

2011

APLICACIÓN DE LA NORMA NMX-EC-17025-IMNC-2006 EN PRUEBAS FÍSICAS DEL LABORATORIO DE CONTROL DE LA SUPERINTENDENCIA DE QUÍMICA

Residencia Profesional



Aracely Guzmán Salas
Instituto Tecnológico de Tuxtla Gutiérrez
27/05/2011



ÍNDICE

INTRODUCCIÓN.....	3
JUSTIFICACIÓN.....	5
OBJETIVOS.....	6
CARACTERIZACIÓN DEL ÁREA.....	7
PROBLEMAS A RESOLVER.....	19
ALCANCE Y LIMITACIONES.....	21
FUNDAMENTO TEÓRICO.....	22
PROCEDIMIENTO Y DESCRIPCIÓN DE LAS ACTIVIDADES A REALIZAR.....	39
RESULTADO.....	47
CONCLUSIÓN Y RECOMENDACIÓN.....	55
ANEXOS.....	57
GLOSARIO.....	59
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	63

INTRODUCCIÓN

Las actividades realizadas para lograr el desarrollo del proyecto fueron llevadas a cabo dentro en la Superintendencia de Química de la Refinería “Ing. Antonio Dovalí Jaime” ubicada en la ciudad de Salina Cruz, Oaxaca. La refinación es el conjunto de procesos físicos y químicos a los que se somete el crudo para obtener de él, los diversos productos petrolíferos para propósitos específicos con propiedades físicas y químicas bien definidas.

Dentro de la Superintendencia de química se manejan métodos internacionales basados por normas ASTM. Con estos métodos internacionales se pretende seguir las especificaciones de los productos para la calidad suficiente para su venta (Objetivo principal de la empresa) y de esta manera lograr la rentabilidad de la empresa.

El control de calidad es el conjunto de técnicas y procedimientos que sirve para orientar, supervisar y controlar todas las etapas hasta la obtención de un producto de la calidad deseada, esto es para conocer las especificaciones establecidas por la ingeniería del producto y proporcionar asistencia al departamento de fabricación, para que la producción alcance estas especificaciones.

La implantación de un sistema de control de calidad para las pruebas físicas realizadas dentro de un laboratorio se realiza para que de esta manera se conozca si la aplicación de los métodos utilizados para el análisis de los productos de la refinación es correcta y así determinar que los valores resultantes de dichas pruebas son válidos y confiables.

El laboratorio de control, se encuentra dentro de la Superintendencia de Química, es el encargado de efectuar únicamente las pruebas físicas para los productos derivados del petróleo y su funcionamiento está regido por la norma mexicana NMX-EC-17025-IMNC-2006 “Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y de calibración”, norma cuyo criterio básico es esencial para la certificación de las normas. La realización de éste proyecto consiste en la certificación y acreditación de la norma ASTM D-7345 “Método estándar de prueba para la destilación de petróleo a presión atmosférica (Método de micro destilación)”.

En el desarrollo de este proyecto se efectúa en el análisis de cada uno de los métodos de pruebas utilizados actualmente por el laboratorio, este análisis comprende la verificación de la actualización y certificación del método, modificaciones de procedimientos de los métodos de acuerdo a las recientes actualizaciones, creación de una metodología para el sistema de control de calidad y la aplicación de dicho sistema implantado. Como consecuencia de estos análisis se obtienen datos y gráficos que arrojan bajo normatividades si el sistema implantado de control de calidad es el correcto y lo más importante, si los métodos empleados están siendo utilizados correctamente en el laboratorio y así este continúe certificado dando valores verdaderos de los productos.

JUSTIFICACION

En la elaboración del proyecto se realiza para que el laboratorio pueda emitir sus resultados mediante informes de productos terminados y tengan validez oficial, y todos los métodos necesitan estar acreditados ante la Entidad Mexicana de Acreditación (ema). Ya que en la actualidad la demanda de la calidad en los productos está en aumento debido a los constantes cambios de la vida diaria. Las entidades de acreditación como la ema, son los órganos que garantizan que los organismos de evaluación de la conformidad son confiables y técnicamente competentes.

La confirmación de los métodos en el laboratorio, se deben validar los métodos no normalizados, los métodos que se diseñan o se desarrollan, los métodos normalizados empleados fuera del alcance previsto, así como las ampliaciones y modificaciones de los métodos normalizados. Para los métodos normalizados en el laboratorio debe realizar y presentar evidencia objetiva de la confirmación del método para demostrar que cumple las especificaciones del mismo y cuenta con la competencia técnica para realizarlo adecuadamente tomando en consideración sus propias instalaciones, equipo y personal.

Es por este motivo de fundamental importancia que se pretende la implantación de un sistema de control de calidad de las pruebas físicas realizadas dentro del laboratorio de control de la refinería, debido a que con estas pruebas es con las cuales se especifica que los productos estén bajo las normatividades establecidas para poder ser comercializado, ya que es de vital importancia la calidad del producto y el servicio del cliente. Por lo que es necesario realizar la confirmación de los métodos en el laboratorio con el fin de mantener un control sobre sus métodos y conocer sus características y limitaciones, con la finalidad de que el laboratorio ofrezca un servicio adecuado a las necesidades metrológicas de sus clientes y de la propia evaluación de la conformidad de las normas.

OBJETIVO GENERAL

Realización de la aplicación y los conocimientos de los criterios de la Norma NMX-EC-17025-IMNC-2006 “Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y de calibración” en pruebas físicas del Laboratorio de Control, Certificación y acreditación de la Norma ASTM-D 7345-08, “método de prueba para la destilación de Petróleo a presión atmosférica (Método de micro destilación)”.

OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- ◆ Conocer y aplicar el procedimiento de control de calidad para las pruebas físicas del Laboratorio de Control.

- ◆ Realizar el programa de muestreo y análisis de muestras para el control de la calidad de pruebas físicas, asegurar la calidad de los resultados (indicadores, estándares, gráficos).

- ◆ Confirmación de los métodos de su última revisión en base a la norma NMX-EC-17025-IMNC-2006 del Laboratorio de Control. Certificación y acreditación de la Norma ASTM-D 7345-08, “método de prueba para la destilación de Petróleo a presión atmosférica (Método de micro destilación)”.

CARACTERIZACION DEL AREA

Antecedentes de la refinería.

La Refinería “Ing. Antonio Dovalí Jaime” en Salina Cruz, Oaxaca; ocupa una superficie total de 600 hectáreas localizadas a cinco kilómetros al noreste de la ciudad y puerto de Salina Cruz, Oaxaca. El municipio de Salina Cruz se



ubica sobre la costa del Océano Pacífico, en una latitud norte 16°09'30" y longitud oeste 95°1'30" y está catalogado como puerto de altura y gran cabotaje, inició sus operaciones en el mes de abril de 1979 y fue inaugurada el 24 de agosto de 1979, con capacidad para procesar hasta 165,000 BPD (Barriles por día), en la planta Primaria I.

A partir de la puesta en operación de la Refinería “Ing. Antonio Dovalí Jaime”, ésta ha registrado un constante crecimiento que la ubica como la más grande del sistema petrolero de refinación en el contexto nacional, con capacidad para procesar 330,000 BPD de crudo.

De 1993 a 1997 se contempló la construcción de varias plantas dentro del paquete ecológico, con el fin de mejorar la calidad de las gasolinas, del diesel y del combustóleo pesado. En este período iniciaron sus operaciones la planta Catalítica II y la planta Reductora de Viscosidad. En 1997 iniciaron sus operaciones las plantas de Alquilación e Isomerización.

Esta empresa tiene como objetivo de elaborar los productos petrolíferos que cubran parte de la demanda nacional, basándose en las necesidades de consumo, además de realizar la exportación de crudo y destilados por las costas mexicanas del litoral del Pacífico.

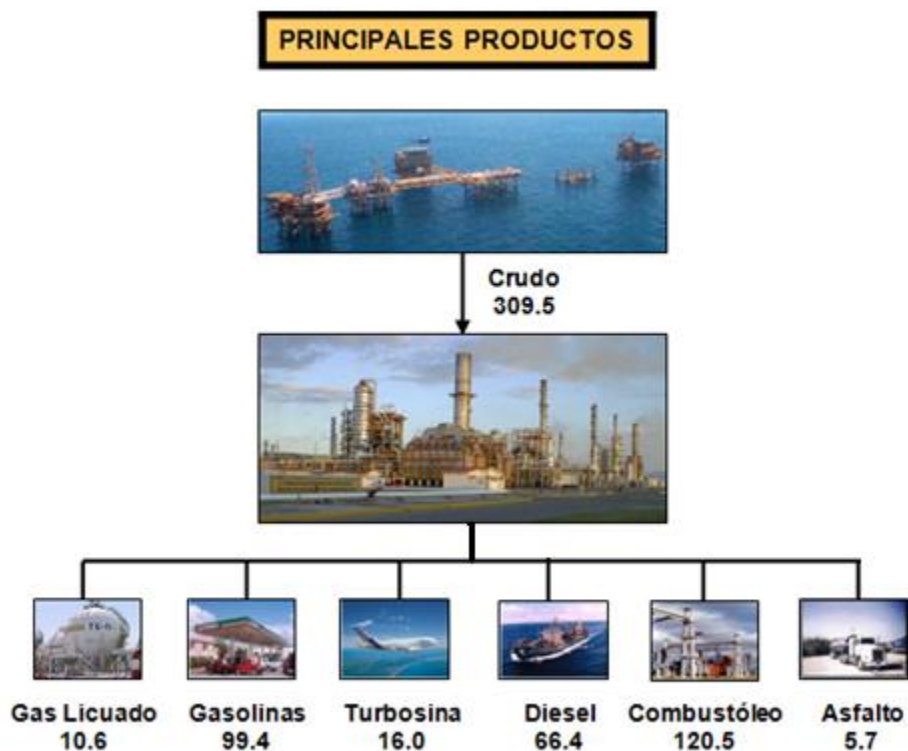
El petróleo crudo que se extrae de los yacimientos localizados en los estados de Tabasco, Chiapas y la Sonda de Campeche, se concentra en la estación de recolección y bombeo, ubicada en Nuevo Teapa, Veracruz. Parte de este crudo se envía a través de dos oleoductos de 30 y 48 pulgadas de diámetro, hasta la refinería.

El crudo, sea para su procesamiento o para exportación, se almacena en tanques de 100, 200 y 500 mil barriles, cuyas características de diseño y seguridad garantizan el adecuado abastecimiento. Para el manejo de los hidrocarburos y productos, la refinería cuenta con una capacidad de 14 millones de barriles en 125 tanques, de los cuales 20 almacenan materias primas, tales como crudo Istmo, Maya y sus mezclas y metanol; 39 para productos intermedios como gasolina primaria, slop, base nova, kerosina primaria, turbosina primaria, diesel primario, aceite cíclico ligero, gasóleos, residuos catalíticos, aceite recuperado y 66 para productos finales: butano-butileno, propileno, gas LPG, gasolina Pemex Magna, turbosina, tractomex, diesel desulfurado, Pemex Diesel, combustóleo, TAME y MTBE.

