walls of the bath shall be at least 12.7 mm except for the sections adjacent to the points of entrance and exit. Multiple installations are permissible, provided they conform to the dimensional requirements and the capacity of the bath is not less than 5.55 litres/tube.

A2.4 *Metal Shield or Enclosure for Flask:*

A2.4.1 The flask and heater assembly shall be mounted in a shield which protects them from draughts. An open topped metal enclosure of double wall construction is suitable.

A2.4.2 The bottom of the enclosure shall be shaped such that spilled sample will run to a drain. The top of the drain hole shall be covered with a fixed wire mesh to prevent any burning sample from entering the drain system.

A2.4.3 An adjusting system for adjusting heater height shall be fitted to facilitate the correct alignment of the flask with the condenser inlet. For convenience of operation, the control spindle for this system shall pass through the enclosure wall.

A2.5 *Heat Source*—The electric heater must be capable of bringing over the first drop from a cold start within the time specified and of continuing the distillation at the specified rate. A 0–1000 W electric heater is appropriate.

A2.6 *Flask Support:*

A2.6.1 The top of the electric heater shall consist of a ceramic or hard asbestos flask support board with a centred hole diameter as specified and a thickness of 3 to 7 mm at the center hole rim. The heater board shall have a means of locating it in a reproducible manner on the base.

A2.6.2 Provision shall be made for moving the heater unit, with its top, in order to place the distillation flask so that direct heat shall be applied to the flask only through the opening in the flask support board.

A2.7 *Receiver*—A 100-ml receiver with 1-ml subdivisions from 90 ml to 100 ml shall be used. Suitable cylinders are supplied by the manufacturers.

A2.8 *Temperature Sensors*—Platinum resistance thermometers or thermocouples having similar thermal response characteristics to mercury/glass thermometers should be used. The temperature measuring system must be designed so that the temperature readings on the corresponding ranges include the same emergent stem errors as IP 5C and 6C ASTM 7F, 7C, 8F, 8C thermometers. Thermocouples should be calibrated at least once a month.

A2.9 *Standardization*—The apparatus should be standardized frequently against the manual distillation apparatus.

APPENDIXES
(NONMANDATORY INFORMATION)

TABLE X1 Condensed Summary of Comparative Manual and Automatic Distillation Results

All thermometer readings are corrected to 760-mm Hg pressure. The left-hand figures were manually obtained, and the right-hand figures represent corresponding results from the automatic apparatus.

Fahrenheit					
Gasoline: 26 Laboratories and 14 Samples (See Table X1.1)					
	Initial Boiling Point	10 percent Evaporated	50 percent Evaporated	90 percent Evaporated	End Point (Final Boiling Point)
Kerosine: 8 TESTS IN 4 LABORATORIES FOR MANUAL, AND 6 TESTS IN 3 LABORATORIES FOR AUTOMATIC					
Max	350, 346	380, 379	420, 420	478, 479	514, 515
Min	341, 342	376, 375	416, 417	474, 476	507, 509
Average	346, 344	377, 377	418, 418	475, 477	510, 512
Diesel Fuels: 10 TESTS IN 5 LABORATORIES FOR MANUAL AND FOR AUTOMATIC					
Max	375, 372	419, 424	515, 516	612, 613	647, 649
Min	355, 355	407, 407	507, 507	604, 601	639, 641
Average	366, 364	415, 417	511, 511	607, 605	644, 645
Celsius					
Gasoline: 26 LABORATORIES AND 14 SAMPLES (See Table X1.2)					
Kerosine: 8 TESTS IN 4 LABORATORIES FOR MANUAL, AND 6 TESTS IN 3 LABORATORIES FOR AUTOMATIC					
Max	176.5, 174.5	193.5, 193	215.5, 215.5	248, 248.5	268, 268.5
Min	171.5, 172	191, 190.5	213.5, 214	245.5, 246.5	264, 265
Average	174.5, 173.5	191.5, 191.5	214.5, 214.5	246, 247	265.5, 266.5
Diesel Fuel: 10 TESTS IN 5 LABORATORIES FOR MANUAL AND FOR AUTOMATIC					
Max	190.5, 189	215, 218	268.5, 269	322, 323	341.5, 343
Min	179.5, 179.5	208.5, 208.5	264, 264	318, 316	337, 338.5
Average	185.5, 184.4	213, 214	266, 266	319.5, 318.5	340, 340.5

TABLE X1.1 Bias Between Methods, (ADA-Manual), °F (Based on Averages of ASTM and IP Data)

Sample	IBP	5 %	10 %	20 %	30 %	40 %	50 %	60 %	70 %	80 %	90 %	95 %	FBP	Sample
1	+1.9	+3.4	+4.0	+2.9	+2.5	+1.2	+1.4	+1.2	+1.3	+0.1	+0.8	+1.2	-0.7	1
2	(+1.6) ^B	(0.0) ^B	+1.5	+0.9	+0.7	+1.1	+0.4	+0.2	+0.1	+0.7	(+8.4) ^B	(+2.3) ^B	(-2.2) ^B	2
3	+1.2	+2.5	+2.8	+1.7	+1.4	+1.0	+0.5	+0.1	+0.4	+1.6	+0.9	+0.1	-1.4	3
4	+0.5	+1.1	+1.5	+1.4	+0.6	+1.2	+1.1	+1.4	+1.9	+2.1	+1.4	+0.9	-1.7	4
5	+0.9	+2.3	+2.3	+2.3	+2.1	+1.7	+1.6	+1.0	+1.4	+1.8	+0.7	+0.8	-1.7	5
6	+2.1	+2.2	+2.8	+2.2	+2.1	+2.0	+1.4	+2.0	+2.1	+0.4	-0.1	+0.4	-0.5	6
7	+0.6	+1.4	+1.4	+1.3	+1.5	+1.5	+1.8	+2.6	+2.8	+2.8	+2.6	+3.1	-1.3	7
8	+0.6	+0.9	+1.3	+1.0	+1.2	+2.1	+2.1	+2.0	+2.4	+3.4	+2.0	+2.1	-1.4	8
9	+3.1	+3.5	+3.2	+2.7	+2.6	+2.7	+2.1	+1.6	+2.3	-1.1	-0.7	+0.8	-2.1	9
10	+2.7	+2.7	+2.1	+1.2	+0.8	+1.0	+1.6	+1.7	+2.5	-3.4	+1.6	+0.2	-3.8	10
11	+1.6	+2.0	+2.1	+1.4	+1.2	+1.0	+1.9	+1.7	+0.8	+0.9	-0.7	+0.2	-1.4	11
12	+1.8	(+4.2) ^B	+4.1	+2.1	-2.2	+2.1	+2.1	+1.6	+1.9	-0.4	-1.2	(-1.5) ^B	-1.7	12
13 ^A	+0.5	+0.5	+0.7	+0.5	+0.3	+1.6	+2.5	+1.7	+0.2	-2.0	-2.1	+1.8	-2.2	13 ^A
14 ^A	+0.9	+0.7	+1.2	+0.9	+1.4	+2.0	+3.0	+3.0	+1.8	+1.5	+0.6	0.0	-1.4	14 ^A

^A Gasoline.

^B Points not included in the precision analysis.

TABLE X1.2 Bias Between Methods (ADA - Manual) °C (Based on Averages of ASTM and IP Data)

Sample	IBP	5 %	10 %	20 %	30 %	40 %	50 %	60 %	70 %	80 %	90 %	95 %	FBP	Sample
1	+1.1	+1.9	+2.2	+1.6	+1.4	+0.7	+0.8	+0.7	+0.7	+0.1	+0.4	+0.7	-0.4	1
2	(+0.9)	(0.0)	+0.8	+0.5	+0.4	+0.6 ^a	+0.2	+0.1	+0.1	+0.4	(+4.7) ^B	(+1.3) ^B	(-1.2) ^B	2
3	+0.7	+1.4	+1.6	+1.0	+0.8	+0.6	+0.3	+0.1	+0.2	+0.9	+0.5	+0.1	-0.8	3
4	+0.3	+0.6	+0.8	+0.8	+0.3	+0.7	+0.6	+0.8	+1.1	+1.2	+0.8	+0.5	-0.9	4
5	+0.5	+1.3	+1.3	+1.3	+1.2	+1.0	+0.9	+0.6	+0.8	+1.0	+0.4	+0.4	-0.9	5
6	+1.2	+1.2	+1.6	+1.2	+1.2	+1.1	+0.8	+1.1	+1.2	+0.2	-0.1	+0.2	-0.3	6
7	+0.3	+0.8	+0.8	+0.7	+0.8	+0.8	+1.0	+1.5	+1.6	+1.6	+1.5	+1.7	-0.7	7
8	+0.3	+0.5	+0.7	+0.6	+0.7	+1.2	+1.2	+1.1	+1.3	+1.9	+1.1	+1.2	-0.8	8
9	+1.7	+2.0	+1.8	+1.5	+1.5	+1.5	+1.2	+0.9	+1.3	+0.6	-0.4	+0.4	-1.2	9
10	+1.5	+1.5	+1.2	+0.7	+0.4	+0.6	+0.9	+1.0	+1.4	+1.9	+0.9	+0.1	-2.1	10
11	+0.9	+1.1	+1.2	+0.8	+0.7	+0.6	+1.1	+1.0	+0.4	+0.5	-0.4	+0.1	-0.8	11
12	+1.0	(+2.4) ^B	+2.3	+1.2	+1.2	+1.2	+1.2	+0.9	+1.1	+0.2	-0.7	(-0.8) ^B	-0.9	12
13 ^A	+0.3	-0.3	+0.4	+0.3	+0.2	+0.9	+1.4	+1.0	+0.1	+1.1	+1.2	+1.0	-1.2	13 ^A
14 ^A	+0.5	+0.4	+0.7	+0.5	+0.8	+1.1	+1.7	+1.7	+1.0	+0.8	+0.3	0.0	-0.8	14 ^A

^A Gasohols.

^B () Points not included in the precision analysis.

X2. EXAMPLES ILLUSTRATING CALCULATIONS OF TEMPERATURE READINGS AT PRESCRIBED PERCENTAGES EVAPORATED (See A1.9.7)

X2.1.1 Assume observed distillation data as follows:

Initial boiling point	98°F (36.5°C)
5 % recovered	114°F (45.5°C)
10 % recovered	129°F (54°C)
20 % recovered	150°F (65.5°C)
30 % recovered	171°F (77°C)
40 % recovered	193°F (89.5°C)
50 % recovered	215°F (101.5°C)
70 % recovered	268°F (131°C)
80 % recovered	300°F (149°C)
90 % recovered	340°F (171°C)
95 % recovered	368°F (186.5°C)
End point (final boiling point)	408°F (209°C)
Recovery, %	97.5
Residue, %	1.0
Loss, %	1.5

X2.1.2 To apply the graphical method, read from the distillation chart the temperature readings at percentages recovered corresponding to prescribed percentages evaporated, as shown by the following examples:

Prescribed Percent Evaporated	Corresponding Percent Recovered	Temperature Reading
5	3.5	109°F (43°C)
50	48.5	212°F (100°C)
90	88.5	333°F (167°C)

X2.1.3 To apply the arithmetical method, substitute appropriate data from X2.1.1 in the general formula given in A1.9.7 as shown in the following examples:

(1) Temperature reading at 5 % evaporated (3.5 % recovered):

$$T (^{\circ}\text{F}) = 98 + [(114 - 98)(3.5 - 0)/(5 - 0)] = 109$$

$$T (^{\circ}\text{C}) = 36.5 + [(45.5 - 36.5)(3.5 - 0)/(5 - 0)] = 43$$

(2) Temperature reading at 50 % evaporated (48.5 % recovered):

$$T (^{\circ}\text{F}) = 193 + [(215 - 193)(48.5 - 40.0)/(50 - 40)] = 212$$

$$T (^{\circ}\text{C}) = 89.5 + [(101.5 - 89.5)(48.5 - 40.0)/(50 - 40)] = 99.5$$

(3) Temperature reading at 90 % evaporated (88.5 % recovered):

$$T (^{\circ}\text{F}) = 300 + [(340 - 300)(88.5 - 80.0)/(90 - 80)] = 334$$

$$T (^{\circ}\text{C}) = 149 + [(171 - 149)(88.5 - 80.0)/(90 - 80)] = 167.5$$

The American Society for Testing and Materials takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.

This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, 1916 Race St., Philadelphia, PA 19103.

Standard Test Method for Purity of Hydrocarbons from Freezing Points¹

This standard is issued under the fixed designation D 1016; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon (ϵ) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

1. Scope

1.1 This test method covers the sampling and determination of purity of essentially pure compounds for which the freezing points for zero impurity and cryoscopic constants are given.² The compounds to which the test method is applicable are:

<i>n</i> -butane	1,3-butadiene
isobutane	isoprene(2-methyl-1,3-butadiene)
<i>n</i> -pentane	benzene
isopentane	toluene (methylbenzene)
<i>n</i> -hexane	ethylbenzene
<i>n</i> -heptane	<i>o</i> -xylene (1,2-dimethylbenzene)
<i>n</i> -octane	<i>m</i> -xylene (1,3-dimethylbenzene)
2,2,4-trimethylpentane	<i>p</i> -xylene (1,4-dimethylbenzene)
methylcyclohexane	styrene (ethenylbenzene)
isobutene	

NOTE 1: **Warning**—Extremely flammable liquids and liquefied gases. See Annexes A1.5 and A1.6.

