



LIMARIE CINTRÓN IRIZARRY

---

*Servicios de Consultoría y Asesoría en Química*

[limariecintron.qc@gmail.com](mailto:limariecintron.qc@gmail.com)

*Ponce, Puerto Rico*

## **Reporte de Evaluación Técnica**

---

*A Data de Análisis y Documentos del Laboratorio  
Inspectorate America Corporation Puerto Rico.*

*25 de enero de 2016*

*Lcdo. César López Cintrón  
Oficial Investigador Comisión Especial Compra y  
Uso del Petróleo por la Autoridad de Energía Eléctrica*

---

## Tabla de Contenido

	Páginas
<b>Introducción</b>	1
<b>Justificación</b>	2
<b>Evaluación General</b>	3-5
<b>Conclusión</b>	6
<b>Exhibits</b>	

# Reporte de Evaluación Técnica a Data de Análisis y Documentos del Laboratorio Inspectorate America Corporation, Puerto Rico

PRESENTADO A LA

*Comisión Especial para el Estudio de las Normas y Procedimientos Relacionados con la Compra y Uso de Petróleo por la Autoridad de Energía Eléctrica*

## Introducción

La *Comisión Especial para el Estudio de las Normas y Procedimientos Relacionados con la Compra y Uso de Petróleo por la Autoridad de Energía Eléctrica* (en adelante, Comisión Especial) fue creada con el propósito de estudiar e investigar sobre los trámites de compra y uso del petróleo de la Autoridad de Energía Eléctrica de Puerto Rico (“AEE”), así como auscultar las posibilidades de fallas administrativas y/o violaciones de normas y procedimientos de las personas que intervinieron en los procesos de compra y manejo de los combustibles derivados del petróleo adquirido para la AEE.

Las agencias reguladoras de índole ambiental, como la Junta de Calidad Ambiental del Estado Libre Asociado de Puerto Rico (“JCA”) y la Agencia de Protección Ambiental Federal de los Estados Unidos (“USEPA”, siglas en inglés) requieren que los combustibles adquiridos y utilizados en las unidades generatrices de electricidad de la AEE sean muestreados y analizados para determinar la calidad de los mismos y el cumplimiento de las regulaciones ambientales. Estos métodos de prueba deben ser realizados por laboratorios acreditados, ya sean privados o el laboratorio interno de la AEE, que sigan las disposiciones y requisitos de los diferentes métodos técnicos de prueba y muestreo desarrollados y aprobados por la *American Society for Testing and Materials (“ASTM”)*, actualmente conocida como *ASTM International*. La División de Protección Ambiental y Confiabilidad de Calidad de la AEE es quien se encarga de certificar las compañías que le proveerán servicios tanto de muestreo, medición de barcasas y tanques como los laboratorios que realizan los análisis de calidad.

## Justificación

Como parte de las investigaciones realizadas por la Comisión Especial se encuentran los laboratorios que realizan los análisis de calidad al combustible adquirido y utilizado por la AEE. Al entrar más de lleno a la información técnica y específica de los laboratorios contratados y demás áreas relacionadas, fue necesario la evaluación y análisis de data, documentos y resultados de pruebas realizadas al combustible residual número 6, específicamente a los análisis relacionados a la determinación del contenido de azufre con relación a varios cargamentos de barcasas que contenían concentraciones de azufre mayor al límite máximo permitido (0.50 % por peso). Esta evaluación técnica encomendada fue realizada tomando como referencia las disposiciones de los métodos de prueba aplicables del ASTM, en específico el método ASTM D4294 (*Standard Test Method for Sulfur in Petroleum and Petroleum Products by Energy-Dispersive X-ray Fluorescence Spectrometry*) el cual es requerido por la AEE como parte de los contratos de suministro de combustible y por la agencias reguladoras locales, estatales y federales de índole ambiental, como la JCA y la USEPA, para la determinación del cumplimiento con los límites y especificaciones establecidos, regulaciones y leyes relacionados al contenido de azufre en derivados de petróleo. Para ésta evaluación se utilizó la versión del año 2010, aprobada el 15 de febrero y publicada en marzo del mismo año. En adición se utilizó como referencia el Protocolo de Verificación de Calidad y Cantidad de los Combustibles de la Autoridad de Energía Eléctrica.