La distribución de los productos refinados se efectúa a través de la Terminal de Ventas Terrestre localizada en Salina Cruz, Oaxaca, la cual abastece la zona de influencia que conforman las agencias de ventas del estado de Oaxaca; las de Tuxtla Gutiérrez, Arriaga y Tapachula, en el estado de Chiapas; así como a los estados de Veracruz, Tabasco, Yucatán y México. Así mismo, resulta de mucha importancia la Terminal Marítima de Pemex Refinación enclavada en la costa, aproximadamente a 10 Km de la refinería. Por esta Terminal y a través de buque-tanques se exporta el petróleo crudo y se transporta combustible a los estados mexicanos localizados en el litoral del Pacífico.

Productos

Básicamente la actividad productiva de la instalación es la refinación de petróleo crudo por medio de 26 plantas de proceso, teniéndose como productos principales: gas licuado, turbosina, diesel, combustóleo y azufre.



El proceso de producción se lleva a cabo en 26 plantas como se indica a continuación:

Plantas de Destilación Primaria I y II.

Fueron diseñadas para procesar 165,000 BPD de petróleo crudo cada una. Al crudo se le eleva la temperatura aprovechando los trenes de intercambiadores de calor, con la temperatura adecuada se pasa por la desaladora donde se deshidrata y posteriormente se somete a un calentador de fuego directo para facilitar la separación de los productos de la torre fraccionadora.

Entre los productos obtenidos en esta planta se encuentran: gasolina primaria, gas seco, diesel, LPG, turbosina, kerosina, gasóleo ligero primario, gasóleo pesado primario y residuos primarios que se someten a procesos posteriores para mejorar sus propiedades.

Plantas de Destilación al Vacío I y II.

Fueron diseñadas para procesar 75,000 y 90,000 BPD de residuo primario proveniente de las plantas de destilación primaria. El líquido, cuando se somete a calentamiento a una presión más baja que la atmosférica disminuye su punto de ebullición. Mediante este procedimiento es posible extraer más productos destilables del residuo primario. Este producto se somete a dos calentadores de fuego directo, para posteriormente enviarlo a la torre de vacío de donde se obtienen los siguientes productos: condensado aceitoso, gasóleo ligero, gasóleo pesado y residuo de vacío. Cabe señalar que los gasóleos ligeros y pesados se envían como carga a las plantas de desintegración catalíticas y el residuo de vacío sirve para la preparación de combustóleo y asfalto.

Plantas de Desintegración Catalítica I y II.

Las dos plantas catalíticas tienen una capacidad conjunta de proceso de 80,000 BPD, utilizan como carga una mezcla de gasóleo de vacío atmosférico (gasóleo ligero y gasóleo pesado). Las plantas desintegran los compuestos de alto peso molecular por medio de la temperatura y un catalizador, obteniéndose productos de mayor valor como: gas seco, propano-propileno, butano-butileno, gasolina estabilizada de alto octanaje, aceite cíclico ligero y residuo catalítico (aceite decantado).

Plantas Despropilenizadoras (Splitter) I y II.

Se tienen dos plantas con capacidad de 4,000 y 5,000 BPD respectivamente. El objetivo de estas plantas consiste en recuperar el propileno y el propano de las corrientes provenientes de las plantas de desintegración catalítica. La carga para estas plantas fraccionadoras de propano-propileno se obtiene de la sección de fraccionamiento de gas licuado de las plantas de desintegración catalítica. La pureza del propileno que se obtiene es del 95% y del propano del 87%.

Plantas Reformadoras de Naftas I y II.

Se cuenta con dos plantas de capacidad de 20,000 y 30,000 BPD respectivamente. Estas reformadoras de naftas reciben como carga gasolina primaria desulfurada, la cual es tratada mediante reformación catalítica a presión y temperatura adecuada en presencia de un catalizador a base de platino, para que de esta manera se obtenga gasolina de alto octanaje. La reacción de reformación se efectúa en reactores colocados en serie. Cabe señalar, que la reacción es endotérmica por lo que entre los reactores se intercalan calentadores que recuperan la temperatura al fluido antes de entrar a cada uno de los reactores, proporcionando así la energía necesaria para realizar la reformación. Por otra parte, el hidrógeno producido se recircula a los reactores y el resto alimenta a las plantas deshidrodesulfuradoras para ser empleado en la reacción que se lleva a efecto en esas unidades. El reformado sin estabilizar se envía a la sección de fraccionamiento, en donde por el domo se separan los incondensables y licuables, y por el fondo el reformado estabilizado con alto octano, mismo que es transferido a tanques para la preparación de las gasolinas. Los productos que se obtienen de esta planta son hidrógeno, gas seco de reformadora, gasolina reformada y LPG.

Plantas Deshidrodesulfuradoras de Naftas I y II.

Existen dos plantas deshidrodesulfuradoras de gasolina con capacidad de 25,000 y 36,500 BPD cada una. Constan de una sección que emplea un catalizador de tipo bimetalico a base de cobalto y molibdeno, y otra sección de estabilización en la que se efectúa la separación de la nafta desulfurada. Estas plantas reciben como carga, gasolina primaria con el objeto de eliminarle los compuestos de azufre mediante una reacción catalítica con hidrógeno. Los productos obtenidos en estas plantas son gasolina magna, LPG, gasolina desulfurada e isohexano.

Deshidrodesulfuradoras de Destilados Intermedios I, II, III y IV.

Existen cuatro de estas plantas con capacidad de 25,000 BPD cada una, utilizadas para eliminar los compuestos de azufre de la turbosina, kerosina o diesel, mediante una reacción catalítica con hidrógeno.

La carga a estas plantas proviene de la planta primaria, que al igual que en la deshidrodesulfuradora de nafta, pasa a la zona de reacción, en donde se obtiene por el fondo del separador de alta un producto desulfurado sin estabilizar, el cual es enviado a la torre agotadora; de esta torre los hidrocarburos pesados alimentan a la sección de fraccionamiento, para extraer de ella, por el domo hidrocarburos ligeros que se envían como carga a la deshidrodesulfuradora de gasolina y por el fondo, la turbosina, kerosina o diesel desulfurado (diesel sin).

Plantas Tratadoras y Fraccionadoras de Hidrocarburos I y II.

Con capacidad de 260,000 BPD cada una. Estas plantas tienen la función de eliminar las corrientes que contienen ácido sulfhídrico (gas amargo), para tal propósito se reciben las alimentaciones siguientes: del domo de la torre desisohexanizadora, del domo de alta presión y del domo de las torres agotadoras de las plantas deshidrodesulfuradoras. La corriente de gas amargo se pone en contacto con una solución de dietanolamina (DEA) en un contenedor, a fin de eliminar el ácido sulfhídrico, de esta forma se obtiene el gas purificado, que se envía a la red de gas combustible.

La corriente de DEA rica en ácido sulfhídrico se envía a la torre regeneradora, en donde se desorbe éste, para posteriormente enviarlo como carga a las plantas recuperadoras de azufre.

Plantas Recuperadoras de Azufre I, II y III.

Dos plantas de azufre (I y II) tienen una capacidad para producir 80 TON/D cada una, la tercera (III) 20 TON/D, tiene como principal objetivo la preservación del medio ambiente, al sustraer el azufre del gas ácido (H_2S) proveniente de los tratamientos de amina de las plantas catalíticas e hidrodesulfuradoras, por medio de un reactor térmico y uno catalítico, siguiendo el proceso Claus. En los reactores se efectúa una combustión controlada con aire, en donde parte del H_2S se quema para dar lugar al bióxido de azufre (SO_2), que subsecuentemente reacciona con el restante H_2S para formar el azufre. Estas reacciones se efectúan bajo un control muy estricto de la calidad de aire y de la relación de H_2S o SO_2 a fin de lograr los mejores rendimientos de las unidades. El azufre producido se almacena en forma líquida o bien se solidifica en patio, con objeto de manejarse a granel.

Planta Reductora de Viscosidad.

Esta planta fue diseñada para obtener a partir del residuo proveniente de las plantas de destilación al vacío, un producto de menor viscosidad, para ser comercializado como combustóleo con el consiguiente ahorro de diluyentes. El proceso consiste en someter la carga a temperaturas muy altas para que las moléculas de gran tamaño se descompongan en moléculas más pequeñas obteniéndose como producto gas, gasolina, gasóleo y combustóleo. Para dilución del residuo de esta planta se utiliza aceite cíclico ligero, gasóleos y kerosina, para dar lugar a un combustóleo con especificación.

Plantas de MTBE y TAME.

Se construyeron las plantas productoras de compuestos oxigenados como son Metil-Terbutil-Éter (MTBE) y Ter-Amil-Metil-Éter (TAME), ambas de tecnología francesa. Con la utilización de estos compuestos en lugar del tetraetilo de plomo, se logró que disminuyera la emisión de plomo a la atmósfera. El proceso consiste en oxigenar la gasolina propiciando una mejor combustión de las mismas, lo que permite una

disminución en la emisión de hidrocarburos no quemados, bióxido de carbono y el contenido de plomo en la gasolina.

En la unidad de MTBE, se procesa isobutileno producido en las plantas FCC con metanol para dar lugar al éter utilizando un catalizador tipo resina de intercambio iónico a condiciones moderadas de temperatura y presión. Es de hacer notar que con este proceso, se elimina en gran parte la contribución de olefinas hacia el LPG.

De manera similar funciona la unidad de TAME solo que aprovecha los isoamilenos (de 5 átomos de carbono) producido en la FCC en vez del isobutileno (que es de 4 átomos de carbono).

Planta de Alquilación.

En la refinería, se utiliza el proceso de vía ácido fluorhídrico, este proceso de alquilación con ácido fluorhídrico como catalizador, es la combinación de una isoparafina, utilizándose isobutanos y olefinas, tales como: propileno, butileno y amileno entre otros. El producto resultante es una gasolina con buenas propiedades de estabilidad y altos índices de octano que se conoce comercialmente como gasolina Magna sin y gasolina Premium.

Plantas de Isomerización de Pentanos y Hexanos U-900.

La unidad isomerizadora tiene como objetivo la isomerización de pentanos, hexanos y mezclas de ambos. La reacción tiene lugar en una atmósfera de hidrógeno sobre un lecho fijo de catalizador a las condiciones de presión y temperatura que favorece la isomerización y reduce el hidrocraqueo. Durante el proceso de isomerización se obtiene gas y producto isomerizado.¹

¹ PEMEX refinería, (La Refinería Ing. Antonio Dovalí Jaime), disponible: <http://www.ref.pemex.com/octanaje/22salina.htm>

Ubicación.