1.2 The values stated in SI units are to be regarded as the standard. The values in parentheses are for information only.

1.3 *This standard may involve hazardous materials, operations, and equipment. This standard does not purport to address all of the safety problems associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use. For specific hazard statements, see Sections 1, 6, 8, and 10 through 26.*

NOTE 2—This test method covers systems in which the impurities form with the major component a substantially ideal or sufficiently dilute solution, and also systems which deviate from the ideal laws, provided that, in the latter case, the lowering of the freezing point as a function of the concentration is known for each most probable impurity in the given substance.

2. Referenced Document

- 2.1 *ASTM Standard:*
D1015 Test Method for Freezing Points of High-Purity Hydrocarbons³

3. Summary of Test Method

3.1 After measurement of the freezing point of the actual

sample, purity can be calculated from the value of the determined freezing point and the values given for the freezing point for zero impurity and for the applicable cryoscopic constant or constants.

3.2 For the equilibrium between an infinitesimal amount of the crystalline phase of the major component and a liquid phase of the major component and one or more other components, the thermodynamic relation between the temperature of equilibrium and the composition of the liquid phase is expressed by the equation:⁴

$$-\ln N_1 = -\ln(1 - N_2) = A(t_{f0} - t_f)[1 + B(t_{f0} - t_f) + \dots] \quad (1)$$

where:

N_1 = mole fraction of the major component.

$N_2 = (1 - N_1)$ = sum of the mole fractions of all the other components.

t_f = freezing point, in degrees Celsius, of the given substance (in which the mole fraction of the major component is N_1), defined as the temperature at which an infinitesimal amount of crystals of the major component is in thermodynamic equilibrium with the liquid phase (see Note 5 of Test Method D 1015).

t_{f0} = freezing point for zero impurity, in degrees Celsius, for the major component when pure, that is, when $N_1 = 1$ or $N_2 = 0$.

A = first or main cryoscopic constant, in mole fraction per degree, and

B = secondary cryoscopic constant, in mole fraction per degree.

Neglecting the higher terms not written in the brackets, Eq 1 can be transformed to the equation:

$$\log_{10} P = 2.00000 - (A/2.3026)(t_{f0} - t_f)[1 + B(t_{f0} - t_f)] \quad (2)$$

where:

P = purity of the given substance in terms of mole percent of the major component.

4. Significance and Use

4.1 The experimental procedures and physical constants provided by this test method, when used in conjunction with Test Method D 1015, allow the determination of the purity of the material under test. A knowledge of the purity of these

¹ This test method is under the jurisdiction of ASTM Committee D-2 on Petroleum Products and Lubricants and is the direct responsibility of Subcommittee D02.04 on Hydrocarbon Analysis.

Current edition approved Oct. 27, 1989. Published December 1989. Originally published as D 1016 - 49 T. Last previous edition D 1016 - 84.

² Numerical constants in this test method were taken from the most recently published data appearing in "Tables of Physical and Thermodynamic Properties of Hydrocarbons and Related Compounds," or *ASTM DS 4A, Physical Constants of Hydrocarbons C₁ to C₁₀*, or both, prepared by the American Petroleum Institute, Research Project 44.

³ *Annual Book of ASTM Standards*, Vols. 05.01 and 06.03.

⁴ For a more complete discussion of this test method, see Glasgow, Jr., A. R., Streiff, A. J., and Rossini, F. D., "Determination of the Purity of Hydrocarbons by Measurement of Freezing Points," *Journal of Research*, JRNBA, National Institute of Standards and Technology, Vol. 55, No. 6, 1945, p. 355.

⁵ For details, see Taylor, W. J., and Rossini, F. D., "Theoretical Analysis of Time-Temperature Freezing and Melting Curves as Applied to Hydrocarbons," *Journal of Research*, JRNBA, Nat. Bureau Standards, Vol. 52, No. 5, 1944, p. 197; also Lewis, G. N., and Randall, M., "Thermodynamics and the Free Energy of Chemical Substances," 1923, pp. 257, 258, McGraw-Hill Book Co., New York, NY.

hydrocarbons is often needed to help control their manufacture and to determine their suitability for use as reagent chemicals or for conversion to other chemical intermediates or finished products.

5. Apparatus

5.1 *Sampling Apparatus*, as shown in Fig. 1, for withdrawing liquefied gases (for example, 1,3-butadiene) from pressure storage cylinders.

5.2 *Distilling Apparatus*, as shown in Fig. 2, for removing small amounts of polymer from low-boiling compounds (for example, 1,3-butadiene) by simple distillation at atmospheric pressure.

5.3 *Distilling Apparatus*, as shown in Fig. 3, for removing small amounts of polymer from compounds with boiling points near room temperature (for example, isoprene) by distillation at atmospheric pressure.

5.4 *Vacuum Distilling Apparatus and Transfer Trap*, as shown in Fig. 4, for removing dissolved air and large amounts of polymer from a compound (for example, 1,3-butadiene or styrene), by repeated freezing and evacuation, followed by distillation of the compound in vacuum in a closed system.

6. Materials

6.1 *Carbon Dioxide Refrigerant*—Solid carbon dioxide in a suitable liquid. Trichloroethylene is recommended.

NOTE 3: *Solid Carbon Dioxide*—Warning—Extremely cold (-78.5°C). Liberates heavy gas which may cause suffocation. Contact with skin causes burns or freezing, or both. Vapors may react violently with hot magnesium or aluminum alloys. See Annex A1.1. *Trichloroethylene*: Warning—Harmful if inhaled. High concentrations may cause unconsciousness or death. Contact may cause skin irritation and dermatitis. See Annex A1.2. Use refrigerant bath only with adequate ventilation!

6.2 *Liquid Nitrogen or Liquid Air*—(Warning—See Note 4.) For use as a refrigerant. If obtainable, liquid nitrogen is preferable because of its safety.

6.2.1 Use liquid nitrogen refrigerant only with adequate ventilation. If liquid air is used as a refrigerant, it is imperative that any glass vessel containing hydrocarbon or other combustible compound and immersed in liquid air be protected with a suitable metal shield. The mixing of a hydrocarbon or other combustible compound with liquid air due to the breaking of a glass container would almost certainly result in a violent explosion. If liquid nitrogen is used as a refrigerant, no hydrocarbon sample should ever be permitted to cool below the condensation temperature of oxygen (-183°C at atm). This would not be likely to occur in normal operation, but might occur if the apparatus were left unattended for some time.

NOTE 4: Warning—Extremely cold. Liberates gas which can cause suffocation. Contact with skin burns or freezing, or both. Vapors can react violently with hot magnesium or aluminum alloys. See Annex A1.3 and A1.4.

7. Procedure

7.1 Measure the freezing point as described in Test Method D 1015, using the modifications and constants given in Sections 8 to 26 of this test method for the specific compounds being examined.

NOTE 5—The estimated uncertainty in the calculated value of the purity as referred to in Sections 8 through 26 is not equivalent to the precision defined in RR D-2-1007.

8. *n*-Butane⁶

NOTE 6: Warning—Extremely flammable liquefied gas under pressure. Vapor reduces oxygen available for breathing. See Annex A1.7.

8.1 Determine the freezing point from freezing curves, with the cage stirrer, with a cooling bath of liquid nitrogen (or liquid air), with a cooling rate of 0.3 to $0.8^{\circ}\text{C}/\text{min}$ for the liquid near the freezing point, and with crystallization induced immediately below the freezing point by means of a cold rod.

8.2 The method of obtaining the samples shall be as follows: Assemble the apparatus for obtaining the sample as shown in Fig. 1, but with no lubricant on the ground-glass joints and with the valve at the bottom of the cylinder, so that sampling is from the liquid phase. Attach to *C* an absorption tube containing anhydrous calcium sulfate or other suitable desiccant (except magnesium perchlorate) so that water is not introduced into the system (Note 7). Fill the flask *F* with the carbon dioxide refrigerant to within about 51 mm (2 in.) of the top. After about 20 or 30 min, when the system will have cooled sufficiently, remove the absorption tube and begin the collection of liquid *n*-butane by opening the valve *K* and adjusting the needle valve *J* so that the sample is collected at a rate of 1 to 2 mL (liquid)/min in the condensing tube *E*.

NOTE 7—However, if some water does condense with the hydrocarbon, the freezing point will not be affected significantly because of the extremely low solubility of water in the hydrocarbon at the freezing point of the latter.

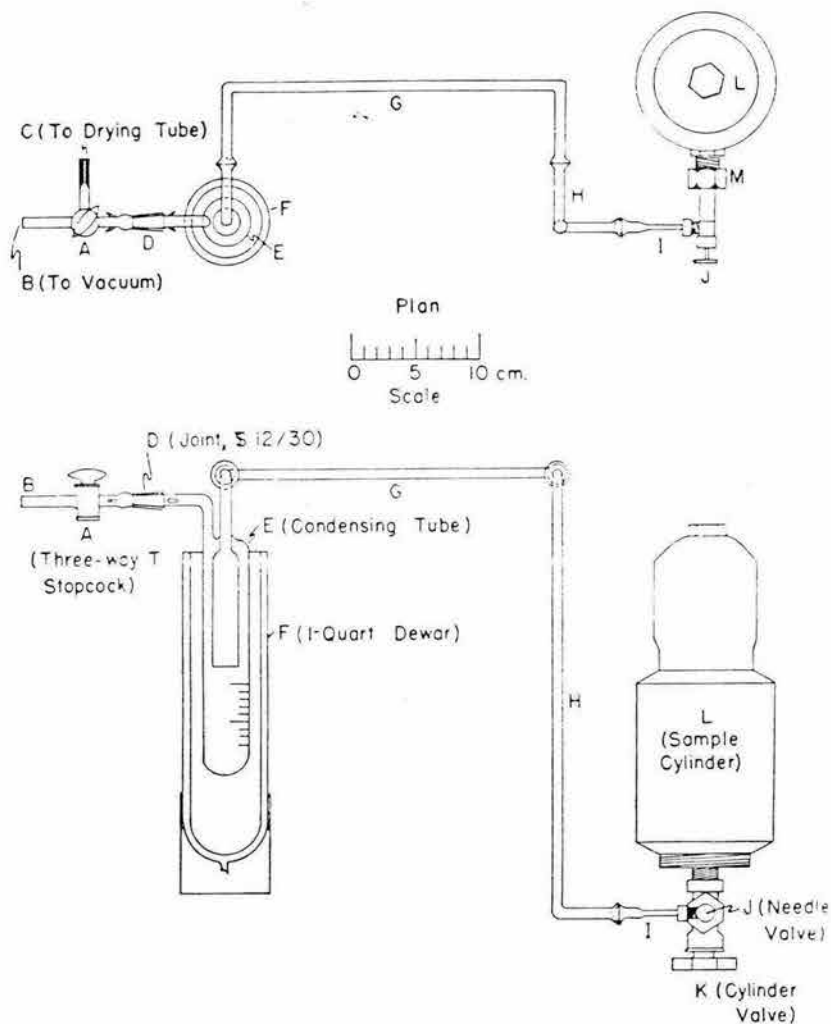
8.3 Assemble the freezing point apparatus. Place the cooling bath in position around the freezing tube (*O* in Fig. 1 of Test Method D 1015), letting the temperature as read on the platinum thermometer reach about -80°C when all the sample has been collected.

8.4 When 50 mL of liquid (temperature about -80°C) has been collected in the condensing tube, close the valve *K* (Fig. 1) and allow the liquid which has collected at *I* to warm and transfer to the condensing tube (Note 8). Replace the attaching tubes *G* and *D* on the condensing tube by caps. The liquid sample is now ready for introduction into the freezing tube (*O* in Fig. 1 of Test Method D 1015).

NOTE 8—In case the original sample contained water, there will remain at *I* some water that may be discarded after the hydrocarbon portion has been collected as outlined above.

8.5 When the temperature of the platinum thermometer is near -80°C , remove the condensing tube (*E* in Fig. 1) from the Dewar flask. Wrap a cloth around the upper portion of the condensing tube (for ease of handling and for preventing the refrigerating liquid from contaminating the sample on pouring), and after removing the caps on the condensing tube, raise the stopper holding the platinum thermometer, and pour the sample through the tapered male outlet of the condensing tube into the freezing tube (*O* in Fig. 1 of Test

⁶ For further details, see Glasgow, Jr., A. R., et al. "Determination of Purity by Measurement of Freezing Points of Compounds Involved in the Production of Synthetic Rubber." *Analytical Chemistry*, ANCHA, Vol 20, 1948, p. 410.



