UNIVERSIDAD DE PIURA

REPOSITORIO INSTITUCIONAL PIRHUA

IMPLEMENTACIÓN DE 05 MÉTODOS DE ANÁLISIS DE EFLUENTES EN EL LABORATORIO DE REFINERÍA TALARA

Margot Arroyo-Anaya

Piura, julio de 2015

Facultad de Ingeniería

Maestría en Gestión y Auditorías Ambientales

Arroyo, M. (2015). *Implementación de 05 métodos de análisis de efluentes en el Laboratorio de Refinería Talara* (Tesis de Maestría en Gestión y Auditorías Ambientales). Universidad de Piura. Facultad de Ingeniería. Piura, Perú.

Esta obra está bajo una licencia
Creative Commons Atribución-NoComercial-SinDerivadas 2.5 Perú

Repositorio institucional PIRHUA – Universidad de Piura

U N I V E R S I D A D DE P I U R A

FACULTAD DE INGENIERÍA

“Implementación de 05 métodos de análisis de efluentes en el Laboratorio de Refinería Talara”

Tesis para optar el grado de
Master en Gestión y Auditorías Ambientales

Margot Isabel Arroyo Anaya

Asesora: Dra. Rosalba Guerrero Aslla

Piura, julio 2015

Dedico la presente investigación a mi madre Elena, que aunque ya no esté conmigo, queda en mí su sensibilidad y buen corazón que me guían para obrar siempre en bien del prójimo. Y a mi padre Pedro, que con su ejemplo diario me motiva a seguir siempre adelante.

Prólogo

La presente investigación titulada "Implementación de 05 métodos de análisis de efluentes en el laboratorio de Refinería Talara", fue motivada por el deseo de contar con un sistema de gestión de la calidad en el laboratorio de la Refinería, que permita obtener resultados de ensayos de análisis ambiental confiables y oportunos, para realizar un mejor control de los parámetros ambientales que normalmente son fiscalizados por las entidades reguladoras ambientales.

La importancia de implementar métodos de análisis de efluentes se basa en la necesidad de cumplir con la normativa ambiental vigente que obliga a las empresas a efectuar el monitoreo de los respectivos puntos de control de los efluentes y emisiones de sus operaciones, así como los análisis fisicoquímicos correspondientes. Refinería Talara se compromete a monitorear parámetros como pH, aceites y grasas, temperatura, en cumplimiento de la autorización de vertimiento de aguas residuales industriales tratadas Así mismo tiene la obligación de reportar al Organismo de Evaluación y Fiscalización Ambiental (**OEFA)** los 21 parámetros ambientales establecidos en el D.S 037-2008-PCM. "Límites máximos permisibles (LMP) de efluentes líquidos para las actividades del subsector hidrocarburos"

Otro de los factores que me motivaron a realizar este trabajo de tesis es mi profesión de Química que me hace ver el monitoreo desde el punto de vista analítico, aplicando métodos de ensayo normados y reconocidos como el "*Standard method*" y métodos "EPA" dentro de un sistema de gestión de laboratorios que se encuentra normado a nivel internacional y es a su vez una exigencia de los organismos reguladores, como es la NTP-ISO/IEC 17025. Esto con el apoyo de mi asesora la Doctora Rosalba Guerrero y mi co-asesor externo Freddy Florez, evaluador del organismo acreditador peruano.

Resumen

La presente tesis tuvo como objetivo la **i**mplementación de 05 métodos de análisis de efluentes en el laboratorio de Refinería Talara, dentro de en un sistema de gestión de la calidad bajo la NTP ISO/IEC 17025. El método de trabajo empleado es de tipo experimental.

La implementación consistió en adoptar los requisitos técnicos de la NTP ISO/IEC 17025 a los 05 métodos de análisis de efluentes, que se aplicarán a las muestras tomadas de los 06 puntos de monitoreo de efluentes en Refinería Talara.

Los resultados obtenidos del análisis de efluentes nos indican que hay un incumplimiento de los "Límites máximos permisibles de efluentes líquidos para el subsector hidrocarburos" de acuerdo al D.S. 037-2008-PCM; en los parámetros analizados como son: temperatura, sulfuros, aceites y grasas y demanda química de oxígeno; que serán subsanados en su totalidad con el Proyecto de Modernización de Refinería Talara.

La ventaja en la implementación de los métodos de análisis de efluentes en un laboratorio propio, bajo un sistema de calidad normalizado, es que se podrán obtener resultados confiables y oportunos que nos permitirán hacer correcciones inmediatas para evitar la contaminación del mar de Punta Arenas y la Bahía de Talara.

Índice

Introducción 1

Capítulo 1 Sistema de la calidad 3

1.1. Importancia de la implementación de un sistema de la calidad para realizar el monitoreo y análisis ambiental 3

1.2. Evaluación inicial 4

1.3. Planificación del proceso de implementación 6

1.4. Manual de la calidad 7

1.5. Política de la calidad 8

1.6. Objetivos de la calidad 8

Capítulo 2 Procedimientos aplicados a los métodos de análisis de efluentes 9

2.1. Aseguramiento de la competencia del personal 9

2.2. Instalaciones y condiciones ambientales 10

2.3. Manipulación y ensayo de la muestra 10

2.4. Control y calibración de equipos e instrumentos de medición y ensayo 11

2.5. Control de datos 12

2.6. Patrones y materiales de referencia 12

2.7. Muestreo 13

2.8. Aseguramiento de la calidad de los resultados de los ensayos 14

2.9. Informe de ensayos 14

Capítulo 3 Monitoreo de efluentes 17

3.1 Muestreo de efluentes en refinería 17

3.1.1. Acondicionamiento 20

3.1.2. Medición de parámetros en campo 20

3.2 Métodos de análisis de efluentes 22

3.2.1 Método de análisis de temperatura. Método Estándar 2550 B 22

3.2.2 Método de análisis de pH. Método Estándar 4500-H^+ B 22

3.2.3 Método de análisis de sulfuros. Método Estándar 4500-S^{-2} F. Método Yodométrico 25
3.2.4 Método de análisis de aceites y grasas. EPA 1664 Material extraíble en n-Hexano (HEM, aceites y grasas) por extracción y gravimetría 26
3.2.5 Método de análisis de demanda química de oxígeno. EPA 410.3 (Titulación, aguas con alto nivel de sal) 29
3.3 Aplicación del programa de aseguramiento de la calidad 31
3.3.1 Calibración de los equipos e instrumentos 31
3.3.2 Aseguramiento de la calidad en la ejecución de los análisis 32
3.4 Monitoreo del personal en la ejecución del método 33

Capítulo 4 Resultados del monitoreo 43
4.1 Resultados de la aplicación de los métodos de monitoreo de efluentes 43
4.1.1 Resultados de los ensayos de temperatura 43
4.1.2 Resultados de los ensayos de pH 45
4.1.3 Resultados de los ensayos de sulfuros 46
4.1.4 Resultados de los ensayos de aceites y grasas 47
4.1.5 Resultados de demanda química de oxígeno 48
4.2 Evaluación de los resultados 49
4.3 Auditoria interna 50
4.4 Revisión por la dirección 51

Conclusiones 53

Bibliografía 55

Anexos 57

Introducción

Los monitoreos de efluentes requieren ser analizados por laboratorios utilizando métodos de ensayo que hayan sido elaborados por organismos normalizadores y que sean reconocidos tanto a nivel nacional como por las entidades reguladoras. La ventaja de usar métodos normalizados es que estos pueden ser reproducibles en cualquier otro laboratorio y sus resultados son compatibles y confiables. Por esa razón se han seleccionado los métodos APHA (normas asociadas con AWWA *American Water Work Association* y SM *Standard Method*) y EPA (*Environmental Protection Agency*). Normas reglamentadas en los Estados Unidos.

Los laboratorios de ensayo deben participar en rondas de "Pruebas de aptitud" que es una intercomparación con laboratorios nacionales e internacionales, a fin de evidenciar su competencia técnica a través de la evaluación estadística de sus resultados con los laboratorios participantes. Estas rondas son organizadas por entidades especializadas como el Servicio Nacional de Metrología del INDECOPI; CALA en Canadá, MOL LABS en Estados Unidos, entre otros.

Los laboratorios tienen que ser gestionados en base a un sistema de calidad basado en criterios internacionalmente reconocidos, que para este caso es la NTP ISO/IEC 17025, y para ser reconocidos como competentes deben ser evaluados por un organismo autorizado, en este caso es el organismo acreditador peruano INACAL (antes INDECOPI).

Según las exigencias legales en el ámbito ambiental, existen parámetros que deben ser monitoreados en agua, aire y suelo, los que están establecidos en los límites máximos permisibles (LMP) y los estándares de calidad ambiental (ECA). Estos parámetros deben ser realizados por laboratorios acreditados.

En la actualidad, estos ensayos se realizan a través de laboratorios acreditados subcontratados, lo que se propone en esta tesis es que estos ensayos sean realizados por el laboratorio propio, cumpliendo con los estándares de calidad de los laboratorios subcontratados, con la ventaja de tener los resultados más oportunamente para tomar las acciones necesarias. Como parte de la implementación se ha desarrollado toda la parte técnica de la NTP-ISO/IEC 17025, donde se ha dado énfasis a la competencia del personal y al aseguramiento de la calidad de los resultados.

En los resultados obtenidos se observa que los parámetros monitoreados se encuentran fuera de los LMP, lo que obliga a la empresa a desarrollar proyectos para reducir estos niveles de contaminación.

Capítulo 1

Sistema de la calidad

1.1. Importancia de la implementación de un sistema de la calidad para realizar el monitoreo y análisis ambiental

En el artículo 57 del D.S 039-2014-EM Reglamento para la protección ambiental en la actividades de hidrocarburos se señala lo siguiente: "Se prohíbe la disposición de residuos o efluentes líquidos en cuerpos o cursos de agua así como en tierra, si no se cuenta con la debida autorización de las autoridades correspondientes" y en el artículo 58 de dicho reglamento señala que: "Los titulares de las actividades de hidrocarburos están obligados a efectuar el monitoreo de los respectivos puntos de control de los efluentes y emisiones de sus operaciones, así como los análisis fisicoquímicos correspondientes, con una frecuencia que se aprobará en el instrumento respectivo."

En virtud a estas disposiciones legales refinería Talara, generadora de efluentes líquidos producto de sus actividades de refinación de petróleo, gestionó la R.D. N° 162 -2013-ANA-DGCRH Autorización de vertimiento de las aguas residuales industriales tratadas provenientes de la refinería Talara, en dicho documento se señala que la empresa deberá realizar el control del caudal de los 06 vertimientos de aguas residuales industriales tratados, así como su calidad y la del cuerpo natural de agua receptor en los cinco 05 puntos de control ubicados en el mar de Punta Arenas y la Bahía de Talara, según los parámetros: pH, temperatura**,** oxígeno disuelto, demanda bioquímica de oxigeno (DBO_5), sólidos suspendidos totales, aceites y grasas, hidrocarburos totales de petróleo (TPH), fenoles y coliformes termotolerantes. Los análisis de agua deben ser efectuados por un laboratorio que cuente con los métodos de ensayo acreditados por el INDECOPI. Para la realización del monitoreo se deberá tomar en cuenta lo establecido en el Protocolo nacional de monitoreo de la calidad en cuerpos naturales de agua superficial, aprobado mediante R.J N° 182- 2011-ANA.

Siendo una obligación legal y un compromiso ambiental que asume Refinería Talara por contar con la Norma ISO 14001, la empresa desde el año 2009 contrata laboratorios acreditados para que realicen el monitoreo ambiental que incluye el monitoreo de los efluentes. El problema es que no existen laboratorios acreditados en la ciudad de Talara que realicen este servicio, lo que impide tomar medidas oportunas de corrección en caso se presente algún evento que supere los límites permisibles, ya que los resultados llegan

posteriormente. Por tal razón, refinería Talara asume el reto de implementar métodos de monitoreo ambiental iniciando por 05 métodos que le permitan dar el primer paso en toda la gestión ambiental de sus residuos.

La importancia de implementar un sistema de la calidad basado en la Norma ISO/IEC 17025 "Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración" radica en la confiabilidad de los resultados que puede emitir un laboratorio acreditado bajo esta Norma. La información que se obtendrá del monitoreo y análisis ambiental servirá para evaluar si los recursos hídricos se encuentran dentro de los parámetros de calidad que permitan que se desarrolle la flora y fauna naturalmente.

Si los resultados emitidos por un laboratorio acreditado bajo la Norma ISO/IEC 17025 indican que los parámetros se encuentran fuera de los límites permitidos en el Decreto Supremo Nº 037-2008-PCM "Límites máximos permisibles (LMP) de efluentes líquidos para las actividades del subsector hidrocarburos" la empresa debe tomar acción para remediar y cumplir con estos parámetros; por ello la información recibida es de suma importancia porque permitirá tomar decisiones para cumplir con la legislación vigente y desarrollar sus actividades sin afectar el ambiente.

El Organismo de Evaluación y Fiscalización Ambiental (OEFA) supervisa que las emisiones producto de las actividades de refinación se encuentren dentro de los límites establecido por ley y aplican sanciones a los organismos que incumplen estos niveles. El R.C.D Nº 045-2013-OEFA/CD aplica sanciones desde 10 UIT hasta 25 000 UIT. En ello radica la importancia de contar con resultados confiables que nos permitan monitorear y controlar el nivel de los parámetros de los efluentes vertidos al ambiente. Este control tiene implicancias económicas para la empresa.

1.2. Evaluación inicial

El laboratorio de refinería Talara es un laboratorio de primera parte, es decir realiza ensayos para la misma organización, que se encuentra acreditado según la Norma ISO/IEC 17025 desde el año 2006 en 12 métodos de análisis de productos de petróleo. El alcance de la acreditación abarca sólo los clientes internos, estos son: el departamento comercial y la unidad movimiento de productos. La organización está formada por el presidente de la alta dirección representada por el gerente de operaciones Talara, la superintendencia técnica y la jefatura de la unidad laboratorio quien asume la función de responsable de gestión y técnico. Los documentos con los que cuentan son los siguientes:

Tabla 1. Documentos del sistema de gestión de la calidad

Nivel	Tipo de Documento	Descripción
I	Manual de la calidad (MC).	Describe el sistema de gestión de la calidad y establece la política de la calidad, la organización, las actividades a desarrollar y las responsabilidades básicas.
II	Procedimientos de gestión (PG) y Procedimientos técnicos (PT).	Describe la forma de llevar a cabo una actividad, desarrollando requisitos o funciones del Manual de la calidad de carácter general (no relacionados con la actividad de ensayo propiamente dicha) con el nivel de detalle necesario para su realización o puesta en práctica. Cuenta con 15 procedimientos de gestión y 10 procedimientos técnicos.
III	Instrucciones operativas (IO).	Describen actividades de carácter técnico, relacionadas con los análisis y con el manejo, calibración y mantenimiento de equipos, y generalmente recogidas en normas, manuales, especificaciones técnicas, etc. Su utilización está restringida, normalmente al personal responsable de realizar las actividades que se detallan. En el laboratorio se cuenta con 32 instrucciones operativas.
	Métodos de ensayo (MET)	Describen la forma detallada como se ejecutan los ensayos. Están basadas en las normas internacionales ASTM. Se cuenta con 12 métodos acreditados para los productos de Turbo A1, gasolina, Diesel B5.
IV	Formatos y registros.	Son hojas destinadas a recoger información derivada de una actividad concreta que se lleva a cabo en relación con el sistema de gestión de la calidad o con la ejecución de los ensayos. Una vez debidamente llenados se convierten en registros de la calidad.
	Otros documentos del sistema.	Son documentos elaborados por el laboratorio, que recogen información aplicada en el desarrollo de los trabajos y con influencia en la gestión y calidad de los mismos. Generalmente surgen de la aplicación de los documentos anteriores (listados de documentos, relación de proveedores, etc.).
	Documentos externos.	Son documentos que no han sido elaborados por el laboratorio, cuya información es aplicada en el desarrollo de los trabajos y con influencia en la calidad de los mismos (normas y métodos para la realización de ensayos, normas de calidad, legislación, publicaciones técnicas, requisitos de los clientes, etc.).

El sistema de gestión de calidad del laboratorio es un sistema sólido que cumple con los requisitos de la Norma ISO/IEC 17025 y es evaluado en forma anual por el Servicio nacional de acreditación. La solidez del sistema nos permitirá implementar nuevos métodos de análisis ambiental para garantizar que estos resultados sean confiables. Se hará la adecuación de los métodos ambientales basados en el sistema de la calidad existente.

1.3. Planificación del proceso de implementación

El proceso de implementación se realizó de acuerdo a las siguientes actividades

Tabla 2. Proceso de implementación

N°	Detalle de la actividad	Cronograma 2013					
		J	A	S	O	N	D
01	Traducción de los métodos seleccionados	X					
02	Revisión y aprobación de los métodos.	X					
03	Revisión de los materiales e instrumentos necesarios para la implementación de los métodos.	X					
04	Gestión para la compra de los instrumentos, materiales y reactivos necesarios para la implementación.	X					
07	Revisar las condiciones ambientales por cada método a implementar	X					
08	Adecuación del manual de la calidad.		X				
09	Adecuación de procedimientos relacionados		X				
10	Elaboración de instructivos relacionados.		X				
11	Elaboración de contrato con el cliente.			X			
12	Capacitación del personal			X			
13	Elaboración de fichas del personal			X			
14	Elaboración de los siguientes programas: - Aseguramiento de la calidad. - Calibración, verificación de instrumentos y equipos. - Monitoreo de personal. - Auditorías internas.			X			
15	Elaboración de registros necesarios para el control de datos.				X		
16	Control de los materiales de referencia				X		
17	Ejecución de los métodos de monitoreo				X		
18	Evaluación de la competencia del personal - Muestras ciegas - Intralaboratorios - Pruebas con material de referencia					X	
19	Monitoreo del personal en la ejecución de métodos.					X	
20	Participación en comparativos interlaboratorio					X	
21	Elaboración de files por método - Ficha de los equipos - Ficha de los instrumentos. - Certificados - Método - Aseguramiento de la calidad - Instructivos					X	
22	Estimación de la incertidumbre de los métodos						X
23	Informes de ensayos						X
24	Auditoria interna						X
25	Revisión por la dirección						X

Fuente: Elaboración propia.

El proceso de implementación de los métodos de análisis de efluentes se desarrolló en primer lugar haciendo la selección de los métodos APHA (*American Public Health Association*) y EPA (*Environmental Protection Agency*), ya que estos son métodos normalizados ampliamente reconocidos y son aceptados por los entes reguladores. En el anexo A, se describe cada método de ensayo en su última versión. Es un requisito de la Norma ISO/IEC 17025, tener actualizados los métodos de ensayo, para ello en el Procedimiento control de documentos del sistema de gestión se establece la forma y frecuencia de revisión de los documentos del sistema. En este caso, se revisa en forma trimestral visitando las páginas Web oficiales de la EPA y *Standard Methods*.

De acuerdo al requisito 5.3 de la Norma ISO/IEC 17025 el laboratorio debe asegurarse de que las condiciones ambientales no invaliden los resultados ni comprometan la calidad requerida de las mediciones. Por tal razón se revisó en los métodos seleccionados APHA y EPA si existe alguna consideración especial de fuente de energía, iluminación o condición ambiental para la realización de estos ensayos. Encontrándose en todos los casos que no hubo ninguna restricción. Todos los métodos se desarrollan a temperatura ambiente. En el anexo B, elaborado por la autora, se detalla las condiciones ambientales por cada método de ensayo.

A pesar que no es necesario mantener alguna condición específica de temperatura, humedad, presión u otro requisito; se debe mantener un registro de condiciones ambientales, ya que esto garantiza la reproducibilidad de los ensayos; esto en cumplimiento del requisito 5.32 de la Norma ISO/IEC 17025 en el que indica que se deben controlar y registrar las condiciones ambientales de los ensayos. En el anexo C, se muestra un formato de condiciones ambientales, donde se registra la temperatura, presión ambiental y humedad, que se reportan cuando se está ejecutando el ensayo. El formato forma parte del sistema de calidad del laboratorio y se utilizó también para estos nuevos métodos de ensayo.

Para desarrollar los métodos de ensayo para análisis de efluentes se hizo una revisión de los materiales y reactivos que se necesitaban para la implementación, de acuerdo a los métodos APHA y EPA seleccionados. En el anexo D se muestran los materiales y en el anexo E se muestran los reactivos, listados después de revisar los métodos de ensayos. Los anexos fueron elaborados por la autora de la presente tesis.

Los materiales y reactivos se adquirieron siguiendo el Procedimiento de compras del sistema de gestión de la calidad del laboratorio.

El resto de actividades descritas en esta planificación se irán desarrollando en el transcurso de la presente tesis.

1.4. Manual de la calidad

El Manual de la calidad es un documento que describe el sistema de gestión de la calidad del laboratorio de Refinería Talara de la empresa Petróleos del Perú-PETROPERU S.A y define además su alcance, para este caso se ha modificado el alcance del manual inicialmente aplicado solo a ensayos de combustibles basados en Normas ASTM y se ha ampliado para los ensayos ambientales basados en Normas APHA y EPA. En este caso el Manual de la calidad describe el sistema basado en los requisitos de la Norma ISO/IEC

17025, que consta de 2 capítulos: Capítulo 4: "Requisitos de gestión" y Capítulo 5 "Requisitos de competencia técnica".

1.5. Política de la calidad

La política es un documento que contiene el compromiso de la alta dirección en materia de calidad. Para la implementación del nuevo laboratorio ambiental se ha mantenido la misma Política y es la siguiente:

> "En el laboratorio de Refinería Talara, estamos comprometidos con las buenas prácticas técnico profesionales con el propósito de brindar un servicio oportuno, confiable y de alta calidad que satisfaga las necesidades de nuestros clientes mediante la implementación, mantenimiento y mejora continua de la eficacia de nuestro sistema de gestión de la calidad, para lo cual contamos con un equipo humano competente y calificado, que se encuentra en permanente capacitación.
>
> Cumplimos estrictamente los requisitos de la NTP ISO/IEC 17025, las normas nacionales e internacionales para la ejecución de los ensayos y los documentos de nuestro sistema de gestión de la calidad"

1.6. Objetivos de la calidad

Los objetivos del sistema de gestión de la calidad son:

- ✓ Mantener, desarrollar y mejorar en forma continua el sistema de gestión de la calidad.
- ✓ Monitorear periódicamente el desempeño del laboratorio a través de programas de ensayos de aptitud.
- ✓ Asegurar la competencia técnica del personal a través de actividades de capacitación, formación y actualización.
- ✓ Utilizar métodos de ensayo estandarizados actualizados y equipos de medición calibrados.
- ✓ Asegurar que todo el personal conoce, comprende y aplica la Política de calidad, los procedimientos y demás documentos del sistema de gestión.
- ✓ Cubrir o exceder las necesidades de los clientes.

Capítulo 2

Procedimientos aplicados a los métodos de análisis de efluentes

2.1. Aseguramiento de la competencia del personal

El aseguramiento de la competencia del personal es uno de los requisitos más importantes de la NTP ISO/IEC 17025, del cual depende que los ensayos se realicen correctamente; para ello el laboratorio cuenta con un procedimiento de personal, en el que se dan todos los lineamientos para el manejo del personal. A continuación se describen algunos de estos lineamientos.

El laboratorio tiene por política identificar las necesidades de formación de su personal y brindar la capacitación necesaria para alcanzar las metas de formación esperada.

El laboratorio asegura la competencia técnica de todo el personal que opera equipos específicos, realizan ensayos, evalúa resultados y firma informes de ensayo.

El personal que realiza tareas específicas está calificado sobre la base de una adecuada educación, formación, experiencia y/o habilidad demostrada según se requiera.

Los requisitos que debe reunir el personal para ocupar cargos en el laboratorio, así como sus funciones y responsabilidades se describen en el Manual de organización y funciones.

La convocatoria, calificación, selección y contratación de personal, así como la inducción y capacitación se describen en el Procedimiento personal.

El responsable de calidad es el responsable de la inducción del nuevo personal que se incorpore a la organización.

La capacitación y evaluación de desempeño del personal se describe en el Procedimiento personal.

El jefe del laboratorio es responsable del nombramiento (autorización) del personal administrativo y empleado.

La jefatura del laboratorio mantiene los registros de calificación, selección, capacitación, experiencia y evaluación del desempeño del personal.

2.2. Instalaciones y condiciones ambientales

Las instalaciones del laboratorio, las áreas de ensayo, fuente de energía, iluminación y condiciones ambientales han sido diseñadas para facilitar la ejecución apropiada de los ensayos.

El laboratorio cuenta con las instalaciones necesarias para la adecuada aplicación de los métodos de ensayo, asegurando que las condiciones ambientales no invaliden los resultados o afecten negativamente la calidad requerida de las mediciones realizadas.

El laboratorio cumple con las condiciones ambientales exigidas por los métodos de ensayo y manuales de operación de los equipos, de acuerdo al Procedimiento de instalaciones y condiciones ambientales.

El analista detiene los ensayos cuando las condiciones ambientales pongan en riesgo los resultados de ensayo y/o calibraciones.

El acceso y uso de las áreas del laboratorio está controlado para evitar que se afecte la calidad de las actividades que en ellas se desarrolla, de acuerdo al Procedimiento instalaciones y condiciones ambientales.

Todo el personal del laboratorio mantiene las condiciones de orden y limpieza necesarias para evitar que se invaliden los resultados, o afecten negativamente la calidad requerida de las mediciones realizadas.

2.3. Manipulación y ensayo de la muestra

El Procedimiento para la recepción, manipulación, protección, almacenamiento y la disposición de las muestras a ensayar está descrito en el Procedimiento manipulación y ensayo de la muestra.

Al ingresar la muestra al laboratorio para ser ensayada, ésta es identificada utilizando un código único. El código está presente en todos los registros que se generan en el proceso de ensayo, garantizando que la muestra no se confunda

Si la muestra no cumple con los requisitos indicados en la especificación de muestras para ensayos, las desviaciones o anormalidades son registradas. El laboratorio consulta al cliente para instrucciones adicionales antes de proceder al ensayo y registra la discusión.