La refinería se divide en cuatro áreas; superintendencia de química, superintendencia general de operación, superintendencia de conservación y mantenimiento, superintendencia de fuerzas servicios auxiliares. (Ver figura 1)

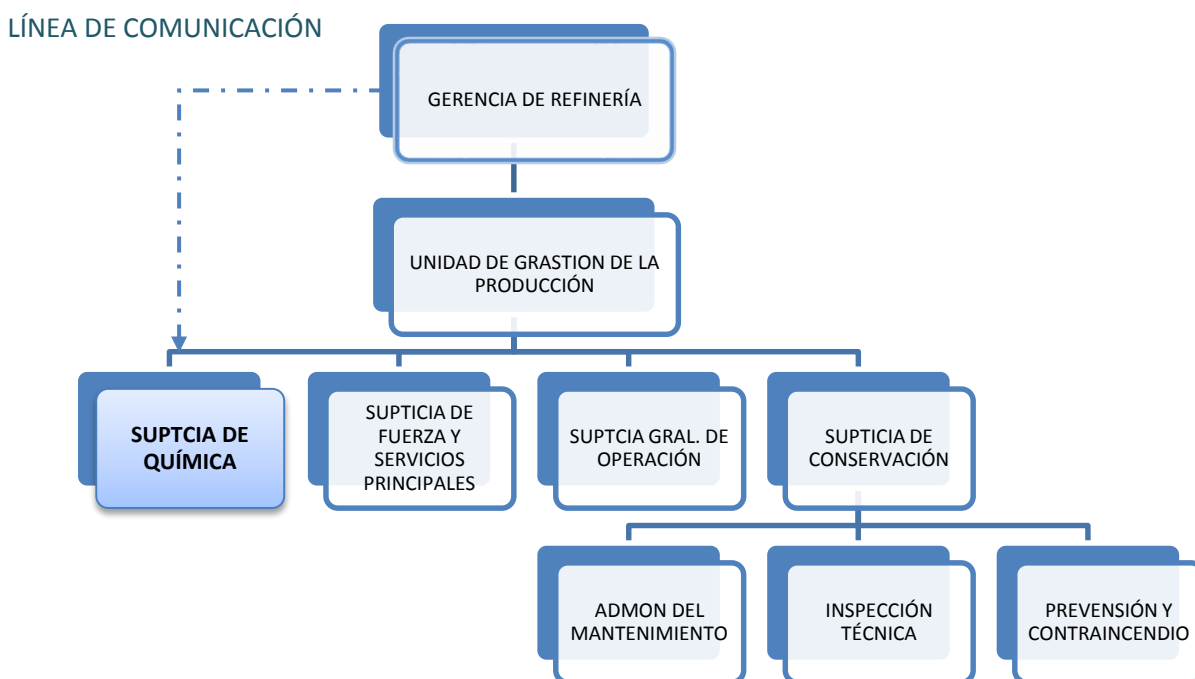


Figura 1.- Estructura Organizacional

Superintendencia de química

Misión

Realizar análisis precisos, confiables y oportunos mediante métodos estándares para que nuestros clientes lleven un buen control de sus procesos y de sus efluentes, para que generen productos de calidad y se evite el daño al entorno ecológico.

Política de calidad

La Superintendencia de química se compromete a proporcionar un servicio de ensayos, realizándolos con fundamento en la norma NMX-EC-17025-IMNC-2006, estableciendo un enfoque preventivo y de mejora continua para satisfacer las necesidades y expectativas de sus clientes. Es responsabilidad del personal relacionado con la actividad de ensayo y muestreo conocer y aplicar correctamente los documentos del sistema para asegurar la calidad y cumplimiento de los objetivos para mantener la competencia técnica y la satisfacción del cliente.

Política de confidencialidad para los clientes

Garantizar a los clientes, que la información recopilada en campo, la información proporcionada por ellos; así como los resultados obtenidos del análisis de sus muestras, serán manejadas bajo la más estricta confidencialidad de la información derivada de los trabajos.

La Superintendencia de Química lleva a cabo sus actividades de ensayo cumpliendo con los requisitos de la norma NMX-EC-17025-IMNC-2006 (Lo que lleva a cabo la Acreditación del método estándar de prueba para Destilación de Petróleo a Presión Atmosférica, Micro destilador ASTM D 7345-08) para satisfacer las necesidades del cliente, y autoridades reglamentarias u organizaciones que proporcionan el reconocimiento.

La Superintendencia de Química (*Ver figura 2*) se encuentra interactuando con los laboratorios de control, experimental, gases y analítico, la cual tiene, entre otras, las siguientes funciones y responsabilidades:

- Realizar los análisis de los productos finales e intermedios.
- Revisar que tanto los productos finales e intermedios entren dentro de las especificaciones del sistema de calidad.
- Revisar, actualizar difundir los procedimientos implementando la disciplina operativa en cada uno de ellos.

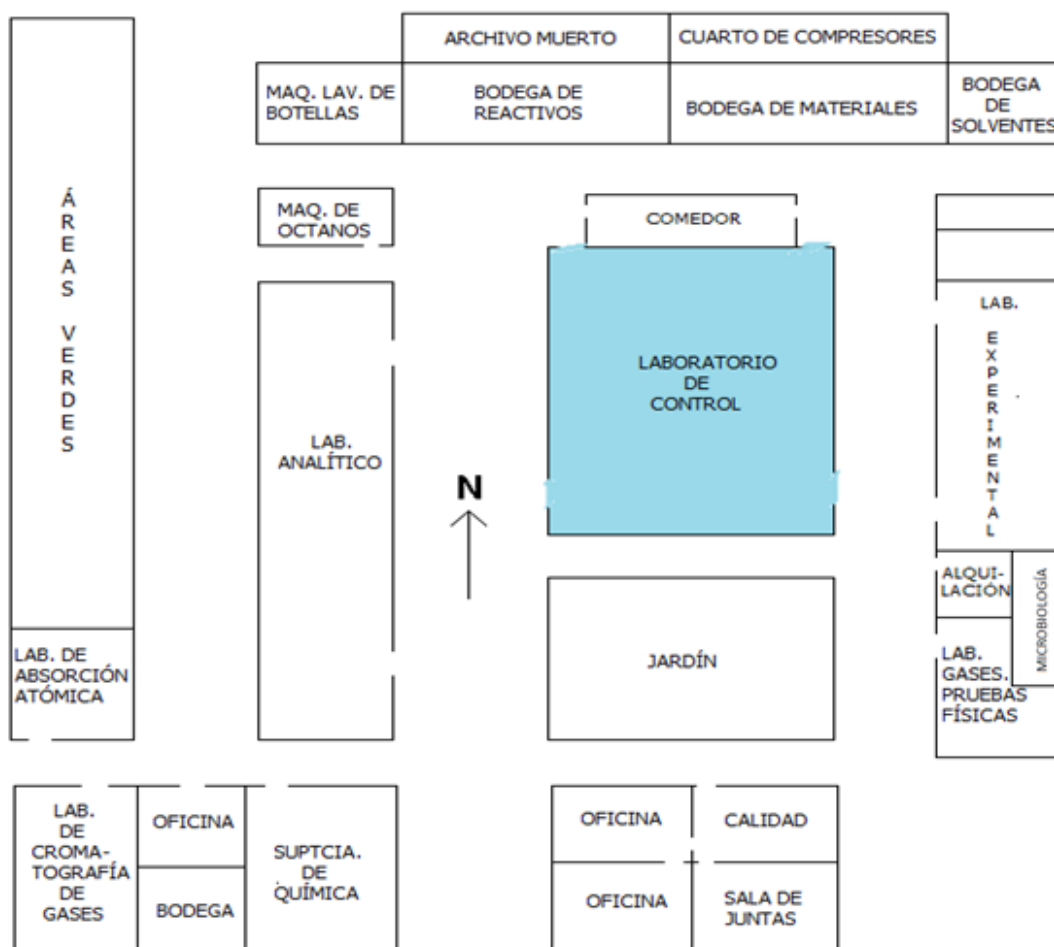


Figura 2.- Distribución de las áreas que forman la Superintendencia de Química

Laboratorio de Control

Misión

Realizar análisis precisos, confiables y oportunos mediante métodos estándares para que nuestros clientes lleven un buen control de sus procesos y de sus efluentes, para que generen productos de calidad y se evite el daño al entorno ecológico.

Política

En la Superintendencia de Química se cuidarán de manera permanente los valores del trato justo y por igual, así como el de la honestidad, ética profesional, productividad y rentabilidad; de modo que estos se reflejen en nuestra conducta en beneficio de nuestra comunidad, clientes, proveedores y equipo de trabajo.

El Laboratorio de control, analiza los productos que se obtienen durante el proceso de refinación, intermedios o finales; es una instalación que opera en una localidad específicamente determinada que dispone del equipo necesario y personal calificado para efectuar las mediciones, análisis y pruebas, calibraciones o determinaciones de las características o funcionamiento de materiales, productos o equipos. *(Ver anexo 1)*

Las pruebas que se realizan en el laboratorio de control, experimental, gases y analítico se determina el estado de las plantas de la refinería de acuerdo a su producción, al igual que la calidad deseada de los productos.

PROBLEMAS A RESOLVER

La calidad para un laboratorio de ensayo es de suma importancia, ya que el Laboratorio de Control busca la calidad de los productos que se recibe de las plantas de la refinería, para que un resultado sea un valor aceptado el método de prueba con el cual fue realizado tiene que ser exacto y veraz, esta exactitud es lograda al tener el método de prueba en las mejores condiciones de actualización. Para la realización de las diferentes actividades del laboratorio se requiere de procedimientos operativos y practicas seguras, actualmente se tienen identificados un total de 308 procedimientos los cuales hay que aplicar este proceso.

La problemática comprendida por este trabajo expone la necesidad de la realización de las siguientes actividades:

- ◆ Conocer y aplicar el procedimiento de control de calidad para las pruebas físicas del Laboratorio de Control.

El control de la calidad en el Laboratorio es un proceso muy extenso, que abarca desde la formación de un procedimiento para un método de prueba hasta la aplicación del método pasando por las etapas necesarias para la obtención de los resultados con la calidad especificada. Es debido a este motivo que se logrará comprobar el estado de calidad que ofrece el laboratorio y así mismo, se le aplicará medidas preventivas o correctivas al sistema.

- ◆ Realizar el programa de muestreo y análisis de muestras para el control de la calidad de pruebas físicas, asegurar la calidad de los resultados (indicadores, estándares, gráficos).

En este programa se establece el tipo de muestra a la cual se le realizarán los métodos de prueba, es decir, se selecciona el producto, la cantidad de producto que se muestreará (lote), se establece la frecuencia del análisis del producto, los análisis requeridos y las condiciones de almacenamiento de dicha muestra, los datos que se obtienen al analizar las muestras se introducen en los gráficos de control, donde se lleva a cabo los parámetros que se establecen en los métodos de las pruebas físicas.

- ◆ Confirmación de los métodos de su última revisión en base a la norma NMX-EC-17025-IMNC-2006 del Laboratorio de Control. Certificación y acreditación de la Norma ASTM-D 7345-08, “método de prueba para la destilación de Petróleo a presión atmosférica (Método de micro destilación)”.