- A—Three-way T stopcock, borosilicate glass (similar to Corning Pyrex No. 7420).
- B—Connection to vacuum for purging and for evacuating system CDEGHI.
- C—Capillary tube for venting, to which drying tube is also connected.
- D—Joint, standard taper, 12/30, borosilicate glass.
- E—Condensing tube, borosilicate glass.
- F—Dewar flask, 1-qt size, borosilicate glass (similar to American Thermos Bottle Co. No. 8645).
- G—Tubing, borosilicate glass, 10 mm in outside diameter, with spherical ground-glass joints, 18/7.
- H—Tubing, silicate glass, 10 mm in outside diameter, with spherical ground-glass joints, 18/7.
- I—Metal connection, brass spherical male joint at one end fitting to connection to needle valve at other end.
- J—Needle valve, brass.
- K—Valve on cylinder containing hydrocarbon material.
- L—Standard cylinder containing hydrocarbon material.
- M—Fitting to connect needle valve J to valve K on cylinder.

FIG. 1 Apparatus for Obtaining Sample

Method D 1015). Quickly replace the stopper holding the platinum thermometer and start the stirrer, with dry air flowing into the upper portion of the freezing tube through M (Fig. 1 of Test Method D 1015).

8.6 Because the material is normally gaseous at room temperature, care should be taken in disposing of the sample safely.

8.7 For *n*-butane, the freezing point for zero impurity, in air at 1 atm, is as follows:

$$t_{f0} = 138.362 \pm 0.025^{\circ}\text{C} \quad (3)$$

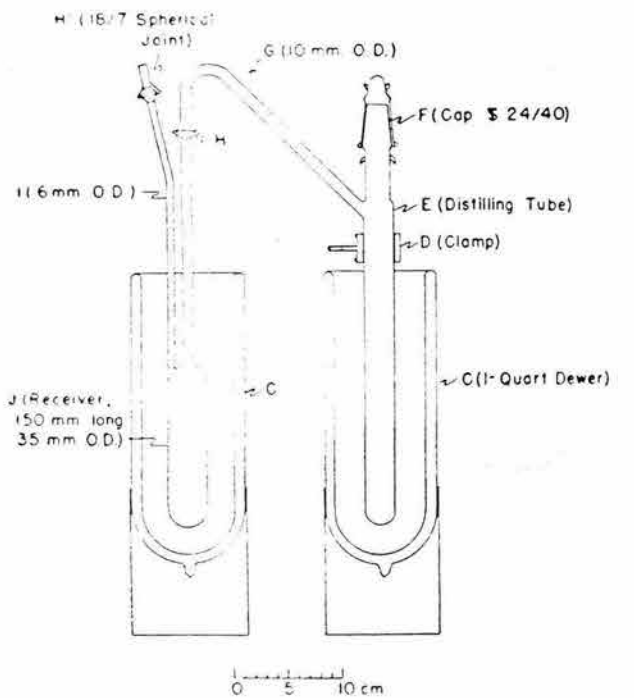
and the cryoscopic constants are:

$$A = 0.03085 \text{ mole fraction}/^{\circ}\text{C} \text{ and}$$

$$B = 0.0048 \text{ mole fraction}/^{\circ}\text{C}.$$

8.8 The cryoscopic constants given in 6.7 are applicable to samples of *n*-butane having a purity of about 95 mole % or better, with no one impurity present in an amount that exceeds its eutectic composition with the major component.

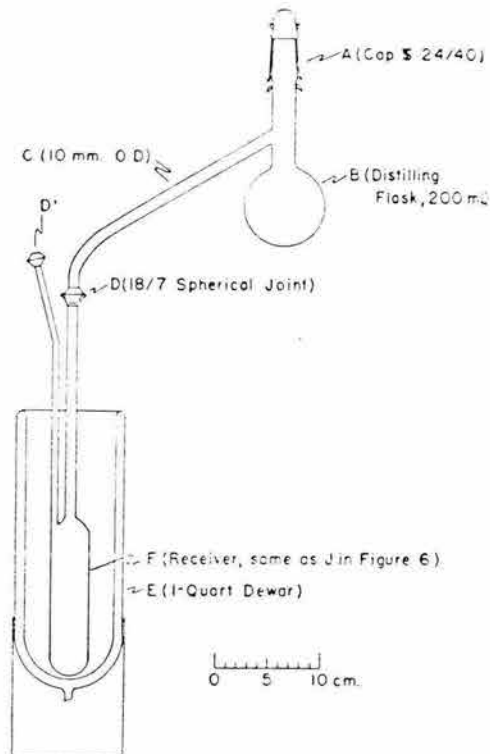
8.9 The estimated uncertainty in the calculated value of the purity is as follows, in mole %:



C—Dewar vessel, 1-qt capacity, borosilicate glass.
 D—Clamp.
 E—Distilling tube, borosilicate glass, 25 mm in outside diameter.
 F—Standard-taper ground-glass joint, 24/40 borosilicate glass.
 G—Tubing, 10 mm in outside diameter, borosilicate glass.
 H, H'—Spherical ground-glass joints, 18/7, borosilicate glass.
 I—Tubing, 6 mm in outside diameter, borosilicate glass.
 J—Receiver, 35 mm in outside diameter, 150 mm in length, borosilicate glass.

FIG. 2 Simple Distilling Apparatus for Normally Gaseous Substances

Calculated Purity, mole %	Uncertainty, plus or minus, mole %
Over 99.5	0.08
99.0 to 99.5	0.09
98 to 99	0.10
97 to 98	0.12
96 to 97	0.15
95 to 96	0.20



A—Standard-taper, ground-glass joint, 24/40, borosilicate glass.
 B—Distilling flask, round bottom, 200-mL capacity, borosilicate glass.
 C—Tubing, 10 mm in outside diameter, borosilicate glass.
 D, D'—Spherical ground-glass joints, 18/7, borosilicate glass.
 E—Dewar flask, 1-qt capacity, borosilicate glass.
 F—Receiver, same as J in Fig. 2.

FIG. 3 Simple Distilling Apparatus for Normally Liquid Substances

adjusting the needle valve *J* so that the sample is collected at a rate of 1 to 2 mL (liquid)/min in the condensing tube *E*.

9.3 Assemble the freezing point apparatus. Place the cooling bath in position around the freezing tube (*O* in Fig. 1 of Test Method D 1015), letting the temperature as read on the platinum thermometer reach about -80°C when all the sample has been collected.

9.4 When 50 mL of liquid (temperature about -80°C) has been collected in the condensing tube, close the valve *K* (Fig. 1) and allow the liquid which had collected at *I* to warm and transfer to the condensing tube (Note 8). Replace the attaching tubes, *G* and *D*, on the condensing tube by caps. The liquid sample is now ready for introduction into the freezing tube (*O* in Fig. 1 of Test Method D 1015).

9.5 When the temperature of the platinum thermometer is near -80°C , remove the condensing tube (*E* in Fig. 1) from the Dewar flask. Wrap a cloth around the upper portion of the condensing tube (for ease of handling and for preventing the refrigerating liquid from contaminating the sample on pouring), and after removing the caps on the condensing tube, raise the stopper holding the platinum thermometer, and pour the sample through the tapered male outlet of the condensing tube into the freezing tube (*O* in Fig. 1 of Test Method D 1015). Quickly replace the stopper holding the platinum thermometer and start the stirrer, with dry air flowing into the upper portion of the freezing tube through *M* (Fig. 1 of Test Method D 1015).

A, A'
 B—T
 C, C
 D—E
 C
 K
 E
 D'—
 E—C
 E'—
 F, F'

9
 gas
 disp
 9
 air

and

9
 sam
 bet
 exc
 9
 the

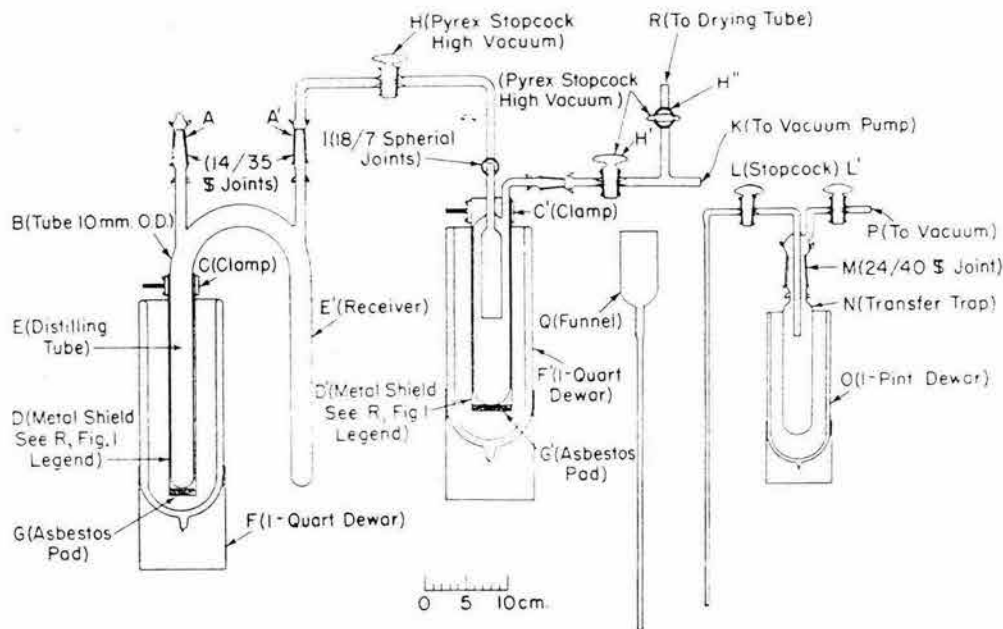
10.
 hal

9. Isobutane⁶

NOTE 9: **Warning**—Extremely flammable gas under pressure. Vapor reduces oxygen available for breathing. See Annex A1.7.

9.1 Determine the freezing point from freezing curves with the cage stirrer, with a cooling bath of liquid nitrogen (or liquid air), with a cooling rate of 0.3 to 0.8°C/min for the liquid near the freezing point, and with crystallization induced immediately below the freezing point by means of a cold rod.

9.2 Obtain the samples as follows: Assemble the apparatus for obtaining the sample as shown in Fig. 1, but with no lubricant on the ground-glass joints and with the valve at the bottom of the cylinder, so that sampling is from the liquid phase. Attach to *C* an absorption tube containing anhydrous calcium sulfate or other suitable desiccant (except magnesium perchlorate) so that water is not introduced into the system (Note 7). Fill the flask *F* with the carbon dioxide refrigerant to within about 51 mm (2 in.) of the top. After about 20 or 30 min, when the system will have cooled sufficiently, remove the absorption tube and begin the collection of liquid isobutane by opening the valve *K* and



- A, A'—Standard-taper ground-glass joints, 14/35 borosilicate glass.
- B—Tubing, 27 mm in outside diameter, borosilicate glass.
- C, C'—Clamp.
- D—Brass cylinder, 273 mm (10¾ in.) in length, 28.6 mm (1½ in.) in inside diameter; for precautions in use of liquid nitrogen and liquid air, see R in legend to Fig. 1 of Test Method D 1015 and Notes 2 and 3 of Test Method D 1015.
- D'—Brass cylinder, 254 mm (10 in.) in length, 47.6 mm (1¾ in.) in inside diameter, (see D above).
- E—Original sample.
- E'—Distilled sample.
- F, F'—Dewar flask, 0.0009-m³ (1-qt) capacity, borosilicate glass.

- G and G'—Abestos pad.
- H, H', H''—Stopcock, ground for high vacuum, borosilicate glass.
- I—Spherical ground-glass joint, 18/7, borosilicate glass.
- J—Condensing tube, used as trap (see E in Fig. 1).
- K—Connection to vacuum system.
- L, L'—Stopcock, ground for high vacuum, borosilicate glass.
- M—Standard-taper ground-glass joint, 24/40 borosilicate glass.
- N—Receiver withdrawal, 36 mm in outside diameter, borosilicate glass.
- O—Dewar flask, 0.0005-m³ (1-pt) capacity, borosilicate glass.
- P—Connection to vacuum.
- Q—Funnel with extension, 4 mm in inside diameter, borosilicate glass.
- R—Connection to drying tube, borosilicate glass.

FIG. 4 Apparatus for Simple Vacuum Distillation

9.6 Because of the fact that the material is normally gaseous at room temperature, care should be taken in disposing of the sample safely.

9.7 For isobutane, the freezing point for zero impurity, in air at 1 atm, is:

$$t_{f0} = -159.605 \pm 0.025^{\circ}\text{C} \quad (4)$$

and the cryoscopic constants are:

$$A = 0.04234 \text{ mole fraction}/^{\circ}\text{C and}$$

$$B = 0.0057 \text{ mole fraction}/^{\circ}\text{C.}$$

9.8 The cryoscopic constants given in 9.7 are applicable to samples of isobutane having a purity of about 95 mole % or better, with no one impurity present in an amount that exceeds its eutectic composition with the major component.

9.9 The estimated uncertainty in the calculated value of the purity is as follows, in mole %:

Calculated Purity, mole %	Uncertainty, plus or minus, mole %
Over 99.5	0.10
99.0 to 99.5	0.11
98 to 99	0.12
97 to 98	0.14
96 to 97	0.16
95 to 96	0.20

10. n-Pentane

NOTE 10: **Warning**—Extremely flammable liquid. Harmful if inhaled. Vapors may cause flash fire. See Annex A1.8.

10.1 Determine the freezing point from freezing curves with the cage stirrer, with a cooling bath of liquid nitrogen (or liquid air), with a cooling rate of 0.3 to 0.8°C/min for the liquid near the freezing point, and with crystallization induced immediately below the freezing point by means of a cold rod.