Las muestras que son almacenadas en las instalaciones del laboratorio, se almacenan bajo las condiciones ambientales requeridas, garantizando así, que se mantiene la integridad de las muestras a ensayar.

2.4. Control y calibración de equipos e instrumentos de medición y ensayo

El laboratorio de refinería Talara cuenta con los equipos e instrumentos de medición y ensayo requeridos para la correcta realización de los ensayos.

Para el control de los equipos e instrumentos de medición y ensayo se cuenta con el procedimiento control y calibración de equipos e instrumentos de medición y ensayo.

Los equipos utilizados para el ensayo, verificación de la calibración tienen la capacidad de alcanzar la exactitud requerida y de cumplir las especificaciones pertinentes a los ensayos.

El laboratorio cuenta con programas de mantenimiento y calibración de las magnitudes o los valores claves que tienen un efecto significativo en los resultados. Todos los equipos críticos son calibrados y/o verificados antes de ser puestos en servicio. En el anexo H se muestra el programa de mantenimiento y calibración de los equipos del área ambiental, se tomó el formato existente del sistema de calidad del laboratorio, al que se le incluyó los nuevos equipos para la implementación de los métodos de análisis de efluentes; así mismo se incluyó en el programa de calibración de instrumentos los nuevos instrumentos de estos métodos de ensayo, tal como se muestra en el anexo I.

El estado de calibración es identificado en los registros de los equipos y cuando es posible en el mismo equipo, o instrumento de medición y ensayo, incluyendo la fecha de la última calibración.

Los equipos e instrumentos de medición y ensayo, cuentan con instrucciones de operación, siempre y cuando, la ausencia de estas instrucciones ponga en riesgo los resultados de los ensayos. Estas instrucciones se ubican en el área de laboratorio a disposición de los analistas.

El laboratorio mantiene registros de cada equipo e instrumento de medición que sea significativo para los ensayos, los cuales están identificados por código único. En el anexo J, se muestra una ficha del equipo, donde se detallan todas las características del instrumento o equipo, este formato que forma parte del sistema de calidad del laboratorio y se utilizó para los nuevos instrumentos o equipos requeridos para los métodos de análisis de efluentes.

Los equipos e instrumentos que brinden resultados dudosos o que haya demostrado estar defectuoso o fuera de los límites especificados, son examinados y/o repetidos para estudiar la consecuencia de este defecto. Son identificados claramente como “Fuera de servicio” hasta que sea reparado y muestre por calibración o ensayo que funcione correctamente en caso necesario aplicar el procedimiento control de trabajo no conforme,

Cuando son necesarias verificaciones intermedias para mantener la confianza en el estado de la calibración del equipo, estas verificaciones son llevadas a cabo de acuerdo al procedimiento control y calibración de equipos e instrumentos de medición y ensayo.

2.5. Control de datos

Los cálculos y la transferencia de los datos están sujetos a verificaciones apropiadas en las diferentes etapas del proceso analítico, cuando se utiliza computadora para el registro y almacenamiento de datos de ensayo, el laboratorio se asegura de proteger la integridad y confidencialidad de los datos.

El laboratorio cuenta con el Procedimiento control de datos, donde se describen las actividades implementadas para cumplir este requisito de la NTP ISO/IEC 17025.

Los datos de los resultados de los ensayos que son procesados en computadora, su registro final es impreso y archivado en papel.

2.6. Patrones y materiales de referencia

El programa de calibración externa de los equipos e instrumentos de medición y ensayo asegura que las mediciones realizadas por el laboratorio son trazables al Sistema Internacional de Unidades (SI).

Los certificados de calibración emitidos por el laboratorio de calibración deben contener el resultado de la medición, incluyendo la incertidumbre de la medición y/o una declaración del cumplimiento con una especificación metrológica identificada.

En el laboratorio existen ciertas calibraciones que no pueden ser realizadas estrictamente en unidades del SI. Las mediciones efectuadas con estos equipos son trazables a materiales de referencia certificados por un proveedor competente.

El laboratorio cuenta con un programa para la calibración de sus patrones de comparación, los cuales deberán ser calibrados por un organismo que pueda proporcionar trazabilidad a patrones nacionales y son utilizados únicamente para la verificación de la calibración de los equipos e instrumentos de medición.

Los materiales de referencia son trazables a las unidades de medición del SI o a materiales de referencia certificados.

El laboratorio ha implementado un procedimiento patrones y materiales de referencia, para el manejo, almacenamiento, transporte y uso de éstos a fin de prevenir el deterioro y proteger su integridad.

En el anexo K, elaborado por la autora, se muestra la lista de materiales de referencia requeridos para los métodos de ensayo, recomendados en los métodos APHA o EPA, y que cumplen con lo establecido en el requisito 5.6.3.2 de la Norma ISO/IEC 17025, en la que se indica que los materiales de referencia deben ser trazables al SI de unidades y deben ser certificados o verificados. Para cumplir con el requisito 5.6.3.3 de la Norma ISO/IEC 17025, en la que se indica que para mantener la confianza en los materiales de referencia se deben realizar las verificaciones intermedias, se adaptó el formato de control de los materiales de referencia existente a los nuevos materiales de referencia de los métodos de análisis ambiental, como se puede observar en el anexo L.

2.7. Muestreo

El muestreo de los efluentes se realiza siguiendo el Procedimiento de muestreo, tal como se muestra en el anexo F, elaborado por la autora, donde se describen los pasos a realizar para un correcto muestreo, siguiendo las recomendaciones del Protocolo nacional de monitoreo de la calidad en cuerpos naturales superficiales y los requisitos del *Standard Methods.*

Para la toma de muestra se debe seguir los lineamientos descritos en el anexo G, elaborados por la autora, en el que se observan las condiciones que deben tener las muestras, como el tipo de envase, volumen de muestra, tipo de conservante o preservante y el tiempo máximo para realizar el análisis. Estos lineamientos han sido elaborados siguiendo el Protocolo nacional de monitoreo de la calidad en cuerpos naturales superficiales y los *Standard Methods*.

Una vez tomada la muestra se debe garantizar que ésta llegue al laboratorio en óptimas condiciones, registrando todos los datos en la cadena de custodia cuyo formato es el siguiente:

Tabla 3. Cadena de custodia

Solicitud de servicio: ……. Fecha:……
Solicitantes: ……
Dirección: ……..
Procedencia de la muestra:…….
Norma de muestreo u otro: ……

Código	Matriz (1)	Fecha de muestreo	Hora de muestreo	Tipo de frascos	N° de envases	Presentación	**Ensayo fisicoquímico**								**Ensayos solicitados**												**Sedimento**			**Microbiológico**					**Coordenadas**	
							Temperatura (°C)	Salinidad (ppt)	pH	Oxigeno (mg/L)	Cloro total (mg/L)	Conductividad	Turbidez (NTU)	Caudal													Granulometría	Materia orgánica	Macrozobentos						Latitud	Longitud
Equipos utilizados			Total N°			Observaciones																												
				Temperatura transporte:																															

(1) AP(Agua Potable); AR(Agua Residual); AS(Agua Superficial); AT(Agua Subterránea); AM(Agua de mar); AL(Agua Pluvial); EF(Efluente); VE(Vertimientos); SE(Sedimentos); BV(Blanco Viajero); DP (Duplicado); BC(Blanco de campo); BE(Blanco de equipo); BF (Blanco de Frasco); LD(Lodos); SU(Suelos).

(2) Campo exclusivo para el laboratorio

continúa …

	Nombre	Laboratorio	Firma	Fecha	Hora
Entregado por:					
Recibido por:					
Entregado por:					
Recibido por:					

Observaciones:

2)Muestras recibidas intactas	SI		NO		Almacén de muestras
Tipo de recipiente adecuado	SI		NO		Microbiológica:
Muestras dentro del periodo de análisis	SI		NO		Fisicoquímico:
					Toxina e hidrobiología:

Temperatura de recepción:

2.8. Aseguramiento de la calidad de los resultados de los ensayos

El laboratorio cuenta con el Procedimiento aseguramiento de la calidad de los resultados de ensayo, para hacer seguimiento a la validez de las mediciones realizadas. Los datos resultantes son registrados de tal manera que se puedan detectar tendencias y, cuando sea práctico, se deben aplicar técnicas estadísticas para la revisión de los resultados.

Los datos de control de la calidad son analizados, y si estos no cumplen los criterios establecidos, se corrigen las desviaciones siguiendo el procedimiento aseguramiento de la calidad de los resultados de ensayo.

En el caso del aseguramiento de la calidad del muestreo se aplica:

Los blancos de campo: Se utilizan envases de agua desionizada que se llenan en la estación de muestreo, etiquetan y empaquetan, sellan y se mandan al laboratorio con las otras muestras. Se usan los blancos de campo para investigar la contaminación en el laboratorio, y durante la colecta y envío de las muestras. El laboratorio requiere un blanco de campo por cada lote de muestras.

Las muestras duplicadas: Se usan para verificar la precisión del recojo de muestras de agua de campo o el análisis de laboratorio. Se recogen dos muestras de agua por duplicado en el campo, colectar la muestra duplicada de una estación en dónde se cree que hay niveles altos de un compuesto particular.

2.9. Informe de ensayos

Los resultados de los ensayos realizados son informados al cliente de manera exacta, clara, sin ambigüedades y objetivamente de acuerdo al formato Informe de Ensayo cuyo proceso de obtención se describe en el procedimiento Emisión de Informes de Ensayo.

El informe de ensayo contiene, entre otros datos, información relacionada al laboratorio, al cliente, a la muestra, al método usado, a los resultados del ensayo y el nombre, función y firma de la persona que autorizó el informe de ensayo.

Opiniones e interpretaciones: Cuando se incluyen opiniones e interpretaciones, el laboratorio documenta las bases sobre las cuales se hacen estas opiniones e

interpretaciones. Si los informes de ensayo incluyen opiniones e interpretaciones, éstas son identificadas en el informe.

Resultados de ensayo obtenidos de subcontratistas: Cuando el informe de ensayo contenga resultados de ensayos realizados por subcontratistas, estos resultados son claramente identificados por el laboratorio.

Transmisión electrónica de los resultados: La transmisión de los resultados de ensayo por teléfono, e-mail u otro medio electrónico deberá hacerse cumpliendo los requisitos de la Norma 17025, establecidos en el Procedimiento protección de información confidencial.

Enmiendas a los informes de ensayo: Si después de emitido un informe es necesario realizar una corrección, ésta es hecha a través de un documento posterior que incluya la declaración "Suplemento al informe de ensayo". Si es necesario emitir de nuevo el informe, se le asigna una nueva numeración, haciendo referencia al original que está reemplazando, de acuerdo al procedimiento emisión de informes de ensayo.

Capítulo 3

Monitoreo de efluentes

3.1 Muestreo de efluentes en refinería

El muestreo se realiza siguiendo el procedimiento muestreo de agua industrial, que fue elaborado tomando en cuenta la información del protocolo nacional de monitoreo de la calidad en cuerpos naturales superficiales y los requisitos del *Standard Methods*, (ver anexo F).

Los puntos de monitoreo están declarados en la Resolución Directoral N° 162-2013-ANA-DGCRH. Estos puntos son los siguientes:

Tabla 4. Puntos de monitoreo de efluentes de refinería

Punto de Monitoreo	Descripción	Coordenadas UTM (WGS 84-Zona 18)	
		Norte	Este
D-1	Desagüe aceitoso	9 493 412	468 159
D-2	Desagüe limpio	9 493 477	468 195
D-3	Desagüe químico	9 493 516	468 184
D-4	Desagüe API norte	9 494 226	468 653
D-5	Desagüe planta lastre	9 494 213	468 932
D-6	Desagüe de agitadores ácido nafténico.	9 493 985	468 293

Fuente: Elaboración propia.

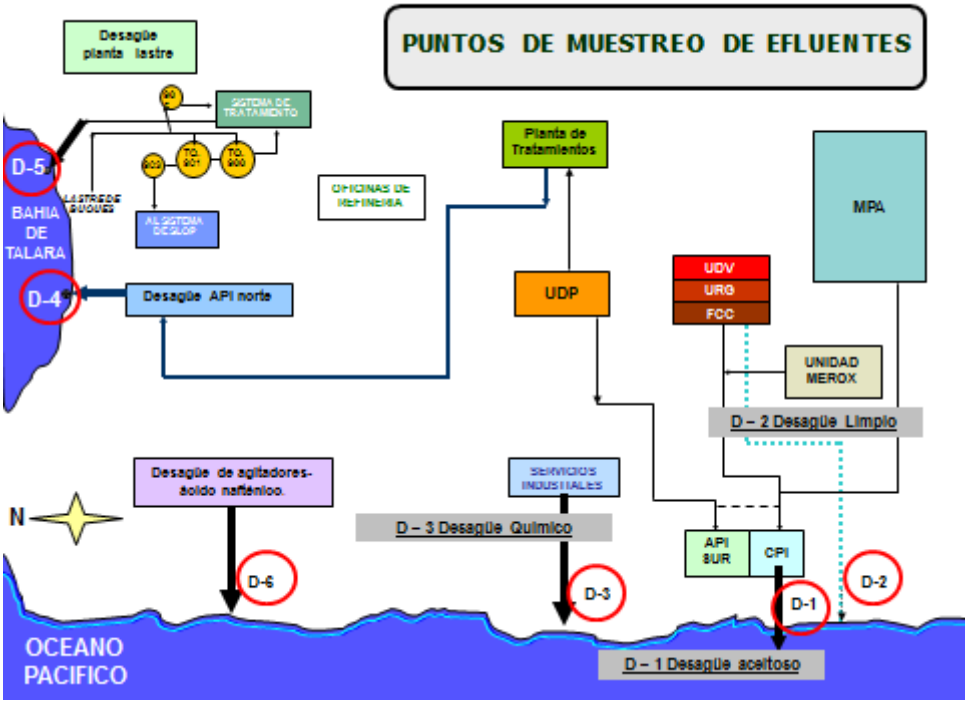


Figura 1. Puntos de vertimiento de efluentes
Fuente: Unidad desarrollo sostenible de refinería Talara

Figura 2. Efluente: desagüe aceitoso (D-1)
Fuente: Elaboración propia.

Figura 3. Efluente- desagüe limpio (D-2)
Fuente: Elaboración propia.

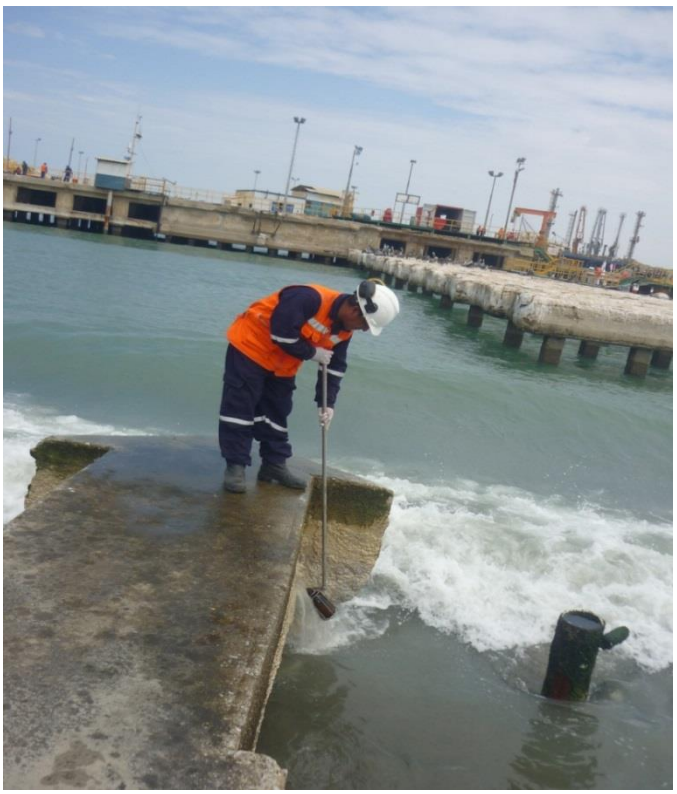


Figura 4. Efluente - desagüe planta lastre (D-5)
Fuente: Elaboración propia.

El objetivo del muestreo es tomar una muestra representativa del cuerpo del agua, con un volumen apropiado, para analizar los parámetros establecidos en el monitoreo.

Para ello se deben tomar en cuenta los siguientes puntos:

3.1.1. Acondicionamiento

Se preparan los frascos de acuerdo a los parámetros a evaluar.
La muestra se recolecta y preserva teniendo en cuenta las siguientes recomendaciones que se dan en función al método a evaluar.

Tabla 5. Condiciones de la muestra

Parámetro	Recipiente	Volumen mínimo de muestra	Preservación y concentración	Tiempo máximo duración
Temperatura	Análisis inmediato en campo			
pH	Análisis inmediato en campo			
Aceites y grasas	Vidrio, ámbar boca ancha calibrado	1000 mL	Agregar HCl hasta pH<2, refrigerar	28 días
Sulfuros	Plástico o vidrio	100 mL	Refrigerar, agregar 4 gotas de acetato de zinc 2N/100 ml; agregar NaOH hasta pH>9	7 días
Demanda química de oxígeno	Plástico o vidrio	100 mL	Analizar lo más pronto posible, o agregar H_2SO_4 hasta pH<2;refrigerar	28 días

Fuente: Elaboración propia

Algunas recomendaciones para la toma de muestra se describen a continuación:

Una vez que se toman las muestras se deben rotular, de preferencia usando plumón indeleble y se debe cubrir la etiqueta con cinta adhesiva transparente

Las muestras recolectadas deben colocarse en un cooler para preservarse y llegar al laboratorio en buenas condiciones.

3.1.2. Medición de parámetros en campo

Algunos parámetros deben realizarse en campo como el pH y temperatura. Para que la medición sea confiable debe tomarse en cuenta los siguientes puntos:

- pH-metro y termómetro calibrados, los cuales deben ser verificados antes de realizarse la medición.
- Antes de realizar la medición debe enjuagarse los electrodos con la muestra de agua estando el equipo apagado.
- La medición debe realizarse agitando ligeramente el electrodo, se debe dejar estabilizar la lectura y registrar el resultado de la medición.

- Concluida la medición se debe lavar los electrodos con agua destilada utilizando una piceta, secar y guardar en solución salina. Llenar registro.
- Toma de muestra de agua, preservación, etiquetado, rotulado y transporte.
- Los frascos no deben contener preservantes antes de realizar la toma de muestras de agua.
- Se debe dejar un espacio alrededor del 1 % aproximadamente de la capacidad del envase para permitir la expansión, adición de preservante y homogenización de la muestra.
- La muestra que se toma en agua de mar no debe presencia de espuma superficial.
- Concluida la medición se debe llenar el siguiente registro:

a) Toma de muestra
   - Se debe utilizar frascos de boca ancha con cierre hermético, limpio o de primer uso, de un litro de capacidad.
   - Se preparan 03 frascos para evaluar.
   - Como ya se indicó, los frascos deben ser rotulados usando plumón indeleble y cubrir etiqueta con cinta adhesiva transparente.

b) Preservación de la muestra
   - Una vez tomada la muestra de agua, se procederá a adicionar el reactivo de preservación requerido de acuerdo al anexo G.
   - Luego de preservar la muestra, cerrar herméticamente el frasco y para mayor seguridad encintar la tapa para evitar cualquier derrame del líquido y agitar para uniformizar la muestra.

c) Etiquetado y rotulado de la muestra.
   - Los frascos deben ser etiquetados y rotulados, con letra clara y legible, la cual debe ser protegida con cinta adhesiva transparente conteniendo la siguiente información
     - Número de muestra
     - Código de identificación
     - Tipo de muestra de agua
     - Descripción del punto de muestreo
     - Fecha y hora de la toma de la muestra
     - Preservación realizada, tipo de reactivo de preservación
     - Tipo de análisis requerido
     - Nombre del responsable del muestreo

d) Llenado de cadena de custodia
   Se llena la cadena de custodia con la información de registro de datos de campo, indicando además los parámetros a evaluar, tipo de frasco, tipo de agua, volumen, número de muestras, reactivos de preservación, condiciones de conservación, responsable del muestreo y otra información relevante.

e) Conservación y transporte de las muestras
   - Los recipientes de vidrio deben ser embalados con cuidado para evitar roturas y derrames. En el caso de utilizar hielo, colocar este en bolsas herméticas para evitar fugas de la caja donde se transportan las muestras de agua.

- Las muestras deberán conservarse en cajas térmicas a baja temperatura (4°C).
- Transportar las muestras hasta el laboratorio, adjuntando la cadena de custodia.
- Se debe tomar el tiempo desde la toma de la muestra hasta la llegada al laboratorio, para cumplir con los tiempos requeridos según el tipo de muestra.

3.2 Métodos de análisis de efluentes

3.2.1 Método de análisis de temperatura. Método Estándar 2550 B

Refinería Talara utiliza agua de mar en los enfriadores de los procesos de refinación; no intervienen directamente en el proceso pero si sufren un incremento de temperatura. Las descargas de agua a altas temperaturas pueden causar daños a la flora y fauna de las aguas receptoras al interferir con la reproducción de las especies, incrementar el crecimiento de bacterias y otros organismos, acelerar las reacciones químicas, reducir los niveles de oxígeno y acelerar la eutrofización.

De acuerdo al Protocolo nacional de monitoreo de la calidad en cuerpos naturales de agua superficial, el análisis debe ser inmediato en campo y se debe utilizar un equipo multiparámetro calibrado.

Las muestras se analizan por duplicado para asegurar la calidad de los resultados y también se realizan pruebas comparativas utilizando un termómetro de mercurio calibrado.

Para analizar el parámetro temperatura en los efluentes se debe tomar en cuenta lo siguiente:

a) Equipo
   Multiparámetro, cuya escala mínima de temperatura debe ser de 0,1 ºC.

b) Procedimiento:
   - Previa a la lectura de temperatura el equipo multiparámetro debe ser verificado utilizando un termómetro patrón de mercurio calibrado trazable a patrones internacionales. Este termómetro debe contar con su certificado de calibración y su respectiva carta de corrección.
   - Las lecturas de temperatura se realizan en campo, colocando el sensor directamente sobre el cuerpo de agua.
   - Cuando no se pueda tomar directamente la lectura, sacar la muestra en un recipiente de plástico apropiado y tomar la lectura lo más pronto posible.
   - Las lecturas se toman por duplicado.
   - Se anotan los datos en el registro de datos campo de efluentes.

3.2.2 Método de análisis de pH. Método Estándar 4500-H^+ B

Por los diferentes productos que se utilizan en el proceso de refinación como las aminas, sodas cáusticas, ácidos, mejoradores de octanaje, entre otros, y por la calidad del petróleo que se procesa, las aguas residuales pueden ser alcalinas o ácidas. De acuerdo al D.S 037-2008-PCM el límite máximo permisible de pH para efluentes líquidos del sub sector

hidrocarburos, está entre 6 y 9. Fuera de estos límites pueden dañar la vida acuática. Estos niveles de pH pueden causar perturbaciones celulares y la eventual destrucción de la flora y fauna acuática.

Según el Protocolo nacional de la calidad en cuerpos naturales de agua superficial la medición debe ser inmediata y en campo utilizando un equipo multiparámetro.

El principio básico de la medida electrométrica del pH es la determinación de la actividad de los iones hidrógeno por medida potenciométrica utilizando un electrodo estándar de hidrógeno y un electrodo de referencia.

Para analizar el parámetro pH en los efluentes se debe tomar en cuenta lo siguiente:

a) Equipo
   Multiparámetro, con una resolución de 0,01 unidades de pH.

b) Reactivos:
   Solución buffer de pH 4.0; 7,0 y 10,0; con su respectivo certificado de análisis.

c) Procedimiento:
   - El método recomienda seguir las instrucciones de fabricante para el equipo y para el almacenamiento y preparación de los electrodos para su uso. También recomienda mantener los electrodos húmedos para devolverlos a la solución de almacenamiento siempre que el equipo no esté en uso.

   - Los pasos que se siguen para la medición son los siguientes:
     - ✓ Prender el equipo.
     - ✓ Presionar CAL.
     - ✓ Sumergir el electrodo en la solución buffer de pH 7.
     - ✓ Presionar ENTER.
     - ✓ Esperar que se estabilice y pida el siguiente buffer.
     - ✓ Sumergir el electrodo en la solución buffer de pH 4.
     - ✓ Presionar ENTER.
     - ✓ Luego sumergir el electrodo en la solución buffer de pH 10.
     - ✓ Las verificaciones deberán encontrarse dentro de la tolerancia establecida en el certificado de análisis de las soluciones buffer.
     - ✓ La pendiente obtenida de la calibración deberá encontrarse en el rango establecido del equipo. Ver manual de sonda y del equipo a usar.

   - Para el análisis de la muestra se debe establecer el equilibrio entre los electrodos y la muestra por agitamiento de la muestra para asegurar homogeneidad.
   - Agitar suavemente para minimizar el arrastre de dióxido de carbono.
   - Tomar la lectura de pH.
   - Secar el electrodo y sumergirlo en una nueva porción de la misma muestra. Tomar la lectura de pH.
   - Analizar las muestra por duplicado. El resultado será el promedio de la muestra por duplicado
   - Anotar los datos en el registro de datos de campo de efluentes.