Detrás de cada ensayo, cada calibración, cada verificación o certificación, que se realiza, detrás de cada acreditación, el cliente está esperando de un servicio de calidad, tienen la certeza y seguridad sobre lo que compran o consumen, ya que el Laboratorio de Control cuenta con instalaciones adecuadas y con el personal capacitado.

ALCANCES Y LIMITACIONES

Alcances

La realización de éste proyecto se pretende lograr la certificación y acreditación de la norma ASTM D-7345-08 que será de mucha importancia para el Laboratorio de Control, ya que se realizará uno de los análisis de las pruebas físicas con más precisión y menos índices de error, tendrá el correcto seguimiento del funcionamiento y aplicación de estos métodos de prueba, así se identificarán las causas de los errores y podrán efectuarse medidas correctivas inmediatas.

Limitaciones

Las posibles limitaciones que se podrían presentar en el laboratorio de control son el mantenimiento y calibración de equipos fuera de tiempo y forma por causas ajenas al Laboratorio de Control.

Otra de las limitantes es la política de la empresa de PEMEX ya se limita en los documentos y sobre las técnicas que se utilizan, estos deben estar restringidos al uso y solo el personal autorizado tiene derecho a la utilización de la información

FUNDAMENTO TEÓRICO

Pemex Refinación es un organismo descentralizado de carácter técnico, industrial y comercial, responsable de los procesos industriales de la refinación, tales como: elaboración de productos derivados del petróleo crudo, así como del almacenamiento, transporte, distribución y comercialización de los mismos.²

La Subdirección de Producción cuenta con la infraestructura:

CANT.	AREAS	CANT	AREAS
2	Unidades: de gestión de la producción y de seguridad industrial y protec. Ambiental.	2	Plantas Hidros de Nafta.
5	Superintendencias: Gral. de Operación cons. y Mantto., Fuerza, Química .	2	Plantas Reformadoras de Nafta.
2	Plantas de Destilación Atmosférica.	1	Planta de Isomerización.
2	Plantas de Alto Vacío.	1	Planta de Alquilación.
2	Plantas de Desintegración Catalítica.	1	Planta Reductora de Viscosidad.
2	Plantas Despropilenizadoras.	1	Plantas Tratadoras y Fraccionadoras de Hidrocarburos.
1	Planta de Metil Terbutil Éter.	3	Plantas de Azufre.
1	Planta de Teramil Metil Éter.		
4	Plantas Hidros para destilados intermedios (Pemex-Diesel o Turbosina).		

Tabla 1. Infraestructuras de las planta de la Refinería.

Productos de la refinación

“Como resultado del proceso de la refinación se obtienen productos cuya importancia es primordial, dentro de estos se encuentran: Gas Doméstico (propano-butano), Gasolina Pemex Premium, Gasolina Pemex Magna, Turbosina, Diesel desulfurado, Pemex Diesel, Combustóleo, Propileno, Butano-Butileno, Asfalto, Azufre, MTBE, TAME y Alquilado”.³

² Manual del Sistema Integral de Administración (Subdirección de Producción) No de documento 300-40000-MSIA-001, emisión: 07-07-2010.

³ Guía Práctica de Pruebas de Laboratorio Aplicable al Control Fisicoquímico de los Procesos de Refinación. PEMEX Refinación. Marzo 1997. 161 páginas. 3

Pruebas físicas

Las pruebas físicas que se realizan en el Laboratorio de Control son variadas y están basadas bajo las normatividades del ASTM. Se enlistan los métodos de prueba que se lleva a cabo dentro del Laboratorio de Control y su identificación del método de prueba de acuerdo al ASTM.

PRUEBA	MÉTODO
Temperatura de Inflamación TAG Copa Cerrada	ASTM D 56
Destilación	ASTM D 86
Viscosidad Saybolt	ASTM D 88
Temperatura de Inflamación Cleveland Copa Abierta	ASTM D 92
Temperatura de Inflamación Pensky-Martens	ASTM D 93
Temperatura de Escurrimiento	ASTM D 97
Corrosión	ASTM D 130
Gravedad API	ASTM D 287
Viscosidad Cinemática	ASTM D 445
Reacción al Agua	ASTM D 1094
Gravedad Específica	ASTM D 1298
Color ASTM	ASTM D 1500
Agua y Sedimento para Aceites Combustibles	ASTM D 1796
Temperatura de Congelación	ASTM D 2386
Temperatura de Nublamiento	ASTM D 2500
Agua y Sedimento de Combustibles Destilados	ASTM D 2709
Agua y Sedimento para Aceite Crudo	ASTM D 4007
Apariencia	ASTM D 4176
Prueba Doctor	ASTM D 4952
Destilación	ASTM D 7345

Tabla 2. Pruebas Físicas

Control de calidad

El control de calidad es el conjunto de técnicas y procedimientos de que se sirve la dirección para orientar, supervisar y controlar todas las etapas mencionadas hasta la obtención de un producto de la calidad deseada. El control de calidad no es sólo

papeleo, ni una serie de fórmulas estadísticas y de tablas de aceptación y control, ni el departamento responsable del control calidad.⁴

El Laboratorio de Control utiliza métodos estandarizados y son apropiados para todos los ensayos, éstos incluyen muestreo, manejo, transporte, almacenamiento, y preparación de los elementos que serán ensayados, así como también las técnicas estadísticas para el análisis de los datos de ensayo.⁵

En el proceso de confirmación del método está implícito que los estudios para determinar los parámetros de desempeño se realizan usando equipos dentro de especificaciones, que están trabajando correctamente y que están calibrados adecuadamente. Asimismo, el operador que realiza los estudios debe ser técnicamente competente en el campo de trabajo bajo estudio y debe poseer suficiente conocimiento sobre el trabajo a realizar con el fin de que sea capaz de tomar decisiones apropiadas a partir de las observaciones hechas mientras avanza el estudio.

Generalmente se considera que la confirmación del método está ligada estrechamente con el desarrollo del método. De hecho, no es posible determinar exactamente donde termina el desarrollo del método y donde empieza la confirmación. Por lo general, muchos de los parámetros de desempeño del método que están asociados a su confirmación son evaluados, por lo menos aproximadamente, como parte del desarrollo del método.⁶

“Control de calidad” y “Aseguramiento de calidad” son términos cuyo significado varía de acuerdo al contexto. En términos prácticos, el aseguramiento de calidad se refiere a

⁴ Bertrand L. Hansen, Prabhakar M. Ghare, 1989 *Control de calidad teoría y aplicaciones*, ediciones Díaz de los Santos S.A.

⁵ *Manual de Calidad de la Superintendencia de Química. documento no.-332-42200-MI-001, emisión: 01-05-2010*

⁶ *Guía de Laboratorio para la validación de Métodos y temas relacionados, Guía EURACHEM.*

todas las medidas tomadas por el laboratorio para asegurar y regular la calidad, mientras que el control de calidad describe las medidas individuales que se relacionan con el seguimiento y control de operaciones analíticas particulares.

Para supervisar la validez de los ensayos comprometidos. Los datos resultantes son analizados y registrados en tal forma que las tendencias son detectadas y se aplican técnicas estadísticas para revisar los resultados, por lo que si los resultados no son satisfactorios se toman las acciones correctivas para no repetir el problema detectado.

Esta supervisión es planeada y puede incluir lo siguiente:

- a) uso regular de materiales de referencia certificados y/o control de calidad interno utilizando materiales de referencia secundarios;
- b) Repetición de ensayos, utilizando el mismo método.
- c) Repetición del ensayo de los elementos retenidos;
- d) Participación de comparaciones de Interlaboratorios.

Los datos de control de calidad son analizados por los signatarios de la pruebas y si no satisfacen a los criterios de aceptación se toman la acciones correctivas pertinentes y así evitar emitir resultados incorrectos.⁷

Normatividad

Las normas ASTM las utilizan individuos, compañías y agencias en todo el mundo. Los compradores y vendedores incorporan normas en sus contratos; los científicos e ingenieros las usan en sus laboratorios y oficinas; los arquitectos y diseñadores las usan en sus planos; las agencias gubernamentales de todo el mundo hacen referencia a ellas en códigos, regulaciones y leyes; y muchos otros las consultan para obtener orientación sobre muchos temas.

⁷ *M anual de Calidad de la Superintendencia de Química. documento no.-332-42200-MI-001, emisión: 01-05-2010*

Para métodos de prueba de normas oficiales mexicanas y normas mexicanas referenciadas en las primeras, no se aceptan desviaciones a los métodos. Salvo que la norma refiera a materiales de referencia, equipos e instrumentos obsoletos o fuera del mercado.

“Es por este motivo, que la norma NMX-EC-17025-IMNC-2006 “Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y de calibración”, es la normatividad aplicable para el Laboratorio de Control. Esta norma se aplica para los procedimientos de calidad y establece los requisitos generales para la competencia en la realización de ensayos o de calibraciones, incluido el muestreo. Cubre los ensayos y las calibraciones que se realizan utilizando métodos normalizados, métodos no normalizados y métodos desarrollados por el propio laboratorio. Esta Norma Mexicana es aplicable a todos los laboratorios, independientemente de la cantidad de empleados o de la extensión del alcance de las actividades de ensayo o de calibración”.⁸

“La norma NMX-EC-17025-IMNC-2006 debe ser aplicada por el personal del área laboratorios de calibración y laboratorios de ensayo, miembros del padrón nacional de evaluadores de la entidad mexicana de acreditación miembros de comisiones de opinión técnica, subcomités y comités de evaluación, para el proceso de evaluación y acreditación y en cualquier tipo de trámite de los laboratorios de calibración y/o ensayo solicitantes de ante la entidad mexicana de acreditación (ema) y es factible establecer no conformidades con base en los criterios descritos en el mismo.

Todos los procedimientos requeridos como tales en la norma mexicana NMX-EC-17025-IMNC-2006 deben estar documentados. Cuando un laboratorio realizar una o más de las actividades cubiertos por la norma mexicana ya mencionada, tales como el muestreo y el diseño/desarrollo de nuevos métodos, sin embargo esto debe ser perfectamente establecido en la documentación de su sistema de calidad.

⁸ Norma NMX-EC-17025-IMNC-2006 (ISO/IEC 17025:2005), Documento Interno.

El cumplimiento de los requisitos de la Norma NMX-EC-17025-IMNC-2006 por parte de un laboratorio significa que el laboratorio cumple tanto los requisitos de competencia técnica como los requisitos del sistema de gestión necesarios para que pueda entregar de forma consistente resultados de ensayos y calibraciones técnicamente válidas.

Procedimiento de Confirmación

La acreditación de laboratorios utiliza criterios y procedimientos específicamente desarrollados para determinar la competencia técnica. Los evaluadores técnicos especialistas realizan una evaluación minuciosa de todos los factores en las instalaciones que afecta la producción de datos técnicos. Los criterios se basan en una norma internacional llamada ISO/IEC 17025, la cual se utiliza para evaluar laboratorios en todo el mundo.