10.2 To obtain the sample, cool the container and n-pentane to near 0°C and transfer a sample of about 60 mL (liquid at the given temperature) to a graduated cylinder which has been kept refrigerated slightly below 0°C. The sample is now ready for introduction into the freezing tube which should be precooled to near -80°C.

10.3 For n-pentane, the freezing point for zero impurity, in air at 1 atm, is as follows:

$$t_{f0} = -129.730 \pm 0.015^{\circ}\text{C} \quad (5)$$

and the cryoscopic constants are:

$$A = 0.04906 \text{ mole fraction}/^{\circ}\text{C and}$$

$$B = 0.0042 \text{ mole fraction}/^{\circ}\text{C.}$$

10.4 The cryoscopic constants given in 10.3 are applicable to samples of n-pentane having a purity of about 95 mole % or better, with the usual impurities and with no one impurity present in an amount that exceeds the composition of its eutectic with the major component.

10.5 The estimated uncertainty in the calculated value of the purity is as follows, in mole %:

Calculated Purity, mole %	Uncertainty, plus or minus, mole %
Over 99.5	0.07
99.0 to 99.5	0.08
98 to 99	0.09
97 to 98	0.10
96 to 97	0.12
95 to 96	0.14

11. Isopentane

NOTE 11: **Warning**—Extremely flammable liquid. Harmful if inhaled. Vapors may cause flash fire. See Annex A1.8.

11.1 Determine the freezing point from melting curves with the double helix stirrer, with a cooling bath of liquid nitrogen (or liquid air) to obtain the slurry of crystals and liquid, and a warming bath of carbon dioxide refrigerant, with a cooling rate of 0.3 to 0.8°C/min for the liquid near the freezing point and with crystallization induced immediately below the freezing point, by *seeding* with crystals. (Crystallization may also be induced with a cold rod, but the recovery from undercooling will not be as rapid.)

11.2 To obtain a sample, cool the container and isopentane to near 0°C and transfer a sample of about 65 mL (liquid at the given temperature) to a graduated cylinder which has been kept refrigerated slightly below 0°C. The sample is now ready for introduction into the freezing tube which should be precooled to near -80°C.

11.3 For isopentane, the freezing point for zero impurity, in air at 1 atm, is as follows:

$$t_{f0} = -159.905 \pm 0.015^\circ\text{C} \quad (6)$$

and the cryoscopic constants are:

$$A = 0.04829 \text{ mole fraction}/^\circ\text{C and}$$

$$B = 0.0058 \text{ mole fraction}/^\circ\text{C.}$$

11.4 The cryoscopic constants given in 9.3 are applicable to samples of isopentane having a purity of about 95 mole % or better, with the usual impurities and with no one impurity present in an amount which exceeds the composition of the eutectic with the major component.

11.5 The estimated uncertainty in the calculated value of the purity is as follows, in mole %:

Calculated Purity, mole %	Uncertainty, plus or minus, mole %
Over 99.5	0.07
99.0 to 99.5	0.08
98 to 99	0.09
97 to 98	0.10
96 to 97	0.12
95 to 96	0.14

12. *n*-Hexane

NOTE 12: **Warning**—Extremely flammable. Harmful if inhaled. May produce nerve cell damage. Vapors may cause flash fire. See Annex A1.9.

12.1 Determine the freezing point from freezing curves with the cage stirrer, with a cooling bath of liquid nitrogen (or liquid air), with a cooling rate of 0.3 to 0.8°C/min for the liquid near the freezing point and with crystallization induced immediately below the freezing point by means of a cold rod.

12.2 Obtain a sample of 50 mL (measured at room temperature) directly from its original container by means of a pipet or by pouring into a graduated cylinder.

12.3 For *n*-hexane, the freezing point for zero impurity, in air at 1 atm, is as follows:

$$t_{f0} = -95.322 \pm 0.010^\circ\text{C} \quad (7)$$

and the cryoscopic constants are:

$$A = 0.04956 \text{ mole fraction}/^\circ\text{C and}$$

$$B = 0.0039 \text{ mole fraction}/^\circ\text{C.}$$

12.4 The cryoscopic constants given in 12.3 are applicable to samples of *n*-hexane having a purity of about 95 mole % or better, with the usual impurities and with no one impurity present in an amount that exceeds the composition of its eutectic with the major component.

12.5 The estimated uncertainty in the calculated value of the purity is as follows, in mole %:

Calculated Purity, mole %	Uncertainty, plus or minus, mole %
Over 99.5	0.05
99.0 to 99.5	0.06
98 to 99	0.07
97 to 98	0.08
96 to 97	0.10
95 to 96	0.12

13. *n*-Heptane

NOTE 13: **Warning**—Flammable. Harmful if inhaled. See Annex A1.10.

13.1 Determining the freezing point from freezing curves with the cage stirrer, with a cooling bath of liquid nitrogen (or liquid air), with a cooling rate of 0.3 to 0.8°C/min for the liquid near the freezing point, and with crystallization induced immediately below the freezing point by means of a cold rod.

13.2 Obtain a sample of 50 mL (measured at room temperature) directly from its original container by means of a pipet or by pouring into a graduated cylinder.

13.3 For *n*-heptane, the freezing point for zero impurity, in air at 1 atm, is:

$$t_{f0} = -90.581 \pm 0.010^\circ\text{C} \quad (8)$$

and the cryoscopic constants are:

$$A = 0.05065 \text{ mole fraction}/^\circ\text{C and}$$

$$B = 0.0033 \text{ mole fraction}/^\circ\text{C.}$$

13.4 The cryoscopic constants given in 13.3 are applicable to samples of *n*-heptane having a purity of about 95 mole % or better, with the usual impurities and with no one impurity present in an amount that exceeds the composition of its eutectic with the major component.

13.5 The estimated uncertainty in the calculated value of the purity is as follows, in mole %:

Calculated Purity, mole %	Uncertainty, plus or minus, mole %
Over 99.5	0.05
99.0 to 99.5	0.06
98 to 99	0.07
97 to 98	0.08
96 to 97	0.10
95 to 96	0.12

14. *n*-Octane

NOTE 14: **Warning**—Flammable. Harmful if inhaled. See Annex A1.10.

14.1 Determine the freezing point from freezing curves with the cage stirrer, with a cooling bath of carbon dioxide

refrigerant at a cooling rate of 0.3 to 0.8°C/min for the liquid near the freezing point, and with crystallization induced immediately below the freezing point by means of a cold rod.

14.2 Obtain a sample of 50 mL (measured at room temperature) directly from its original container by means of a pipet or by pouring into a graduated cylinder.

14.3 For *n*-octane the freezing point for zero impurity, in air at 1 atm, is as follows:

$$t_{f0} = -56.764 \pm 0.010^{\circ}\text{C} \quad (9)$$

and the cryoscopic constants are:

$$A = 0.05329 \text{ mole fraction}/^{\circ}\text{C} \text{ and}$$

$$B = 0.0031 \text{ mole fraction}/^{\circ}\text{C}.$$

14.4 The cryoscopic constants given in 14.3 are applicable to samples of *n*-octane having a purity of about 95 mole % or better, with the usual impurities and with no impurity present in an amount that exceeds the composition of its eutectic with the major component.

14.5 The estimated uncertainty in the calculated value of the purity is as follows, in mole %:

Calculated Purity, mole %	Uncertainty, plus or minus, mole %
Over 99.5	0.05
99.0 to 99.5	0.06
98 to 99	0.07
97 to 98	0.08
96 to 97	0.10
95 to 96	0.12

15. 2,2,4-Trimethylpentane

NOTE 15: Warning—Extremely flammable. Harmful if inhaled. Vapors may cause flash fire. See Annex A1.11.

15.1 For samples having a purity greater than about 99.5 mole %, determine the freezing point from melting curves with the cage stirrer, with a cooling bath of liquid nitrogen (or liquid air), and a warming bath of solid carbon dioxide refrigerant, with a cooling rate of 0.3 to 0.8°C/min for the liquid near the freezing point and with crystallization induced immediately below the freezing point by means of a cold rod.

15.2 For samples having a purity less than about 99.5 mole %, determine the freezing point from freezing curves with the cage stirrer, with a cooling bath of liquid nitrogen (or liquid air), with a cooling rate of 0.3 to 0.8°C/min for the liquid near the freezing point, and with crystallization induced immediately below the freezing point by means of a cold rod.

15.3 Obtain a sample of 50 mL (measured at room temperature) directly from its original container by means of pipet or by pouring into a graduated cylinder.

15.4 For 2,2,4-trimethylpentane, the freezing point for zero impurity, in air at 1 atm, is as follows:

$$t_{f0} = -107.373 \pm 0.010^{\circ}\text{C} \quad (10)$$

and the cryoscopic constants are:

$$A = 0.04032 \text{ mole fraction}/^{\circ}\text{C} \text{ and}$$

$$B = 0.0043 \text{ mole fraction}/^{\circ}\text{C}.$$

15.5 The cryoscopic constants given in 15.4 are applicable to samples of 2,2,4-trimethylpentane having a purity of about 95 mole % or better, with the usual impurities and with no one impurity present in an amount that exceeds the

composition of its eutectic with the major component.

15.6 The estimated uncertainty in the calculated value of the purity is as follows, in mole %:

Calculated Purity, mole %	Uncertainty, plus or minus, mole %
Over 99.5	0.05
99.0 to 99.5	0.06
98 to 99	0.07
97 to 98	0.08
96 to 97	0.10
95 to 96	0.12

16. Methylcyclohexane

NOTE 16: Warning—Flammable. Harmful if inhaled. See Annex A1.10.

16.1 Determine the freezing point from melting curves with the double helix stirrer, with a cooling bath of liquid nitrogen (or liquid air) to obtain the slurry of crystals and liquid, and a warming bath of carbon dioxide refrigerant, with a cooling rate of 0.3 to 0.8°C/min for the liquid near the freezing point and with crystallization induced immediately below the freezing point by *seeding* with crystals. (Crystallization may also be induced with a cold rod, but the recovery from undercooling will not be as rapid.)

16.2 Obtain a sample of 60 mL (measured at room temperature) directly from the original container by pouring into a graduated cylinder.

16.3 For methylcyclohexane, the freezing point for zero impurity, in air at 1 atm, is as follows:

$$t_{f0} = -126.596 \pm 0.015^{\circ}\text{C} \quad (11)$$

and the cryoscopic constants are:

$$A = 0.03779 \text{ mole fraction}/^{\circ}\text{C} \text{ and}$$

$$B = 0.0032 \text{ mole fraction}/^{\circ}\text{C}.$$

16.4 The cryoscopic constants given in 16.3 are applicable to samples of methylcyclohexane having a purity of about 95 mole % or better, with the usual impurities and with no one impurity present in an amount that exceeds the composition of the eutectic with the major component.

16.5 The estimated uncertainty in the calculated value of the purity is as follows, in mole %:

Calculated Purity, mole %	Uncertainty, plus or minus, mole %
Over 99.5	0.05
99.0 to 99.5	0.06
98 to 99	0.07
97 to 98	0.08
96 to 97	0.10
95 to 96	0.12

17. Isobutene⁶

NOTE 17: Warning—Extremely flammable liquefied gas under pressure. Vapor reduces oxygen available for breathing. See Annex A1.6.

17.1 Determine the freezing point from freezing curves, with the cage stirrer, with a cooling bath of liquid nitrogen (or liquid air), with a cooling rate of 0.3 to 0.8°C/min for the liquid near the freezing point, and with crystallization induced immediately below the freezing point by means of a cold rod.

17.2 Obtain the samples as follows: Assemble the apparatus for obtaining the sample as shown in Fig. 1, but with no lubricant on the ground-glass joints and with the valve at the bottom of the cylinder, so that sampling is from the liquid

phase. Attach to *C* an absorption tube containing anhydrous calcium sulfate or other suitable desiccant (except magnesium perchlorate) so that water is not introduced into the system (Note 7). Fill the flask *F* with the carbon dioxide refrigerant to within about 51 mm (2 in.) of the top. After about 20 or 30 min. when the system will have cooled sufficiently, remove the absorption tube and begin the collection of liquid isobutene by opening the valve *K* and adjusting the needle valve *J* so that the sample is collected at a rate of 1 to 2 mL (liquid)/min in the condensing tube *E*.

17.3 Assemble the freezing point apparatus. Place the cooling bath in position around the freezing tube (*O* in Fig. 1 of Test Method D 1015), letting the temperature as read on the platinum thermometer reach about -80°C when all the sample has been collected.

17.4 When 50 mL of liquid (temperature about -80°C) has been collected in the condensing tube, close the valve *K* (Fig. 1) and allow the liquid which has collected at *I* to warm and transfer to the condensing tube (Note 8). Replace the attaching tubes *G* and *D* on the condensing tube by caps. The liquid sample is now ready for introduction into the freezing tube (*O* in Fig. 1 of Test Method D 1015).