LABORATORIO AMBIENTAL	LECTURA DIRECTA EN EQUIPO MULTIPARÁMETRO	CÓDIGO:	2970

Análisis:	OE:		Producto:	AGUA RESIDUAL

	Conductividad		Oxígeno disuelto	X	pH	Control-1	Buffer	10.0	/ Lectura	10.08	/Código 911010	% Recuperación 100.70
X	Temperatura		Salinidad			Control-2	T-PATRON	25.5	/ Lectura	25.7	/Código C-TH-009	% Recuperación 100.78
Fecha de Ensayo: Inicio:	05/08/2015	Termino:	05/08/2015			Control-3			/ Lectura		/Código	% Recuperación

Identificación de muestra	Conductividad (colocar la unidad que registra el		X_1-X_2 ≤ (r) 6.36	U	Oxigeno Disuelto (mg/L)		X_1-X_2 ≤ (r) 0.06	U	pH		X_1-X_2 ≤ (r) 0.07	U	Temperatura (ºC)		X_1-X_2 ≤ (r) 0.70	U	Salinidad (colocar la unidad que registra el		X_1-X_2 ≤ (r) 0.42	U
Desague aceitoso (D1)									7.84	7.82	0.04	0.07	37.30	37.40	0.20	0.86				
									7.80				37.50							
Desague Limpio (D2)									7.66	7.65	0.03	0.07	34.50	34.30	0.40	0.79				
									7.63				34.10							
Desague Químico (D3)									8.75	8.73	0.04	0.07	27.90	27.80	0.20	0.65				
									8.71				27.70							

Verificación del Electrodo de pH y Sonda Conox						Observaciones:
Electrodo de pH				Conductividad	Oxímetro	
pH	mV	T ℃	Asimetría	Solución Standard de KCl de 0.01 mol/L. Para hallar la **Constante de celda** a	**La calibración en aire saturado de vapor de agua.** Utilizando OxiCal®	
4.00	182.8	25.4	no aplica			
7.01	9.8	25.4	Slop	☐ 20 ℃ ó ☐ 25 ℃.	☐ conec ☐ desc	
			99.6	Es:	Slop Relativa es:	
			Sensor no aplica	Sensor	Sensor	

Figura 5. Registro de datos de campo de efluentes
Fuente: Elaboración propia

3.2.3 Método de análisis de sulfuros. Método Estándar 4500-S^{-2} F. Método Yodométrico

Los sulfuros están presentes en los efluentes de refinería generados de los tratamientos de los productos de la refinación. Dependiendo del tipo de petróleo crudo a procesar los sulfuros pueden aumentar o disminuir. La medición del sulfuro total en el agua incluye H_2S y HS disueltos, así como sulfuros metálicos solubles en ácido que pueden estar presentes en la materia suspendida. Los sulfuros pueden ser tóxicos para los peces y generar olores desagradables.

El principio del método se basa en la oxidación, en un medio ácido, del yodo por el sulfuro presente en una muestra. Se adiciona un exceso de solución de yodo el cual es determinado por un estándar de tiosulfato de sodio en una titulación por retroceso, usando almidón como indicador.

Para analizar el parámetro sulfuros en los efluentes se debe tomar en cuenta lo siguiente:

a) Materiales

- Bureta de 50 mL
- Matraz de 500 mL.
- Matraz erlenmeyer de 250 mL
- Pipetas de 10, 50 y 100 mL
- Vasos de precipitado de 250 mL.
- Fiolas de 1 L.

b) Reactivos

- Ácido clorhídrico, HCl 6 N.
- Solución estándar de yodo 0,0250 N.
  Disolver de 20 a 25 g de KI en una pequeña porción de agua y añadir 3,2 g de yodo. Después que el yodo ha sido disuelto, enrasar a 1000 mL y estandarizar contra el $Na_2S_2O_3$ 0,0250 N, usando la solución de almidón como indicador.

- Solución estándar de tiosulfato de sodio 0,0250 N.
  Disolver 6,205 g de $Na_2S_2O_3.5H_2O$ en agua destilada. Añadir 1,5 mL de NaOH 6 N o 0,4 g de NaOH sólido y enrasar a 1000 mL. Estandarizar con solución de biyodato.
  - ✓ Solución estándar de biyodato de potasio 0,0021 M.
    Disolver 812,4 mg de $KH(IO_3)_2$ en agua destilada y enrasar a 1000 mL.

    Estandarización.- Disolver aproximadamente 2 g de KI, libre de yodato, en un matraz erlenmeyer con 100-150 mL de agua destilada. Añadir 6 mL de H_2SO_4 6 N o unas gotas de H_2SO_4 concentrado, y 20,00 mL de solución estándar de biyodato. Diluir a 200 mL y titular el yodo liberado con tiosulfato como titulante, añadiendo almidón para el punto final de la titulación, hasta que aparezca un color paja pálido. Cuando las soluciones tienen igual concentración, 20,00 mL de $Na_2S_2O_3$ 0,0250 N deben requerirse. Si no es así, ajustar la solución de $Na_2S_2O_3$ a 0,0250 N.

- Solución de almidón
  Usar o una solución acuosa o almidón soluble en polvo.
  Para preparar una solución acuosa, disolver 2 g de almidón soluble grado laboratorio y 0,2 g de ácido salicílico, como preservante, en 100 mL de agua destilada caliente.

c) Procedimiento

- Medir de una bureta a un matraz de 500 mL una cantidad de solución de yodo estimada como un exceso sobre la cantidad de sulfuro presente.
- Añadir agua destilada, si es necesario, y llevar a volumen de 20 mL.
- Adicionar 2 mL de HCl 6 N.
- Pipetear 200 mL de muestra en el matraz, descargando la muestra bajo la superficie de la solución. Si el color del yodo desaparece, añadir más yodo hasta que el color reaparezca.
- Titular por retroceso con solución estándar de $Na_2S_2O_3$, adicionando unas gotas de solución de almidón al acercarse el punto final, y continuar hasta la desaparición del color azul.

d) Cálculos

Para el cálculo seguir la fórmula siguiente:
Un mililitro de solución de yodo 0,0250 N reacciona con 0,4 mg S^{-2}:

$$\text{mg } S^{-2}/\text{L} = \frac{[(\text{A x B}) - (\text{C x D})] \text{ x } 16000}{\text{mL de muestra}}$$

Dónde:
A = mL de solución de yodo.
B = Normalidad de la solución de yodo.
C = mL de solución de $Na_2S_2O_3$.
D = Normalidad de la solución de $Na_2S_2O_3$.

3.2.4 Método de análisis de aceites y grasas. EPA 1664 Material extraíble en n-Hexano (HEM, aceites y grasas) por extracción y gravimetría

El petróleo y los productos derivados de petróleo que no son recuperados en los separadores gravimétricos de la refinería se detectan en los efluentes en el análisis de aceites y grasas. Los aceites y grasas son cualquier material recuperado en la forma de una sustancia soluble en un solvente, principalmente triclorofluoroetano; sin embargo, debido a los problemas ambientales con los clorofluorocarbonos, en el laboratorio se usa hexano. El aceite o petróleo en el agua de mar que es el receptor de los efluentes de refinería es perjudicial para la vida acuática porque forma películas sobre la superficie del agua, reduce la aeración del agua y disminuye la penetración de la luz solar necesaria para la fotosíntesis (producción primaria) de las plantas acuáticas. El aceite o petróleo en el agua de mar también puede formar "bolitas de alquitrán" en las playas y riberas de los ríos que pueden afectar plantas y animales. También se ha observado problemas en el desarrollo de cangrejos carreteros, muy-muy y otros organismos que habitan en playas arenosas de la costa de Talara.

Este método se basa en la extracción de aceites y grasas con n-hexano y es aplicable a aguas superficiales, salinas y residuos acuosos industriales.

Para analizar el parámetro aceites y grasas en los efluentes se debe tomar en cuenta lo siguiente:

a) Equipos

- Horno con temperatura regulable de 70 a 250 ºC ± 2 ºC.
- Balanza analítica (precisión 0,1 mg).
- Balanza con capacidad de pesar 500 a 2000 g dentro de ± 1 %.
- Baño de agua o de vapor, a prueba de explosión capaz de mantener temperatura de al menos 85 ºC.
- Baño de hielo o enfriador de agua.
- Bomba de vacío.
- Desecador.

b) Materiales

- Pipeta volumétrica de 10 mL de vidrio.
- Bagueta de vidrio.
- Embudo de decantación de 2000 mL.
- Embudo de decantación de 250 mL
- Embudo cuello largo.
- Embudo.
- Matraz de ebullición de 125 mL.
- Destilador Claisen, con tubo de conexión tipo Claisen y condensador.
- Adaptador de destilación.
- Matraz de 250 mL, para colección del destilado.
- Pinzas, para manipular el matraz de ebullición.
- Probeta graduada de 500 mL ± 5 mL.

c) Reactivos

- Agua exenta de HEM (Material extraíble en n-hexano). Puede utilizar agua destilada embotellada o agua preparada por paso de corrientes de agua a través de carbón activado.
- Ácido clorhídrico o ácido sulfúrico concentrado, grado ACS (American Chemical Society)
- N-hexano, mínimo 85 % de pureza, mínimo 99 % de isómeros saturados C6, residuos menores de 1 mg/L.
- Acetona, grado ACS, residuos menores de 1 mg/L.
- Sulfato de sodio anhidro, grado ACS, no en polvo.
- Perlas de ebullición, de carburo de silicio o fluoropolímero.
- Hexadecano, mínimo 98 % de pureza.
- Ácido esteárico, mínimo 98 % de pureza.
- Papel filtro wathman Nº 40.

d) Procedimiento

- Si la muestra está a pH normal, adicionar 5-6 mL de solución de HCl o H_2SO_4 a 1 L de muestra. Si la muestra está a un pH alto, utilizar una cantidad proporcionalmente más grande de HCl o H_2SO_4. Si fue colectado un volumen más pequeño de muestra, utilizar una cantidad proporcionalmente más pequeña de solución de HCl o H_2SO_4.
- Colocar nuevamente la tapa y agitar la botella para mezclar completamente. Verificar el pH de la muestra usando el procedimiento anterior. Si es necesario, adicionar más ácido a la muestra y volver a probar, hasta conseguir un pH < 2.
- Tarar un matraz para ebullición limpio conteniendo de 3 a 5 perlas de ebullición de acuerdo a los siguientes pasos:
  - Colocar el matraz conteniendo las perlas en un horno de 105 ºC a 115 ºC como mínimo por 2 h para secar el matraz y las perlas.
  - Retirar del horno e inmediatamente transferir a un desecador para enfriar a temperatura ambiente.
  - Dejar enfriar, retirar del desecador con pinzas y pesar inmediatamente en una balanza calibrada.
- Echar la muestra en el embudo de decantación
- Añadir 30 mL de n-hexano a la botella de muestreo y tapar la botella con la tapa original de la botella. Agitar la botella para enjuagar todas las superficies del interior de la botella, incluyendo la tapa de la botella. Echar el solvente en el embudo de decantación.
- Extraer la muestra por agitación vigorosa del embudo de decantación por 2 minutos con desfogue periódico bajo una campana para liberar el exceso de presión.
- Separar la fase orgánica de la fase acuosa como mínimo por 10 minutos.
- Dejar caer fase acuosa (capa inferior) al contenedor de muestra original.
- Colocar un papel filtro en un embudo de filtración, adicionar aproximadamente 10 g de Na2SO4 anhidro, y enjuagar con una pequeña porción de n-hexano. Descartar el filtrado.
- Dejar caer la capa de n-hexano (capa superior) del embudo de decantación a través de Na_2SO_4, sobre el matraz de ebullición que contiene las perlas de ebullición y que previamente han sido pesados.
- Repetir la extracción dos veces más con porciones frescas de 30 mL de n-hexano, combinando los extractos en el matraz de ebullición.
- Conectar el matraz de ebullición al destilador y destilar el solvente por inmersión de la mitad inferior del matraz en un baño de agua o baño de vapor. Ajustar la temperatura del agua como se necesite para eliminar todo el solvente en menos de 30 minutos. Colectar el solvente para reusar.
- Cuando la temperatura en el destilador alcance aproximadamente los 70 ºC o el matraz aparezca casi seco, retirar el destilador. Eliminar los vapores del solvente con aire durante 15 segundos, conectando un tubo de vidrio a una fuente de vacío. Utilizando pinzas, retirar inmediatamente el matraz de la fuente de calentamiento y limpiar la superficie exterior seca para remover humedad y huellas digitales.
- Secar el matraz de ebullición por 30-45 minutos en un horno mantenido a 70 ºC ± 2 ºC. Enfriar a temperatura ambiente en un desecador y mantenerlo allí como mínimo por 30 minutos. Retirar con pinzas y pesar inmediatamente. Repetir el

ciclo de secado, enfriamiento, desecado, y pesado hasta que la pérdida de peso sea manos del 4% de la pesada anterior o menor que 0,5 mg, la que sea menor.

- Determinar el volumen de muestra original (Vs), en litros por llenado de la botella de muestreo hasta la marca con aguay medir el volumen de agua en una probeta graduada de 1-2 L. Si el peso de muestra fue usado, pesar la botella y tapa vacía y determinar Vs por diferencia, asumiendo la densidad de la muestra como 1,00 g/mL.
- Si el extracto era del procedimiento HEM, determinar el HEM (W_h) por diferencia del peso tarado al peso total del matraz

e) Cálculos

Material Extraíble en n-Hexano – Calcular la concentración de HEM "aceites y grasas" en la muestra por la siguiente ecuación:

$$\text{HEM}\,(\text{mg/L}) = \frac{W_h\,(\text{mg})}{V_s\,(\text{L})}$$

Dónde:

W_h = Peso de material extraíble de la muestra (mg)

V_s = Volumen de la muestra (L)

3.2.5 Método de análisis de demanda química de oxígeno. EPA 410.3 (Titulación, aguas con alto nivel de sal)

La demanda química de oxígeno (DQO) es una medida del equivalente en oxígeno del contenido de materia orgánica en una muestra que es oxidable utilizando un oxidante fuerte. Es diferente a la prueba de la demanda bioquímica de oxígeno (DBO), pues la DBO mide sólo la fracción orgánica oxidable biológicamente. Es importante obtener una medida de la DQO en aguas residuales de refinería pues estos residuos, con frecuencia, contienen contaminantes orgánicos no biodegradables.

El principio del método se basa en la oxidación de sustancias orgánicas e inorgánicas con una solución de dicromato de potasio en ácido sulfúrico al 50% en volumen. El exceso de dicromato es titulado con el estándar de sulfato ferroso amoniacal, usando el sulfato ferroso fenantrolina (ferroína) como indicador.

Para analizar el parámetro demanda química de oxígeno en los efluentes se debe tomar en cuenta lo siguiente:

a) Aparatos

Aparato de reflujo: de material de vidrio, debe consistir de un matraz erlenmeyer de 500 mL o un matraz de fondo redondo de 300 mL hecho de vidrio resistente al calor, conectado a un condensador Allihn de 12 pulgadas por medio de una junta esmerilada. Cualquier aparato de reflujo equivalente podría sustituirse, siempre que una conexión esmerilada sea usada entre el matraz y el condensador.

b) Reactivos

- Solución estándar de dicromato de potasio 0,25 N
  Disolver 12,2588 g de $K_2Cr_2O_7$, grado estándar primario, previamente secado por 2 horas a 103ºC en agua y enrasar a 1000 mL.
- Reactivo de ácido sulfúrico
  H_2SO_4 que contiene 23,5 g de sulfato de plata, Ag_2SO_4 por 4,09 kg de botella (Con agitación continua, el sulfato de plata podría disolverse en alrededor de 30 minutos).
- Estándar de sulfato ferroso amoniacal 0,250 N
  Disolver 98 g de $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2.6H_2O$ en agua destilada. Añadir 20,0 mL de H_2SO_4 concentrado, enfriar y diluir a 1 L. Esta solución debe estandarizarse contra la solución estándar de dicromato de potasio diariamente.

  Estandarización
  Diluir 25,0 mL de solución estándar de dicromato a cerca de 250 mL con agua destilada. Añadir 20 mL de ácido sulfúrico concentrado. Enfriar, y luego titular con sulfato ferroso amoniacal, utilizando 10 gotas de indicador ferroína.

$$\text{Normalidad} = \frac{[(\text{mL } K_2Cr_2O_7)(0{,}25)]}{[\text{mL } Fe(NH_4)_2(SO_4)_2]}$$

  - Sulfato de mercurio en polvo.
  - Solución indicadora de sulfato ferroso fenantrolina (ferroína)
    Disolver 1,48 g de 1-10-(orto) fenantrolina monohidratada, junto con 0,70 g de $FeSO_4.7H_2O$ en 100 mL de agua. Este indicador podría comprarse ya preparado.
  - Sulfato de plata en polvo
  - Ácido sulfúrico concentrado

c) Procedimiento:

- Pipetear una alícuota de 50 mL de la muestra que no exceda los 800 mg/L de DQO en un matraz erlenmeyer de 500 mL. Añadir $HgSO_4$ en relación de 10 mg por cada 1 mg de cloruro, basado en los mg de cloruro en la alícuota, y 5 mL de ácido sulfúrico concentrado. Agitar hasta que todo el sulfato de mercurio haya sido disuelto. Añadir 25,0 mL de $K_2Cr_2O_7$ 0,25 N. Con cuidado añadir 70 mL de solución de ácido sulfúrico-sulfato de plata y agitar suavemente hasta que la solución esté completamente mezclada. Deben ser añadidas perlas de vidrio a la mezcla en reflujo para prevenir las salpicaduras, que pueden ser dañinas y peligrosas.

  Precaución: La mezcla en reflujo debe ser completamente agitada antes de aplicar el calentamiento. Si esto no es hecho, el calentamiento ocurre en el fondo del matraz, y la mezcla podría salir fuera del condensador.

- Si están presentes en la muestra compuestos orgánicos volátiles, utilizar un condensador Allihn y añadir la solución de ácido sulfúrico-sulfato de plata a través del condensador, mientras se enfría el matraz, para reducir la pérdida por volatilización.
- Acoplar el matraz al condensador y reflujar la mezcla por 2 horas.

- Enfriar, y arrastrar del interior del condensador con 25 mL de agua destilada. Desconectar el condensador y lavar el matraz y el esmeril del condensador con 25 mL de agua destilada hasta que el volumen total sea 350 mL. Enfriar a temperatura ambiente.
- Titular con el estándar de sulfato ferroso amoniacal usando 10 gotas de ferroína como indicador. (Esta cantidad no debe variar para el blanco, la muestra y la estandarización.) El cambio de color es fuerte, virando de azul verdoso a marrón rojizo y debe tomarse como punto final a pesar que el color azul verdoso podría reaparecer dentro de unos minutos.
- Haga un blanco, utilizando 50 mL de agua destilada en lugar de la muestra, junto con todos los reactivos y su consecuente tratamiento.
- Para valores de DQO mayores de 800 mg/L, una alícuota menor de la muestra debe ser tomada; sin embargo, el volumen debe reajustarse a 50 mL con agua destilada, teniendo una concentración igual a la muestra.
- Corrección de cloruros:
  Preparar una curva de calibración de DQO versus mg/L de cloruro, usando soluciones de cloruro de sodio a diferentes concentraciones siguiendo exactamente el procedimiento arriba. El intervalo de cloruros, como mínimo debe ser de 4 000 a 20 000 mg/L de cloruros. Intervalos de menores o mayores concentraciones deben ser corridas según las necesidades de los datos, pero en ningún caso debe usarse la extrapolación.

d) Cálculos:

$$\text{mg/L DQO} = \frac{[(A - B)\,C \times 8000]}{\text{mL de muestra}} \times 1{,}2$$

Dónde:

A = mL de $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2$ gastados para el blanco
B = mL de $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2$ gastados para la muestra
C = Normalidad de $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2$
D = Corrección de cloruro de la curva
1,2 = Factor de compensación para dar cuenta de la medida de oxidación del cloruro que es distinto en sistemas que contienen material orgánico y no orgánico

3.3 Aplicación del programa de aseguramiento de la calidad

El aseguramiento de la calidad de los resultados se basa principalmente en los controles siguientes:

3.3.1 Calibración de los equipos e instrumentos

Los equipos e instrumentos de los métodos a implementar son calibrados en un Laboratorio acreditado con la Norma ISO/IEC 17025 en cumplimiento de la directriz SNA-acred-12D Criterio para la trazabilidad de las mediciones. En cumplimiento de la directriz el laboratorio cuenta con el Programas de calibración, verificación y mantenimiento de equipos (ver ejemplo anexo H) y Programa de calibración de instrumentos del laboratorio (ver ejemplo anexo I). Estos programas que forman parte del

sistema de calidad del laboratorio, han sido utilizados para los nuevos equipos e instrumentos de los métodos de ensayos de análisis de efluentes.

Cada instrumento y equipo tiene una ficha, donde se registra todo el historial del equipo o instrumento, como el número de serie, rango de exactitud, fecha de calibración, verificación y mantenimiento y todo lo necesario para identificar al equipo o instrumento. Para los nuevos equipos e instrumentos se utilizó el formato existente del laboratorio, según se puede observar en el anexo J.

3.3.2 Aseguramiento de la calidad en la ejecución de los análisis

Los controles para asegurar el buen desarrollo del método de ensayo están basados en los principios indicados en los métodos estándar.

a. **Blanco del método**.- Se recomienda utilizar un blanco del método, en los métodos de análisis químico. Un blanco no contiene el analito a analizar, pero sigue toda la marcha química.

b. **Recuperación de adiciones conocidas**.- La recuperación se refiere a la capacidad del método de determinar todo el analito de interés contenido en una muestra. Consiste en adicionar a la muestra una cantidad conocida del analito de interés y evaluar cuanto de este analito adicionado se ha recuperado. Con este procedimiento se puede verificar los efectos de matriz. En los casos en que no sea posible aplicar duplicados, se debe realizar una recuperación de adiciones conocidas para el 10 % de las muestras

c. **Análisis de duplicados**.- Cuando la mayoría de la muestras poseen índices medibles del componente en la fase de determinación se deben hacer duplicados para evaluar la precisión. Se recomienda analizar el 5 % o más de las muestras en duplicados.

d. **Análisis de estándares**.- Los estándares de suministro externo debe analizarse en los casos en el que análisis de adiciones conocidas no produce recuperaciones aceptables. Se puede utilizar estándares de control interno con una concentración entre 5 y 50 veces el LDM o próxima a los niveles ambientales de muestra, en función de cual sea mayor.

El laboratorio cuenta con una lista de material de referencia de los métodos ambientales, como se indicó anteriormente y que se muestra en el anexo K.

La participación en programas de aptitud es un requisito indispensable para solicitar la acreditación de los métodos de ensayo.

De acuerdo a la directriz de Criterios para la participación de ensayos de aptitud/comparaciones interlaboratorios SNA-acr-13D se señala: “Para los laboratorios que solicitan por primera vez la acreditación, se requerirá que presenten registros de su participación satisfactoria en por lo menos un ensayo de aptitud en cada disciplina. La fecha de emisión del informe de esta participación, no debe ser mayor a dos (02) años al momento de solicitar la acreditación”, tal como se indica en la directriz SNA-acr-13D mencionada.

En cumplimiento de esta directriz el laboratorio ha participado en pruebas de aptitud con el INDECOPI. En el anexo M se muestran los resultados del comparativo interlaboratorio denominado "Medición de conductividad electrolítica y pH en matriz acuosa". En este interlaboratorio donde se evalúa estadísticamente la competencia de los laboratorios; el laboratorio de Refinería Talara ha demostrado competencia satisfactoria para la ejecución del ensayo de pH en la matriz acuosa. Esta participación es suficiente para solicitar la acreditación de toda la matriz acuosa.

De acuerdo con el requisito 5.9 de la directriz para la acreditación de laboratorios de ensayo y calibración, el laboratorio debe tener un programa para el aseguramiento de resultados y aplicar como mínimo 02 formas de control de calidad para cada método de ensayo, (ver bibliografía Nº 11). En cumplimiento de esta directriz se elaboró el programa de aseguramiento de la calidad de los métodos de análisis de efluentes tomando como mínimo 02 formas de aseguramiento de la calidad tales como duplicados, análisis de blancos, análisis de estándar, etc.; esto dependiendo del método de ensayo, tal como se muestra en el anexo N, elaborado por la autora.

A pesar que realicemos los ensayos con el mayor cuidado, siempre existen factores que influyen en la exactitud del resultado; se dice que el resultado que reportamos se encuentra en un rango de probabilidad; por ello es necesario estimar la incertidumbre de los resultados; de acuerdo a la NTP ISO/IEC 17025 se debe reportar cada resultado con su estimación de la incertidumbre. En el anexo O**,** se muestra como ejemplo una hoja de cálculo de incertidumbre del método de pH.

3.4 Monitoreo del personal en la ejecución del método

La competencia del personal es una de los criterios más importantes para asegurar la calidad de los resultados en los métodos de ensayo.

El personal competente se capta desde el inicio del ingreso a la empresa, realizando una buena selección del personal. La descripción de puesto contiene todos los requisitos que debe tener un personal nuevo para ser seleccionado en el puesto de analista ambiental.

La descripción de puesto se elaboró tomando en cuenta el perfil que debe tener un postulante para asumir el puesto de analista ambiental, sus conocimientos, experiencia, habilidades y destrezas, así como los valores que debe poseer para cumplir eficientemente su función dentro de la empresa. En el anexo P, se detalla la descripción de puesto del analista ambiental.

Cuando el personal ya se encuentra laborando se deben identificar las necesidades de capacitación del personal, como se muestra en el anexo Q. Estas necesidades pueden ser de conocimientos, habilidades o destrezas. El jefe de laboratorio debe identificar correctamente estas necesidades y programar cursos o entrenamientos que lleven al analista a superar estas deficiencias. En base a estas necesidades de capacitación se programan los cursos de capacitación del personal del laboratorio durante el año. Las capacitaciones o entrenamientos son personalizados y cada uno debe cumplir ciertos objetivos que deben evaluarse. En el anexo R se muestra el programa de capacitación que forma parte del sistema de calidad del laboratorio y ha sido adaptado según las nuevas necesidades para estos nuevos métodos de ensayo.

Los cursos se dictan durante el año al personal seleccionado, y se evalúa si se ha cumplido con los objetivos del curso utilizando el registro: Medición de la eficacia de la capacitación. En el anexo S se muestra el registro de medición de la eficacia, donde se evalúan si se han cumplido las actividades y resultados planificados. Este registro forma parte del sistema de calidad del laboratorio.

Después de realizar el entrenamiento y capacitación, antes de que el analista realice los ensayos en forma oficial se le evalúa su competencia a través de pruebas comparativas intralaboratorio. Los resultados del intralaboratorio determinarán la veracidad y precisión del analista. El laboratorio usa el software Minitab para la evaluación de datos estadísticos.

Si los resultados son conformes el analista es autorizado para ejecutar dicho método de ensayo. A continuación se muestran 02 ejemplos de evaluación estadística para dar la autorización del personal en la ejecución de los métodos de ensayo de pH y aceites y grasas, Tabla 6 y
Tabla 7.