Dicha norma toma en cuenta factores específicamente relevantes a la habilidad de un laboratorio para producir información precisa, acertada de pruebas y calibraciones, incluyendo:

- Competencia técnica del personal;
- Métodos válidos y apropiados;
- Trazabilidad de las mediciones y calibraciones a patrones nacionales;
- Aplicación apropiada de la incertidumbre en la medición;
- Uso apropiado, calibración y mantenimiento del equipo de pruebas;
- El medio ambiente de las pruebas;
- Muestreo, manejo y transporte de los materiales de las pruebas;
- Aseguramiento de la calidad de la información de pruebas, inspección o calibración.

La Confirmación aplica para el propósito de demostrar que el laboratorio y el analista son capaces de realizar métodos normalizados con recursos propios. Establecer una metodología para confirmar los métodos de pruebas de la Superintendencia de Química,

tanto aquellos que poseen un soporte técnico en una normativa oficial, ASTM, UOP, etc.

Este procedimiento también aplica para todo el personal que se desempeñe como probador y/o analista, el cual requiere de realizar sus pruebas de desempeño.

La confirmación parcial de pruebas físicas debe incluir:

- Verificación del desempeño del equipo contra los requerimientos establecidos en el método.
- Uso de los materiales de referencia requeridos por el método, cuando aplique.
- Conformidad de las instalaciones y condiciones ambientales del laboratorio con lo establecido en el método.
- Perfil, competencia y habilidades del personal que realiza el método conforme a lo establecido por el propio laboratorio o los requerimientos del método o procedimiento.
- Estudio de repetibilidad y reproducibilidad en cumplimiento con los criterios de aceptación cuando lo especifique el método, o en su caso los criterios establecidos por el laboratorio mediante los datos de desempeño o mediante la aplicación de cualquier otra técnica estadística reconocida.⁹

Parámetros a evaluar para la confirmación del método.

Repetibilidad (r) - Proximidad de la concordancia entre los resultados de las mediciones sucesivas del mismo mensurando, con las mediciones realizadas con la aplicación de la totalidad de las siguientes condiciones:

- El mismo procedimiento de medición.
- El mismo observador.
- El mismo instrumento de medición utilizado en las mismas condiciones.

⁹ *Manual de Procedimientos Criterios de aplicación de la norma NMX-EC-17025-IMNC-2006 / ISO/IEC 17025:2005 GUÍA*

- El mismo lugar.
- La repetición dentro de un periodo corto de tiempo.

Reproducibilidad (R) - La diferencia entre dos resultados únicos e independientes obtenidos por diferentes operadores, trabajando en diferentes laboratorios con idéntico material de prueba, podría exceder en los valores siguientes, en una corrida larga en la normal y correcta operación del método de prueba, solo en un caso de veinte.¹⁰

Auditorías internas

El laboratorio realiza auditorías internas de sus actividades, cada año y de acuerdo a un programa de auditorías internas y a los procedimientos 300-40800-PSIA-009 “Administración y ejecución de auditorías” y 332-42200-PO-019 “Evaluación y Calificación de Auditores de la Superintendencia de Química”, para verificar que sus operaciones continúan cumpliendo con los requisitos del sistema de Gestión de la calidad y de la norma NMX-EC-17025-IMNC-2006 así como para verificar la eficacia de las acciones correctivas emanadas de Auditorías anteriores. El programa de auditorías internas está dirigido a todos los elementos del sistema de calidad, incluyendo las actividades de ensayo.

Es responsabilidad del secretario técnico del Subcomité de calidad planear y organizar las auditorías como sean requeridas en el calendario y solicitadas por la dirección. Tales auditorías se efectúan por personal que ha aprobado los cursos de formación de auditor interno y taller para desarrollar auditorías internas basadas en la norma, los programas se elaboran cuidando que el auditor sea independiente de la actividad a ser auditada.

Cuando se tienen hallazgos en las auditorías provocando dudas acerca de la efectividad de las operaciones o de la exactitud o validez de los resultados de ensayo, el laboratorio toma oportunamente acción correctiva y notifica a los clientes por escrito si las

¹⁰ Procedimiento para la Validación de los métodos de prueba de la Superintendencia de Química, No. 332-42200-PO-001, emisión 01-08-2010

investigaciones muestran que los resultados del laboratorio pudieran haber sido afectados.

Se mantienen registros de los programas de auditoría, las reuniones de apertura y cierre, e informes de auditoría que describe el área de actividad auditada y los hallazgos de la auditoría. El laboratorio registra también las acciones correctivas en el formato de registro 332-40800-RSIA-009-4.1 Cédula de No Conformidad.

Se verifican las actividades de seguimiento de la auditoría y se registran la implantación y efectividad de la acción correctiva tomada, por un auditor interno.

El laboratorio utiliza métodos estandarizados y son apropiados para todos los ensayos. Éstos incluyen muestreo, manejo, transporte, almacenamiento, y preparación de los elementos que serán ensayados, así como también las técnicas estadísticas para el análisis de los datos de ensayo.¹¹

Control de los dispositivos de seguimiento y medición

Las Refinerías tienen establecidos procedimientos para determinar el seguimiento y medición de las características y variables que proporcionan evidencia de la conformidad de los productos con los requisitos determinados en las especificaciones por nuestros clientes, así como, de sus operaciones y actividades que pueden tener un riesgo o un impacto significativo en el ambiente, mantienen procedimientos para monitorear y medir las características claves de esas operaciones y actividades.

¹¹ *Manual de Calidad de la Superintendencia de Química. documento no.-332-42200-MI-001, emisión: 01-05-2010*

Además cuentan con procedimientos para el control de los dispositivos de seguimiento y medición que incluyen detalles del tipo de equipo, identificación única, localización, frecuencia y método de verificación, criterios de aceptación y acciones correctivas en caso de no aceptación.

Para asegurarse de la validez de los resultados, los equipos de medición deben:

- a) Calibrarse o verificarse a intervalos especificados o antes de su utilización.
- b) Ajustarse o reajustarse según sea necesario
- c) Identificarse para poder determinar el estado de calibración
- d) Protegerse contra ajustes que pudieran invalidar el resultado de la medición
- e) Protegerse contra los daños y el deterioro durante la manipulación, el mantenimiento y el almacenamiento.

Control del producto no conforme

Esta etapa aplica cuando la ema tiene conocimiento de que un laboratorio acreditado ha obtenido resultados de ensayos de aptitud no satisfactorios, de acuerdo a los criterios de evaluación, se soliciten y reciban acciones correctivas al respecto por parte del laboratorio y se requiera verificar mediante una visita en sitio la eficacia de las acciones correctivas implementadas por el laboratorio para resolver el problema.¹²

La Subdirección de Producción y las Refinerías establecen procedimientos para identificar y controlar el producto no conforme con los requisitos para prevenir su uso o su entrega no intencional, así como de preparación y respuesta ante emergencias para

¹² *Manual de procedimientos evaluación y acreditación de laboratorios de calibración y/o ensayo con base en las NORMAS NMX-EC-17025-IMNC-2000 / ISO/IEC 17025-1999 Y NMX-EC-17025-IMNC-2006 / ISO/IEC 17025:200, Documento interno*

prevenir y mitigar impactos ambientales, además, definir las responsabilidades y autoridades relacionadas con los mismos, la manera de tratarlo y controlarlo.

La manera de tratar un producto no conforme es:

Tomar acciones para eliminar la no conformidad detectada, incluyendo los impactos ambientales causados y los accidentes e incidentes ocurridos.

- a) Que una autoridad pertinente o cuando sea aplicable el cliente, autorice su uso, liberación o aceptación bajo concesión.
- b) Tomar acciones para impedir su uso o aplicación originalmente previsto.
- c) Mantener registros de la naturaleza de las no conformidades y de las acciones tomadas posteriormente incluyendo las concesiones. Respecto a la seguridad se investigan y reportan los incidentes quedando también evidencias de ello.
- d) Cuando se corrige un producto no conforme se somete a una nueva verificación para demostrar su conformidad con los requisitos. En aspectos de seguridad se difunden las recomendaciones derivadas de los análisis de incidentes.
- e) Cuando se detecta un producto no conforme después de la entrega o cuando ha comenzado su uso, se toman acciones apropiadas para conciliar con el cliente la aceptación del producto y tomar acciones respecto a los efectos, o efectos potenciales de la no conformidad (ver apartado 8.2.1 de este Manual).
- f) También se establecen los criterios para aprender de las experiencias y lecciones obtenidas de los incidentes.¹³

Análisis de resultados.

El correcto o incorrecto funcionamiento de la aplicación de un sistema de control de calidad se obtiene de los resultados de las pruebas asignadas a cada una de las muestras.

¹³ *Manual del Sistema Integral de Administración (Subdirección de Producción) No de documento 300-40000-MSIA-001, emisión: 07-07-2010.*

Para el caso del control de la calidad de las pruebas físicas, se utiliza el método ASTM D 6299 “Practica Estándar para la Aplicación Estadística del Aseguramiento de la Calidad y Técnicas de Cartas de Control para Evaluar el Desempeño el Sistema Analítico de Medición”.

Este método tiene como objetivo proporcionar información para el diseño y operación de un programa para monitorear y controlar continuamente la estabilidad, precisión y el desempeño de la tendencia de los sistemas de medición analíticos seleccionados utilizando un conjunto de procedimientos y herramientas generalmente aceptadas en el control estadístico de calidad.

Las muestras de control de calidad y estándares de verificación son analizados regularmente por el sistema de medición. Las cartas de control y otras técnicas estadísticas son presentadas para proyectar, graficar e interpretar los resultados de prueba de acuerdo con las prácticas aceptadas en la industria para asegurar el estado de control estadístico del sistema de medición.

Descripción del equipo de Micro destilador

(figura 3)

Unidad de destilación automática cuyos componentes básicos son (figura 4, 5 y 6):

- Matraz de destilación de 10cc del PMD.
- Jeringa de vidrio o pipeta con capacidad de 10ml.



Figura 3.- Aparato de micro destilación

- Vaso de vidrio de desechos aproximadamente de 200 ml.
- Vaso de precipitado de 40ml.
- Dispensador de piedras de ebullición.
- Solventes de limpieza, apropiados para limpiar y secar el matraz de prueba.