17.5 When the temperature of the platinum thermometer is near -80°C , remove the condensing tube (*E* in Fig. 1) from the Dewar flask. Wrap a cloth around the upper portion of the condensing tube (for ease of handling and for preventing the refrigerating liquid from contaminating the sample on pouring), and after removing the caps on the condensing tube, raise the stopper holding the platinum thermometer, and pour the sample through the tapered male outlet of the condensing tube into the freezing tube (*O* in Fig. 1 of Test Method D 1015). Quickly replace the stopper holding the platinum thermometer and start the stirrer, with dry air flowing into the upper portion of the freezing tube through *M* (Fig. 1 of Test Method D 1015).

17.6 Because of the fact that the material is normally gaseous at room temperature, care should be taken in disposing of the sample safely.

17.7 For isobutene, the freezing point for zero impurity, in air at 1 atm. is as follows:

$$t_{f,0} = -140.337 \pm 0.020^{\circ}\text{C} \quad (12)$$

and the cryoscopic constants are:

$$A = 0.04044 \text{ mole fraction}/^{\circ}\text{C} \text{ and}$$

$$B = 0.005 \text{ mole fraction}/^{\circ}\text{C}.$$

17.8 The cryoscopic constants given in 17.7 are applicable to samples of isobutene having a purity of about 95 mole % or better, with no one impurity present in an amount that exceeds its eutectic composition with the major component.

17.9 The estimated uncertainty in the calculated value of the purity is as follows, in mole %:

Calculated Purity, mole %	Uncertainty, plus or minus, mole %
Over 99.5	0.08
99.0 to 99.5	0.09
98 to 99	0.10
97 to 98	0.12
96 to 97	0.15
95 to 96	0.20

18. 1,3-Butadiene⁶

NOTE 18: **Warning**—Extremely flammable liquefied gas under pressure. May form explosive peroxides upon exposure to air. Harmful if inhaled. Irritating to eyes, skin, and mucous membranes. See Annex A1.12.

18.1 Determine the freezing point from freezing curves with the cage stirrer, with a cooling bath of liquid nitrogen (or liquid air), with a cooling rate of 0.3 to $0.8^{\circ}\text{C}/\text{min}$ for the liquid near the freezing point and with crystallization induced immediately below the freezing point by means of a cold rod.

18.2 Obtain the samples as follows: Assemble the apparatus for obtaining the sample as shown in Fig. 1, but with no lubricant on the ground-glass joints and with the valve at the bottom of the cylinder, so that sampling is from the liquid phase. Attach to *C* an absorption tube containing anhydrous calcium sulfate or other suitable desiccant (except magnesium perchlorate) so that water is not introduced into the system (Note 7). Fill the flask *F* with the carbon dioxide refrigerant to within about 51 mm (2 in.) of the top. After about 20 or 30 min. when the system will have cooled sufficiently, remove the absorption tube and begin the collection of liquid 1,3-butadiene by opening the valve *K* and adjusting the needle valve *J* so that the sample is collected at a rate of 1 to 2 mL (liquid)/min in the condensing tube *E*.

18.3 Assemble the freezing point apparatus. Place the cooling bath in position around the freezing tube (*O* in Fig. 1 of Test Method D 1015), letting the temperature as read on the platinum thermometer reach about -80°C when all the sample has been collected.

18.4 When 50 mL of liquid (temperature about -80°C) has been collected in the condensing tube, close the valve *K* (Fig. 1) and allow the liquid which has collected at *I* to warm and transfer to the condensing tube (Note 8). Replace the attaching tubes *G* and *D* on the condensing tube by caps. The liquid sample is now ready for introduction into the freezing tube (*O* in Fig. 1 of Test Method D 1015).

18.5 In some cases, it will be desirable to remove the dimer, other C_8 hydrocarbons, and higher polymer from the sample of 1,3-butadiene before determining the purity. For this removal, the procedure is as follows: Assemble the apparatus shown in Fig. 2 with a small amount (10 to 100 ppm) of tertiary butyl catechol or other suitable inhibitor placed in the bottom of the distilling tube *E*, with no lubricant on the ground-glass joints. It is also desirable to place at the bottom of the flask a piece of carborundum or other suitable material to prevent bumping. Make a connection to the atmosphere through an absorption tube (as previously described in this section) at *H'* so that entering air is freed of carbon dioxide and water. Place a bath containing carbon dioxide refrigerant around the distilling tube *E*, and also around the receiver *J* so that the small entrance and exit tubes of *J* are covered with at least 5 cm of the bath. After about 20 to 30 min. when the system will have precooled sufficiently, disconnect the connection to the atmosphere at *H'*, remove the cap *F* and introduce the liquid butadiene (temperature near -80°C) by pouring through a precooled funnel (such as *Q* in Fig. 4 which may be cooled without contamination by liquid air or liquid nitrogen) into the distilling tube. Grease the cap *F* and replace immediately after the introduction of the sample. Then distill the material

by removing the bath from the distilling tube and allowing it to warm in contact with the air of the room. Distillation is complete when the distilling tube has warmed to room temperature. Disconnect the receiver with the bath around it, cap it at *H* and *H'*, and transfer 50 mL (liquid at about -80°C) of the liquid butadiene to the freezing tube by pouring through *I* in a manner similar to that described for a sample collected in the condensing tube.

18.6 When the temperature of the platinum thermometer is near -80°C , remove the condensing tube (*E* in Fig. 1) or the receiver (*J* in Fig. 2) from the Dewar. Wrap a cloth around the upper portion of the condensing tube or receiver (for ease of handling and for preventing the refrigerating liquid from contaminating the sample on pouring), and after removing the caps on the condensing tube or receiver, raise the stopper holding the platinum thermometer, and pour the sample through the tapered male outlet of the condensing tube or the exit tube *I* of the receiver into the freezing tube (*O* in Fig. 1 of Test Method D 1015). Quickly replace the stopper holding the platinum thermometer and start the stirrer, with dry air flowing into the upper portion of the freezing tube through *M* (Fig. 1 of Test Method D 1015).

18.7 Because of the fact that the material is normally gaseous at room temperature, care should be taken in disposing of the sample safely.

18.8 For 1,3-butadiene, the freezing point for zero impurity, in air at 1 atm, is

$$t_{f0} = -108.902 \pm 0.010^{\circ}\text{C} \quad (13)$$

and the cryoscopic constants are:

$$A = 0.03560 \text{ mole fraction}/^{\circ}\text{C} \text{ and}$$

$$B = 0.0053 \text{ mole fraction}/^{\circ}\text{C}.$$

18.9 The cryoscopic constants given in 18.8 are applicable to samples of 1,3-butadiene having a purity of about 95 mole % or better, with no one impurity present in an amount that exceeds its eutectic composition with the major component.

18.10 The estimated uncertainty in the calculated value of the purity is as follows, in mole %:

Calculated Purity, mole %	Uncertainty, plus or minus, mole %
Over 99.5	0.05
99.0 to 99.5	0.06
98 to 99	0.07
97 to 98	0.08
96 to 97	0.09
95 to 96	0.10

19. Isoprene (2-Methyl-1,3-Butadiene)⁶

NOTE 19: Warning—Extremely flammable liquefied gas under pressure. Vapor reduces oxygen available for breathing. See Annex A1.6.

19.1 For samples having a purity greater than about 98 mole %, determine the freezing point from melting curves, with the double helical stirrer, with a cooling bath of liquid nitrogen (or liquid air), and a warming bath of carbon dioxide refrigerant, with the jacket of the freezing tube open to the high vacuum system during the entire melting part of the curve, with a cooling rate of 0.3 to 0.8 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ for the liquid near the freezing point and with crystallization induced immediately below the freezing point by means of a cold rod.

19.2 For samples having a purity less than about 98

mole %, determine the freezing point from freezing curves, with either the aluminum cage stirrer or the double helical stirrer, with a cooling bath of liquid nitrogen (or liquid air), with a cooling rate of 0.3 to 0.8 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ for the liquid near the freezing point and with crystallization induced immediately below the freezing point by means of a cold rod.

19.3 The method of obtaining the sample is as follows: When the material is in a cylinder, assemble the apparatus shown in Fig. 1, with a suitable lubricant on the ground-glass joints, and with the valve below the body of the cylinder so that the sample is obtained from the liquid phase. Evacuate the system by connecting, through heavy-walled tubing, the opening *B* to a vacuum line. After evacuation, close the stopcock *A* to the outlets *B* and *C*, and collect the sample of isoprene (55 mL, liquid, at about -80°C) in the refrigerated condensing tube *E*, in which was previously placed a small amount (about 10 to 100 ppm) of tertiary butyl catechol or other suitable inhibitor. The sample as thus collected will contain the bulk of any dimer present in the original material. The sample, including substantially all of the dimer, is now ready for introduction into the freezing tube, which should be precooled to near -100°C . When the isoprene is contained in capped bottles or sealed ampoules, cool the container and isoprene to near 0°C and transfer a sample of about 65 mL (liquid at the given temperature) to a graduated cylinder which has been kept refrigerated slightly below 0°C . The sample, including such amount of dimer and higher polymer as was originally present, is now ready for introduction into the freezing tube, which should be precooled to near -100°C .

19.4 In most cases it will be desirable to remove the dimer and higher polymer from the sample of isoprene before determining the purity. For this removal, the procedure is as follows: Assemble the apparatus shown in Fig. 3 with no lubricant on the ground-glass joints *D* and *D'*. Place a small amount of tertiary butyl catechol or other suitable inhibitor (about 10 to 100 ppm) in the receiver *F* and a larger amount (about 100 to 1000 ppm) in the distilling flask *B*. It is also desirable to place at the bottom of the flask *B* a piece of carborundum or other suitable material to prevent bumping. Place a cooling bath of water-ice around the distilling flask *B* and a bath containing carbon dioxide refrigerant around the receiver *F*. Make a connection to the atmosphere at *D'* through which the air is first freed of carbon dioxide and water, using a tube containing Ascarite and anhydrous calcium sulfate or other suitable desiccant. Introduce the sample (at 0°C) into the flask *B*, place the cap *A* in position with a suitable lubricant between the grindings, and remove the connection to the atmosphere at *D'*. Place a water bath (at 40 to 50°C) around the flask *B* and distill the material into *F*. Stop the distillation when a small residue remains in *B* with the water bath at 50°C . Detach the receiver *F* at *D* and cap at *D* and *D'* with the bath containing carbon dioxide refrigerant still surrounding it. Remove the sample, with the upper portion of the container wrapped with a cloth (for ease of handling and for preventing the refrigerating liquid from contaminating the sample on pouring), from the flask *E*, remove the caps and introduce the sample into the freezing tube, previously precooled to near -100°C , by pouring through *D'*. For the procedure for introducing the sample into the tube, see 18.6 on 1,3-butadiene.

19.5 If the sample contains a very large amount of dimer and polymer, then the simple preceding procedure outlined will not suffice because the required distilling temperature will be too high, and a more complicated procedure is used, as follows: Assemble the apparatus shown in Fig. 4, with inhibitor placed in the distilling tube and receiver (plus some carborundum in the distilling tube to prevent bumping) as previously described in 19.4, and with all the ground joints except that at *A* lubricated. Place a cooling bath of carbon dioxide refrigerant around the distilling tube *E*. Permit air, freed of carbon dioxide and water, to enter the system through *RH'' H'H* in order to compensate for the change in volume. When the sample is cooled, remove the cap *A* and introduce the sample through the funnel *Q*, which has been precooled with liquid air or liquid nitrogen. Then lubricate the cap *A* and close the stopcocks *H*, *H'*, and *H''*. Place liquid air or liquid nitrogen around the condensing tube *E* (Fig. 1), which serves as a trap, and also replace the carbon dioxide refrigerant around the distilling tube *E* (Fig. 4) with liquid nitrogen or liquid air. After the isoprene has solidified, evacuate the system by opening *H* and *H'* to the vacuum system. Close the stopcocks *H* and *H'* and remove the bath from *E* to allow the material to melt and release dissolved air. Crystallize the material again and evacuate the system as before. Repeat the process again, if necessary, to remove substantially all the air. (If any hydrocarbon has been caught in the trap *J*, it should be distilled back into the tube *E*, with the stopcock *H* open and *H'* closed.) Distill the material into *E'* by placing carbon dioxide refrigerant around the receiver and a water-ice bath around *E* (after the latter has warmed to near 0°C). Halt the distillation when the transfer of material into the receiver has substantially halted, by admitting air (freed of water and carbon dioxide) into the system through *RH'' H'H*. Remove the sample from the receiving tube *E* with the withdrawal receiver *N*. Evacuate the system *LMNL*, with *L'* open and *L* closed, through *P* and then close the stopcock *L'*. Surround the receiver *N'* by carbon dioxide refrigerant. Remove the material by inserting the inlet tube at *L* into the receiver and then opening the stopcock *L*. This procedure avoids loss by evaporation. Then introduce the material into the freezing tube, previously precooled to near -100°C, by pouring through the tapered joint at *M*. For the procedure for introducing the sample into the tube, see 18.6 on 1,3-butadiene.

19.6 For isoprene (2-methyl-1,3-butadiene), the freezing point for zero impurity, in air at 1 atm, is:

$$t_{f0} = -145.964 \pm 0.020^\circ\text{C} \quad (14)$$

and the cryoscopic constants are:

$$A = 0.0330 \text{ mole fraction}/^\circ\text{C and}$$

$$B = 0.0030 \text{ mole fraction}/^\circ\text{C}.$$

19.7 The cryoscopic constants given in 19.6 are applicable to samples of isoprene having a purity of about 95 mole % or better, with no one impurity present in an amount that exceeds the eutectic composition with the major component.