Tabla 6. Autorización de personal. Evaluación estadística de resultados pH

Método de ensayo:	SM 4500-H+
Muestra de control:	MC-SM4500H-170314
Participantes:	- Analista A
	- Analista B
	- Analista C
	- Analista D
	- Analista E

1. Recolección de datos

	Analistas				
	Analista A	**Analista B**	**Analista C**	**Analista D**	**Analista E**
	7,78	7,79	7,78	7,78	7,77
	7,77	7,78	7,77	7,77	7,77
	7,79	7,77	7,78	7,78	7,77
	7,79	7,78	7,77	7,78	7,78
	7,79	7,79	7,79	7,79	7,78
Promedio	7,784	7,782	7,778	7,780	7,774
Valor máximo	7,790	7,790	7,790	7,790	7,780
Valor mínimo	7,770	7,770	7,770	7,770	7,770
Diferencia	0,0200	0,0200	0,0200	0,0200	0,0100
r (pH)	0,0217	0,0217	0,0217	0,0217	0,0217

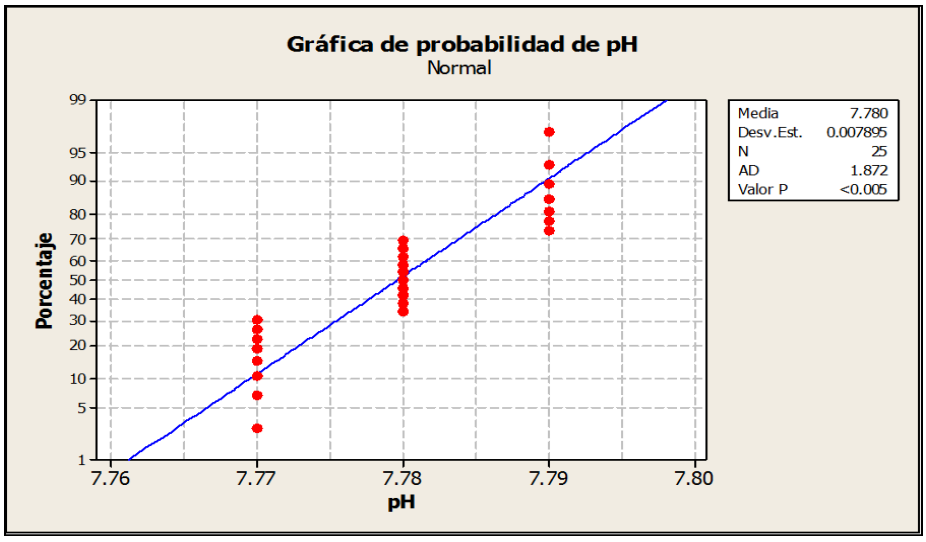
Continúa …

Conclusión	Cumple	Cumple	Cumple	Cumple	Cumple
Promedio total	7,780				
Valor máximo total	7,790				
Valor mínimo total	7,770				
Diferencia total	0,0200				
R (pH)	0,0222				
Conclusión	Cumple				

Conclusión:
Los resultados de pH obtenidos de la muestra de control MC-SM4500H-170314 se encuentran dentro del valor de repetibilidad y reproducibilidad del ensayo.

2. Prueba de Normalidad de los resultados - usando software MINITAB

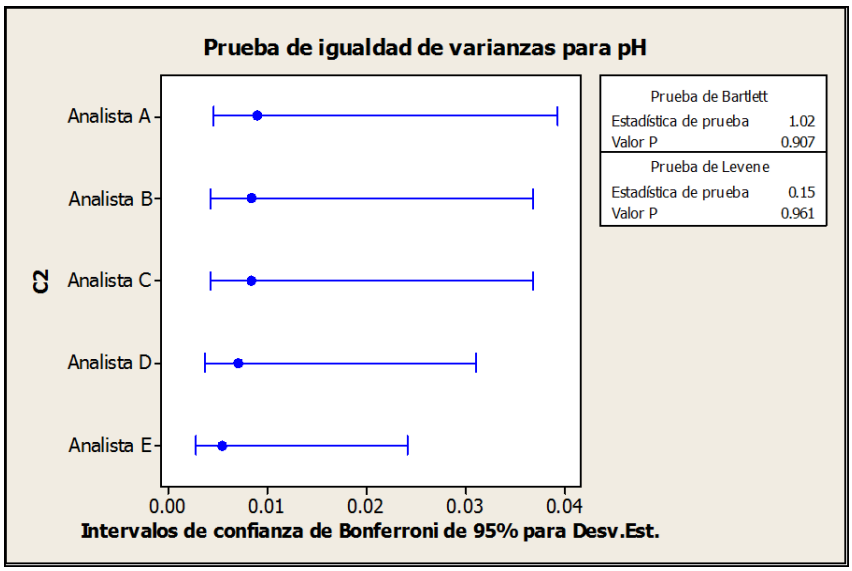
Se usó la aplicación de prueba de normalidad - Test de Ryan - Joiner (Similar a Shapiro - Wilk) del software Minitab, para verificar las normalidad de los datos.



Conclusión:
Como el $\alpha = 0.05$ es mayor que el P-valor (< 0.005), los resultados de pH obtenidos no se ajustan a una distribución normal. En este caso se debe usar estadística no paramétrica.

3. Prueba de homogeneidad de varianzas - Usando software Minitab

Se usó la aplicación de igualdad de varianzas - Prueba de Levene del software Minitab.



Conclusión:
Como α (0,05) es < P-valor (0,961); se concluye que las varianzas entre analistas son homogéneas; por lo tanto no hay variabilidad en los resultados.

4. Prueba de igualdad de medianas - Usando software Minitab

Se usó la aplicación de igualdad de medianas- Prueba de Kruskal Wallis del software Minitab.

Prueba de Kruskal-Wallis en pH

C2	N	Mediana	Clasificación del promedio	Z
Analista A	5	7.790	16.8	1.29
Analista B	5	7.780	15.1	0.71
Analista C	5	7.780	11.6	-0.48
Analista D	5	7.780	13.4	0.14
Analista E	5	7.770	8.1	-1.66
General	25		13.0	

H = 4.15 GL = 4 P = 0.386

Conclusión:
Como α (0,05) es < P-valor (0,386); se concluye que las medianas entre los analistas no tienen diferencia significativa.

5. Análisis de la varianza - Anova para evaluar comparabilidad de los resultados

Análisis de varianza de un factor - Usando software Minitab.

ANOVA unidireccional: pH vs. Analista

Fuente	GL	SC	MC	F	P
C2	4	0.0002960	0.0000740	1.23	0.328
Error	20	0.0012000	0.0000600		
Total	24	0.0014960			

S = 0.007746 R-cuad. = 19.79% R-cuad.(ajustado) = 3.74%

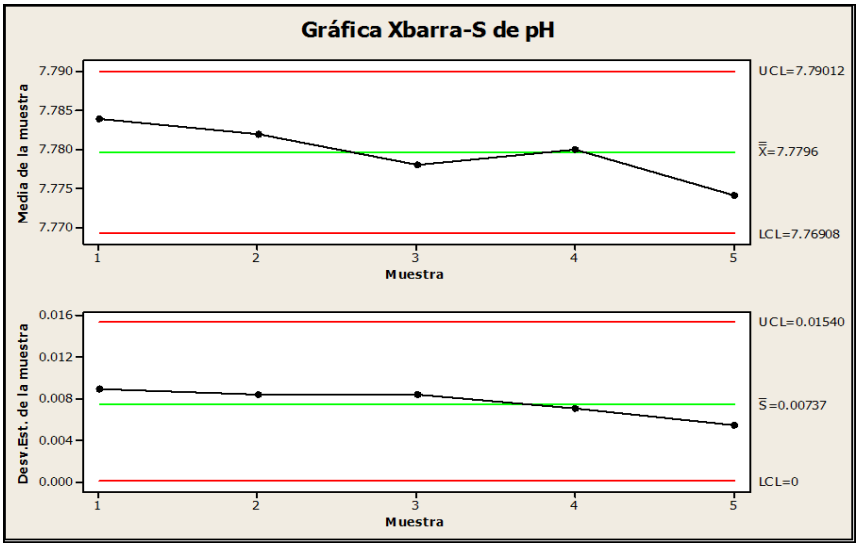
ICs de 95% individuales para la media basados en Desv.Est. agrupada

Nivel	N	Media	Desv.Est.	-----+---------+---------+---------+----
Analista A	5	7.78400	0.00894	(---------*---------)
Analista B	5	7.78200	0.00837	(---------*---------)
Analista C	5	7.77800	0.00837	(---------*---------)
Analista D	5	7.78000	0.00707	(---------*---------)
Analista E	5	7.77400	0.00548	(---------*---------)

-----+---------+---------+---------+----

Conclusión:
Como α (0,05) es < P-valor (0,328) se concluye que no existe diferencia significativa entre los analistas y los datos son consistentes.

5. Gráfica de control de los resultados obtenidos



Conclusión:
Los resultados obtenidos se encuentran dentro de los límites superior e inferior, en promedio y rango.

6. Conclusiones/Recomendaciones

De acuerdo a los resultados obtenidos de la muestra de control **MC-SM4500H-170314 y** evidenciando comparabilidad de los resultados; se procede a AUTORIZAR en este método de ensayo al siguiente personal:

- Laboratorista A
- Laboratorista B
- Laboratorista C
- Laboratorista D
- Laboratorista E

Elaborado por:	Aprobado por:

Fuente: Elaboración propia

Tabla 7. Autorización de personal. Evaluación estadística de resultados aceites y grasas

Método de ensayo:	EPA 1664
Muestra de control:	MC-EPA1664-251113
Participantes:	- Analista A
	- Analista B
	- Analista C
	- Analista D
	- Analista E

1. Recolección de datos

	Analistas				
	Analista A	**Analista B**	**Analista C**	**Analista D**	**Analista E**
	19,5	19,6	19,4	19,5	19,8
	19,7	19,3	19,7	19,3	19,9
	19,6	19,4	19,6	19,4	19,4
	19,3	19,8	19,3	19,6	19,9
	19,3	19,8	19,4	19,7	19,9
Promedio	19,48	19,58	19,48	19,50	19,78
Valor máximo	19,70	19,80	19,70	19,70	19,90
Valor mínimo	19,30	19,30	19,30	19,30	19,40
Diferencia	0,40	0,50	0,40	0,40	0,50
r (pH)	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50

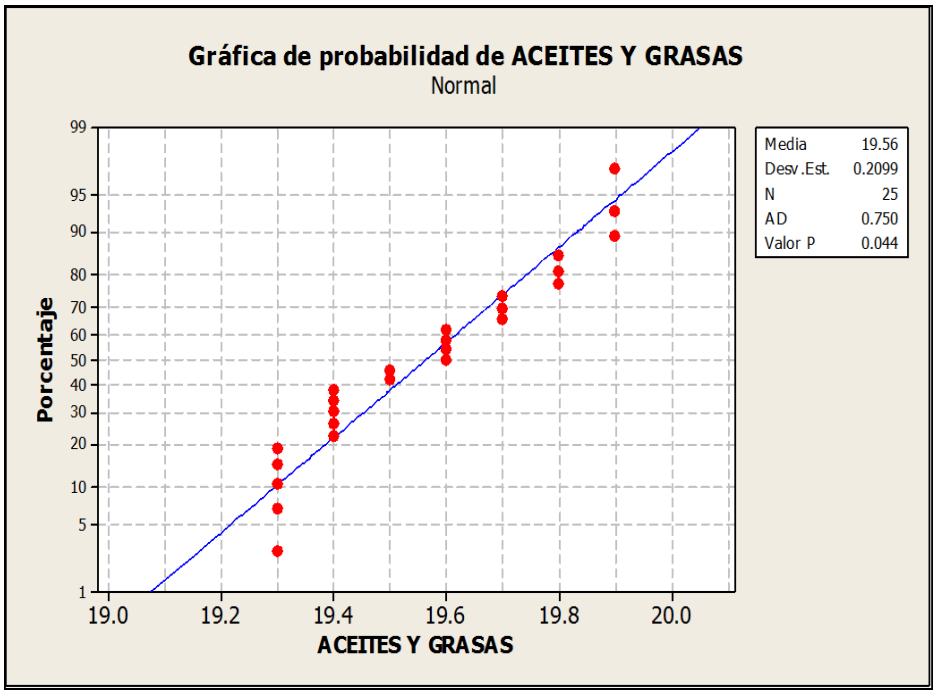
Continúa …

Conclusión	Cumple	Cumple	Cumple	Cumple	Cumple
Promedio total	19,56				
Valor máximo total	19,90				
Valor mínimo total	19,30				
Diferencia total	0,60				
R (pH)	0,60				
Conclusión	Cumple				

Conclusión**:**
Los resultados de aceites y grasas obtenidos de la muestra de control MC-EPA1664-251113 se encuentran dentro del valor de repetitividad y reproducibilidad del ensayo.

2. Prueba de Normalidad de los resultados - Usando Software MINITAB

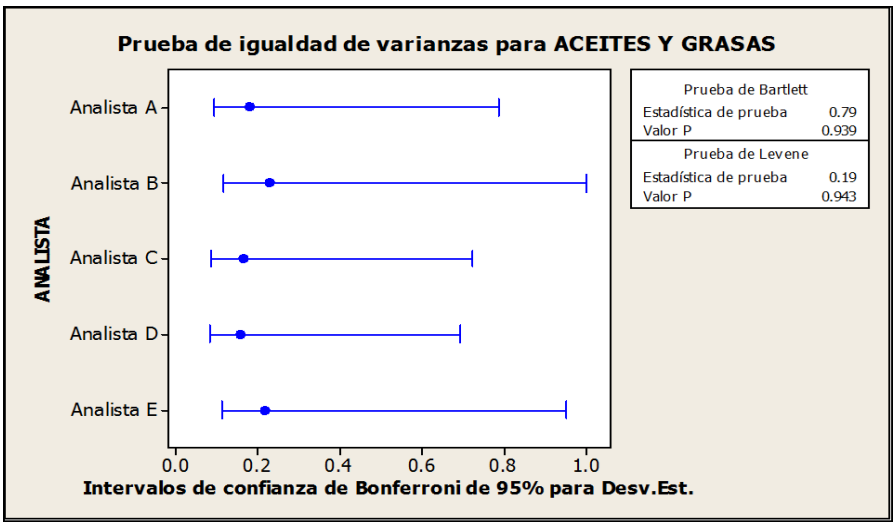
Se usó la aplicación de prueba de normalidad - Test de Ryan - Joiner (Similar a Shapiro - Wilk) del software Minitab, para verificar las Normalidad de los datos.



Conclusión**:**
Como el α = 0.05 es mayor que el P-valor (0,044), los resultados de aceites y grasas obtenidos no se ajustan a una distribución normal. En este caso se debe usar estadística no paramétrica.

3. Prueba de homogeneidad de varianzas - Usando software Minitab

Se usó la aplicación de igualdad de varianzas - Prueba de Levene del software Minitab.



Conclusión:
Como α (0,05) es < P-valor (0,943); se concluye que las varianzas entre analistas son homogéneas; por lo tanto no hay variabilidad en los resultados.

4. Prueba de igualdad de medianas - Usando software Minitab

Se usó la aplicación de igualdad de medianas- Prueba de Kruskal Wallis del software Minitab.

Prueba de Kruskal-Wallis: ACEITES Y GRASAS vs. ANALISTA

Prueba de Kruskal-Wallis en ACEITES Y GRASAS

ANALISTA	N	Mediana	Clasificación del promedio	Z
Analista A	5	19.50	10.0	-1.02
Analista B	5	19.60	13.5	0.17
Analista C	5	19.40	10.3	-0.92
Analista D	5	19.50	11.0	-0.68
Analista E	5	19.90	20.2	2.45
General	25		13.0	

H = 6.68 GL = 4 P = 0.154
H = 6.85 GL = 4 P = 0.144 (ajustados para los vínculos)

Conclusión**:** Como α (0,05) es < P-valor (0,154); se concluye que las medianas entre los analistas no tienen diferencia significativa.

5. Análisis de la varianza - Anova para evaluar comparabilidad de los resultados

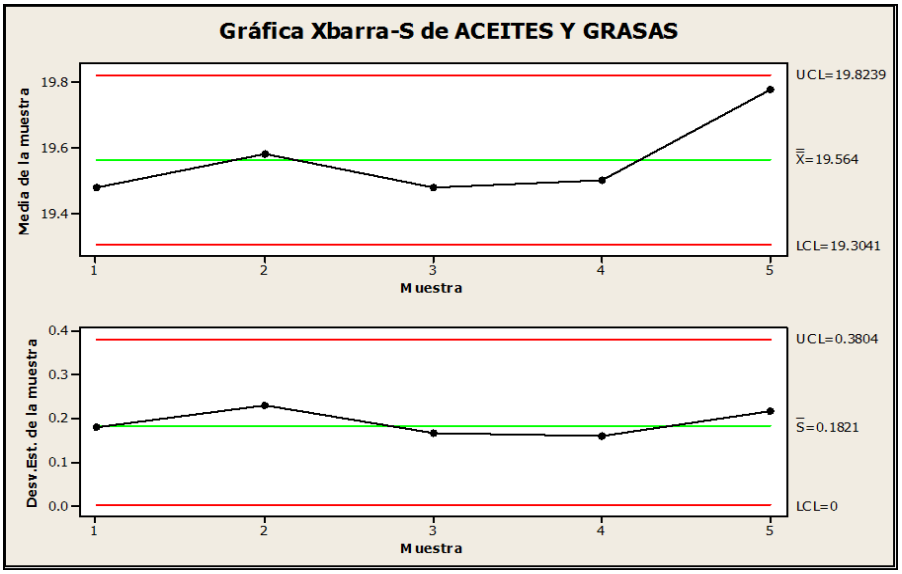
Análisis de varianza de un factor - Usando software Minitab

ANOVA unidireccional: ACEITES Y GRASAS vs. ANALISTA

```
Fuente    GL      SC      MC     F      P
ANALISTA   4  0.3256  0.0814  2.22  0.103
Error     20  0.7320  0.0366
Total     24  1.0576

S = 0.1913   R-cuad. = 30.79%   R-cuad.(ajustado) = 16.94%


                                ICs de 95% individuales para la media
                                basados en Desv.Est. agrupada
Nivel       N   Media  Desv.Est.  -----+---------+---------+---------+----
Analista A  5  19.480      0.179  (--------*--------)
Analista B  5  19.580      0.228       (--------*--------)
Analista C  5  19.480      0.164  (--------*--------)
Analista D  5  19.500      0.158   (--------*--------)
Analista E  5  19.780      0.217                (--------*--------)
                                -----+---------+---------+---------+----
                                  19.40     19.60     19.80     20.00

Desv.Est. agrupada = 0.191
```

Conclusión**:**
Como α (0,05) < P-valor (0,103) se concluye que no existe diferencia significativa entre los analistas y los datos son consistentes.

5. Gráfica de Control de los resultados obtenidos



Conclusión**:**
Los resultados obtenidos se encuentran dentro de los límites superior e inferior, en promedio y rango.

6. Conclusiones/Recomendaciones

De acuerdo a los resultados obtenidos de la muestra de control **MC-EPA1664-251113 y** evidenciando comparabilidad de los resultados; se procede a AUTORIZAR en este método de ensayo al siguiente personal:

- Laboratorista A
- Laboratorista B
- Laboratorista C
- Laboratorista D
- Laboratorista E

Elaborado por:	Aprobado por:

Fuente: Elaboración propia

Todo el historial del analista, sus evaluaciones y autorizaciones se consignan en el **anexo T**: Ficha de personal.

Para garantizar que el personal mantiene su competencia se realiza el monitoreo del personal en forma semestral utilizando el registro de Monitoreo del personal del laboratorio, (ver **anexo U**).

Todo el historial del analista, sus evaluaciones y autorizaciones se consignan en el anexo T: Ficha de personal, que forma parte del sistema de calidad del laboratorio.

Para garantizar que el personal mantiene su competencia se realiza el monitoreo del personal en forma semestral utilizando el registro de monitoreo del personal del laboratorio. Este monitoreo tiene por objetivo verificar que el analista cumple con los requisitos del método y se realizan por cada método de ensayo, se evalúa conocimiento y habilidad para desarrollar el método. En el anexo U se muestra el registro de monitoreo de personal, cuyo formato forma parte del sistema de calidad del laboratorio y que fue adaptado para cada método de ensayo de análisis de efluentes.

Capítulo 4

Resultados del monitoreo

4.1 Resultados de la aplicación de los métodos de monitoreo de efluentes

Una vez implementados los métodos de análisis de efluentes propuestos se realizaron ensayos en todos los puntos de vertimiento de efluentes de la refinería Talara, señalados en señalados en el capítulo 3 en la tabla 4.

Pero como estos resultados son confidenciales sólo se muestran los resultados de uno de los puntos. A modo de ejemplo se muestran los resultados del vertimiento desagüe aceitoso.

4.1.1 Resultados de los ensayos de temperatura

Estos resultados representan el monitoreo del efluente desagüe aceitoso entre los meses de junio 2013 a junio 2014.

Para el caso de efluentes de acuerdo al D.S 037-2008-PCM se debe reportar en incremento de temperatura y éste no debe ser mayor de 3 °C. Para obtener esta diferencia de temperatura el resultado se debe comparar con la temperatura de una muestra tomada en el borde de una zona de mezcla científicamente establecida que toma en cuenta la calidad del agua ambiente, el uso del agua, los receptores potenciales y la capacidad de asimilación y que, en este caso concreto, se establece en 100 m. (Ver bibliografía N° 3).

Como laboratorio nosotros reportamos la temperatura tomada en el efluente y el área de Desarrollo sostenible solicita el otro dato a la Marina de Guerra del Perú, quien realiza un monitoreo diario de la temperatura de mar, para hacer los cálculos y el reporte correspondiente.

Se observa que en la mayoría de datos reportados superan los 30 °C, a excepción del mes de enero 2014. Teniendo como referencia datos del agua de mar a 100 metros entre 18 ºC y 22 ºC (datos referenciados de la Marina de Guerra del Perú). Esto indicaría que hay un incremento de temperatura mayor de 3 ºC, incumpliéndose con el D.S 037-2008-PCM.

Tabla 8. Temperatura

Fecha	Temperatura, ºC
Junio 2013	31,4
Julio 2013	32,8
Agosto 2013	34,8
Setiembre 2013	31,0
Octubre 2013	36,6
Noviembre 2013	29,2
Diciembre 2013	31,9
Enero 2014	26,4
Febrero 2014	36,5
Marzo 2014	31,2
Abril 2014	37,5
Mayo 2014	38,2
Junio 2014	39,2

Fuente: Elaboración propia

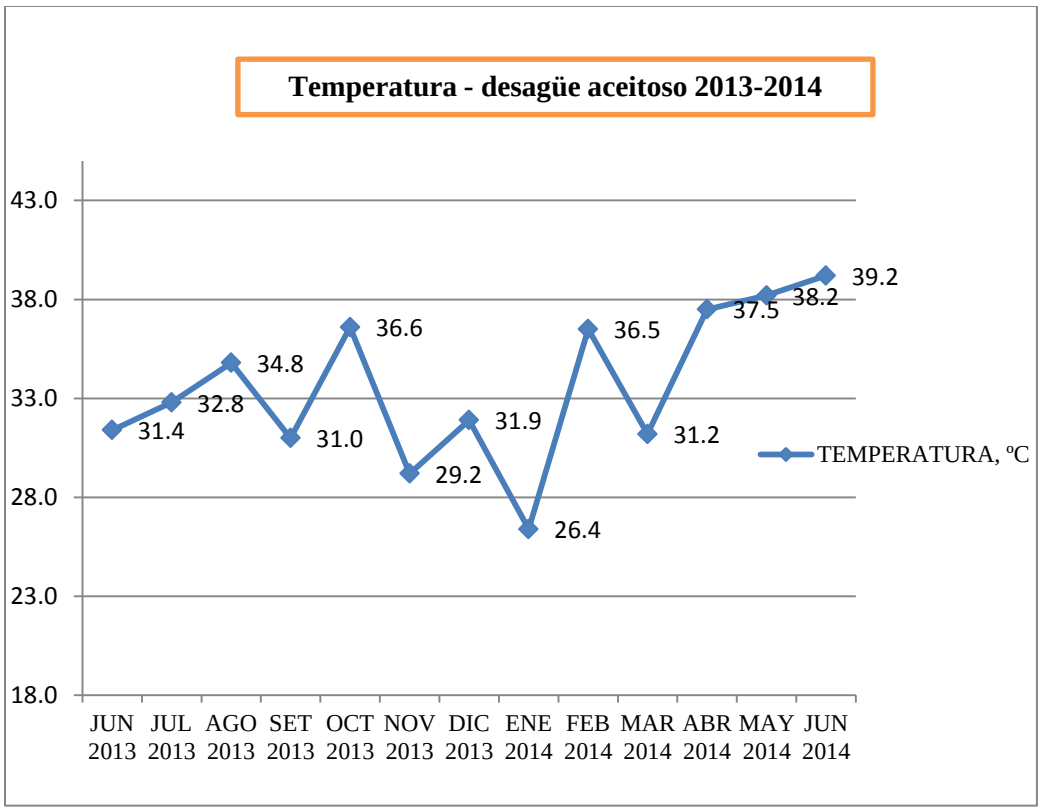


Figura 6. Temperatura – desagüe aceitoso 2013 – 2014.
Fuente: Elaboración propia.

Los valores de temperatura del desagüe aceitoso se encuentran por encima de de los 30 °C, afectando el ecosistema marino. Los datos fueron obtenidos de los monitoreos que realizó el laboratorio, entre los meses de Junio 2013 y Junio 2014.

4.1.2 Resultados de los ensayos de pH

Estos resultados representan el monitoreo del efluente desagüe aceitoso entre los meses de Junio 2013 a Junio 2014.