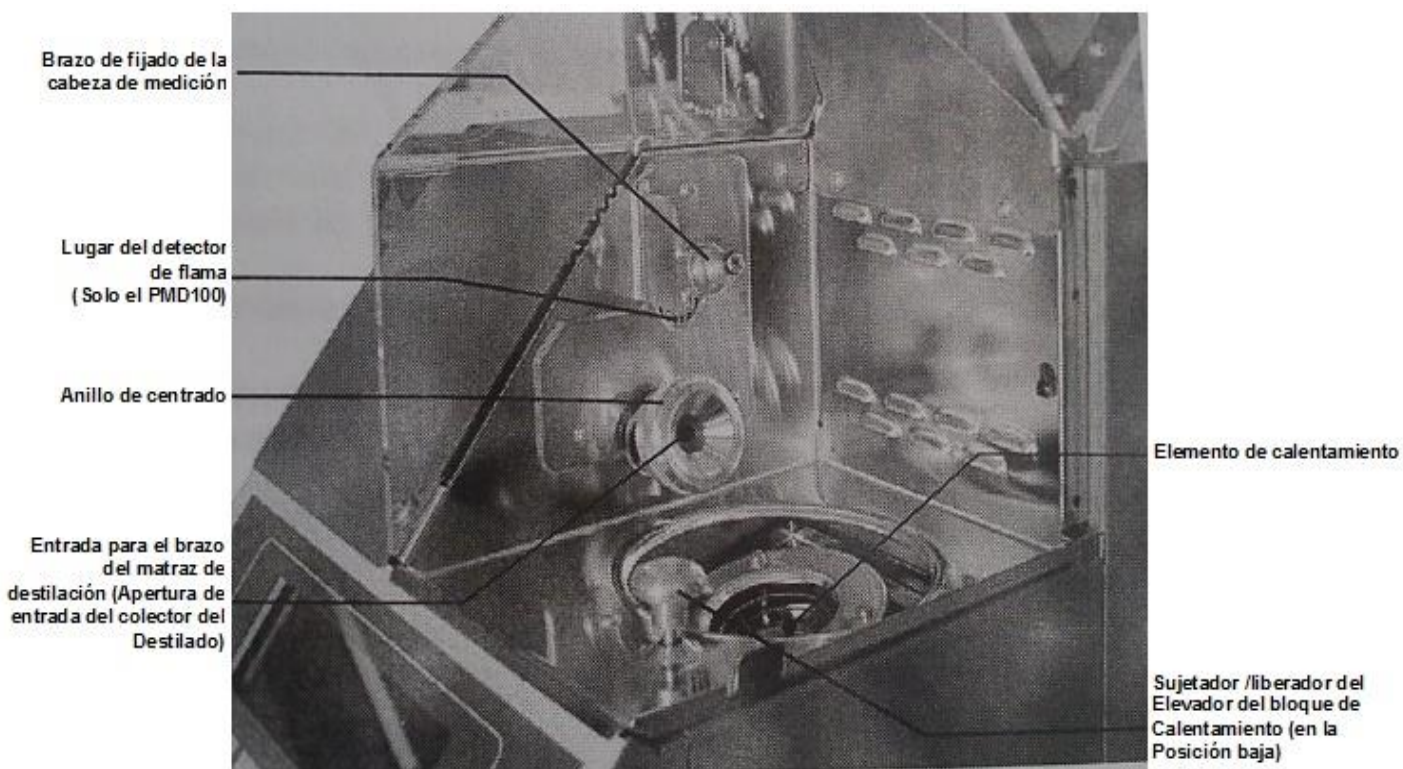


Figura 4.- Área de calentamiento del matraz.

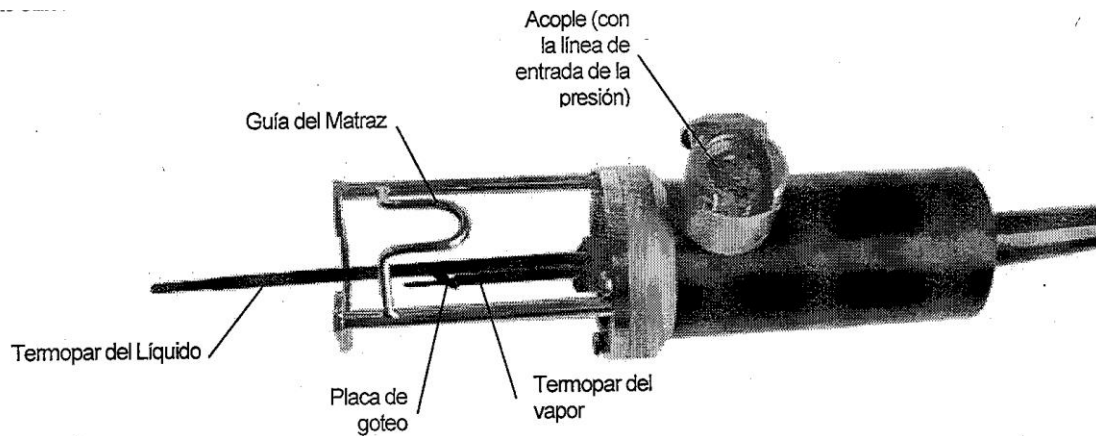


Figura 5.- Descripción de la cabeza de medición del PMD

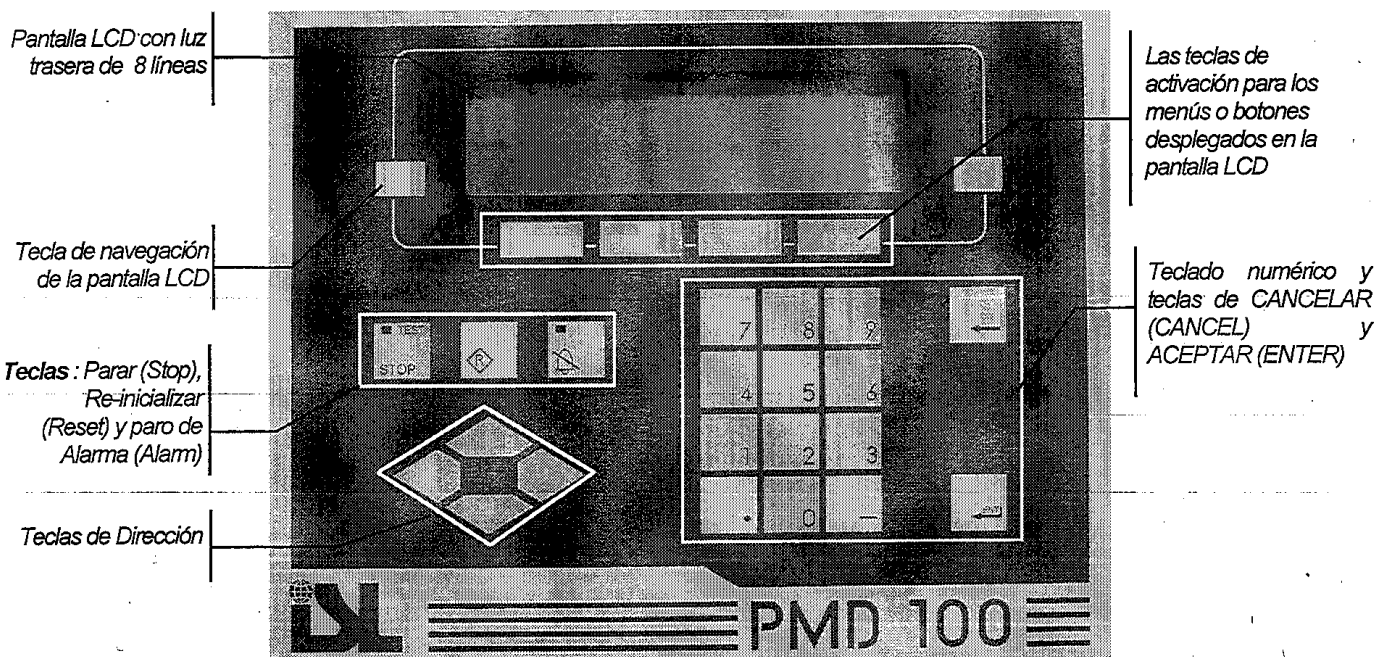


Figura 6.- Panel frontal

Un esquema general del aparato de micro destilación se muestra en la *figura 7*.

Destilación de medición de calor - Compuesto por un dispositivo de ceñido diseñado mecánicamente por centrado y correcto posicionamiento de sensor en el matraz de destilación sin fugas de vapor. La cabeza y el balón de destilación están diseñados de tal manera que se puede instalar en una forma sin ningún tipo de ajuste necesario. Se acomoda el sensor de temperatura del vapor, el sensor de temperatura del líquido y tiene una conexión para el sensor de presión diferencial.

Dispositivos de medición de temperatura:

- a) Sensor de temperatura de vapor - capaz de leer a $0,1^{\circ}\text{C}$ en el rango de 0 a 550°C con un error máximo de $\pm 0,5^{\circ}$. La parte inferior del sensor se coloca alrededor de 8 mm por encima de la parte inferior matraz de destilación.
- b) Sensor de temperatura del líquido - Capaz de leer a $0,1^{\circ}\text{C}$ en el rango de 0 a 550°C con un error máximo de $\pm 0,5^{\circ}$. La parte inferior del sensor se coloca alrededor de 2mm por encima de la parte inferior matraz de destilación.

Nota – K - Termopar tipo encerrado en un tubo de metal se encontró adecuado para este fin.

Goteo Consejo - Dispositivo especial protección mecánica temperatura del vapor dispositivo de medición de reflujos del caudal excesivo.

Aparatos de medición de presión:

- a) *Sensor de presión diferencial* - Compuesto por una línea de presión y el transductor de presión electrónico capaz de medir la presión diferencial en el intervalo de 0 a 2500Pa con la resolución de 0.1Pa y un mínimo error de ± 1 Pa.
- b) *Aparato de medición de la presión externa* - Compuesto por un transductor de presión electrónico capaz de medir la presión ambiente, donde se encuentra el aparato en el rango de 73.33 a 106.7KPa con una precisión de 0.1KPa o mejor.

Matraz de destilación - Frasco especial de micro destilación de cristal resistente al calor y construido con las dimensiones y tolerancias. La exactitud del método de ensayo está relacionada con la calidad del matraz de destilación. Tolerancias establecidas deben ser respetadas.

Frasco Calentador - Diseñado especialmente de baja tensión eléctrica, elemento de calefacción de baja masa colocada debajo del matraz de destilación en una plataforma móvil y capaz de suministrar la energía térmica necesaria y el apoyo al matraz de destilación durante la prueba.

Sistemas de control - Sistema de control automático capaz de monitorizar los datos recogidos de destilación, la aplicación de ajustes al sistema de calefacción, control de funcionamiento seguro y adecuado de los aparatos durante todo el anuncio de ejecución de destilación determinar la terminación de la destilación.

Sistemas de procesamiento de datos - Sistema automático de proceso de datos capaz de la conversión de los datos recogidos en la industria de destilación reconocido formato de informe de la destilación, rectificación de datos por presión barométrica, con disposiciones para la presentación del informe o la impresión o transferencia de informe, o ambos.

Área de recuperación de condensado - Refrigerado por aire condensado del tubo con posibilidad de recopilación del destilado condensado y desagüe en un vaso de precipitados de residuos.

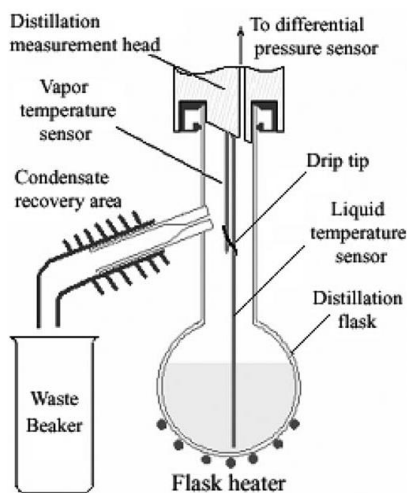


Figura 7.- Esquema del aparato de micro destilación.