19.8 The estimated uncertainty in the calculated value of the purity is as follows, in mole %:

Calculated Purity, mole %	Uncertainty, plus or minus, mole %
Over 99.5	0.08
99.0 to 99.5	0.10
98 to 99	0.12
97 to 98	0.15
96 to 97	0.20
95 to 96	0.25

20. Benzene

NOTE 20: **Warning**—Poison. Carcinogen. Harmful or fatal if swallowed. Extremely flammable. Vapors may cause flash fire. Vapor harmful, may be absorbed through skin. See Annex A1.13.

20.1 Determine the freezing point from freezing curves with the cage stirrer, with a cooling bath of carbon dioxide refrigerant, with a cooling rate of 0.3 to 0.8°C/min for the liquid near the freezing point and with crystallization induced immediately below the freezing point by means of a cold rod.

20.2 Obtain a sample of 50 mL (measured at room temperature) directly from the original container by means of a pipet or by pouring into a graduated cylinder. Then filter the sample directly into the freezing point tube (*O* in Fig. 1 of Test Method D 1015), through silica gel to remove water. See 9.3, and Fig. 5 of Test Method D 1015.

20.3 For benzene, the freezing point for zero impurity, in air at 1 atm, is:

$$t_{f0} = 5.531 \pm 0.010^\circ\text{C} \quad (15)$$

and the cryoscopic constants are:

$$A = 0.01523 \text{ mole fraction}/^\circ\text{C and}$$

$$B = 0.0032 \text{ mole fraction}/^\circ\text{C}.$$

20.4 The cryoscopic constants given in 20.3 are applicable to samples of benzene having a purity of about 95 mole % or better, with the usual impurities and with no one impurity present in an amount that exceeds the composition of its eutectic with the major component.

20.5 The estimated uncertainty in the calculated value of the purity is as follows, in mole %:

Calculated Purity, mole %	Uncertainty, plus or minus, mole %
Over 99.5	0.02
99.0 to 99.5	0.03
98 to 99	0.04
97 to 98	0.05
96 to 97	0.06
95 to 96	0.08

21. Toluene

NOTE 21: **Warning**—Flammable. Vapor harmful. See Annex A1.14.

21.1 Determine the freezing point from freezing curves with the cage stirrer, with a cooling bath of liquid nitrogen (or liquid air), with a cooling rate of 0.3 to 0.8°C/min for the liquid near the freezing point, and with crystallization induced immediately below the freezing point by means of a cold rod.

21.2 A sample of 50 mL (measured at room temperature) is obtained directly from its original container by means of a pipet or by pouring into a graduated cylinder.

21.3 For toluene, the freezing point for zero impurity, in air at 1 atm, is:

$$t_{f0} = -94.965 \pm 0.012^{\circ}\text{C} \quad (16)$$

and the cryoscopic constants are:

$$A = 0.02508 \text{ mole fraction}/^{\circ}\text{C and}$$

$$B = 0.0019 \text{ mole fraction}/^{\circ}\text{C.}$$

21.4 The cryoscopic constants given in 21.3 are applicable to samples of toluene having a purity of about 95 mole % or better, with the usual impurities and with no one impurity present in an amount that exceeds the composition of its eutectic with the major component.

21.5 The estimated uncertainty in the calculated value of the purity is as follows, in mole %:

Calculated Purity, mole %	Uncertainty, plus or minus, mole %
Over 99.5	0.03
99.0 to 99.5	0.04
98 to 99	0.05
97 to 98	0.06
96 to 97	0.08
95 to 96	0.10

22. Ethylbenzene

NOTE 22: **Warning**—Flammable. Vapor harmful. See Annex A1.15.

22.1 Determine the freezing point from melting curves with the cage stirrer, with a cooling bath of liquid nitrogen (or liquid air) to obtain the slurry of crystals and liquid, and a warming bath of carbon dioxide refrigerant, with a cooling rate of 0.3 to 0.8°C/min for the liquid near the freezing point, and with crystallization induced immediately below the freezing point by *seeding* with crystals. (Crystallization may also be induced with a cold rod, but the recovery from undercooling will not be as rapid.)

22.2 Obtain a sample of 50 mL (measured at room temperature) directly from its original container by means of a pipet or by pouring into a graduated cylinder.

22.3 For ethylbenzene, the freezing point for zero impurity, in air at 1 atm, is:

$$t_{f0} = -94.949 \pm 0.015^{\circ}\text{C} \quad (17)$$

and the cryoscopic constants are:

$$A = 0.03471 \text{ mole fraction}/^{\circ}\text{C and}$$

$$B = 0.0029 \text{ mole fraction}/^{\circ}\text{C.}$$

22.4 The cryoscopic constants given in 22.3 are applicable to samples of ethylbenzene having a purity of about 95 mole % or better, with the usual impurities and with no one impurity present in an amount that exceeds the composition of its eutectic with the major component.

22.5 The estimated uncertainty in the calculated value of the purity is as follows, in mole %:

Calculated Purity, mole %	Uncertainty, plus or minus, mole %
Over 99.5	0.05
99.0 to 99.5	0.06
98 to 99	0.08
97 to 98	0.10
96 to 97	0.12
95 to 96	0.14

23. *o*-Xylene

NOTE 23: **Warning**—Flammable. Vapor harmful. See Annex A1.16.

23.1 The freezing point is determined from freezing curves with the cage stirrer, with a cooling bath of carbon dioxide refrigerant, with a cooling rate of 0.3 to 0.8°C/min for the liquid near the freezing point, and with crystallization induced immediately below the freezing point by *seeding* with crystals. (Crystallization may also be induced with a cold rod, but the recovery from undercooling will not be as rapid.)

23.2 A sample of 50 mL (measured at room temperature) is obtained directly from its original container by means of a pipet or by pouring into a graduated cylinder.

23.3 For *o*-xylene, the freezing point for zero impurity, in air at 1 atm, is:

$$t_{f0} = -25.167 \pm 0.005^{\circ}\text{C} \quad (18)$$

and the cryoscopic constants are:

$$A = 0.02659 \text{ mole fraction}/^{\circ}\text{C and}$$

$$B = 0.0030 \text{ mole fraction}/^{\circ}\text{C.}$$

23.4 The cryoscopic constants given in 23.3 are applicable to samples of *o*-xylene having a purity of about 95 mole % or better, with the usual impurities and with no one impurity present in an amount that exceeds the composition of its eutectic with the major component.

23.5 The estimated uncertainty in the calculated value of the purity is as follows, in mole %:

Calculated Purity, mole %	Uncertainty, plus or minus, mole %
Over 99.5	0.02
99.0 to 99.5	0.03
98 to 99	0.04
97 to 98	0.05
96 to 97	0.06
95 to 96	0.08

24. *m*-Xylene

NOTE 24: **Warning**—Flammable. Vapor harmful. See Annex A1.16.

24.1 Determine the freezing point from freezing curves with the cage stirrer, with a cooling bath of solid carbon dioxide refrigerant, with a cooling rate of 0.3 to 0.8°C/min for the liquid near the freezing point, and with crystallization induced immediately below the freezing point by *seeding* with crystals. (Crystallization may also be induced with a cold rod, but the recovery from undercooling will not be as rapid.)

24.2 Obtain a sample of 50 mL (measured at room temperature) directly from its original container by means of a pipet or by pouring into a graduated cylinder.

24.3 For *m*-xylene, the freezing point for zero impurity, in air at 1 atm, is:

$$t_{f0} = -47.844 \pm 0.020^{\circ}\text{C} \quad (19)$$

and the cryoscopic constants are:

$$A = 0.02741 \text{ mole fraction}/^{\circ}\text{C and}$$

$$B = 0.0027 \text{ mole fraction}/^{\circ}\text{C.}$$

24.4 The cryoscopic constants given in 24.3 are applicable to samples of *m*-xylene having a purity of about 95 mole % or better, with the usual impurities and with no one impurity present in an amount that exceeds the composition of its eutectic with the major component.

24.5 The estimated uncertainty in the calculated value of the purity is as follows, in mole %:

Calculated Purity, mole %	Uncertainty, plus or minus, mole %
Over 99.5	0.05
99.0 to 99.5	0.06
98 to 99	0.07
97 to 98	0.08
96 to 97	0.10
95 to 96	0.12

25. *p*-Xylene

NOTE 25: **Warning**—Flammable. Vapor harmful. See Annex A1.16.

25.1 Determine the freezing point from freezing curves with the cage stirrer, with a cooling bath of carbon dioxide refrigerant, with a cooling rate of 0.5 to 0.8°C/min for the liquid near the freezing point, and with crystallization induced immediately below the freezing point, by *seeding* with crystals. (Crystallization may also be induced with a cold rod, but the recovery from undercooling will not be as rapid.)

25.2 Obtain a sample of 50 mL (measured at room temperature) directly from the original container by means of a pipet or by pouring into a graduated cylinder. The sample is then filtered directly into the freezing point tube, (*O* in Fig. 1 of Test Method D 1015), through silica gel to remove water. See 9.3 and Fig. 5 of Test Method D 1015.

25.3 For *p*-xylene, the freezing point for zero impurity, in air at 1 atm, is:

$$t_{(0)} = 13.258 \pm 0.012^\circ\text{C} \quad (20)$$

and the cryoscopic constants are:

$$A = 0.02509 \text{ mole fraction}/^\circ\text{C} \text{ and}$$

$$B = 0.0028 \text{ mole fraction}/^\circ\text{C}.$$

25.4 The cryoscopic constants given in 25.3 are applicable to samples of *p*-xylene having a purity of about 95 mole % or better, with the usual impurities and with no one impurity present in an amount that exceeds the composition of its eutectic with the major component.

25.5 The estimated uncertainty in the calculated value of the purity is as follows, in mole %:

Calculated Purity, mole %	Uncertainty, plus or minus, mole %
Over 99.5	0.03
99.0 to 99.5	0.04
98 to 99	0.05
97 to 98	0.06
96 to 97	0.08
95 to 96	0.10

26. Styrene (Ethenylbenzene)⁶

NOTE 26: **Warning**—Flammable. Vapor harmful. See Annex A1.15.

26.1 Determine the freezing point from freezing curves

with the cage stirrer, with cooling bath of carbon dioxide refrigerant, with a cooling rate of 0.5 to 0.8°C/min for the liquid near the freezing point, and with crystallization induced immediately below the freezing point by means of a cold rod.

26.2 Obtain a sample of 50 ml (measured at room temperature) directly from the original container by means of a pipet or by pouring into a graduated cylinder.

26.3 If the previous treatment or storage condition of material was such that dimerization or polymerization may have occurred, the dimer or polymer should be removed by a simple vacuum distillation (Fig. 4), using the same procedure as described under isoprene (see 19.5) except that carbon dioxide refrigerant is used to refrigerate the receiver. The sample is distilled at room temperature.

26.4 For styrene, the freezing point for zero impurity, in air at 1 atm, is:

$$t_{(0)} = -30.810 \pm 0.008^\circ\text{C} \quad (21)$$

and the cryoscopic constants are:

$$A = 0.02365 \text{ mole fraction}/^\circ\text{C} \text{ and}$$

$$B = 0.0044 \text{ mole fraction}/^\circ\text{C}.$$

26.5 The cryoscopic constants given in 26.4 are applicable to samples of styrene having a purity of not less than about 95 mole %, with the usual impurities and with no one impurity present in an amount that exceeds the composition of its eutectic with the main component.

26.6 The estimated uncertainty in the calculated value of the purity is as follows, in mole %:

Calculated Purity, mole %	Uncertainty, plus or minus, mole %
Over 99.5	0.04
99.0 to 99.5	0.05
98 to 99	0.06
97 to 98	0.07
96 to 97	0.08
95 to 96	0.09

27. Precision and Bias

27.1 **Precision**—The precision for this test method is governed by the precision of Test Method D 1015. Test Method D 1015 must be used for the freezing point determinations in this test method.

27.2 **Bias**—The bias for this test method is governed by the bias of Test Method D 1015. Test Method D 1015 must be used for the freezing point determinations in this test method.

28. Keywords

28.1 crystallization; freeze point; LPG; pure hydrocarbons; purity

ANNEX

(Mandatory Information)

A1. PRECAUTIONARY STATEMENTS

A1.1 Carbon Dioxide (Solid)

Use with adequate ventilation.
 Avoid contact with skin and eyes.
 Do not taste.
 Do not put in closed or stoppered container.
 Do not enter storage area unless adequately ventilated.

A1.2 Trichloroethylene

Avoid prolonged or repeated breathing of vapor or spray mist.
 Use only with adequate ventilation.
 Eye irritation and dizziness are indications of overexposure.
 Do not take internally. Swallowing may cause injury, illness, or death.
 Avoid prolonged or repeated contact with skin.
 Do not get in eyes.

A1.3 Liquid Nitrogen

Use with adequate ventilation.
 Avoid contact with skin or eyes.
 Do not taste.
 Do not put in closed or stoppered container.
 Do not enter storage area unless adequately ventilated.