Tabla 9. pH

Fecha	pH	LMPS	LMPI
Junio 2013	7,78	9	6
Julio 2013	7,82	9	6
Agosto 2013	8,98	9	6
Setiembre 2013	8,01	9	6
Octubre 2013	7,38	9	6
Noviembre 2013	7,72	9	6
Diciembre 2013	7,74	9	6
Enero 2014	7,58	9	6
Febrero 2014	8,07	9	6
Marzo 2014	7,75	9	6
Abril 2014	9,06	9	6
Mayo 2014	7,96	9	6
Junio 2014	7,93	9	6

Fuente: Elaboración propia

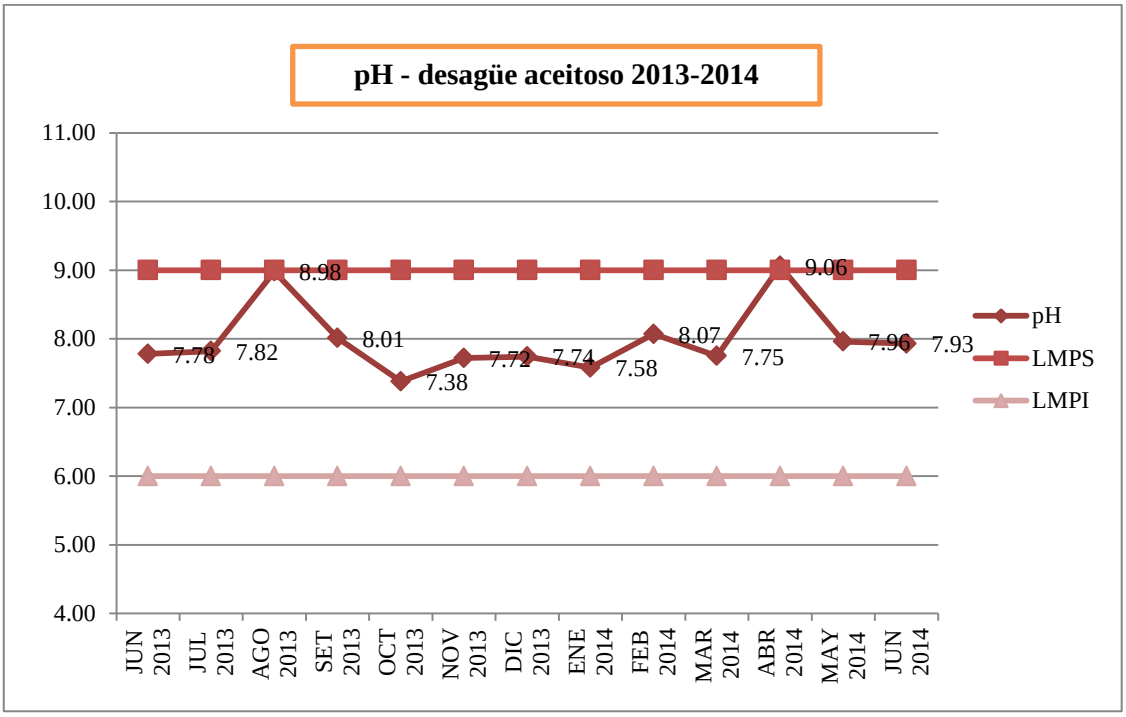


Figura 7. pH– desagüe aceitoso 2013 - 2014
Fuente: Elaboración propia:

El nivel de pH en el vertimiento desagüe aceitoso se encuentra dentro del LMP (6-9) a excepción de un valor reportado en el mes de Abril 2014 (9,06 de pH)

4.1.3 Resultados de los ensayos de sulfuros

Estos resultados representan el monitoreo del efluente desagüe aceitoso entre los meses de Junio 2013 a Junio 2014.

Tabla 10. Sulfuros

Fecha	Sulfuros (mg/L)	LMP, (mg/L)
Junio 2013	5,12	1
Julio 2013	4,06	1
Agosto 2013	7,08	1
Setiembre 2013	29,31	1
Octubre 2013	0,16	1
Noviembre 2013	0,11	1
Diciembre 2013	0,26	1
Enero 2014	0,72	1
Febrero 2014	6,35	1
Marzo 2014	12,07	1
Abril 2014	12,74	1
Mayo 2014	2,20	1
Junio 2014	7,82	1

Fuente: Elaboración propia

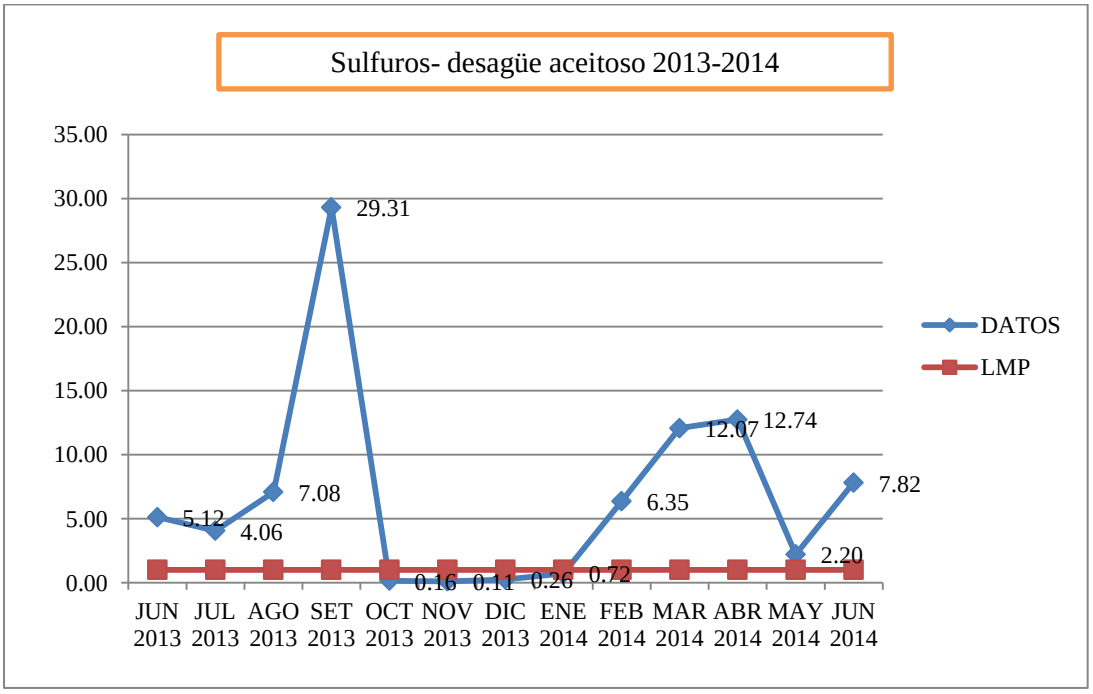


Figura 8. Sulfuros - desagüe aceitoso 2013 - 2014
Fuente: Elaboración propia.

Los valores de sulfuros están en promedio por encima del LMP de 1 mg/L, afectando el ecosistema marino.

4.1.4 Resultados de los ensayos de aceites y grasas

Estos resultados representan el monitoreo del efluente desagüe aceitoso entre los meses de junio 2013 a junio 2014.

Tabla 11. Aceites y grasas

Fecha	Aceites y grasa (mg/L)	LMP, (mg/L)
Junio 2013	12,3	20
Julio 2013	13,0	20
Agosto 2013	16,6	20
Setiembre 2013	13,5	20
Octubre 2013	12,7	20
Noviembre 2013	38,4	20
Diciembre 2013	16,3	20
Enero 2014	68,2	20
Febrero 2014	38,8	20
Marzo 2014	24,3	20
Abril 2014	23,4	20
Mayo 2014	<0,5	20
Junio 2014	26,1	20

Fuente: Elaboración propia

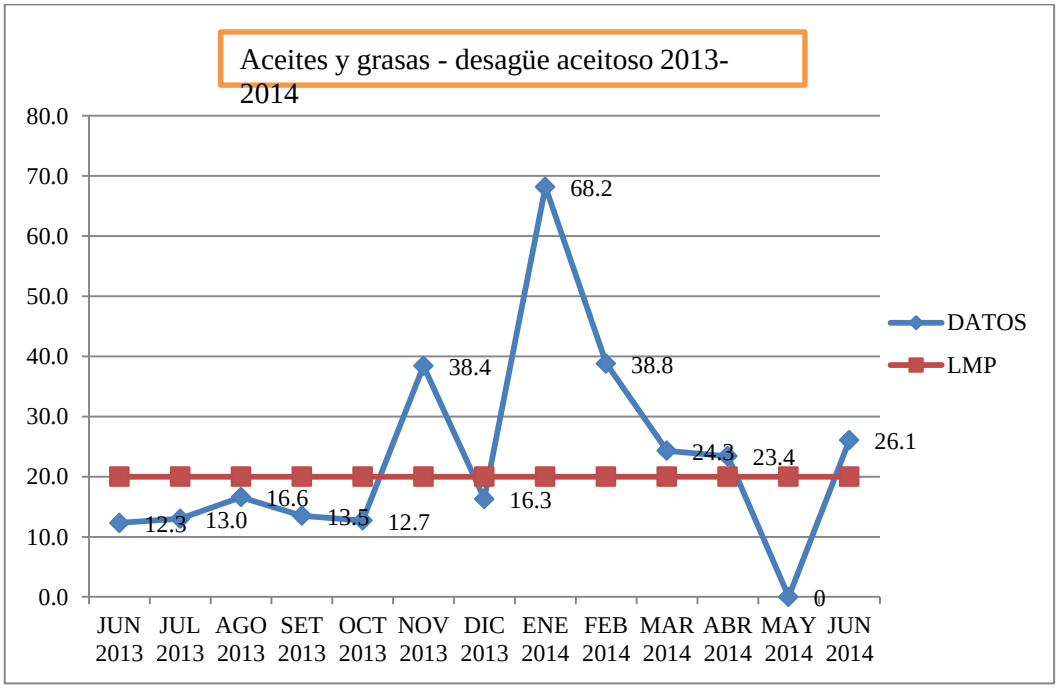


Figura 9. Aceites y grasas - desagüe aceitoso 2013 - 2014
Fuente: Elaboración propia

Los valores de aceites y grasas están en promedio por encima del LMP de 20 mg/L, afectando el ecosistema marino.

4.1.5 Resultados de demanda química de oxígeno

Estos resultados representan el monitoreo del efluente desagüe aceitoso entre los meses de junio 2013 a junio 2014.

Tabla 12. Demanda química de oxígeno

Fecha	DQO (mg/L)	LMP
Junio 2013	30	250
Julio 2013	204	250
Agosto 2013	346	250
Setiembre 2013	254	250
Octubre 2013	182	250
Noviembre 2013	311	250
Diciembre 2013	210	250
Enero 2014	488	250
Febrero 2014	468	250
Marzo 2014	391	250
Abril 2014	441	250
Mayo 2014	922	250
Junio 2014	451	250

Fuente: Elaboración propia

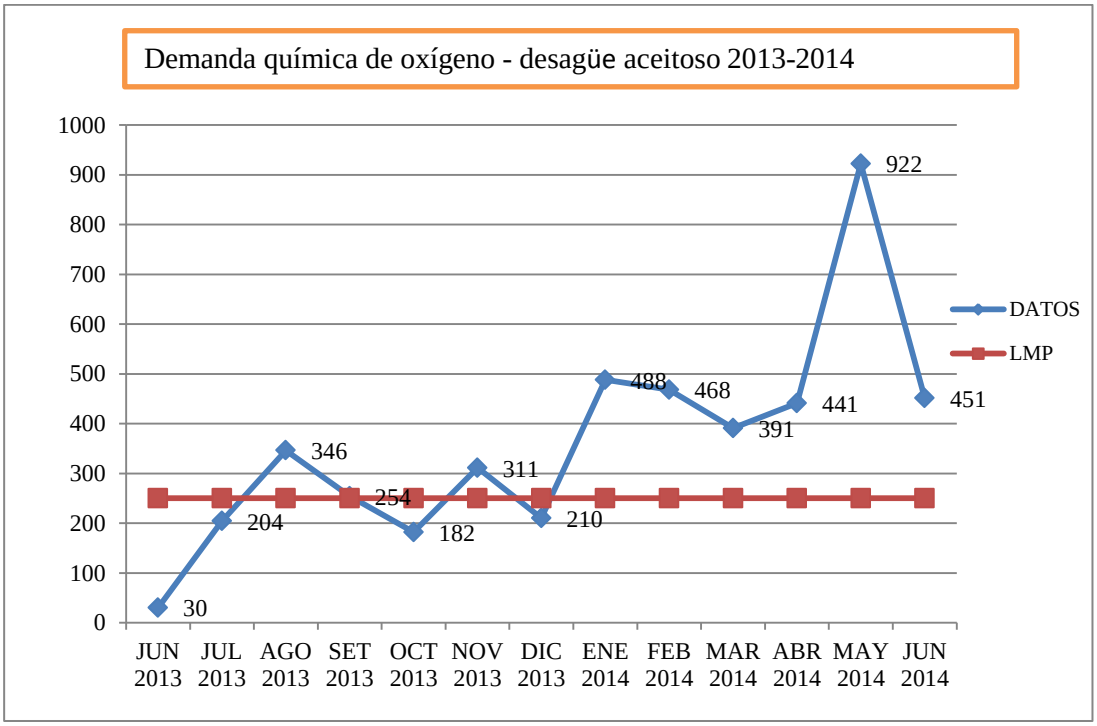


Figura 10. Demanda química de oxígeno - desagüe aceitoso 2013 - 2014
Fuente: Elaboración propia

Los valores de demanda química de oxígeno están por encima del LMP de 250 mg/L, afectando el ecosistema marino.

4.2 Evaluación de los resultados

- Se observa que durante los meses junio 2013 a junio 2014 los valores de pH en el efluente desagüe aceitoso fluctúan entre 7,38 y 9,06. Superándose solo límite máximo permisible en el mes de abril 2014 (9,06 vs. 9,0). Los valores en su mayoría se han mantenido dentro de los LMP. Esto garantiza la conservación de la flora y fauna marina, ya que estas especies tienen un habitad que debe mantenerse en su estado natural.
- Durante los meses de junio 2013 a junio 2014 los valores de sulfuros del desagüe aceitoso fluctúan entre 0,11- 29,31 mg/L; siendo el límite máximo permisible de 1 mg/L. El pico más alto se observó en el mes de setiembre 2013 con 29,31 mg/L. Esto se debe a que no hay un buen despojamiento de agua contaminada, ya que el sistema es muy antiguo. Mantener niveles altos de sulfuros pueden producir daños a los peces y olores desagradables en el ambiente.

  Actualmente los niveles de sulfuros no pueden reducirse, sin embargo, con el Proyecto de modernización de Refinería Talara se tiene previsto la construcción de nuevas unidades que reducirán los niveles de azufre en los combustibles, como son las unidades de hidrotratamiento de naftas, hidrotratamiento de diesel e hidrodesulfurización de nafta craqueada. Con estas nuevas unidades se reducirán los niveles de azufre y consecuentemente también los sulfuros. El Proyecto ya está en marcha.
- Durante los meses de junio 2013 a junio 2014 los valores de aceites y grasas del desagüe aceitoso fluctúan entre 0,5- 68,2 mg/L; siendo el límite máximo permisible de 20 mg/L. El pico más alto se observó en el mes de enero 2014 con 68,2 mg/L. El problema de mantener niveles altos de aceites y grasas en el cuerpo receptor es que se forman películas en la superficie del agua que reducen la aireación y penetración de la luz solar dificultando el proceso de fotosíntesis y ciclo de vida acuática marina.

  Para evitar que los aceites y grasas sean vertidos al cuerpo receptor (Bahía de Talara), los residuos líquidos de los procesos de refinación pasan previamente por los separadores API (*American Petroleum Institute*) y CPI (*Corrugated Plate interceptor*). Estos son dispositivos gravimétricos que por diferencia de densidad separan el aceite del agua, el cual es retirado y reincorporado nuevamente al proceso de refinación, vertiéndose al mar sólo efluentes con un mínimo nivel de aceites y grasas, que cumplan el LMP.

  Se presentan altas concentraciones de aceites y grasas cuando no se controla adecuadamente el nivel del aceite en los separadores y cuando no se realiza el mantenimiento preventivo diario de los separadores. Esta recomendación fue hecha al área correspondiente.
- Durante los meses de junio 2013 a junio 2014 los valores de demanda química de oxígeno del efluente desagüe aceitoso fluctúan entre 30 y 922 mg/L; siendo el límite máximo permisible de 250 mg/L. El pico más alto se observó en el mes de mayo 2014 con 922 mg/L.
- A nivel general se observa que los valores monitoreados se encuentran fuera de los LMP y la empresa es consciente de esto. Por ello se ha considerado en el Proyecto de modernización de refinería Talara un sistema de tratamiento de los efluentes que incluye las siguientes instalaciones:

  a) Balsa de regulación y tormenta, con una capacidad de 5000 m^3

b) Sistema primario de separación agua/aceite; será diseñada para eliminar aceite y grasa y sólidos suspendidos de las corrientes de alimentación, usando un proceso físico para su separación. Se realiza mediante separadores API.
c) Balsa de homogeneización; La balsa de homogeneización tiene como objetivo amortiguar los cambios bruscos en las condiciones de las corrientes, facilitando la operación en estado estacionario de los sistemas aguas abajo. Por esta razón, está ubicada antes del DAF (Flotación por aire disuelto) y del tratamiento biológico. Deberá estar equipada con sistemas de agitación para garantizar la mezcla completa del contenido.
d) Sistema de separación agua/aceite/sólidos; Este sistema permitirá obtener un efluente con mejor calidad. El tratamiento consta de: ajuste de pH, dosificación de químicos (coagulante y floculante) y unidades DAF (Flotación por aire disuelto).
e) Sistema de tratamiento biológico; para cumplir con los niveles permitidos de DQO (demanda química de oxígeno) en el efluente tratado, se requiere que la corriente proveniente del sistema secundario sea tratada en un sistema de tratamiento biológico.
f) Disposición del efluente tratado; el efluente final será conducido al mar mediante bombeo al que se une el efluente sanitario evacuándose mediante un emisario independiente.
g) Sistema de tratamiento de lodos biológicos y aceitosos; los lodos biológicos y aceitosos serán tratados independientemente, a fin de reducir su volumen y contenido de agua y darles una utilización final adecuada.

4.3 Auditoria interna

Según la directriz para la acreditación de laboratorios de ensayo y calibración SNA-acr-06D, las auditorías internas se deben llevar a cabo por lo menos una vez al año y deben abarcar todas las áreas y requerimientos de la Norma ISO/IEC 17025.

En cumplimiento de la directriz el laboratorio elabora su programa de auditoría interna donde incluye todas las áreas y requerimientos de la Norma ISO/IEC 17025. En el anexo V se muestra un programa de auditoria donde se indica la fecha y las áreas a auditar, este programa es firmado por el representante de la alta dirección. Este registro forma parte del sistema de calidad del laboratorio.

Uno de las aclaraciones de la directriz con respecto a los auditores internos es acerca de los requisitos que deben tener los cuales abarcan haber llevado un curso de interpretación de la Norma ISO/IEC 17025, un curso aprobado de auditores, haber cumplido una etapa de entrenamiento y el contar con experiencia auditando todos los requisitos de la Norma.

Este requisito implica que para realizar la pre auditoría se deba contratar personal externo, que podría ser personal del Servicio nacional de acreditación, ya que en el Laboratorio no se cuenta con personal que cumpla estos requerimientos.

Durante la auditoría se sigue un plan de auditoria, donde se indican la fecha y hora de cada requisito y método a evaluar, así como quien es el personal evaluador, tal como se muestra en el anexo W. Este registro forma parte del sistema de calidad del laboratorio.

Al concluir la auditoría se elabora un informe siguiendo los puntos contenidos en el registro informe de auditoría interna. En el anexo X, se muestran estos puntos como son las fortalezas y debilidades encontradas del sistema, así como los hallazgos encontrados, que luego haciendo un contraste con la Norma ISO/IEC 17025 se convierten en no conformidades, observaciones u oportunidades de mejora, que finalmente conllevan a que el sistema tenga una mejora continua. El formato forma parte del sistema de calidad del laboratorio.

Como parte del sistema de gestión, se generan las acciones correctivas por cada no conformidad y las acciones preventivas por cada observación, que luego serán levantadas en una próxima auditoria.

4.4 Revisión por la dirección

De acuerdo a la directriz para la acreditación de laboratorios de ensayo y calibración SNA-acr-06D, el laboratorio deberá revisar su sistema de gestión de la calidad cada 12 meses, (ver bibliografía N°6).

El laboratorio en cumplimiento de la Norma ISO/IEC 17025 y la directriz SNA-acr-06D realiza la revisión por la dirección en forma anual. Donde se toman en cuenta los siguientes puntos

- ✓ Adecuación de las políticas y procedimientos.
- ✓ Informes del personal directivo y supervisor.
- ✓ Resultados de las auditorías internas.
- ✓ Acciones preventivas y correctivas.
- ✓ Evaluaciones por organismos externos.
- ✓ Resultados interlaboratorios.
- ✓ Cambio de volumen y tipo de trabajo
- ✓ Retroalimentación de los clientes
- ✓ Quejas
- ✓ Resultados de las revisiones anteriores
- ✓ Recomendaciones para la mejora
- ✓ Seguimiento a objetivos y planes de acción.
- ✓ Otros factores relevantes.

En base a la revisión por la dirección se trazan nuevos objetivos y metas y se elabora un plan de acción con responsables para las acciones tomadas. Finalizada la reunión se firma el acta de revisión por la dirección, donde se incluyen los puntos señalados en el anexo Y.

En el anexo Z se observa un modelo de plan de acción derivado de la revisión por la dirección en el laboratorio de refinería Talara; aquí se observa los hallazgos más importantes suscitados en el sistema de calidad del año en curso y como puede mejorarse a través de un plan integrado, nombrado responsables y fechas de cumplimiento.

Conclusiones

a) El sistema de calidad implementado para los métodos de análisis de efluentes permitirá que los resultados obtenidos de los monitoreos sean oportunos y confiables. Tener resultados oportunos permitirá tomar medidas inmediatas para reducir al mínimo un impacto ambiental negativo en el cuerpo receptor (Bahía de Talara).

b) Contar con un laboratorio acreditado permitirá a los organismos fiscalizadores tener confianza de los resultados reportados por la empresa. Refinería Talara reporta sus resultados mensualmente a la OEFA y trimestralmente a la ANA, de acuerdo a lo establecido en el R.D N° 162-2013-ANA-DGCRH "Autorización de vertimiento de las aguas residuales industriales tratadas provenientes de refinería Talara".

c) Contar con un sistema implementado de análisis de efluentes reducirá los costos por contratos de laboratorios externos, ya que se tiene que contratar laboratorios acreditados de la ciudad de Lima, que encarecen sus costos por los gastos administrativos.

d) Un laboratorio acreditado propio para estos ensayos, permite ejecutar ensayos con mayor frecuencia y obtener una base de datos sólida, para realizar un mejor control y análisis de los efluentes.

e) El personal del laboratorio logrará tener una competencia técnica satisfactoria y acorde con las exigencias internacionales para normas de ensayo.

f) El nivel de competencia del laboratorio le permitirá competir con otros laboratorios nacionales e internacionales, en pruebas de aptitud o comparativos inter laboratorios lo que le dará mayor prestigio al laboratorio.

g) Una de las principales dificultades que se ha logrado vencer en la presente tesis es la aceptación de la alta dirección con respecto a la necesidad de contar con un laboratorio propio acreditado en métodos de ensayo de efluentes y en general de parámetros ambientales, ya que contamos con los recursos para implementarlos y esto no genera conflicto de intereses por ser juez y parte; ya que un laboratorio acreditado de por si tiene lineamientos que impiden tener parcialidad en los resultados.

h) Los recursos humanos son básicos para desarrollar cualquier trabajo; la motivación y entusiasmo del personal parten de la alta dirección, quienes tienen la obligación de explicar cuáles son las necesidades de implementar estos métodos de ensayo.

i) La capacitación y el entrenamiento del personal es muy selectivo ya que existen muy pocos centros de capacitación en temas ambientales, principalmente para métodos de ensayo.

j) Como se ha explicado en la parte de evaluación de resultados, de estos 05 parámetros evaluados. Cuatro de ellos superan en promedio los límites máximo permisibles de efluentes líquidos para el Subsector hidrocarburos, D.S. 037-2008-PCM. Esto genera problemas medioambientales, como variación del hábitat de la flora y la fauna marina, ya que los efluentes tienen como cuerpo receptor la bahía de Talara.

k) Uno de los parámetros que se encuentra fuera de los LMP y puede ser controlado son los aceites y grasas que en el mes de enero 2014 llegó a 68,2 mg/L; siendo el LMP de 20 mg/L. Este es el único parámetro que puede ser controlado ya que refinería Talara solo cuenta con separadores gravimétricos. Una buena limpieza y control diario del agua vertida reducirá en buena medida este parámetro. Esto fue recomendado al área de procesos.

l) Los demás parámetros evaluados como temperatura, pH, sulfuros y DQO; no pueden ser controlados por los separadores gravimétricos; por lo que refinería Talara en su proyecto de modernización tiene como meta implementar un nuevo sistema de tratamiento de efluentes, que incluye: un sistema primario de separación agua/aceite (API), una unidad de flotación por aire disuelto; balsas de homogenización y tratamiento biológico, entre otros.

Bibliografía

1. Autoridad Nacional del Agua; Resolución Jefatural 182-2011-ANA *Protocolo nacional de monitoreo de la calidad en cuerpos naturales superficiales* 18/02/2011.

2. Autoridad Nacional del Agua; Resolución Directoral N° 162-2013-ANA-DGCRH *Autorización de vertimiento de las aguas residuales industriales tratadas provenientes de Refinería Talara*; 03/07/2013.

3. Douglas A. Skoog; F. James Holler; Timothy A. Nieman; *Principios de análisis instrumental*; 5ta. Edición; Edit. Mac. Graw Hill; 2001.

4. D. Brynn Hibbert; *Quality assuarnce for the analitycal chemistry laboratory*; Edit. Oxford; 2007

5. INDECOPI; NTP-ISO/IEC 17025 *Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración*, 2da. Edición; 23/08/2006.

6. ISO/IEC 17043; "Conformity assessment general requirements for proficiency testing"; 2009.

7. Ministerio de Energía y Minas; Decreto Supremo N° 039-2014-EM *Reglamento para la protección ambiental en las actividades de hidrocarburos* 12/11/2014.