PROCEDIMIENTO

- ◆ Realizar el programa de muestreo y análisis de muestras para el control de la calidad de pruebas físicas, asegurar la calidad de los resultados (indicadores, estándares, gráficos).

El programa de muestreo y análisis de muestras para el Control de la Calidad de las pruebas físicas tiene como objetivo el de asegurar la calidad de los resultados de ensayo y verificaciones realizadas en el laboratorio de control utilizando materiales de referencia certificados y muestras de control de calidad aceptable.

El procedimiento realizado para la formulación del programa de muestreo fue:

1. Se determinaron los productos los cuales servirían de muestras control.
2. De acuerdo al producto establecido se determinó el tipo de control.
3. Una vez determinados los productos se determinó que cantidad por lote sería suficiente para llevar el control.
4. Preparación de las muestras control.
5. Se realizó una frecuencia de análisis para los productos establecidos.
6. Se determinaron los análisis requeridos para cada producto.

Se establecieron las condiciones de almacenamiento de los productos que sirvieron de muestras control.

Se aplicó el programa establecido de muestreo y análisis de muestras para el control de la calidad de pruebas físicas para dar cumplimiento a la norma NMX-EC-17025-IMNC-2006. La inspección de materias primas, productos semiterminados o productos terminados es parte importante del aseguramiento de la calidad. Cuando el propósito de la inspección es la aceptación o el rechazo de un producto, con base en la conformidad respecto a un estándar, el tipo de procedimiento de inspección que se utiliza se llama normalmente muestreo por aceptación.

- ◆ Conocer y aplicar el procedimiento de control de calidad para las pruebas físicas del Laboratorio de Control.

Se determinó que el control de calidad de los métodos utilizados en el Laboratorio de Control se realizaría con la aplicación de los métodos y posteriores análisis estadísticos de los datos resultantes. Para el análisis de los datos se recurrió a la utilización de una norma ASTM, la ASTM D-6299 “Practica Estándar para la Aplicación Estadística del Aseguramiento de la Calidad y Técnicas de Cartas de Control para Evaluar el Desempeño el Sistema Analítico de Medición”. Con el seguimiento de este método podemos determinar si el método está siendo adecuado o aplicado correctamente.

El principal objetivo del método consiste en la elaboración de cartas de control (gráficos de control), es por medio de estos gráficos que nos arrojará la información suficiente para determinar la validez del método. Se debe seguir la siguiente metodología.

1. Recolección de los datos de control.
2. Vaciado de datos en la bitácora electrónica.
3. Análisis de datos de acuerdo a la normatividad ASTM.
4. Construcción de las cartas de control.

5. Análisis de los gráficos.

En las cartas de control se representó a lo largo del tiempo el estado del proceso que se está monitorizando. En el eje horizontal X se indica la muestra, mientras que el eje vertical Y se representa algún indicador de la variable cuya calidad se mide. Además se incluye otras dos líneas horizontales: los límites superior e inferior de control, escogidos éstos de tal forma que la probabilidad de que una observación esté fuera de esos límites sea muy baja si el proceso está en estado de control, habitualmente inferior a 0.01. Estudiando meticulosamente cualquier proceso es posible eliminar las causas asignables, de tal forma que la variabilidad todavía presente en los resultados sea debida únicamente a causas no asignables; momento éste en el que diremos que el proceso se encuentra en estado de control.

La finalidad de los gráficos de control es por tanto monitorizar dicha situación para controlar su buen funcionamiento, y detectar rápidamente cualquier anomalía respecto al patrón correcto, puesto que ningún proceso se encuentra espontáneamente en ese estado de control, y conseguir llegar a él supone un éxito, así como mantenerlo; ése es el objetivo del control de calidad de procesos, y su consecución y mantenimiento exige un esfuerzo sistemático, en primer lugar para eliminar las causas asignables y en segundo para mantenerlo dentro de los estándares de calidad fijados.

- ◆ Confirmación de los métodos de su última revisión en base a la norma NMX-EC-17025-IMNC-2006 del Laboratorio de Control. Certificación y acreditación de la Norma ASTM-D 7345-08, “método de prueba para la destilación de Petróleo a presión atmosférica (Método de micro destilación)”.

Para métodos normalizados el laboratorio debe realizar y presentar evidencia objetiva de la confirmación del método, para demostrar que cumple las especificaciones del

mismo y cuenta con la competencia técnica para realizarlo adecuadamente tomando en consideración sus propias instalaciones, equipo y personal

Para el método de Micro destilación se investigó si existe un método normado y se encuentra en el ASTM, se copia el método y se traduce, para tenerlo con referencia, se documenta la traducción; al tenerlo se procede con elaborar un procedimiento para el análisis de operación, para la realización del procedimiento se basa en el método 300-40800-PSIA-002 “Elaboración y control de procedimientos”. Para el cual sirve para los probadores físicos y todos los empleados del Laboratorio de Control y para cualquier auditoria.

Para la realización de las diferentes actividades de los laboratorios se requiere de procedimientos operativos y prácticas seguras las cuales deben cumplir con el ciclo de disciplina operativa, actualmente se tienen identificados un total de 308 procedimientos los cuales hay que aplicar este proceso.

La realización de la difusión y evaluación de los métodos es parte del sistema de disciplina operativa (DO), que consiste en 4 etapas:



1. Disponibilidad: implica que los procedimientos estén disponibles en las áreas de trabajo donde se aplican.
2. Calidad: implica que cada procedimiento debe estar específicamente actualizado contemplando los sistemas de seguridad, salud en el trabajo y protección ambiental así como en la calidad del contenido y que este sea lo más explícito para el personal que lo va a aplicar.
3. Comunicación: una vez que se dio cumplimiento a las 2 primeras etapas llevar a cabo la comunicación al personal directamente implicado en la ejecución del procedimiento.
4. Cumplimiento: en esta etapa se realiza en conjunto con el supervisor del área en la cual se aplicara a cada personal implicado en la ejecución del procedimiento de la revisión de ciclos de trabajo.

Para los métodos de ensayo o de calibración y de confirmación es conveniente elaborar procedimientos antes de la realización de los ensayos o las calibraciones, y confirmaciones, los cuales deberían contener, como mínimo, la información siguiente:

- a) Una identificación apropiada.
- b) El alcance.
- c) La descripción del tipo de ítem a ensayar o a calibrar.
- d) Los parámetros o las magnitudes y los rangos a ser determinados.
- e) Los aparatos y equipos, incluidos los requisitos técnicos de funcionamiento.
- f) Los patrones de referencia y los materiales de referencia requeridos.
- g) Las condiciones ambientales requeridas y cualquier período de estabilización que sea necesario.
- h) La descripción del procedimiento, incluida la siguiente información:
 - La colocación de las marcas de identificación, manipulación, transporte, almacenamiento y preparación de los ítems.
 - Las verificaciones a realizar antes de comenzar el trabajo.
 - La verificación del correcto funcionamiento de los equipos y, cuando corresponda, su calibración y ajuste antes de cada uso.

- El método de registro de las observaciones y de los resultados.
- Las medidas de seguridad a observar.
- i) Los criterios o requisitos para la aprobación o el rechazo.
- j) Los datos a ser registrados y el método de análisis y de presentación.
- k) La incertidumbre o el procedimiento para estimar la incertidumbre.

Realización del procedimiento de los métodos

Los registros de procedimientos escritos se deben identificar con un número particular que hace referencia al laboratorio correspondiente en la cual se aplica, teniendo la siguiente configuración:¹⁴

332-XXXXX-RPO-YYY-Z. #*

Donde:

332	=	Clave centro de trabajo (Refinería de Salina Cruz)
XXXXX	=	Clave del Laboratorio
RPO	=	Registro de procedimiento operativo
YYY.	=	Número del procedimiento del cual se origina el registro
Z	=	Número consecutivo del registro
#	=	Numero de Revisión.

Clave de los Laboratorios de la Superintendencia de Química

- 42210 Laboratorio de Control
- 42220 Laboratorio de Analítico
- 42230 Laboratorio de Gases
- 42240 Laboratorio de Experimental

¹⁴ Control de registros, No. 332-42200-PO-009, emisión 01-07-2010.)

Los formatos de los registros foliados y empastados se identifican (*ver figura 8*) en su portada conteniendo lo siguiente:

 <p>SUBDIRECCIÓN DE PRODUCCIÓN REF. "ING. ANTONIO DOVALI JAIME" SUPERINTENDENCIA DE QUÍMICA</p>	<p>Destilación de Petróleo a Presión Atmosférica (Micro destilación)</p> <p>ASTM D-7345</p> <p>332-42210-RPO-018</p>	<p>No. DOCUMENTO: 332-42210-PO-018 EMISIÓN: 01-04-2011 REVISIÓN: 0 ÁREA EMISORA: Laboratorio de Control HOJA 45 DE 15</p>
---	---	---

Figura 8.- Formato de Registro

Para llevar a cabo este punto se debe reunir al personal en cada prueba y difundir el procedimiento el cual posteriormente se encontrara disponible en el manual del probador físico de la mesa correspondiente, al finalizar la difusión, el personal es evaluado a través de un cuestionario de cada método. Todas las evaluaciones deben estar disponibles en caso de alguna auditoria ya que representa la evidencia de que el personal está debidamente capacitado.

La disponibilidad de cada uno de los procedimientos dependerá de los siguientes puntos:

Actitud. No todos los trabajadores están convencidos de la seguridad y consideran al sistema como uno o más de los que han pasado por PEMEX sin resultados.

Percepción. El personal ha aprendido a asimilar y a vivir con los riesgos. Por lo tanto su sentido de percepción de la seguridad es bajo y asumen el riesgo sin administrarlo o eliminarlo.

Complacencia. La cultura en seguridad de PEMEX por años ha sido complaciente por lo que la línea de mando debe adquirir las herramientas necesarias para revertir esta situación.

Compromiso. El personal aunque está tomando conciencia del compromiso con la empresa en aspectos de seguridad – este es un proceso lento donde se requiere mayor participación e involucramiento de todos los trabajadores.

Cabe mencionar que para los métodos es muy importante realizar la confirmación del método llevando a cabo de pruebas experimentales, realizar cálculos de repetibilidad y reproducibilidad.

RESULTADOS

Respecto a las condiciones de almacenamiento se establecieron debido a que la preparación de las muestras control implica que estas estén almacenadas para su uso posterior y por lo tanto para que conserven sus características y no haya cambios significativos en los resultados se deben tener condiciones de almacenamiento restringidas.