Esta evaluación técnica está basada específicamente en la data y documentos evaluados del Laboratorio Inspectorate America Corporation de Puerto Rico.

## Evaluación General

De la evaluación realizada a la data de análisis y documentos del Laboratorio de Inspectorate de acuerdo a los requerimientos del método ASTM 4294-10, se presentan los siguientes hallazgos y observaciones:

- 1- Según los documentos y data evaluada del laboratorio, solo presentaron dos curvas de calibración en el equipo que utilizan para analizar azufre. Una curva fue realizada el 21 de agosto de 2006 y la otra el 26 de enero de 2012, o sea, que no realizaron otras curvas en un periodo de cinco (5) años y cinco (5) meses. El laboratorio no sometió más evidencia de haber realizado curvas de calibración adicionales después de enero del 2012. Es peculiar notar que en el documento titulado "Verification Calibration Log" con fecha de Oct. 17, 2014, lista que los equipos "Sulfur Analyzer", en la columna de "Verification Calibration Due" menciona que se calibrarán "cuando sea necesario", o sea, que cuando analizaron las muestras de Fuel Oil en enero del 2015 ellos entendieron que no era necesario recalibrar el equipo después de haber pasado tres años desde la última calibración en enero del 2012. ( Ver Exhibit #1).

La información contenida en la data de las curvas de calibración se resume como sigue:

Equipo: Horiba

Modelo: SLFR 2800

Número de Serie: 419555700101

Fecha	Curva No.	Cantidad de Estándares	Concentración de Estándares (% por peso)
21/ agosto/ 2006	5	6	0.0000, 0.3806, 0.6960, 0.9480, 2.1468, 2.9957
26/ enero/ 2012	4	4	0.0000, 0.3806, 0.6960, 0.9480

De estas calibraciones se pudo hacer las siguientes observaciones:

- La calibración del 21 de agosto de 2006 fue realizada utilizando seis estándares, incluyendo uno de 2.1468 % y otro de 2.9957%, los cuales no son requeridos según el rango de 0.50% de azufre de la Tabla 4 del Método. Según una carta explicativa de estas curvas de calibración (IAC Puerto Rico Sulfur Instrument Calibration), donde contiene data histórica y actual del equipo que utilizan para analizar azufre, menciona en la sección de la calibración de enero de 2012, que

PREPA requirió que acortaran el rango de calibración de los estándares para representar mejor el rango de calibración para el nivel azufre de 0.50% (el requerimiento fue iniciado por el Señor Abraham Ortiz). A raíz de esto, decidieron remover los estándares de 2.0% y 3.0% lo cual se puede observar en la calibración de enero del año 2012 donde utilizaron solo cuatro estándares. Según el Señor Simon Kleyman (Gerente de Laboratorio Regional de Inspectorate), el certifica que ambas calibraciones fueron realizadas de acuerdo a los requerimientos del Método D4294 y que no detectó u observó ninguna desviación de los procedimientos. (Ver Exhibit #2). Cabe mencionar que a pesar de haber eliminado los estándares de 2.0 y 3.0 %, según les fue sugerido, ésta calibración se desvía de lo establecido en el artículo 9.1.4 del Método 4294, ya que omitieron los estándares de 0.25% y 0.50%, siendo éste último una de las concentraciones más críticas de la calibración a causa del límite regulatorio del Fuel Oil No.6 que es 0.50% por peso.

- De la data se puede deducir que los estándares utilizados para ambas calibraciones fueron los mismos ya que contenían exactamente las mismas concentraciones. Si la calibración del 2012 fue realizada utilizando los mismos estándares que utilizaron en el 2006, quiere decir que éstos debieron tener aproximadamente entre 5 a 6 años de haber sido comprados cuando realizaron la calibración del año 2012. Regularmente, estos estándares tienen un tiempo de vigencia dependiendo de la matriz en que estén preparados. En este caso, la fecha de vigencia de los mismos no aparece registrada en la data, añadiendo incertidumbre a la integridad de la composición de los estándares utilizados para generar la curva de calibración del año 2012 (Cal#4), calibración que fue utilizada para analizar muestras de barcasas de Fuel Oil No.6 de PREPA. (Ver Exhibit # 3)

2- El laboratorio sometió evidencia de cinco (5) trabajos de muestreo y análisis de Fuel Oil No.6 a la Autoridad de Energía Eléctrica luego de que, después de varios años de auditorías no aprobadas (desde el año 2003 al 2008), el 10 de noviembre de 2014 el mismo fuese aprobado por PREPA para realizar los análisis de laboratorio. Según la evaluación de los documentos de los trabajos de las Barcasas se pudo observar lo siguiente:

- Todas las barcasas muestreadas y analizadas fueron de la Energy 8001 y el suplidor era PETROBRAS.