8. Nordtest; *Quality control manual for field measurements*; 2005

9. Presidencia del Consejo de Ministros; D S 037 – 2008 – P C M *Límites máximos permisibles de efluentes líquidos para el Subsector hidrocarburos*.

10. Ramón Compañó y Angel Rios Castro; *Garantía de la calidad en los laboratorios analíticos*; Editorial Síntesis; 2005.

11. SNA-acr-06D *Directriz para la acreditación de laboratorios de ensayo y calibración,* Versión 00; 02/06/2011.

12. SNA-acr-13D *Directriz de criterios para la participación en ensayos de aptitud/comparaciones interaboratorios*, Versión 02; 31/03/2011.

13. SNA-acr-12D *Directriz de criterios para la trazabilidad de las mediciones*, Versión 00; 18/02/2010.

14. SNA-acr-09D *Estimación y expresión de la incertidumbre de la medición*, Versión 02; 18/02/2014.

15. Standard Methods; *Standard Methods for the examination of water and wastewater*; 22nd edition; 2012.

Anexos

Anexo A
Métodos normalizados APHA y EPA

N°	Tipo de ensayo	Norma de referencia	Título del método	Año
1	Aceites y grasas	EPA METHOD 1664 A	N-Hexane Extractable Material (HEM; Oil and Grease) and Silica Gel Treated N-Hexane Extractable Material (SGT-HEM; Non Polar Material) by Extraction and Gravimetry	1999
2	Demanda química de oxígeno	EPA METHOD 410.3	Chemical oxygen demand (titrimetric. High level for saline waters)	1978
3	pH	SM 4500-H+	pH Value	2012
4	Sulfuros	SM 4500-S2 F	Sulfide-the iodometric method	2012
5	Temperatura	SM 2550	Temperatura	2012

Fuente: Elaboración propia

Anexo B
Condiciones ambientales de los métodos de análisis de efluentes

N°	Tipo de ensayo	Norma de referencia	Condiciones ambientales
1	Aceites y grasas	EPA METHOD 1664 A	T° ambiente
2	Demanda química de oxígeno	EPA METHOD 410.3	T° ambiente
3	pH	SM 4500-H+	T° ambiente
4	Sulfuros	SM 4500-S2 F	T° ambiente
5	Temperatura	SM 2550	T° ambiente

Fuente: Elaboración propia

Anexo C
Registro de condiciones ambientales

ÁREA:……

ENSAYOS INVOLUCRADOS: ……..

Datos del Termohigróbarometro
Código: …….. Marca: ……...
Rango de Temperatura: ……
Rango de Humedad: ……
Rangos de Control :

Mes de……. del 201

Día	Hora	Temperatura (°C) o (°F)	Humedad (%)	Presión	Registrado por:	Observaciones
1						
2						
3						
4						
5						
6						
7						
8						
9						
10						
11						
12						
13						
14						
15						
16						
17						
18						
19						
20						
21						
22						
23						

Fuente: Elaborado por unidad laboratorio Refinería Talara

Anexo D
Lista de materiales para la implementación de los métodos de análisis de efluentes

Método	Cantidad	Descripción	Requisitos	
			Material	Calibración
EPA 410,3 (DQO)	2	Balón de fondo redondo de 300 mL	De vidrio con boca esmerilada.	No necesita
	2	Matraz erlenmeyer de 500 mL	Vidrio	No necesita
	1	Bureta de 50 mL	Vidrio	Calibrada en 10, 20, 30 y 40 mL
	2	Condensador Allihn de 12 pulgadas o equivalente	De vidrio con boca esmerilada.	No necesita
	2	Fiola transparente clase A de 1 L	De vidrio con boca esmerilada.	Calibrada
	1	Fiola transparente clase A de 100 mL	De vidrio con boca y tapa esmerilada.	Calibrada
	2	Fiola transparente clase A de 50 mL	De vidrio con boca y tapa esmerilada.	Calibrada
	1	Probeta de 100 mL sin tapa	Vidrio	Calibrada en 50, 70 y 100 mL
	1	Pipeta volumétrica de 50 mL	Vidrio	Calibrada
	1	Pipeta volumétrica de 25 mL	Vidrio	Calibrada
	1	Probeta de 20 mL sin tapa	Vidrio	Calibrada en 5 y 20 mL
	1	Gotero	Vidrio	No necesita

Continúa . . .

Método	Cantidad	Descripción	Requisitos	
			Material	Calibración
EPA 1664 (aceites y grasas)	1	Pera de decantación de 2 L	Vidrio con llave	No necesita
	1	Pera de decantación de 250 mL	Vidrio con llave	No necesita
	1	Matraz de ebullición de 125 mL	De vidrio con boca esmerilada	No necesita
	1	Matraz de 125 mL	Vidrio	No necesita
	1	Condensador	De vidrio con boca esmerilada	No necesita
	1	Adaptador Claisen	De vidrio con boca esmerilada	No necesita
	1	Adaptador conector para destilación de 3 juntas	De vidrio con boca esmerilada	No necesita
	1	Adaptador de destilación	De vidrio con boca esmerilada	No necesita
	1	Fiola transparente Clase A de 100 mL	De vidrio con boca y tapa esmerilada	Calibrada
	1	Probeta de 50 mL sin tapa.	Vidrio	Calibrada en 30 y 50 mL
	1	Pipeta volumétrica de 10 mL	Vidrio	Calibrada
	1	Pipeta graduada de 10 mL	Vidrio	Calibrada
	1	Bagueta	Vidrio	No necesita
	1	Embudo	Vidrio	No necesita
	2	Pinzas para anchos de matraces Nº4 o más	Metal	No necesita
	1	Desecador con capacidad para el matraz de ebullición	De vidrio con boca y tapa esmerilada	No necesita

Continúa . . .

Método	Cantidad	Descripción	Requisitos	
			Material	Calibración
SM 2550 B (temperatura)	1	Termómetro con escala de 0,1 ºC	Vidrio	--
	1	Equipo multiparámetro	--	--
SM 4500-H+ B (pH)	4	Beakers de 250 mL	Vidrio	No necesita
	1	Equipo multiparámetro	--	--
SM 4500-S=F (SULFUROS)	2	Fiola transparente Clase A de 1L	De vidrio con boca y tapa esmerilada	Calibrada
	1	Fiola transparente Clase A de 100 mL	De vidrio con boca y tapa esmerilada	Calibrada
	2	Beaker de 250 mL	Vidrio	No necesita
	3	Matraz erlenmeyer de 125 mL	Vidrio	No necesita
	1	Bureta de 50 mL	Vidrio	Calibrada en 10, 20, 30 y 40 mL
	1	Gotero	Vidrio	No necesita

Fuente: Elaboración propia

Anexo E

Lista de reactivos para la implementación de los métodos de análisis de efluentes

Descripción	Cant.	Requisitos	
		Grado	Característica
Acetato de zinc - $Zn(CH_3COO)_2$	500,0 g	No indica	--
Acetona - $CO(CH_3)_2$	4 L	ACS	Residuos menores al 1 %
Ácido ascórbico -	50 g	No indica	--
Ácido clorhídrico - HCl	4 L	No indica	--
Ácido Esteárico - $C_{18}H_{36}O_2$	0,5 g	98 % pureza	--
Ácido fosfórico - H_3PO_4	1 L	No indica	--
Ácido nítrico - HNO_3	2 L	No indica	--
Ácido salicílico - $C_6H_4(COOH)(OH)$	0,2 g	No indica	--
Ácido sulfúrico - H_2SO_4	50 L	ACS	Grav. Esp. 1,84
Alcohol etílico (etanol) - $C_2H_5(OH)$, o Alcohol isopropílico (2-propanol) - $C_3H_7(OH)$	1 L	95 % pureza	--
Almidón	2 g	No indica	--
4-Aminoantipirina - $C_{11}H_{13}N_3O$	50 g	No indica	--
Azul de bromofenol	0,125 g	No indica	--
Biyodato de potasio - $KH(IO_3)_2$	0,82 g	SRM o estándar	--
Buffer pH 4	-	SRM o estándar	--

Continúa . . .

Descripción	Cant.	Requisitos	
		Grado	Característica
Buffer pH 7	-	SRM o estándar	--
Buffer pH 10	-	SRM o estándar	--
Cloruro férrico - $FeCl_3.6H_2O$	500 g	No indica	--
Cloruro de sodio - NaCl	100 g	No indica	--
Cloruro de sodio - NaCl	3,30 g	SRM o estándar	--
Solución saturada de cloruro de potasio - KCl	-	No indica	--
Dicromato de potasio - $K_2Cr_2O_7$	250 g	Estándar primario	--
Difenilcarbazida (difenilcarbohidrazida) - $C_{13}H_{14}N_4O$	5 g	No indica	--
Difenilcarbazona - $C_{13}H_{12}N_4O$	1,25 g	No indica	--
N,N-Dimetil-p-fenilendiamina oxalato	500 g	No indica	--
Fenol - C_6H_5OH	0,12 g	SRM o estándar	--
Fenolftaleína	0,1 g	No indica	--
Ferricianuro de potasio - $K_3Fe(CN)_6$	250 g	No indica	--
Ferroína en solución	100 mL	No indica	--
Fosfato ácido de diamonio - $(NH_4)_2HPO_4$	1,5 kg	No indica	--
Fosfato ácido de dipotasio - K2HPO4	750 g	No indica	--
Fosfato ácido de dipotasio - K_2HPO_4	0,55 g	SRM o estándar	--

Continúa . . .

Descripción	Cant.	Requisitos	
		Grado	Característica
Fosfato diácido de potasio - KH_2PO_4	500 g	No indica	--
Hexadecano - $C_{16}H_{34}$	0,5 g	98 % pureza	--
n-Hexano - C_6H_{14}	4 L	85 % pureza	99 % isómeros saturados C6
Hidróxido de amonio - NH_4OH	150 mL	No indica	--
Hidróxido de sodio - NaOH	1 kg	No indica	--
Iodo - I_2	6,4 g	No indica	--
Ioduro de potasio - KI	40 g	No indica	Libre de iodato
Metanol	250 mL	No indica	--
Molibdato de amonio - $(NH_4)_6Mo_7O_{24}.4H_2O$	40 g	No indica	--
Nitrato de mercurio - $Hg(NO_3)2.H_2O$	500 g	SRM o estándar	--
Sulfato ferroso amoniacal - $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2.6H_2O$	1,5 kg	SRM o estándar	--
Sulfato de mercurio - $HgSO_4$	5,5 kg	No indica	polvo
Sulfato de plata - Ag_2SO_4	500 g	No indica	polvo
Sulfato de sodio - Na_2SO_4	5,5 kg	ACS	No debe estar en polvo
Sulfuro de sodio - $Na_2S.9H_2O$	12 g	SRM o estándar	Sólo sirve por 1 año
Tartrato de potasio y antimonio - $K(SbO)C_4H_4O_6.1/2H_2O$	2,7430 g	No indica	--
Tiosulfato de sodio - $Na_2S_2O_3.5H_2O$	50 g	SRM o estándar	--

Fuente: Elaboración propia

Anexo F
Procedimiento muestreo de agua industrial

1. Objetivo

1.1. Establecer los criterios a seguir para realizar el muestreo de los vertimientos de agua industrial tratada, aplicada a los efluentes de Refinería.

2. Alcance

Este procedimiento es aplicable al muestreo de los vertimientos de agua industrial tratada, aplicada a los efluentes de refinería. Los responsables de su cumplimiento son los analistas ambientales y el supervisor ambiental.

3. Definición

Agua Industrial tratada: agua proveniente del procesamiento del crudo y sus derivados en refinería.

4. Procedimiento

4.1. Muestreo de agua industrial tratada

4.1.1 La muestra debe ser lo más representativa posible, para lo cual se debe seleccionar un punto de máxima mezcla. Los criterios para obtener una muestra representativa son los siguientes:

- La muestra es recolectada en el punto de mayor flujo, donde la velocidad es máxima y la posibilidad de sedimentación es mínima.
- Si no se va a recolectar muestras para orgánicos volátiles ni para gases disueltos, se permite mezclar el agua para asegurar la uniformidad.
- Se debe tener especial precaución en las cercanías a las caídas del agua, ya que los sólidos muchas veces se acumulan arriba de la caída y los aceites y grasas abajo.

4.1.2 Rotular los envases en los cuales se van a tomar las muestras utilizando una tinta indeleble o etiqueta. Sacar la muestra utilizando un muestreador y guantes.

4.1.3 Realizar los análisis de campo como se indica en el Protocolo nacional de monitoreo de la calidad en cuerpos naturales superficiales. Al momento de sacar la muestra únicamente realizar los análisis de temperatura y pH (con cinta indicadora de pH), este último análisis será referencial, dejar enfriar la muestra (ya que el agua caliente puede ser dañina para el electrodo de los equipos) y luego completar el análisis de campo pH, conductividad, etc. cuando la muestra recolectada esté cerca a la temperatura ambiental.

4.1.4 Adicionar los preservantes (si lo requiere) según la Lista de preservantes y condiciones de la muestra para efluentes.

4.1.5 Registrar los datos en el "Registro de datos de campo de efluentes", donde se debe indicar: condiciones ambientales, resultados del análisis de campo, Fecha y hora de muestreo, nombre del responsable de muestreo y cualquier otra observación que sea de interés para interpretar los resultados.

4.1.6 Registrar los datos en la cadena de custodia y transportar la muestra al laboratorio en cooler.

Nota 1: la botella recolectada para el análisis de aceites y grasas no debe usarse para realizar los análisis de campo

4.2 Muestreo simple o puntual de agua industrial

Este tipo de muestras es adecuado para matrices de composición estable en el tiempo, o bien para realizar el muestreo en distintos puntos o en diferentes tiempos, obteniendo información sobre la naturaleza y amplitud de variaciones.

4.2.1 La muestra puede ser tomada en el ingreso al tanque de tratamiento y/o en la descarga final del efluente. Antes de efectuar el muestreo propiamente se deberá seguir los siguientes pasos:

- Observar el comportamiento de la descarga, si es continuo o intermitente.
- Si es intermitente se recomienda realizar un muestreo compuesto, seguirlo que se indica en el ít. 4.3.

4.2.2 Sacar la muestra utilizando un muestreador y guantes.

4.2.3 Realizar los análisis de campo como se indica en el Protocolo nacional de monitoreo de la calidad en cuerpos naturales superficiales. Al momento de sacar la muestra únicamente realizar los análisis de temperatura y pH (con cinta indicadora de pH), este último análisis será referencial, dejar enfriar la muestra (ya que el agua caliente puede ser dañina para el electrodo de los equipos) y luego completar el análisis de campo pH, conductividad, etc. cuando la muestra recolectada esté cerca a la temperatura ambiental

4.2.4 Adicionar los preservantes (si lo requiere) según la lista de preservantes y condiciones de la muestra para efluentes.

4.2.5 Registrar los datos en el "Registro de datos de campo de efluentes", donde se debe indicar: condiciones ambientales, resultados del análisis de campo, Fecha y hora de muestreo, nombre del responsable de muestreo y cualquier otra observación que sea de interés para interpretar los resultados.

4.2.6 Registrar los datos en la Cadena de Custodia y transportar la muestra al laboratorio en cooler.

4.3 Muestreo compuesto de agua industrial

El muestreo compuesto es apropiado para evaluar la calidad media de matrices cuya composición presenta variabilidad temporal, reduciendo el número de muestras a analizar, pero también la información obtenida. La contribución de cada muestra a la mezcla debe, por lo general, ser proporcional al caudal; no obstante, varias modalidades de muestreo compuesto pueden ser aplicadas:

a. Fijando el intervalo de tiempo y manteniendo constante el volumen de muestra.

b. Fijando el intervalo de tiempo y obteniendo un volumen de muestra proporcional al caudal.
c. Fijando el volumen de muestra y variando el tiempo de obtención proporcionalmente al caudal.

4.3.1 Cuando se observa un flujo intermitente de la descarga del agua, es recomendable que se realice un muestreo compuesto salvo que el objetivo del muestreo sea distinto.

4.3.2 El muestreo compuesto deberá llevarse a cabo en una jornada de trabajo como mínimo.

4.3.3 La muestra deberá ser recolectada en el punto final de la descarga antes del vertimiento al cuerpo receptor o a la red pública, para ello seguir los siguientes pasos:

- Determinar el caudal
- Sacar muestras puntuales por lo menos cada dos horas como intervalo de tiempo.
- Realizar los análisis de campo requeridos.
- Al final de la jornada de muestreo, realizar el composito de las muestras puntuales para su análisis en el laboratorio.

Nota 2: A los parámetros para el análisis de aceites y grasas, pH, sólidos sedimentables, Oxígeno disuelto, bacteriológicos no se realiza muestro compuesto.

4.3.5 Adicionar los preservantes (si lo requiere) según la lista de preservantes y condiciones de la muestra para efluentes.

4.3.6 Registrar los datos en el "Registro de datos de campo de efluentes", donde se debe indicar: condiciones ambientales, resultados del análisis de campo, fecha y hora de muestreo, nombre del responsable de muestreo y cualquier otra observación que sea de interés para interpretar los resultados.

4.3.7 Registrar los datos en la cadena de custodia y transportar la muestra al laboratorio en cooler.

4.4 Muestras recolectadas directamente en la botella

4.4.1 Recolectar directamente en la botella para muestras de aceites y grasas, orgánicos volátiles y bacteriológicos.

4.4.2 Sacar la muestra en el punto de mayor flujo, donde la velocidad es máxima y la posibilidad de sedimentación es mínima.

4.4.3 No se debe usar botellas con preservantes para recolectar las muestras superficiales debido a que el preservante se pueda perder debido a la fuerza con que sale el agua.

4.4.4 Adicionar los preservantes (si lo requiere) según la Lista de preservantes y condiciones de la muestra para efluentes.

4.4.5 Registrar los datos en el "Registro de datos de campo de efluentes", donde se debe indicar: condiciones ambientales, resultados del análisis de campo, Fecha y hora de muestreo, nombre del responsable de muestreo y cualquier otra observación que sea de interés para interpretar los resultados..

4.4.6 Registrar los datos en la cadena de custodia y transportar la muestra al laboratorio en cooler.

4.5 Muestra recolectada en envase o contenedor intermedio

4.5.1 Cuando la muestra no se puede recolectar directamente en la botella (según se indica en 4.4), usar un contenedor intermedio.

4.5.2 Sacar la muestra en el punto de mayor flujo, donde la velocidad es máxima y la posibilidad de sedimentación es mínima.

4.5.3 Adicionar los preservantes (si lo requiere) según la Lista de preservantes y condiciones de la muestra para efluentes.

4.5.4 Registrar los datos en el "Registro de datos de campo de efluentes", donde se debe indicar: condiciones ambientales, resultados del análisis de campo, Fecha y hora de muestreo, nombre del responsable de muestreo y cualquier otra observación que sea de interés para interpretar los resultados.

4.5.5 Registrar los datos en la cadena de custodia y transportar la muestra al laboratorio en cooler.

Nota 3: Descontaminar el equipo intermedio de muestra en muestra durante el muestreo.

5. Registro

5.1 Registro de datos de campo de efluentes.

5.2 Cadenas de custodia.

Anexo G
Lista de condiciones de la muestra para efluentes

Parámetro	Material del frasco	Volumen requerido (mL)	Conservación/preservación	Tiempo máximo para análisis
pH	Determinación en campo			
Temperatura	Determinación en campo			
Turbidez	P o V	100	Refrigerar a 4°c	24 horas
Alcalinidad	P o V	200	Refrigerar a 4°c	14 días
Color	P o V	500	Refrigerar a 4°c	48 horas
Sólidos sedimentables	P o V	1000	Refrigerar a 4°c	48 horas
Cloruro	P o V	50	Refrigerar a 4°c	28 días
Fluoruro	P	300	Refrigerar a 4°c	28 días
Sulfatos	P o V	100	Refrigerar a 4°c	28 días
Conductividad	P o V	500	Refrigerar a 4°c	28 días
Dureza	P o V	500	Agregar HNO_3, hasta pH < 2	3 meses
Oxígeno disuelto	Determinación en campo			
DBO	P o V	1000	Refrigerar a 4°c	48 horas
Fosfatos	V (A)	200	Refrigerar a 4°c	48 horas
Cianuros	P o V	1000	Agregar NaOH hasta pH >12 refrigerar a 4°C en oscuridad	14 días

continúa …

Parámetro	Material del frasco	Volumen requerido (mL)	Conservación/preservación	Tiempo máximo para análisis
Nitritos	P o V	200	Refrigerar a 4°C	48 horas
Nitratos	P o V	200	Refrigerar a 4°C	48 horas
Aceites y Grasas	V ámbar boca ancha	1000	Agregar H_2SO_4, hasta pH < 2, refrigerar a 4°C	28 días
DQO	P o V	200	Agregar H_2SO_4, hasta pH < 2, refrigerar a 4°C	28 días
Metales totales	P o V	1000	Agregar HNO_3, hasta pH < 2	2 meses
Arsénico	V(A) o P(A)	500	Agregar HNO_3, hasta pH < 2	2 meses
Mercurio	V(A) o P(A)	500	Agregar HNO_3, hasta pH < 2	28 días
Organoclorados	V(D) revestimiento de TFE	1000	Añadir ácido ascórbico, 1.000 mg/L, si existe cloro residual; refrigerar 4°C	7 días
Bifenilopoliclorados	V(D) revestimiento de TFE	1000	Añadir ácido ascórbico, 1.000 mg/L, si existe cloro residual; refrigerar 4°C	7 días
Organofosforados	V(D) revestimiento de TFE	1000	Añadir ácido ascórbico, 1.000 mg/L, si existe cloro residual; refrigerar 4°C	7 días
Piretroides	V(D) revestimiento de TFE	1000	Añadir ácido ascórbico, 1.000 mg/L, si existe cloro residual; refrigerar 4°C	7 días

continúa …

Parámetro	Material del frasco	Volumen requerido (mL)	Conservación/preservación	Tiempo máximo para análisis
Trihalometanos	V(D) revestimiento de TFE	1000	Añadir ácido ascórbico, 1.000 mg/L, si existe cloro residual; refrigerar 4°C	7 días
Hidrocarburos	V ámbar boca ancha	1000	Agregar HCL hasta pH < 2 refrigerar a 4°C	28 días
Acidez	P o V	100	Refrigerar a 4°C	14 días
Boro	p	100	No requiere	6 meses
Bromuro	P o V	100	No requiere	28 días
Carbónico orgánico total	V	100	Análisis de inmediato; o refrigerar y agregar H_3PO_4 o H_2SO_4 hasta pH <2	28 días
Clorable	P o V	500	Agregar 100 mg $Na_2S_2O_3$/L	14 días
Cloro residual	P o V	500	Análisis inmediato	---
Clorofila	P o V	500	30 días en la oscuridad	30 días
Sustancias activas de azul de metileno	P o V	250	Refrigerar a 4°C	48 horas
Plaguicidas	V(S), tapón de TFE	1000	Añadir ácido ascórbico, 1.000 mg/L, si existe cloro residual; refrigerar 4°C	7 días
Fenoles	P o V	1000	Refrigerar, agregar H_2SO_4 hasta pH<2	40 días

continúa …

Parámetro	Material del frasco	Volumen requerido (mL)	Conservación/preservación	Tiempo máximo para análisis
Dióxido de carbono	P o V	100	Análisis inmediato	---
Dióxido de cloro	P o V	500	Análisis inmediato	---
Cromo VI	P(A), V(A)	300	Refrigerar	24 horas
Amoniaco	P o V	500	Analizar lo más pronto posible, o agregar H_2SO_4 hasta pH <2	28 días
Sulfuros	P o V	100	Refrigerar, agregar 4 gotas de acetato de zinc 2N/100 mL; agregar NaOH hasta pH >9	7 días
Sustancias activas al azul de metileno	P o V	250	Refrigerar	48 horas
Nitrato + nitrito	P o V	200	AgregarH_2SO_4 hasta pH <2	28 días
Olor	V	500	Analizar lo más pronto posible; refrigerar	---
Sabor	V	500	Analizar lo más pronto posible; refrigerar	---
Salinidad	V, sello de cera	250	Análisis de inmediato	---

Fuente: Elaboración propia

Anexo H
Programa de calibración, verificación y mantenimiento de equipos

PROGRAMA DE CALIBRACIÓN, VERIFICACIÓN Y MANTENIMIENTO DE EQUIPOS 2013

AREA AMBIENTAL

Nombre del Equipo	Código del Equipo	Frecuencia de Calibración	Enero				Febrero				Marzo				Abril				Mayo				Junio				Julio				Agosto				Setiembre				Octubre				Noviembre				Diciembre			
			1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4
ANALIZADOR DE CO	CO/01	ANUAL																									ME-CE																							
Módelo 48i (S: 0807427332)																																																	
ANALIZADOR AUTOMÁTICO DE NO/NO2/NOx	NO/01	ANUAL																									ME-CE																							
Módelo 42i (S: 0807427331)																																																	
ANALIZADOR AUTOMÁTICO DE SO2/H2S	SO2/01	ANUAL																									ME-CE																							
Módelo 450i (S: 0807427334)																																																	
ANALIZADOR DE O3	O3/01	ANUAL																									ME-CE																							
Módelo 49i (S: 0807427333)																																																	
ANALIZADOR DE PARTÍCULAS	PM10&PM2,5/01	ANUAL																									ME-CE																							
TEOM PM10&PM2,5(S 269370711)																																																	
ESTACIÓN METEREOLOGICA	SYT/01	ANUAL																									ME-CE																							
CR1000																																																	
ANALIZADOR DE GASES DE COMBUSTIÓN	GC/01	ANUAL																									ME-CE																							
GREEN LINE 8000																																																	
PH	PH/01	ANUAL		V				V				MV				V				V				MV				V				V				MV				V				V				MV		
S: B-02671																																																	
CONDUCTÍMETRO	PH/02	ANUAL		V				V				MV				V				V				MV				V				V				MV				V				V				MV		
S: B00088																																																	
ESPECTRÓMETRO UV-VISIBLE	ICP/01	BIANUAL						MV																MV								ME-C								MV										
S: DE82702232																																																	
BALANZA SARTORIUS		ANUAL		V				MV				CE				V				MV				V				V				MV				V				V				MV				V		
S: 80503624																																																	
TERMOMETRO DE MERCURIO	THG/01	ANUAL						C												V												V								V										
S: 1043																																																	
MULTIPARAMETRO	THG/02	ANUAL		C				V				MV				V				MV				V				MV				V				MV				V				MV				V		
S: 2970																																																	

M: Mantenimiento Preventivo — ME: Mantenimiento especializado. — V: Verificación

CI: Calibración interna — CE: Calibración externa

*La calibración externa es realizada por personal externo, por lo que las fechas son aproximadas. La calibración es anual.