A1.4 Liquid Air

Avoid contact with skin or eyes.
 Do not taste.
 Do not put in closed or stoppered container.

A1.5 Extremely Flammable Liquid

Keep away from heat, sparks, and open flame.
 Keep container closed.
 Use with adequate ventilation.
 Avoid build-up of vapors and eliminate all sources of ignition, especially nonexplosion proof electrical devices and heaters.
 Avoid prolonged breathing of vapor or spray mist.
 Avoid prolonged or repeated skin contact.

A1.6 Flammable Liquefied Gas

Keep away from heat, sparks, and open flame and nonexplosion proof electrical devices.
 Use with adequate ventilation.
 Never drop cylinder.
 Make sure cylinder is supported at all times.
 Keep cylinder out of sun and away from heat.
 Always use a pressure regulator.
 Release regulator tension before opening cylinder.
 Do not transfer cylinder contents to another cylinder.
 Do not mix gases in cylinder.
 Keep cylinder valve closed when not in use.
 Do not inhale.

Do not enter storage area unless adequately ventilated.
 Stand away from cylinder outlet when opening cylinder valve.
 Keep cylinder from corrosive environment.
 Do not use cylinder without label.
 Do not use dented or damaged cylinder.
 For technical use only. Do not inhale.

A1.7 *n*-Butane, Isobutane

Keep away from heat, sparks, open flame and non-explosion proof electrical devices.
 Use with adequate ventilation.
 Never drop cylinder.
 Make sure cylinder is supported at all times.
 Keep cylinder out of sun and away from heat.
 Always use a pressure regulator.
 Release regulator tension before opening cylinder.
 Do not transfer cylinder contents to another cylinder.
 Do not mix gases in cylinder.
 Keep cylinder valve closed when not in use.
 Do not inhale.
 Do not enter storage area unless adequately ventilated.
 Stand away from cylinder outlet when opening cylinder valve.
 Keep cylinder from corrosive environment.
 Do not use cylinder without label.
 Do not use dented or damaged cylinder.
 For technical use only.

A1.8 *n*-Pentane, Isopentane

Keep away from heat, sparks, and open flame.
 Keep container closed.
 Use with adequate ventilation.
 Avoid buildup of vapors and eliminate all sources of ignition, especially nonexplosion proof electrical apparatus and heaters.
 Avoid prolonged breathing of vapor or spray mist.
 Avoid prolonged or repeated contact with skin.

A1.9 *n*-Hexane

Keep away from heat, sparks, and open flame.
 Keep container closed.
 Use with adequate ventilation.
 Avoid buildup of vapors and eliminate all sources of ignition, especially all nonexplosion proof electrical apparatus and heaters.
 Avoid breathing of vapor or spray mist, use respiratory protection devices as required.
 Avoid skin and eye contact; use impermeable gloves and aprons as required.

A1.10 *n*-Heptane, *n*-Octane, Methylcyclohexane

Keep away from heat, sparks, and open flame.

Keep container closed.
 Use with adequate ventilation.
 Avoid prolonged breathing of vapor or spray mist.
 Avoid prolonged or repeated skin contact.

A1.11 2,2,4-Trimethylpentane

Keep away from heat, sparks, and open flame.
 Keep container closed.
 Use with adequate ventilation.
 Avoid buildup of vapors and eliminate all sources of ignition, especially nonexplosion proof electrical apparatus and heaters.
 Avoid prolonged breathing of vapor or spray mist.
 Avoid prolonged or repeated skin contact.

A1.12 1,3-Butadiene

Keep away from heat, sparks, and open flame.
 Avoid contact with skin and eyes.
 Use with adequate ventilation.
 Do not use air pressure to transfer.
 Never drop cylinder.
 Make sure cylinder is supported at all times.
 Keep cylinder out of sun and away from heat.
 Always use a pressure regulator.
 Release regulator tension before opening cylinder.
 Do not transfer cylinder contents to another cylinder.
 Do not mix gases in cylinder.
 Keep cylinder valve closed when not in use.
 Do not inhale.
 Do not enter storage areas unless adequately ventilated.
 Stand away from cylinder outlet when opening cylinder valve.
 Keep cylinder from corrosive environment.
 Do not use cylinder without label.
 Do not use dented or damaged cylinders.

For technical use only.
 Avoid breathing vapors.

A1.13 Benzene

Keep away from heat, sparks, and open flame.
 Keep container closed.
 Use with adequate ventilation.
 Use fume hood whenever possible.
 Avoid buildup of vapors and eliminate all sources of ignition, especially nonexplosion proof electrical apparatus and heaters.
 Avoid prolonged breathing of vapors or spray mist.
 Avoid contact with skin and eyes.
 Do not take internally.

A1.14 Toluene

Keep away from heat, sparks, and open flame.
 Keep container closed.
 Use with adequate ventilation.
 Avoid breathing of vapor or spray mist.
 Avoid prolonged or repeated contact with skin.

A1.15 Ethylbenzene, Styrene

Keep away from heat, sparks, and open flame.
 A primary skin irritant.
 Keep container closed.
 Use with adequate ventilation.
 Avoid breathing of vapor or spray mist.
 Avoid prolonged or repeated contact with skin.
 Do not take internally.

A1.16 *o*-Xylene, *m*-Xylene, *p*-Xylene

Keep away from heat, sparks, and open flame.
 Keep container closed.
 Use with adequate ventilation.
 Avoid breathing of vapor or spray mist.
 Avoid prolonged or repeated contact with skin.

The American Society for Testing and Materials takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.

This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, 1916 Race St., Philadelphia, PA 19103.



Standard Test Method for Density, Relative Density (Specific Gravity), or API Gravity of Crude Petroleum and Liquid Petroleum Products by Hydrometer Method¹

This standard is issued under the fixed designation D 1298; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon (ϵ) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

This test method has been approved for use by agencies of the Department of Defense and for listing in the DoD Index of Specifications and Standards.

This test method was adopted as a joint ASTM-API-IP standard in 1968.

^{ε1} NOTE—An editorial change was made in Section 10.3 in November 1986.

1. Scope

1.1 This test method covers the laboratory determination, using a glass hydrometer, of the density, relative density (specific gravity), or API gravity of crude petroleum, petroleum products, or mixtures of petroleum and nonpetroleum products normally handled as liquids, and having a Reid vapor pressure (Test Method D 323, or IP 69) of (179 kPa) 26 lb or less. Values are measured on a hydrometer at convenient temperatures, readings of density being reduced to 15°C, and readings of relative density (specific gravity) and API gravity to 60°F, by means of international standard tables. By means of these same tables, values determined in any one of the three systems of measurement are convertible to equivalent values in either of the other two so that measurements may be made in the units of local convenience.

1.2 *This standard may involve hazardous materials, operations, and equipment. This standard does not purport to address all of the safety problems associated with its use. It is the responsibility of whoever uses this standard to consult and establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.*

2. Referenced Documents

2.1 ASTM Standards:

D 323 Test Method for Vapor Pressure of Petroleum Products (Reid Method)²

D 1250 Petroleum Measurement Tables²

E 1 Specification for ASTM Thermometers³
E 100 Specification for ASTM Hydrometers³

3. Definitions

3.1 *density*—for the purpose of this test method, the mass (weight in vacuo) of liquid per unit volume at 15°C. When reporting results, explicitly state the density in units of mass (kilograms) and volume (litres), together with the standard reference temperature, for example, kilograms per litre at 15°C.

3.2 *relative density (specific gravity)*—for the purpose of this test method, the ratio of the mass of a given volume of liquid at 15°C (60°F) to mass of an equal volume of pure water at the same temperature. When reporting results, explicitly state the standard reference temperature, for example, relative density (specific gravity) 60/60°F.

3.3 *API gravity*—a special function of relative density (specific gravity) 60/60°F, represented by:

$$\text{API gravity, deg} = (141.5/\text{sp gr } 60/60^\circ\text{F}) - 131.5$$

No statement of reference temperature is required, since 60°F is included in the definition.

3.4 *observed values*—values observed at temperatures other than the specified reference temperature. These values are only hydrometer readings and not density, relative density (specific gravity), or API gravity at that other temperature.

4. Field of Application

4.1 The hydrometer method is most suitable for determining the density, relative density (specific gravity), or API gravity of mobile transparent liquids. It can also be used for viscous oils by allowing sufficient time for the hydrometer to

¹ This test method is under the jurisdiction of ASTM Committee D-2 on Petroleum Products and Lubricants, the API Central Committee on Petroleum Measurement, and the IP Standardization Committee.

Current edition approved Oct. 25, 1985. Published December 1985. Originally published as D 1298 - 53 T. Last previous edition D 1298 - 80.

² *Special Book 4 of ASTM Standards*, Vol 05.01

³ *Annual Book of ASTM Standards*, Vols 05.05 and 14.05

reach equilibrium, or for opaque oils by employing a suitable meniscus correction.

4.2 When used in connection with bulk oil measurements, volume correction errors are minimized by observing the hydrometer reading at a temperature close to that of the bulk oil temperature.

5. Summary of Method

5.1 The sample is brought to the prescribed temperature and transferred to a cylinder at approximately the same temperature. The appropriate hydrometer is lowered into the sample and allowed to settle. After temperature equilibrium has been reached, the hydrometer scale is read, and the temperature of the sample is noted. If necessary the cylinder and its contents may be placed in a constant temperature bath to avoid excessive temperature variation during the test.

6. Significance and Use

6.1 Accurate determination of the density, relative density (specific gravity), or API gravity of petroleum and its products is necessary for the conversion of measured volumes to volumes at the standard temperatures of 15°C or 60°F.

6.2 Density, relative density (specific gravity), or API gravity is a factor governing the quality of crude petroleum; crude petroleum prices are frequently posted against values in degrees API. However, this property of petroleum is an uncertain indication of its quality unless correlated with other properties.

7. Apparatus

7.1 *Hydrometers*, glass, graduated in units of density, relative density (specific gravity), or API gravity as required, conforming to ASTM specifications or specifications of the British Standards Institution as listed in Table 1.

7.2 *Thermometers*, having ranges shown in Table 2 and conforming to specifications of the American Society for Testing and Materials or the Institute of Petroleum.

7.3 *Hydrometer Cylinder*, clear glass, plastic (Note 1), or metal. For convenience in pouring, the cylinder may have a lip on the rim. The inside diameter of the cylinder shall be at least 25 mm greater than the outside diameter of the hydrometer used in it. The height of the cylinder shall be such that the appropriate hydrometer floats in the sample with at least 25-mm clearance between the bottom of the hydrometer and the bottom of the cylinder.

NOTE 1—Hydrometer cylinders constructed of plastic materials shall be resistant to discoloration or attack by oil samples and must not become opaque under prolonged exposure to sunlight and oil samples.

7.4 *Constant-Temperature Bath*, for use when the nature of the sample requires a test temperature much above or below room temperature or the requirements of 9.8 cannot otherwise be met.

NOTE 2—The user should ascertain that the instruments used for this test conform to the requirements set out above with respect to materials, dimensions, and scale errors. In cases where the instrument is provided with a calibration certificate issued by a recognized standardizing body, the instrument is classed as "certified" and the appropriate corrections listed shall be applied to the observed readings. Instruments which satisfy the requirements of this test method, but are not provided with a recognized calibration certificate, are classed as "uncertified."

8. Temperature of Test

8.1 The density, relative density (specific gravity), or API gravity by the hydrometer method is most accurate at or near the reference temperature of 15°C or 60°F. Use these or any other temperatures between -18 and +90°C (0 and 195°F), so far as it is consistent with the type of sample and necessary limiting conditions shown in Table 3.

8.2 When the hydrometer value is to be used to select multipliers for correcting volumes to standard temperatures, the hydrometer reading should be made preferably at a temperature within ±3°C (±5°F) of the temperature at which the bulk volume of the oil was measured (Note 3). However, in cases when appreciable amounts of light fractions may be lost during determination at the bulk oil temperature, the limits given in Table 3 should be applied.

NOTE 3—Volume and density (relative density (specific gravity), API gravity) correction tables are based on an average expansion for a number of typical materials. Since the same coefficients were used in computing both sets of tables, corrections made over the same temperature interval minimize errors arising from possible differences between the coefficients of the material under test and the standard coefficients. This effect becomes more important as temperatures diverge significantly from 15°C (60°F).

9. Procedure

9.1 Adjust the temperature of the sample (**Warning**—Flammable, Vapor harmful. See Annex A1.1). Values are measured in accordance with the information given in Section 8. Bring the hydrometer cylinder (Note 4) and thermometer to approximately the same temperature as the sample to be tested.