- Cada record de las barcazas analizadas está compuesto por la siguiente información:
    - 1- "Laboratory Job Order" de PREPA emitidos por el Sr. César Torres ó por el Sr. Edwin Rodríguez.(Nominación)
    - 2- Certificados de análisis de muestra compuesta (corto y largo) y el de los API y Azufres por compartimientos para los tres niveles (Upper, Middle y Lower).
    - 3- Factura de servicios dirigida al Sr. César Torres de PREPA.
    - 4- El "Login Review" de LIMS para cada muestra.
    - 5- El "Worksheet" de LIMS para cada muestra con sus resultados anotados.
    - 6- Copia de los resultados generados por el equipo de análisis de azufre para cada muestra. (Ver Exhibit # 3 para detalles de cada Barcaza y resultados).
  - De los análisis de azufre (copia de resultados generados por el equipo) se observa que:
    - 1- Realizan dos lecturas a cada muestra ó estándar y reportan el promedio que reporta el equipo. (Ver Exhibit #4)
    - 2- Antes de comenzar a analizar un grupo de muestras de una Barcaza (Batch) analizan un "Standard" y un "QC Standard". Luego de cada nueve (9) muestras analizan un "Standard". (Según secciones 12.1 y 12.3 del Método D4294).
    - 3- Se observa que no identifican en las corridas la identificación de la Barcaza con excepción de la muestra compuesta. Solo identifican el compartimiento y si es Upper, Middle o Lower, por ejemplo: 2P-U, 2P-M, 2P-L.
    - 4- Identifican la muestra del compuesto como: Barge COMP ó como Energy 8001. (Ver Exhibit #5)
  - El contenido de azufre de todas las Barcazas Energy 8001 recibidas en enero del 2015 fue analizado utilizando la curva de calibración del 26 de enero de 2012 (Cal#4), o sea, una calibración de casi tres años atrás. (Ver Exhibit #6)
- 3- Según los documentos sometidos por el laboratorio se observó que poseen y mantienen un Programa de Control Charts (SPC) para los análisis que realizan según está establecido en el Laboratory Quality Manual del 10/08/2014 páginas 11 y 12.( Ver Exhibit #7). En adición poseen un procedimiento sobre qué hacer o los pasos a seguir cuando un resultado es sospechoso o sale fuera de especificaciones.(Ver Exhibit #8) Cabe mencionar que la revisión de este documento data del año 2008.

## Conclusión

Basado en la evaluación de la data del laboratorio, las observaciones y hallazgos que han sido anteriormente expuestos, podemos resumir que:

- ❖ El laboratorio se desvía de la metodología al no utilizar los estándares de 0.25% y de 0.50% como lo establece el Método D4294 artículo 9.1.4.
- ❖ Analizan estándares y muestras utilizando dos lecturas y no una como menciona el método.
- ❖ Utilización de estándares de calibración con posibles fechas de vigencia ó expiración vencidos creando incertidumbre en la integridad de los mismos y como consecuencia en la generación de la curva de calibración.
- ❖ PREPA Certifica en el año 2014 a un laboratorio que por un periodo de alrededor de cinco años consecutivos de auditorías (desde 2003-2008), no fue aprobado por sus Comités evaluadores para realizar análisis de laboratorio. Luego, de prácticamente once años de **No aprobación** para hacerle análisis a PREPA (desde el 2003-2014), finalmente es aceptado. (Cabe mencionar que como miembro del comité evaluador de la auditoría del 2014 se encontraba el Sr. César Torres.)

Por lo tanto, podemos concluir que debido a estas desviaciones del Método ASTM 4294 y las deficiencias aquí descritas, los resultados generados por el laboratorio de Inspectorate durante el año 2015, carecen de confiabilidad y precisión ya que los mismos fueron generados a base de curvas de calibración que no cumplían a cabalidad con la metodología.



Limarie Cintrón Irizarry – Asesor/ Perito Químico

01-25-2016

Fecha