*El mantenimiento preventivo lo realiza personal de la empresa.

REVISADO POR: SUPERVISOR DE LABORATORIO	APROBADO POR: JEFE DE LABORATORIO

Fuente: Elaborado por unidad laboratorio Refinería Talara

Anexo I

Programa de calibración de instrumentos del laboratorio año 2013-2014

N° Item	Nombre instrumento	N° cal.	Para método	Fecha programada de calibración			
				Enero 2013	Julio 2013	Enero 2014	Julio 2014
01	Bureta	04	EPA 410, 3	01	01	01	01
02	Cilindro graduado de 100mL	04	EPA 410, 3	01	01	01	01
03	Fiola 1L	04	EPA 410, 3	01	01	01	01
04	Fiola 50 mL	04	EPA 410, 3	01	01	01	01
05	Cilindro graduado de 20 mL	04	EPA 410, 3	01	01	01	01
06	Pipeta volumétrica	04	EPA 410, 3	01	01	01	01
07	Pipeta volumétrica	04	EPA 410, 3	01	01	01	01
08	Fiola 100 mL	04	EPA 1664	01	01	01	01
09	Cilindro graduado de 50mL	04	EPA 1664	01	01	01	01
10	Pipeta volumétrica 10 mL	04	EPA 1664	01	01	01	01
11	Pipeta graduada 10 mL	04	EPA 1664	01	01	01	01
12	Termómetro	06	SM 2550 B	--	03	--	03
13	Fiola 100 ml	04	SM 3500-Cr B	01	01	01	01
14	Cilindro graduado de 50 mL	04	SM 3500-Cr B	01	01	01	01
15	Pipeta volumétrica 1 mL	04	SM 3500-Cr B	01	01	01	01
16	Pipeta volumétrica 2 mL	04	SM 3500-Cr B	01	01	01	01
17	Pipeta volumétrica 5 mL	04	SM 3500-Cr B	01	01	01	01
18	Pipeta volumétrica 10 mL	04	SM 3500-Cr B	01	01	01	01
19	Pipeta volumétrica 20 mL	04	SM 3500-Cr B	01	01	01	01
20	Pipeta volumétrica 50 mL	04	SM 3500-Cr B	01	01	01	01

continúa …

N° Item	Nombre instrumento	N° cal.	Para método	Fecha programada de calibración			
				Enero 2013	Julio 2013	Enero 2014	Julio 2014
21	Microbureta 5 mL	04	SM 4500-Cl B	01	01	01	01
22	Fiola 1L	04	SM 4500-Cl B	01	01	01	01
23	Fiola 100 mL	04	SM 4500-Cl B	01	01	01	01
24	Pipeta volumétrica 25 mL	04	SM 4500-Cl B	01	01	01	01
25	Pipeta volumétrica 5 mL	04	SM 4500-Cl B	01	01	01	01
26	Pipeta graduada 1 mL	04	SM 4500-Cl B	01	01	01	01
27	Fiola 1L	04	SM 4500-S D	01	01	01	01
28	Fiola 250 mL	04	SM 4500-S D	01	01	01	01
29	Fiola 100 mL	04	SM 4500-S D	01	01	01	01
30	Cilindro graduado de 1 L	04	SM 4500-S D	01	01	01	01
31	Cilindro graduado de 100 mL	04	SM 4500-S D	01	01	01	01
32	Pipeta volumétrica 25 mL	04	SM 4500-S D	01	01	01	01
33	Pipeta volumétrica 20 mL	04	SM 4500-S D	01	01	01	01
34	Pipeta graduada 2 mL	04	SM 4500-S D	01	01	01	01
35	Pipeta graduada 1 mL	04	SM 4500-S D	01	01	01	01
36	Fiola 1L	04	SM 4500-P E	01	01	01	01
37	Fiola 500 mL	04	SM 4500-P E	01	01	01	01
38	Fiola 250 mL	04	SM 4500-P E	01	01	01	01
39	Fiola 100 mL	04	SM 4500-P E	01	01	01	01
40	Cilindro graduado de 500 mL	04	SM 4500-P E	01	01	01	01
41	Pipeta volumétrica 50 mL	04	SM 4500-P E	01	01	01	01
42	Pipeta volumétrica 20 mL	04	SM 4500-P E	01	01	01	01
43	Pipeta volumétrica 15 mL	04	SM 4500-P E	01	01	01	01

continúa …

N° Item	Nombre instrumento	N° cal.	Para método	Fecha programada de calibración			
				Enero 2013	Julio 2013	Enero 2014	Julio 2014
44	Pipeta volumétrica 10 mL	04	SM 4500-P E	01	01	01	01
45	Pipeta volumétrica 5 mL	04	SM 4500-P E	01	01	01	01
46	Pipeta volumétrica 3 mL	04	SM 4500-P E	01	01	01	01
47	Pipeta volumétrica 1 mL	04	SM 4500-P E	01	01	01	01
48	Cilindro graduado de 100 mL	04	SM 4500-P E	01	01	01	01
49	Cilindro graduado de 50 mL	04	SM 4500-P E	01	01	01	01
50	Cilindro graduado de 10 mL	04	SM 4500-P E	01	01	01	01
51	Fiola 100 mL	04	SM 5530 D	01	01	01	01
52	Pipeta volumétrica 1 mL	04	SM 5530 D	01	01	01	01
53	Pipeta volumétrica 100 mL	04	SM 5530 D	01	01	01	01
54	Fiola 1L	04	SM 5530 D	01	01	01	01
55	Pipeta graduada 2 mL	04	SM 5530 D	01	01	01	01
56	Pipeta graduada 5 mL	04	SM 5530 D	01	01	01	01
57	Cilindro graduado de 500 mL	04	SM 5530 D	01	01	01	01
58	Cilindro graduado de 100 mL	04	SM 5530 D	01	01	01	01

Preparado por: Revisado por: Aprobado por:

Supervisor de Laboratorio Supervisor coordinador de la calidad Jefe de laboratorio

Fecha: Fecha: Fecha:

Fuente: Elaborado por unidad laboratorio Refinería Talara

Anexo J
Ficha de instrumento de medición

Código				Fecha de adquisición	
Nombre					
Fabricante					
Marca		Modelo/Tipo		Serie	
Método de análisis aplicables		Rango de exactitud		Frecuencia verificación	Frecuencia calibración
Ubicación					

Calibración

Fecha	Proveedor	N° Certificado	Resultado	Próxima calibración

Verificación

Fecha	Patrón comprobación	Realizado por:	N° Informe	Resultado	Próxima verificación

Informes diversos (Roturas u otros sucesos)

Fecha	Evento	Registrado por:	Acción

Fuente: Elaborado por unidad laboratorio Refinería Talara

Anexo K

Lista de material de referencia de los métodos de análisis de efluentes

Descripción	Identificación	Incertidumbre	Valor nominal	Fabricante	Certificado por:	Fecha de vigencia del material de referencia
Solución estándar de Bismuto	HC392634	+/- 5mg/L	1000 mg/L	Merck	Nist traceable	30/06/2016
Solución estándar de Calcio	HC388504	+/- 3mg/Kg	1000 mg/L	Merck	Nist traceable	31/05/2016
Solución estándar de Hierro	HC122710	+/- 2mg/L	1000 mg/L	Merck	Nist traceable	30/06/2014
Solución estándar Potasio	HC127119	+/- 5mg/L	1000 mg/L	Merck	Nist traceable	31/08/2014
Solución estándar de Litio	HC258311	+/- 5mg/Kg	1000 mg/L	Merck	Nist traceable	31/05/2015
Solución estándar de Sodio	HC376291	+/- 4mg/kg	1000 mg/L	Merck	Nist traceable	31/01/2016
Solución estándar de Silicio	G2-SI03023	+/- 5ug/mL	1000 ug/mL	INORGANIC	Nist traceable	31/08/2014

continúa …

Descripción	Identificación	Incertidumbre	Valor nominal	Fabricante	Certificado por:	Fecha de vigencia del material de referencia
Clorhidrato de Hidroxilamina	242564	N.A.	99.2 %	FERMONT	FERMONT	No expira
Cloruro de estaño	K03h13	N.A.	101.0 %	JT BAKER	JT BAKER	No expira
Bromuro de potasio	K42704205	N.A.	99.6 %	MERK	MERK	31/08/2016
Fluoruro de potasio (KF)	K40516494.	N.A.	100 %	MERCK	MERCK SA-7 1957764/104994 0000/000000 V. 983	31/10/2014
Carbonato de sodio (NA_2CO_3)	A0250292.	N.A.	99.9 %	MERCK	MERCK SA-7 2145163/106392 0000/000000 V. 970	31/12/2015
Carbonato de calcio ($CACO_3$)	121202	N.A.	99.3 %	FERMONT	PRODUCTOS QUIMICOS MONTERREY, S.A. RE-02-01, ED. 2	20/05/2016
Pthalato de potasio $C_8H_5KO_4$	H28655	N.A.	100.0 %	JT.BAKER	LABORATORIO CERTIFICADO ISO 9001; 14001 Nº 2958	13/07/2014
Sulfuro de sodio	MKBK3013V	N.A.	98 %	SIGMA-	SIGMA-	

continúa …

Descripción	Identificación	Incertidumbre	Valor nominal	Fabricante	Certificado por:	Fecha de vigencia del material de referencia
$NA_2S.{}_9H_2O$ (STD)				ALDRICH	ALDRICH VERSION NUMBER 1	07/04/2017
Hexadecano	105168	N.A.	99.6 %	FISHER SCIENTIFIC	LABORATORIO CERTIFICADO Nº 08052-2006-AQ-HOU-ANAB, ISO 9001, ISO14001	16/08/2015
Cloruro de sodio	L27C72	N.A.	100.5 %	JT.BAKER	LABORATORIO CERTIFICADO ISO 9001; 14001 Nº 3624	07/06/2017
Cloruro de potasio	J22331	N.A.	99.7 %	JT.BAKER	LABORATORIO CERTIFICADO ISO 9001; 14001 Nº 3040	26/05/2015
Nitrato de Potasio KNO_3	A0252163	N.A.	99.9 %	MERCK	MERCK SA-7 2151986/1050630000/000000 V. 973	31/01/2016
Nitrato de Plata $AgNO_3$	K44222312	N.A.	99.9 %	MERCK	MERCK SA-7 2479432/1015120000/000000 V. 942	31/01/2016
Cloruro de Amonio	A0165045	N.A.	100.3 %	MERCK	MERCK SA-7	30/04/2015

continúa …

Descripción	Identificación	Incertidumbre	Valor nominal	Fabricante	Certificado por:	Fecha de vigencia del material de referencia
Anhidro NH_4Cl (STD)					2034012/101145 0000/000000 V. 972	
Cloruro de amonio Anhidro NH_4Cl (MC)	A0176345	N.A.	100.4 %	MERCK	MERCK SA-7 2039689/101145 0000/000000 V. 972	30/04/2015
Fosfato de potasio Monobásico KH_2PO_4 (STD)	L42C03	N.A.	100.1 %	JT.BAKER	LABORATORIO CERTIFICADO ISO 9001; 14001 Nº 3246	No especifica; Fecha estimada: 15/10/2017
Fosfato de sodio Dibásico (NA_2HPO_4) (MC)	L46C26	N.A.	99.8 %	JT.BAKER	LABORATORIO CERTIFICADO ISO 9001; 14001 Nº 3246	No especifica; Fecha estimada: 15/11/2017
Dicromato de potasio (STD)	K44032864	N.A.	99.9 %	MERCK	MERCK SA-7 2448292/104864 50000/000000 V. 956	30/11/2007
Dicromato de potasio (MC)	K44233564	N.A.	100 %	MERCK	MERCK SA-7 2480062/104864 0000/000000 V. 956	28/02/2018
	HC395960	+/-0.02	10.01	MERCK	MERCK	31/08/2016

continúa …

Descripción	Identificación	Incertidumbre	Valor nominal	Fabricante	Certificado por:	Fecha de vigencia del material de referencia
Buffer 10.00 (Ajuste)						
Buffer 10.00 (Verificación)	HC267357	+/-0.02	10.02	MERCK	MERCK SA-7 2449680/109438 0000/000000 V. 966	30/11/2015
Buffer 7.00 (Ajuste)	HC380915	+/-0.01	7.00	MERCK	MERCK SA-7 2490326/109439 0000/000000 V. 957	28/02/2016
Buffer 7.00 (Verificación)	HC376234	+/-0.01	7.01	MERCK	MERCK SA-7 2477164/109439 0000/000000 V. 957	31/01/2016
Buffer 4.00 (Ajuste)	HC378441	+/-0.01	4.00	MERCK	MERCK 109435	30/03/2016
Buffer 4.00 (Verificación)	HC269954	+/-0.01	4.00	MERCK	MERCK SA-7 2458069/109435 0000/000000 V. 973	30/11/2015
I Sublimado (STD)	B0888061	N.A.	99.9 %	MERCK	MERCK SA-7 2473897/104760 000/000000 V. 980	31/01/2018
		N.A.	98.4 %	FERMONT	PRODUCTOS	No especifica;

continúa …

Descripción	Identificación	Incertidumbre	Valor nominal	Fabricante	Certificado por:	Fecha de vigencia del material de referencia
Sulfito de Sodio (STD)	251261				QUIMICOS MONTERREY Nº6690	20/12/2017
Sulfito de sodio E9,2 (MC)	210101	N.A.	98.9 %	FERMONT	PRODUCTOS QUIMICOS MONTERREY Nº6690	No especifica; 16/03/2017
Biiodato de potasio $KH(IO_3)_2$	A0323181	N.A.	99.85 %	ACROS ORGANICS	NO ESPECIFICA	No especifica 20/11/2018
STD1413 US/CM	5638	+/-5	1413us/cm	HANNA	NIST	Febrero 2018
STD 1413US/CM	6086	+/-5	1413us/cm	HANNA	NIST	Mayo 2018
STD84US/CM	5125	+/-1	84us/cm	HANNA	NIST	Octubre 2015
STD84US/CM	4479	+/-1	84us/cm	HANNA	NIST	Mayo 2015

Preparado por:
Supervisor de laboratorio
Fecha:

Revisado por:
Supervisor coordinador de la calidad
Fecha:

Aprobado por:
Jefe de laboratorio
Fecha:

Fuente: Elaboración propia

Anexo L

Control de los materiales de referencia

Actualizado al …

Ubicación: Cuarto de reactivos

Tipo de Verif. :

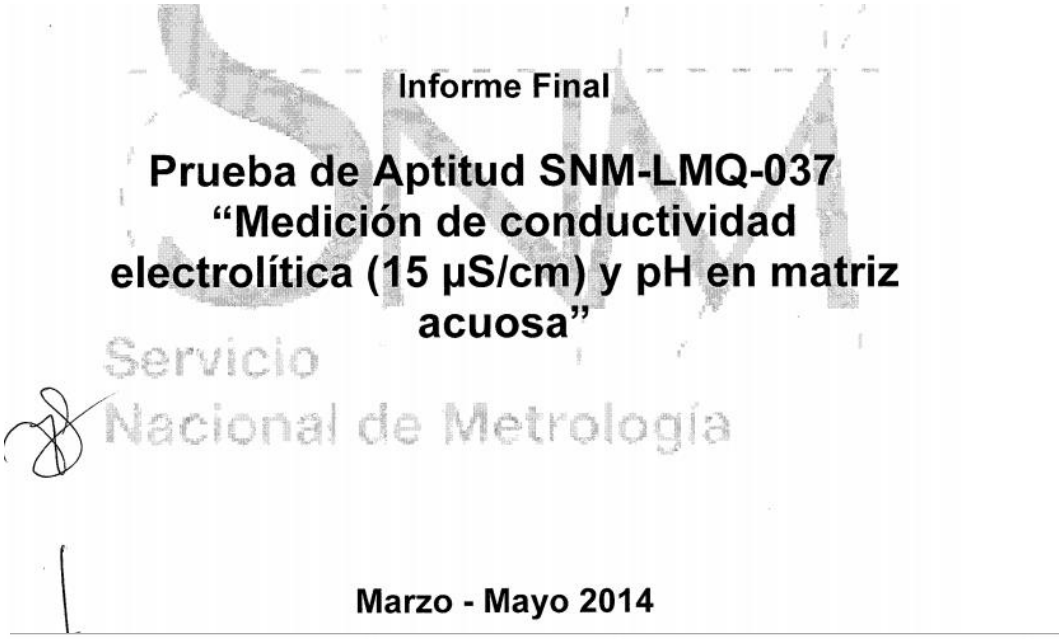
A= Inspección física **B=** Cambio en la apariencia física Comparándolo con un Mat. de Ref. reciente **C=** Comparación de resultados de ensayos, Utilizando un Mat. de Ref. Reciente.

PREPARADO POR	REVISADO POR	APROBADO POR

N°	Método de Ensayo	Material de referencia (descripción y cond. Almac.	Cantidad	Fecha Vcmto.	Tipo Verif.	Frec. Verif.	Resultados de las Verificaciones			Ubicación almacén refinería talara	Revisión del supervisor
01											
02											
03											
04											
05											
06											
07											
08											
09											

Fuente: Elaborado por unidad laboratorio Refinería Talara

Anexo M
Pruebas de aptitud con el servicio nacional de metrología del Indecopi



Informe Final

Prueba de Aptitud SNM-LMQ-037
"Medición de conductividad electrolítica (15 µS/cm) y pH en matriz acuosa"

Servicio Nacional de Metrología

Marzo - Mayo 2014

PRUEBA DE APTITUD SNM-LMQ-037
"MEDICIÓN DE CONDUCTIVIDAD ELECTROLÍTICA Y PH EN MATRIZ ACUOSA"

1. OBJETIVO

El presente informe tiene como objetivo presentar los resultados de la evaluación de desempeño de los laboratorios participantes en la Prueba de Aptitud "Medición de conductividad electrolítica y pH en matriz acuosa con el código SNM-LMQ-037 que fuera organizada por INDECOPI siguiendo los lineamientos establecido en la Norma ISO/IEC 17043, para la cual se cursó invitaciones a los laboratorios de ensayo que realizan o están implementando la realización de este tipo de ensayo en nuestro país.

2. PARTICIPANTES

Se inscribieron 08 laboratorios, los cuales se mencionan a continuación en orden alfabético:

Laboratorio
FARMEX S.A
GENERAL CONTROL GROUP S.A.C.
LABORATORIO CERTIPEZ E.I.R.L.
Laboratorio de Calidad Ambiental de la Facultad de Ciencias del Ambiente-UNASAM
Laboratorio de Ingeniería Sanitaria del Instituto de Hidráulica, Hidrología e Ingeniería Sanitaria-UDEP
LABPERU E.I.R.L
Refinería Talara - Petróleos del Perú - PETROPERÚ S.A.
SOCIEDAD DE ASESORAMIENTO TÉCNICO S.A.C.

3. MUESTRA A ANALIZAR

La muestra a analizar consistió en:

Cantidad	Material	Intervalo
1 botella de 200 ml	Solución Buffer en matriz acuosa	pH 6,5 a pH 8,5
1 botella de 100 ml	Solución acuosa de Cloruro de Potasio	10 µS/cm a 20 µS/cm

7. RESULTADOS DE LA PRUEBA DE APTITUD

Para mantener la confidencialidad de los resultados de los laboratorios participantes se identificó a los laboratorios de manera aleatoria, mediante el uso de un código el cual fue informado a cada participante en una carta oficial para los propósitos que crea conveniente. Cada laboratorio siguió sus propios procedimientos de rutina. Se consideró para esta Prueba de Aptitud todos los resultados reportados por los participantes y las incertidumbres fueron reportadas con un factor de cobertura k=2.

Los resultados de los laboratorios participantes se muestran a continuación:

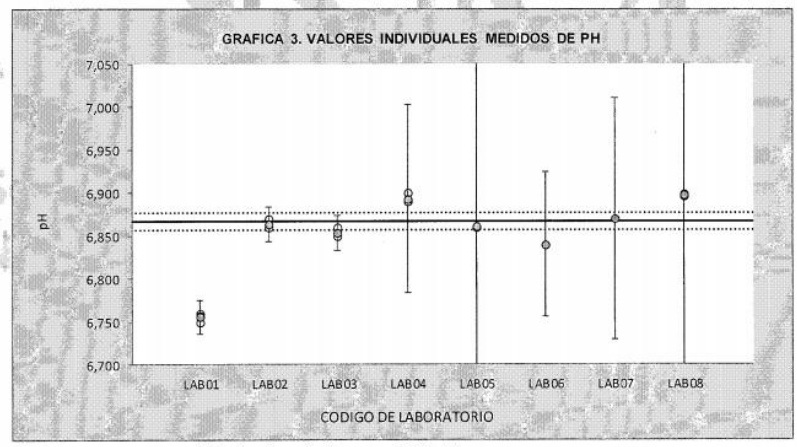
PRUEBA DE APTITUD SNM-LMQ-37
DETERMINACION DE PH EN MATRIZ ACUOSA

Código Laboratorio	MEDICIONES, pH			Valor Promedio, x	U_{lab}, k=2
	R1	R2	R3		
LAB01	6,76	6,75	6,76	6,756	0,020
LAB02	6,86	6,86	6,87	6,863	0,020
LAB03	6,86	6,85	6,85	6,853	0,020
LAB04	6,90	6,89	6,89	6,893	0,110
LAB05	6,861	6,861	6,860	6,861	0,238
LAB06	6,84	6,84	6,84	6,840	0,084
LAB07	6,87	6,87	6,87	6,870	0,140
LAB08	6,899	6,898	6,896	6,898	0,4515

DETERMINACION DE PH EN MATRIZ ACUOSA
EVALUACION DE LA DIFERENCIA (SESGO)

Valor de Referencia, X pH	U_{ref} (k=2) pH
6,867	0,010

Código de Lab.	Valor Promedio, x pH	U_{lab} (k=2) pH	Diferencia (sesgo), D	D%
LAB01	6,76	0,02	-0,11	-1,6
LAB02	6,86	0,02	0,00	-0,1
LAB03	6,85	0,02	-0,01	-0,2
LAB04	6,89	0,11	0,03	0,4
LAB05	6,861	0,238	-0,006	-0,1
LAB06	6,84	0,08	-0,03	-0,4
LAB07	6,87	0,14	0,00	0,0
LAB08	6,898	0,4515	0,031	0,4



Valor de referencia, X = 6,867 pH
Incertidumbre, U_{ref} (k=2) = 0,010 pH

DETERMINACION DE PH EN MATRIZ ACUOSA
EVALUACION DE Z' - SCORE

Valor de Referencia, X pH	U_{ref} (k=2) pH	u_{ref} pH	$\hat{\sigma}$
6,867	0,010	0,005	0,03

Código de Lab.	Valor Promedio, x pH	U_{lab} (k=2) pH	u_{lab} pH	Diferencia (sesgo), D	z'	Conclusión
LAB01	6,76	0,02	0,01	-0,11	-3,7	NO SATISFATORIO
LAB02	6,86	0,02	0,01	0,00	-0,1	SATISFACTORIO
LAB03	6,85	0,02	0,01	-0,01	-0,4	SATISFACTORIO
LAB04	6,89	0,11	0,06	0,03	0,9	SATISFACTORIO
LAB05	6,861	0,238	0,119	-0,006	-0,2	SATISFACTORIO
LAB06	6,84	0,08	0,04	-0,03	-0,9	SATISFACTORIO
LAB07	6,87	0,14	0,07	0,00	0,1	SATISFACTORIO
LAB08	6,898	0,4515	0,2258	0,031	1,0	SATISFACTORIO

z' : puntuación z'
Si -2 ≤ z' ≤ 2 - el resultado del participante es compatible con el valor de referencia.

9. CONCLUSIONES

9.1 DETERMINACION DE PH

- El resumen de la evaluación de desempeño obtenido por los laboratorios para la determinación de pH se muestran en la siguiente tabla:

Código de Lab.	Valor Promedio, x pH	U_{lab} (k=2) pH	Diferencia (sesgo), D	D%	z'	E_n
LAB01	6,76	0,02	-0,111	-1,6	-3,7	-5,0
LAB02	6,86	0,02	-0,004	-0,1	-0,1	-0,2
LAB03	6,85	0,02	-0,014	-0,2	-0,4	-0,6
LAB04	6,89	0,11	0,026	0,4	0,9	0,2
LAB05	6,861	0,238	-0,006	-0,1	-0,2	0,0
LAB06	6,84	0,08	-0,027	-0,4	-0,9	-0,3
LAB07	6,87	0,14	0,003	0,0	0,1	0,0
LAB08	6,898	0,4515	0,031	0,4	1,0	0,1

- De acuerdo a los criterios de evaluación de desempeño para las técnicas estadísticas z'-score y error normalizado, E_n, los resultados reportados por los laboratorios **LAB02, LAB03, LAB04; LAB06 y LAB07** son **"SATISFACTORIOS"**.

- Si bien los resultados reportados por los laboratorios **LAB05 y LAB08** son **"SATISFACTORIOS"**; de acuerdo a los criterios de evaluación de desempeño para las técnicas estadísticas z'-score y error normalizado, E_n, con sesgos de -0,09 % y 0,45 % respectivamente con respecto al valor asignado para el material de referencia de pH 6,87 (solución buffer); el valor de incertidumbre expandida reportado se encuentra muy por encima de la exactitud del método de medición que un laboratorio podría alcanzar utilizando un sistema con electrodo de vidrio el cual se encuentra alrededor de ± 0,05 unidades de pH, incluso se menciona que ± 0,1 unidades de pH representa el límite de la exactitud bajo condiciones normales para mediciones de muestras de agua pobremente amortiguadas. (Referencia: Standard Methods 4500-H^+).