NOTE 4—When testing completely opaque samples, metal hydrometer cylinders may be used. When such cylinders are used, accurate

TABLE 1 Recommended Hydrometers

Specification	Type	Units	Range		Scale		Meniscus Correction
			Total	Each Unit	Interval	Error	
BS 718:1960 L50 SP M50 SP	special petroleum	density, kg/litre at 15°C	0.600 to 1.100	0.050	0.0005	± 0.0003	+ 0.0007
			0.600 to 1.100	0.050	0.0005	± 0.0006	+ 0.0014
BS 718:1960 L50 SP M50 SP	special petroleum	relative density (specific gravity) 50/60°F	0.600 to 1.100	0.050	0.0005	± 0.0003	+ 0.0007
			0.600 to 1.100	0.050	0.0005	± 0.0006	+ 0.0014
Specification E 100 Nos. E2H to 90H	long, plain	relative density (specific gravity) 60/60°F	0.650 to 1.100	0.050	0.0005	± 0.0005	
Specification E 100 Nos. 1H to 10H	long, plain	API	-1 to +101	10	0.1	± 0.1	

TABLE 2 Recommended Thermometers

Specification	Type	Scale	Range	Graduation Interval	Stated Error
IP 64 C	density, wide range	C	-20 to +102	0.2	± 0.1
Specification E 1 No. 12 C	gravity	C	-20 to +102	0.2	± 0.1
IP 64 F	relative density (specific gravity), wide range	F	-5 to +215	0.5	± 0.25
Specification E 1 No. 12 F	gravity	F	-5 to +215	0.5	± 0.25

reading of the hydrometer can only be assured if the level of the sample is within 5 mm of the top of the cylinder.

9.2 Transfer the sample to a clean hydrometer cylinder without splashing, to avoid the formation of air bubbles, and to reduce to a minimum evaporation of the lower boiling constituents of more volatile samples. Transfer highly volatile samples to the cylinder by water displacement or by siphoning (Note 5). Remove any air bubbles formed, after they have collected on the surface of the sample, by touching them with a piece of clean filter paper before inserting the hydrometer.

NOTE 5—Highly volatile samples containing alcohols or other water-soluble material should always be transferred by siphoning.

9.3 Place the cylinder containing the sample in a vertical position in a location free from air currents. Ensure that the temperature of the sample does not change appreciably during the time necessary to complete the test; during this period, the temperature of the surrounding medium should not change more than 2°C (5°F). When testing at temperatures much above or below room temperature, a constant-temperature bath may be necessary to avoid excessive temperature changes.

9.4 Lower the hydrometer gently into the sample. Take care to avoid wetting the stem above the level to which it will be immersed in the liquid. Continuously stir the sample with the thermometer, taking care that the mercury thread is kept fully immersed and that the stem of the hydrometer is not wetted above the immersion level. As soon as a steady reading is obtained, record the temperature of the sample to the nearest 0.25°C (0.5°F) and then remove the thermometer.

9.5 Depress the hydrometer about two scale divisions into the liquid, and then release it. The remainder of the stem of the hydrometer, which is above the level of the liquid, must be kept dry since unnecessary liquid on the stem affects the reading obtained. With samples of low viscosity, impart a slight spin to the hydrometer on releasing to assist in bringing it to rest, floating freely away from the walls of the cylinder. Allow sufficient time for the hydrometer to come to rest, and for all air bubbles to come to the surface. This is particularly necessary in the case of more viscous samples.

9.6 When the hydrometer has come to rest, floating freely away from the walls of the cylinder (Note 6), estimate the hydrometer scale reading to the nearest 0.0001 relative density (specific gravity) or density or 0.05° API. The correct hydrometer reading is that point on the hydrometer scale at which the principal surface of the liquid cuts the scale. Determine this point by placing the eye slightly below the level of the liquid and slowly raising it until the surface, first seen as a distorted ellipse, appears to become a straight line cutting the hydrometer scale. (See Fig. 1.)

NOTE 6—When using a plastic cylinder, dissipate any static charge. Static charges often build up when using such cylinders and may prevent the hydrometer from floating freely.

9.7 With an opaque liquid take a reading by observing, with the eye slightly above the plane of the surface of the liquid, the point on the hydrometer scale to which the sample rises. This reading, at the top of the meniscus, requires correction since hydrometers are calibrated to be read at the principal surface of the liquid. The correction for the particular hydrometer in use may be determined by observing the maximum height above the principal surface of the liquid to which oil rises on the hydrometer scale when the hydrometer in question is immersed in a transparent oil having a surface tension similar to that of the sample under test (see Fig. 2).

NOTE 7—Alternatively, corrections as given in Table 1 may be applied.

9.8 Immediately after observing the hydrometer scale value, again cautiously stir the sample with the thermometer keeping the mercury thread fully immersed. Record the temperature of the sample to the nearest 0.2°C (0.5°F) (Note 8). Should this temperature differ from the previous reading by more than 0.5°C (1°F), repeat the hydrometer test and then thermometer observations until the temperature becomes stable within 0.5°C (1°F).

NOTE 8—After use at a temperature higher than 38°C (100°F), allow all hydrometers of the lead shot in wax type to drain and cool in a vertical position.

TABLE 3 Limiting Conditions and Test Temperatures

Sample Type	Initial Boiling Point	Other Limits	Test Temperature
Highly volatile		Reid vapor pressure below 26 lb	Cool in original closed container to 2°C (35°F) or lower
Moderately volatile	120°C (250°F) and below		Cool in original closed container to 18°C (65°F) or lower
Moderately volatile and viscous	120°C (250°F) and below	viscosity too high at 18°C (65°F)	Heat to minimum temperature to obtain sufficient fluidity
Nonvolatile	Above 120°C (250°F)		Use any temperature between -18 and 90°C (0 and 195°F) as convenient
Mixtures with nonpetroleum products			Test at 15 ± 0.2°C, 60 ± 0.5°F

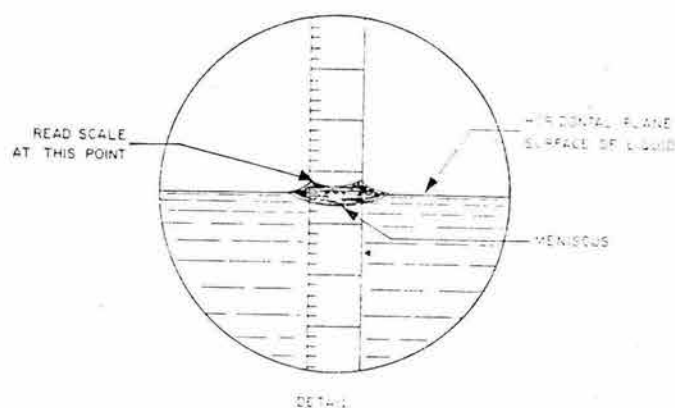
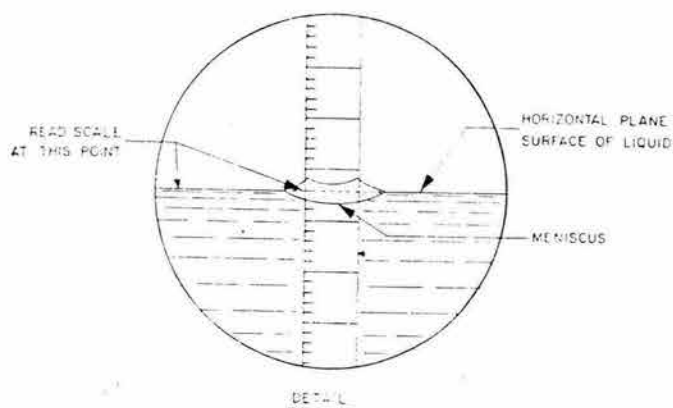
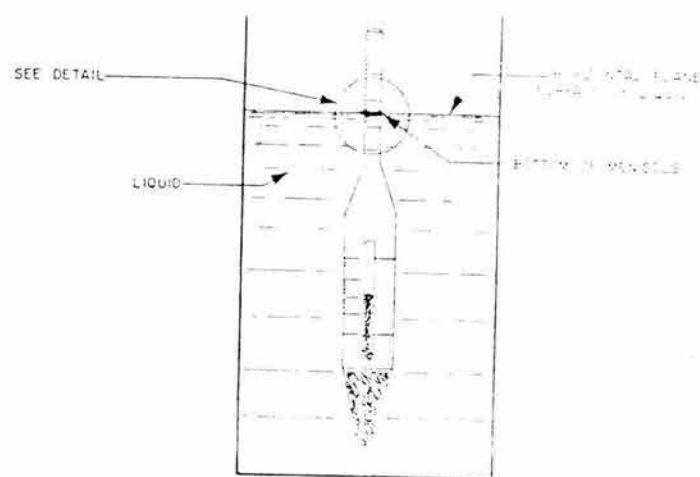
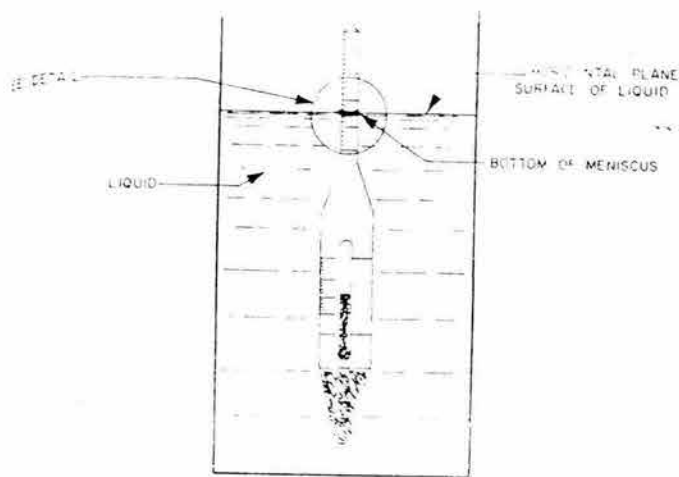


FIG. 1 Hydrometer Scale Reading for Transparent Liquids⁴

FIG. 2 Hydrometer Scale Reading for Opaque Fluids⁴

10. Calculations and Report

10.1 Apply any relevant corrections to the observed thermometer reading (for scale or bulb) and to the hydrometer reading (scale). For opaque samples, make the appropriate correction to the observed hydrometer reading as given in 9.7. Record to the nearest 0.0001 density or relative density (specific gravity) or 0.1° API the final corrected hydrometer scale reading (Note 9). After application of any relevant corrections record to the nearest 0.5°C or 1°F, the mean of the temperature values observed immediately before and after the final hydrometer reading.

NOTE 9—Hydrometer scale readings at temperatures other than calibration temperatures (15°C or 60°F) should not be considered as more than scale readings since the hydrometer bulb changes with temperature.

10.2 To convert corrected values from 10.1 to standard temperature, use the following from the Petroleum Measurement Tables (D 1250):

10.2.1 When a density scaled hydrometer has been employed, use Tables 53 A or 53 B to obtain density at 15°C.

10.2.2 When a relative density (specific gravity) hydrometer has been employed, use Tables 23 A or 23 B to obtain Relative Density (Specific Gravity) 60/60°F, and

10.2.3 When an API gravity scaled hydrometer has been employed, use Tables 5 A or 5 B to obtain the gravity in API degrees.

10.3 When a value is obtained with a hydrometer scaled in one of the units described herein and a result is required in one of the other units, make the conversion by one of the appropriate tables given in Standard D 1250, Petroleum Measurement Tables, Volume XI/XII. For conversion from density at 15°C, use Table 51; from relative density (specific gravity) 60/60°F, use Table 21; from API gravity, use Table 3.

10.4 Report the final value as density in kilograms per litre at 15°C, or as relative density (specific gravity) at 60/60°F, or as gravity in degrees API, as applicable.

11. Precision and Bias

11.1 The precision of the method as determined by statistical examination of interlaboratory results is as follows:

11.1.1 *Repeatability*—The difference between two test results, obtained by the same operator with the same apparatus under constant operating conditions on identical test material, would in the long run, in the normal and correct operation of the test method, exceed the following values only in one case in twenty:

⁴ Editorial changes to 1, 2, 1, and 2 are presently underway.

Product	Temperature Range	Units	Repeatability	Product	Temperature Range	Units	Repeatability
Transparent Nonviscous	-2 to 24.5°C	density	0.0005	Transparent Nonviscous	-2 to 24.5°C	density	0.0012
	29 to 76°F	relative density (specific gravity)	0.0005		29 to 76°F	relative density (specific gravity)	0.0012
Opaque	42 to 78°F	API gravity	0.1	Opaque	42 to 78°F	API gravity	0.3
	-2 to 24.5°C	density	0.0006		-2 to 24.5°C	density	0.0015
	29 to 76°F	relative density (specific gravity)	0.0006		29 to 76°F	relative density (specific gravity)	0.0015
	42 to 78°F	API gravity	0.2		42 to 78°F	API gravity	0.5

11.1.2 *Reproducibility*—The difference between two single and independent results obtained by different operators working in different laboratories on identical test material would, in the long run, in the normal and correct operation of the test method, exceed the following values only in one case in twenty:

11.1.3 For very viscous products, or when the conditions given in 11.1.1 and 11.1.2 are not complied with, no specific variations can be given.

11.2 *Bias*—A statement of bias is being developed for this test method.

ANNEX

(Mandatory Information)

A1. PRECAUTIONARY STATEMENTS

A1.1 Petroleum Liquids

Warning—Flammable. Vapors harmful.

Keep away from heat, sparks, and open flame.

Keep container closed.

Use with adequate ventilation.

Avoid prolonged breathing of vapor.

Avoid prolonged or repeated skin contact.

The American Society for Testing and Materials takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.

This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, 1916 Race St., Philadelphia, PA 19103.