- De acuerdo a los criterios de evaluación de desempeño para las técnicas estadísticas z'-score y error normalizado, E_n, el resultado reportado por el laboratorio **LAB01** es **"NO SATISFACTORIO"**.

Conclusión:

El laboratorio de refinería Talara obtuvo resultados satisfactorios, en el ensayo de pH; en la disciplina de aguas; lo que le permite solicitar la acreditación de los métodos de análisis de efluentes.

Anexo N

Programa de aseguramiento de la calidad de los métodos de análisis de efluentes

N°	Tipo de ensayo	Norma de Referencia o título / versión /año	Método	Controles aplicados (de acuerdo al Req. 5.9 de la Directriz SNA-acr-06D)		Frecuencia de los controles	Criterios de aceptación % PDR / % R
		Código	Titulo	Año	Controles		
1.	Aceites y Grasas	EPA METHOD 1664 A	N-Hexane Extractable Material (HEM; Oil and Grease) and Silica Gel Treated N-Hexane Extractable Material (SGT-HEM; Non Polar Material) by Extraction and Gravimetry	1999	1. BLM 2. MC 3. STD 4. ADI/ADD	20 muestras como máximo	% PDR : 0 – 4.4 % R: 91.5 – 102.1
2.	Demanda química de oxígeno	EPA METHOD 410.3	Chemical oxygen demand (titrimetric. high level for saline waters)	1978	1. BLM 3. STD 4. ADI/ADD	20 muestras como máximo	% PDR : 0 – 9.3 % R: 89.2 – 109.4
3.	pH	SM 4500-H+	pH VALUE	2012	1. Ajuste y/o verificación 2. DUP 3. Interlaboratorio	* DUP cada 5 muestras * 20-25 como máximo por grupo * Interlaboratorio anual	% PDR : 0 – 2

continúa …

N°	Tipo de ensayo	Norma de Referencia o título / versión /año	Método	Controles aplicados (de acuerdo al Req. 5.9 de la Directriz SNA-acr-06D)		Frecuencia de los controles	Criterios de aceptación % PDR / % R
		Código	Titulo	Año	Controles		
4.	Sulfuros	SM 4500-S2 F	Sulfide-the iodometric method	2012	1. BLM 2. STD 3. MC 4. ADI/ADD	20 Muestras como máximo	% PDR : 0 – 15 %R : 85-115
5.	Temperatura	SM 2550	Temperatura	2012	1. DUP	DUP cada 5 muestras	% PDR : 0 – 2

Nota:
CAR: Criterios de Aceptación y Rechazo
%PDR: Porcentaje de desviación relativa
%R: Porcentaje de recuperación
BLM: Blanco del método
MC: Muestra de control
STD: Estándar
ADI/ADD: Adición inicial y adición duplicada
DUP: Muestra duplicado

Fuente: Elaboración propia

Anexo O
Cálculo de incertidumbre del método de pH

Producto: EFLUENTES
Método: SM-4500H+

A. Metodología

u pH-metro	**0,0050**
pH	**7,77**

Tolerancia del instrumento:	0,01
Factor de cobertura:	2
U del instrumento	0,005

B. Incertidumbre del sesgo

U sesgo	**0,1438**

C. Incertidumbre de los analistas

U reproducibilidad	**0,0146**

$$u_r = \frac{S_r}{\sqrt{n}}$$

Incertidumbre estándar			% aporte
U Ph	0,0050	0,000025	0,119485148
U sesgo	0,1438	0,020684769	98,86090826
U reproducibilidad	0,0146	0,000213333	1,019606596
(incertidumbre combinada)^2		0,020923103	
Incertidumbre combinada		0,144648203	

D. Incertidumbre combinada **0,144648203**

E. Incertidumbre expandida al 95 % de conf.

Uexpan.	**0,2893**

Fuente: Elaboración propia

Anexo P

Descripción de puesto analista ambiental

Título del puesto **Analista Ambiental**	**Superintendencia**	**Gerencia**
Título del Puesto del Supervisor Inmediato Supervisor Ambiental	**Unidad** Laboratorio	**Lugar** Piura

Función principal

Ejecutar ensayos para determinar propiedades físicas y químicas de aire, emisiones gaseosas, agua de mar, efluentes líquidos y suelos de acuerdo con el programa de monitoreo ambiental de la Refinería, cumpliendo estrictamente con los métodos de ensayo estandarizados y los procedimientos e instrucciones del sistema de gestión de la calidad basado en la NTP ISO/IEC 17025. Cumplir los procedimientos del SGA ISO 14001 que se apliquen a su área de trabajo.

Deberes normales recurrentes (especificarlo detalladamente)	% Tiempo
1. Realizar todo tipo de ensayos de laboratorio relacionados con el programa de monitoreo ambiental siguiendo en cada caso el método de análisis establecido (SM, EPA, etc.) y dando estricto cumplimiento al programa de aseguramiento de la calidad y a los procedimientos e instrucciones del sistema de gestión de la calidad basado en la NTP ISO/IEC 17025.	**25**
2. Muestrear y analizar los efluentes líquidos, gases de chimeneas, calidad del aire, desechos sólidos y efectúa los análisis químicos e instrumentales relacionados con el Programa de monitoreo ambiental. Tomar muestras especiales de gases en unidades, tanques de almacenamiento, buques y otros lugares que sean requeridos para el monitoreo ambiental.	**20**
3. Participar en la ejecución de trabajos denominados especiales y en las evaluaciones completas en materia ambiental, efectuando las pruebas que se requieran para tal fin, para ello debe dominar los ensayos físico-químicos y conocer el manejo de equipos de alta tecnología tales como cromatógrafos, espectrofotómetros, potenciometros, etc.	**20**
4. Llevar un detallado registro de las condiciones de ejecución de los ensayos de acuerdo al sistema de gestión de la calidad. Anotar inmediatamente en el reporte diario de rutina los resultados de las pruebas efectuadas. Informar los resultados a su supervisor inmediato y luego preparar los informes para reportar a los clientes internos. Informar a su supervisor inmediato de cualquier anormalidad que se presente en el desarrollo de los trabajos o con resultados anómalos derivados del monitoreo.	**10**
5. Apoyar al supervisor del laboratorio en la implementación de nuevos métodos de ensayo, puesta en servicio de nuevos equipos y entrenamiento del personal de menos experiencia. Apoyar en la realización de ensayos experimentales. Preparar soluciones de reactivos cada vez que sean necesarios y mantener el control permanente de su calidad efectuando periódicamente las pruebas de verificación necesarias.	**5**

continúa …

6. Verificar que los equipos y materiales requeridos para el desarrollo de ensayos que realiza se encuentren en buen estado de funcionamiento y debidamente calibrados. Reportar inmediatamente a su supervisor inmediato de cualquier falla o problema que se presenten con los equipos o sus accesorios. Verificar que los productos químicos estén adecuadamente valorados dentro de la fecha de vencimiento.	**5**
7. Controlar los inventarios, tener la custodia de los materiales para Laboratorio y efectuar la entrega de los mismos al personal. Apoyar en la ejecución de los inventarios físicos anuales de materiales y equipos.	**5**
8. Llevar las estadísticas de calidad de los resultados obtenidos del monitoreo ambiental.	**5**
9. Cumplir los procedimientos del SGA ISO 14001, relacionados a su área de trabajo. Asimismo cumplir estrictamente los procedimientos de control interno, y mantener la confidencialidad de la información.	**5**

Deberes desempeñados a intervalos infrecuentes

- Integrar la brigada contra incendio.
- Participar en comités vinculados con la gestión de la Unidad laboratorio
- Efectuar otras tareas adicionales y/o complementarias solicitadas por su supervisor inmediato relacionadas con el desempeño de su puesto.
- Apoyar cuando se le requiera en las actividades de contingencias en casos de derrames y contribuir en la protección ambiental de su área.

Supervisión ejercida directamente

Del personal analista ambiental en caso que fuese designado como responsable de ello.

Alcance y tipo de decisiones que toma bajo su aprobación

Informa a su supervisor inmediato cuando detecta que algún resultados se encuentra fuera de los límites máximos permisibles o fuera de los estándares de calidad ambiental.

Condiciones de trabajo, en su labor

Trabaja de día usualmente de lunes a viernes en horario de oficina. No trabaja los domingos ni feriados, salvo que se trate de sobretiempo. Efectúa reemplazos de personal turnista en las ocasiones que sea necesario. Trabaja en cualquiera de las salas de Laboratorio, puede manipular sustancias corrosivas y vapores de hidrocarburos bajo condiciones de seguridad adecuadas.

Responsabilidad por datos confidenciales

Es responsable del manejo de información confidencial y reservada de la empresa, de acuerdo al nivel del puesto que desempeña, que requiere alto grado de confidencialidad.

Relaciones de trabajo

A.- Internos:

Con personal del Unidad desarrollo sostenible

B.- Externos:

Ninguna.

continúa …

<table>
<tr><td colspan="3">Especificaciones

A.- Educación-mínimo de instrucción:
Estudios de Técnico Químico o Químico.
B.- Experiencia – cantidad y clase:
Experiencia mínima de 1 año en ensayos de Laboratorio ambiental.</td></tr>
<tr><td colspan="3">C.- Otras calificaciones – habilidades especiales:
Capacidad analítica, iniciativa y responsabilidad.
Orden, limpieza, organización y confidencialidad.
Conocimientos básicos de inglés y manejo de sistemas de informática.
Conocimientos de la Norma NTP ISO/IEC 17025.
D.- Formación
− Haber participado en actividades de capacitación sobre interpretación e implementación de la NTP ISO/IEC 17025.
− Haber participado en actividades de aceptación sobre protección ambiental, de preferencia “Introducción al Sistema de Gestión Ambiental” (SGA).
− Haber participado en actividades de capacitación sobre protección ambiental, referidos al rubro Aspectos e Impactos Ambientales – SGA.</td></tr>
<tr><td>Preparado por:

Nombre

Firma</td><td>VºBº Dpto. Recursos Humanos

Nombre

Firma</td><td>Aprob. Superintendencia Técnica

Nombre:

Firma</td></tr>
<tr><td>Título de Puesto
Jefe Unidad Laboratorio</td><td>Lugar y Fecha</td><td>Lugar y Fecha</td></tr>
</table>

Fuente: Elaboración propia

Anexo Q
Necesidad de capacitación del personal

DIAGNOSTICO Y PLAN DE MEJORAMIENTO 2012 – 2014

Objetivo Capacitar al personal para complementar sus conocimientos y desarrollar sus competencias con el fin de lograr un mejor desenvolvimiento en sus funciones dentro de la Empresa, motivándole para desarrollar su trabajo con excelencia.

Datos del Trabajador

Apellidos y Nombres:	
Departamento:	
Unidad:	
Puesto:	
Fecha de nacimiento:	Edad:

1. Necesidades de formación y capacitación propuestos en un horizonte de tres años

1.1 Actividades de capacitación necesarias	Prioridad	Ejecución año	Señalar con aspa (X) el propósito de la actividad		
			Reforzar conocimientos básicos	Actualizar nuevas técnicas	Habilidades personales

1.2 Pasantías en el país y en el extranjero				
Indicar la actividad proceso o función que se requiere potenciar	Tema específico a conocer	Dependencia de la pasantía dentro y fuera de la empresa	Lugar	Duración (N° de días)

continúa …

1.3 Rotaciones temporales necesarias para ampliar sus conocimientos y conocer las actividades y procesos del puesto.		
Puestos sugeridos para reemplazos temporales futuros	**Dependencia/lugar**	**Ejecución año**

Propone

Jefe Inmediato
Firma y sello

Aprueba

Gerente Área / Operación
Firma y sello

Fuente: Elaborado por unidad laboratorio Refinería Talara

Anexo R

Programa de capacitación del personal del laboratorio

Año: 2013

TEMAS	ENERO	FEBRERO	MARZO	ABRIL	MAYO	JUNIO	JULIO	AGOSTO	SETIEMBRE	OCTUBRE	NOVIEMBRE	DICIEMBRE
Higiene Laboral en un Laboratorio de Análisis Químico.		X										
Detreminación de Carbón Conradsón					X							
Determinación de Metales por Fluorescencia de Rayos X						X						
Servicio al cliente							X				X	
Programa Anual de Actividades de Seguridad	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X
Norma ISO/IEC 17025	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X
Pasantía Laboratorio de METROIL									X			
Pasantía Laboratorio de CERPER										X		
Métodos de Análisis Ambiental- Aire										X		
Métodos de Análisis Ambiental- Agua											X	
Módulo QM- ERP SAP												X

ELABORADO POR: SUPERVISOR DE LABORATORIO

FECHA:

APROBADO POR: RESPONSABLE TÉCNICO

FECHA:

Fuente: Elaborado por unidad laboratorio Refinería Talara

Anexo S
Medición de la eficacia de la capacitación

Participante: Laboratorista A Ficha: XXXX
Curso: Métodos de monitoreo ambiental-Medición de pH
Horas de capacitación: 40 horas.
Fecha de la capacitación: 10/11/2013-15/11/2013

TABLA 1
Evaluación del Aprendizaje

Elementos de revisión	Criterio de Evaluación	Evaluación			Puntaje Porcentual
		Bajo	Medio	Alto	
Actividades planificadas	Se cumplió con los objetivos propuestos del curso.			X	100%
	Se cumplió con las horas de dictado.			X	100 %
	Se cumplió con las horas de práctica.			X	100 %
Resultados planificados	Conoce las partes del equipo.			X	100 %
	Conoce las condiciones óptimas de operación del equipo(Presión, Temperatura, etc)			X	100 %
	Opera el equipo de acuerdo a las instrucciones de uso.			X	100 %
	Aplica correctamente el método de ensayo en el equipo.			X	100 %
Promedio Porcentual					100 %

*Marca en cada recuadro de Evaluación de acuerdo a la Tabla 1

Calificación	Porcentaje
Bajo	33 %
Medio	66 %
Alto	100 %

Supervisor del Área	Responsable Técnico
Fecha: 17/12/2013	Fecha: 17/12/2013

Fuente: Elaborado por unidad laboratorio Refinería Talara

Anexo T
Ficha Personal

1. **Datos Personales**

Nombres y Apellidos:	
Fecha de Nacimiento:	
Lugar de Nacimiento:	
Dirección actual:	

2. **Carga Familiar**

Nombres del Cónyuge:	

3. **Instrucción:**

Secundaria	
Superior	
Año terminación	
Título Obtenido	

4. **Datos de la Empresa**

Fecha de Ingreso a la Empresa	
Título de puesto actual	

5. **Puesto ocupado**

Año	Mes	Título de puesto

6. **Capacitación en los últimos 5 Años**

Año	Mes	Curso	Lugar	Institución
Ver Cuadro Resumen adjunto				

continúa …

7. Autorización para ejecutar las siguientes labores:

……..... de ……..…. del ……..

Jefe de Laboratorio

Fuente: Elaborado por unidad laboratorio Refinería Talara

Anexo U
Registro de monitoreo del personal analista

Método de Ensayo SM 4500-H+				
Fecha:	Laboratorista:			Resultado Analista:
Lugar:	Evaluador:			Resultado Esperado:
Area:	Cod. de Muestra Control:			Variabilidad de la MC:
Observaciones según método ASTM	**Cumple**		**Comentario / Recomendación**	
	Sí	No		
¿El File del Método se encuentra ubicado en el área de trabajo?				
¿Se dispone el manual del multiparametro?				
¿Conoce el analista el alcance del método?				
¿Conoce el analista cual es la importancia de la medición de pH en los efluentes?				
¿Conoce el analista el ajuste del equipo?				
¿El multiparametro que se usa ha sido calibrado? Se cumplió con el programa de calibración?				
¿Conoce el analista la tolerancia máxima de cada buffer, utilizando el certificado de análisis?				
¿Conoce cómo se determina el slope y si se encuentra en el rango establecido en el equipo?				
¿Conoce el analista el aseguramiento de la calidad de los resultados que se aplica al método?				
¿Conoce el analista que la temperatura tiene influencia en la medición del pH?.				
¿Conoce el analista la frecuencia de mantenimiento del equipo?				
¿Conoce el analista los límites máximos permisibles para este parámetro de acuerdo al D.S 037-2008-PCM.				
¿Conoce el analista el límite de detección del equipo?				
¿Se usan los implementos de seguridad apropiados durante la prueba?				
TOTALES				

EVALUACION DE HABILIDADES Y COMPETENCIA: (Periodo: ……...……)

1. Habilidad en el manejo de muestras de hidrocarburos: **Bueno:** ☐ **Regular:** ☐ **Malo:** ☐
……

2. Destreza en la manipulación de equipos e instrumentos de medición: **Bueno:** ☐ **Regular:** ☐ **Malo:** ☐
……

3. Caligrafía legible: **Bueno:** ☐ **Regular:** ☐ **Malo:** ☐
……

4. Capacidad analítica y toma de decisiones: **Bueno:** ☐ **Regular:** ☐ **Malo:** ☐
……

5. Condiciones de líder: **Bueno:** ☐ **Regular:** ☐ **Malo:** ☐
……

6. Facilidad de integración para trabajo en equipo: **Bueno:** ☐ **Regular:** ☐ **Malo:** ☐
……

Observaciones:
……
……

Conclusiones:
……

Firma del Evaluador Fecha:	Firma del Evaluado Fecha:	Responsable Técnico Fecha:

Fuente: Elaboración propia

Anexo V
Programa anual de auditorias internas de la calidad año 2013

AREA A AUDITAR	2013											
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
	ENE	FEB	MAR	ABR	MAY	JUN	JUL	AGO	SET	OCT	NOV	DIC
1. Gerencia de Operaciones									X			
2. Superintendencia Técnica									X			
3. Responsable de la Calidad									X			
4. Responsable Técnico									X			
5. Ensayos Rutinarios									X			
6. Ensayos Especiales									X			
7. Ensayos de monitoreo ambiental									X			

Nota:

- La auditoría incluirá todos los requisitos de gestión y técnicos de la NTP ISO/IEC 17025, y abarcará todas las áreas del Laboratorio.

Talara, 24 de enero 2013

Preparado por:	Aprobado por:
Nombre:	Nombre:
Firma:	Firma:
Función: Responsable de la Calidad	Función: Gerente

Fuente: Elaborado por unidad laboratorio Refinería Talara

Anexo W
Agenda de Auditoría interna - Setiembre 2013

Auditoria N°: 01-2013	**Áreas:** Jefatura Laboratorio**,** Laboratorio, Jefatura Superintendencia Técnico, Gerencia
Norma: NTP ISO/IEC 17025 Ver. 2006	
Auditor Líder: LIDER 01	
Auditores: Analista 01 (E. Técnico) (2) Analista 02 (E. Técnico) (3)	**Fecha:** 24 al 26 de Setiembre del 2013

AUDITOR	FECHA	HORA	ÁREA/REQUISITOS DE LA NORMA
1,2,3	24/09/13	08:00 Horas	**Reunión de apertura**
1		08:30 Horas	**Superintendente Técnico/Jefe Laboratorio** 4.1, 4.2, 4.3, 4.13. 5.2
2,3		08:30 Horas	**Laboratorio** 5.3, 5.4, 5.5, 5.6, 5.8, 5.9, 5.10 (ASTM D56, D93 D2699, D3241,D86)
1,2,3		12:00 Horas	**Almuerzo**
1,2,3		13:00 Horas	**Reunión de coordinación**
1		13:30 Horas	**Superintendente Técnico/Jefe Laboratorio** 4.8, 4.9, 4.4, 4.6, 4.7
2,3		13:30 Horas	**Laboratorio** 5.3, 5.4, 5.5, 5.6, 5.8, 5.9, 5.10 (D6045, D3948, D130, D1298)
1,2,3		16:00 Horas	**Reunión de coordinación**
1	25/09/13	08:30 Horas	**Superintendente Técnico/Gerente/Jefe Laboratorio** 4.10, 4.11, 4.12, 4.14, 4.15
2,3		08:30 Horas	**Laboratorio** 5.3, 5.4, 5.5, 5.6, 5.8, 5.9, 5.10 (ASTM D1838, D4294 y D5972)
1,2,3		12:00 Horas	**Almuerzo**
1,2,3		13:00 Horas	**Reunión de coordinación**
2,3		13:30 Horas	**Laboratorio** 5.3, 5.4, 5.5, 5.6, 5.8, 5.9, 5.10 (SM 4500H+; SM 4500-S2-F; EPA 1664)
1,2,3	26/09/13	08:30 Horas	**Laboratorio** 5.3, 5.4, 5.5, 5.6, 5.8, 5.9, 5.10 (EPA410.3; SM 2550)
1,2,3		14:00 Horas	**Reunión de cierre**

Auditor Líder:	Firma:	Fecha: 02/09/2013

Aceptado por:	Firma:	Fecha: 02/09/2013

Fuente: Elaborado por unidad laboratorio Refinería Talara.

Anexo X
Informe de auditoría interna - NTP – ISO/IEC 17025:

Nombre de la Entidad Auditada:
Elaborado por:
Tipo de Auditoria:
Fecha:

1. Objetivo
2. Alcance
3. Detalles de la Auditoria
   3.1 Integrantes del Equipo Auditor

Categoria	Nombre y Apellido	N° de Ficha
Auditor Líder		
Expertos Técnicos		

   3.2 Documentos de Referencia
   3.3 Agenda de Auditoría Interna
   3.4 Relación de Personas Entrevistadas

Nombre y Apellido	Cargo/Área

4. Resumen de la Auditoria

Clasificación de los Hallazgos	Número encontrado
No conformidades	
Observaciones	
Recomendaciones	

5. Fortalezas encontradas
6. Aspectos débiles
7. Recomendaciones Generales
8. Anexos:
   Anexo 1: Relación de no conformidades
   Anexo 2: Relación de observaciones
   Anexo 3: Relación de recomendaciones
   Anexo 4: Lista de asistencias (reunión de apertura y cierre)

Anexo Y
Acta de revisión por la dirección

1. Fecha:
2. Participantes:
3. Resultados de la revisión: 3.1. Adecuación de las políticas y procedimientos. 3.2. Los informes del personal directivo y supervisor. 3.3. Resultados de las auditorías internas. 3.4. Acciones preventivas y correctivas. 3.5. Evaluaciones por organismos externos. 3.6. Resultados interlaboratorios. 3.7. Cambio de volumen y tipo de trabajo. 3.8. Retroalimentación de los clientes. 3.9. Quejas. 3.10. Resultados de revisiones anteriores. 3.11. Recomendaciones para la mejora. 3.12. Seguimiento a objetivos y planes de acción. 3.13. Otros factores relevantes.
4. Acciones derivadas de la revisión por la dirección 4.1. Objetivos y metas anuales

4.2. Plan de acción

Hallazgo	Acciones	Responsable	Fecha Ejecución	Registro	Observaciones

Preparado por:

Nombre:_____

Función:_____

Firma: _____

Revisado y aprobado por:

Nombre: _____

Función:_____

Firma:_____

Fuente: Elaborado por unidad laboratorio Refinería Talara

Anexo Z

Plan de acción derivado de la revisión por la dirección del 2013

HALLAZGO	ACCIONES	RESPONSABLE	FECHA EJECUCIÓN	REGISTRO	OBSERV ACIONES
1. Se observa que el 43 % del personal tiene más de 60 años. El 13 % del personal tiene más de 65 años. 2. La carga de trabajo en el laboratorio se ha incrementado, asimismo la adquisición de equipos de última tecnología requiere de personal más competente, por lo que se requiere personal para las siguientes áreas. • Área de pruebas especiales: Se necesita 01 supervisor para supervisar la ejecución de pruebas especiales utilizando equipos de última tecnología. Así mismo se requiere supervisar la implementación de ensayos para los nuevos productos que comercializa PETROPERU como: Diesel B5 y Gasoholes. • Área ambiental: Se necesita 01 supervisor y 01 analista para implementar y mantener acreditados los métodos de Monitoreo Ambiental de acuerdo a las exigencias legales.	• Preparar a personal a través de las becas profesionales y tecnológicas. • Preparar cronograma de jubilación del personal del Laboratorio. • Preparar personal para reemplazo de personal jubilable, en base al cronograma. • Que el Coordinador de calidad ejerza las funciones de supervisor de pruebas especiales y contratar un profesional para el apoyo del mantenimiento del sistema de calidad, según la ISO/IEC 17025. • Contratar 01 profesional y 01 tecnológico para la implementación de los métodos de monitoreo ambiental.	Jefe del laboratorio.	Dic. 2014		

3. Mejorar el tiempo de atención al cliente, con respecto al año anterior	• Mantener la organización del laboratorio completa. • Contratar un profesional para la implementación del Módulo QM-ERP-SAP. • Adquirir equipos de análisis rápido como: equipo de punto de congelamiento, espectrofotómetro de plasma inducido, equipo de análisis de azufre.	Jefe del laboratorio	Dic. 2014		
4. Acreditar los métodos de monitoreo y análisis ambiental en cumplimiento de la legislación vigente.	• Continuar implementando los métodos para la acreditación de 14 métodos de monitoreo y análisis ambiental, según la Norma NTP ISO/IEC 17025. • Contratar personal para la supervisión y ejecución de los ensayos de monitoreo ambiental.	Supervisor Coordinador de Calidad	Dic. 2014		
5. Acreditar los métodos de análisis de crudo para cumplir requerimientos legales y contractuales con los clientes.	• Preparar para su acreditación 03 métodos normalizados para el análisis de crudos, según la Norma NTP ISO/IEC 17025. • Contratar personal para apoyar en la implementación de estos métodos.	Supervisor Coordinador de Calidad.	Dic. 2014		
6. El Programa de mantenimiento preventivo y especializado de los equipos del laboratorio sólo se ha cumplido en un 86,9 % (Mínimo 95 %)	• Solicitar a la Superintendencia mantenimiento el cumplimiento de los programas de mantenimiento de los equipos de laboratorio. • Efectuar reuniones periódicas con mantenimiento para verificar el cumplimiento del Programa de mantenimiento preventivo y especializado de los equipos del laboratorio.	Jefe del Laboratorio.	Dic. 2014		

Fuente: Elaborado por unidad laboratorio Refinería Talara