El producto final de la elaboración del programa de control es el siguiente:

PRODUCTO	TIPO DE CONTROL	CANTIDAD DE MUESTRA CONTROL (POR LOTE)	FRECUENCIA DE ANÁLISIS	ANÁLISIS REQUERIDOS	LUGAR DE ALMACENAMIENTO
Gasolina Alquilado	-Muestra Control	Muestrear 20 Litros , mezclar bien y repartir en botellas ámbar de 1 L	1 x Semana (viernes T2 y T3)	Número de Octano F1 (ASTM D 2699) y F2 (ASTM D 2700), Índice de Octano (ASTM D 2699 y D 2700)	Guardar en refrigeración a una temperatura entre 5 y 20°C. (Frigorífico Lab. Experimental).
Mezcla tolueno-Isooctano	Material de referencia certificado	-	Martes s a Sábado Turno 2 y 3, domingo y lunes T-2.		Área de solventes de maquinas de octano.
Diesel Desulfurado ó Pemex Diesel	Muestra Control -Duplicado de tanque final y/ o Material de referencia certificado	Muestrear 40 Litros , mezclar bien y repartir en 4 bidones de 5 litros c/u	-La Muestra control se trabajará 1 vez x Semana (T2 y T3). -Se analizará por duplicado un tanque final por semana. - Lubricidad Muestra control se analizará los días Jueves y Viernes T-2. - Lubricidad se analizará por duplicado un tanque final por semana.	Destilación (ASTM D 86) Gravedad específica 20/4 °C (ASTM D 1298), Temp. de Inflamación (ASTM D 93), Temp. de Escurrimiento (ASTM D 97), Viscosidad Cinemática a 40°C (ASTM D 445). Temp. de Nublamiento (ASTM D 2500), AyS (ASTM D 2709), Visc. Saybolt a 37,8°C (ASTM D-88), Color ASTM (ASTM D 1500) Lubricidad ASTM D-6079	Guardar a Temperatura ambiente en el Área del Frigorífico del Lab. Experimental en un lugar seco.

Tabla 3. Programa de muestreo y análisis de muestras para el control de calidad de pruebas físicas

Continuación del programa de control

PRODUCTO	TIPO DE CONTROL	CANTIDAD DE MUESTRA CONTROL (POR LOTE)	FRECUENCIA DE ANÁLISIS	ANÁLISIS REQUERIDOS	LUGAR DE ALMACENAMIENTO
Turbosina	- Muestra Control -Duplicado de tanque final y/o material de referencia certificado	Muestrear 40 Litros, mezclar bien y repartir en 4 bidones de 5 litros c/u	- Muestra control se trabajará 1 x Semana (T2 y T3). -Se analizará por duplicado un tanque final por semana.	Temp. de Congelación (ASTM D 2386), Temp. de Inflamación TAG (ASTM D 56), Prueba Doctor (ASTM D 4972), Reacción al agua de combustibles de aviación (ASTM D 1094), Viscosidad Cinemática a - 20°C (ASTM D 445), Apariencia de Turbosina (ASTM D 4176), Corrosión al Cobre (ASTM D 130)	Guardar a Temperatura ambiente en el Área del Frigorífico del Lab. Experimental en un lugar seco.
Combustóleo Pesado	Muestra por duplicado y/o material de referencia certificado.	Duplicado de tanque final.	-Se analizará por duplicado un tanque final por semana. - El material de referencia certificado se analizará una vez por mes.	Viscosidad Saybolt (ASTM D88)	-
Crudo Istmo de la Línea 48"	-Duplicado -Muestra Control	Muestrear aprox.	-Se analizará por duplicado 1 vez a la semana T-2. - Muestra control se trabajará 1 x Semana (T2 y T3).	Gravedad API (ASTM D 287), AyS en Aceite Crudo (ASTM D 4007),	Guardar a Temperatura ambiente en el Área del Frigorífico del Lab. Experimental en un lugar seco.
Aceite Decantado	Muestra control y duplicado	Muestrear en un bidón 4 l y homogeneizar.	Muestra control 1 vez x Semana (T3) y duplicado cada Viernes T-2.	AyS en Aceites Combustibles (ASTM D 1796)	Guardar a Temperatura ambiente en el Área del Frigorífico del Lab. Experimental en un lugar seco.

Tabla 3. Programa de muestreo y análisis de muestras para el control de calidad de pruebas físicas

APLICACIÓN DE LA NORMA NMX-EC-17025-IMNC-2006 EN PRUEBAS FÍSICAS DEL LABORATORIO DE CONTROL DE LA SUPERINTENDENCIA DE QUÍMICA

El material y equipo de control por cada método de prueba, se puede observar a continuación.

PRUEBA	METODO	PARAMETRO DE CONTROL	FRECUENCIA
Temp. De Inflamación TAG Copa Cerrada	ASTM D 56	Calibración del termómetro	Anual
Destilación	ASTM D 86	Calibración del termómetro/cronometro/probeta	Anual
Viscosidad Saybolt	ASTM D 88	Calibración del termómetro	Anual
		Calibración del cronometro	Anual
		Copas de viscosidad	Anual
		Calibración del Viscosímetro	Semestral
Temp. de Inflamación Cleaveland Copa Abierta	ASTM D 92	Calibración del Termómetro/cronometro	Anual
Temp. De Inflamación Pensky-Martens	ASTM D 93	Calibración del termómetro/cronometro	Anual
Temperatura de Escurrimiento	ASTM D 97	Calibración del termómetro	Anual
Corrosión	ASTM D 130	Calibración del termómetro	Anual
		Verificación del baño	2 x año
Gravedad API	ASTM D 287	Calibración del termómetro	Anual
		Calibración del hidrómetro	Anual
Viscosidad Cinemática	ASTM D 445	Calibración del termómetro	Anual
		Calibración Tubos Cannon	2 x año
Gravedad Especifica	ASTM D 1298	Calibración del termómetro e hidrómetro.	Anual
Color ASTM	ASTM D 1500		1 x Semana
Agua y Sedimento	ASTM D 1796	Calibración de la centrifuga	2 x año
		Calibración de tubos California	Anual
		Calibración del termómetro del baño/cronometro	Anual
		Verificación del baño de calentamiento	2 x año
Temperatura de Congelación	ASTM D 2386	Calibración del termómetro	Anual
		Verificación baños del equipo	Anual
Temp. de Nublamiento	ASTM D 2500	Calibración del termómetro	Anual
Agua y Sedimento por Centrifugación	ASTM D 2709	Calibración de la centrifuga	2 x año
		Calibración de tubos California	Anual
		Calibración del termómetro del baño	Anual
Micro Destilación	ASTM D 7345	Calibración de los equipos automáticos, pipeta de vidrio	Anual

Tabla 4. Material y equipo de control por método de prueba.

Se recomienda el uso de cartas de control, particularmente para llevar un seguimiento de los resultados de las muestras de control de calidad.

En esta parte fundamental del trabajo expuesto se aplicó el método ASTM D-6299 para la obtención de las cartas de control que establecerían el control de calidad de las pruebas físicas. Se logró realizar estas cartas con la metodología expuesta con anterioridad y de la siguiente forma:

- a) Se recuperaron los datos de control, los datos de control son los resultados de los análisis de las pruebas realizadas a las muestras de control. Se recuperó esta información en papel después de buscar cada uno de los resultados en los diversos cuadernillos que se tienen para el almacenamiento de la información de los demás productos y corrientes que se realizan en el Laboratorio de Control.
- b) Se realizó el vaciado de estos datos a una bitácora electrónica, cabe mencionar que esta bitácora fue implementada con el uso del programa EXCEL. Los resultados obtenidos son los siguientes:

Los tipos de control de calidad adoptados deben estar suficientemente demostrados para asegurar la validez de los resultados. Pueden usarse diferentes clases de control de calidad para seguir diversos tipos de variación dentro del proceso. Las muestras de control de calidad analizadas a intervalos en una corrida indicarán el sesgo del sistema.

Las muestras de control de calidad son muestras típicas las cuales son suficientemente estables y homogéneas, en un periodo de tiempo dado, para dar el mismo resultado (sujetas a variaciones aleatorias en el desempeño del método) y están disponibles en

cantidades suficientes para poder realizar análisis repetidos. Durante este período de tiempo, la variación aleatoria en el desempeño del método puede ser controlada llevando un seguimiento del valor analizado de la muestra de control de calidad, comúnmente graficándolo en una carta de control. Se establecen límites en la carta se obtienen con las siguientes fórmulas:

$$\text{Los límites de alarma } LA = \bar{I} \pm 2.66 \overline{MR} \sqrt{\frac{\lambda}{2-\lambda}}, \quad (\text{Ec. 1})$$

$$\text{Los "límites de control" } LC = \bar{I} \pm 2.66 \overline{MR}, \quad (\text{Ec. 2})$$

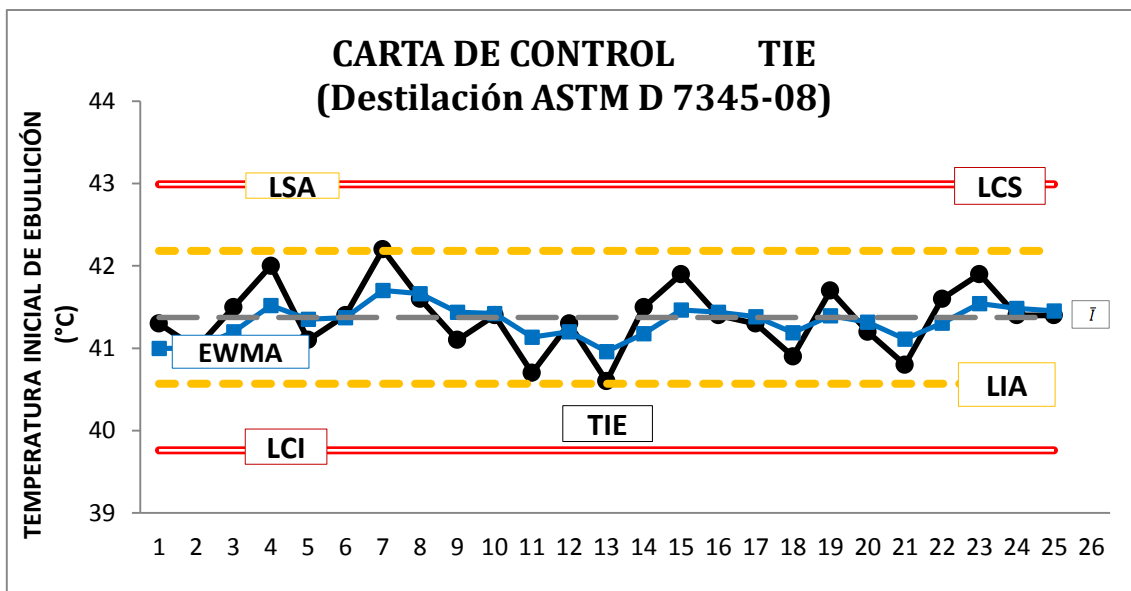
$$\text{Donde el Rango de Movimiento (MR) es } \overline{MR} = \frac{\sum_{i=1}^{n-1} |I_{i+1} - I_i|}{n-1}, \quad (\text{Ec. 3})$$

$$\text{y el promedio de las lecturas registradas } \bar{I} = \frac{\sum_{i=1}^n I_i}{n}, \quad (\text{Ec. 4})$$

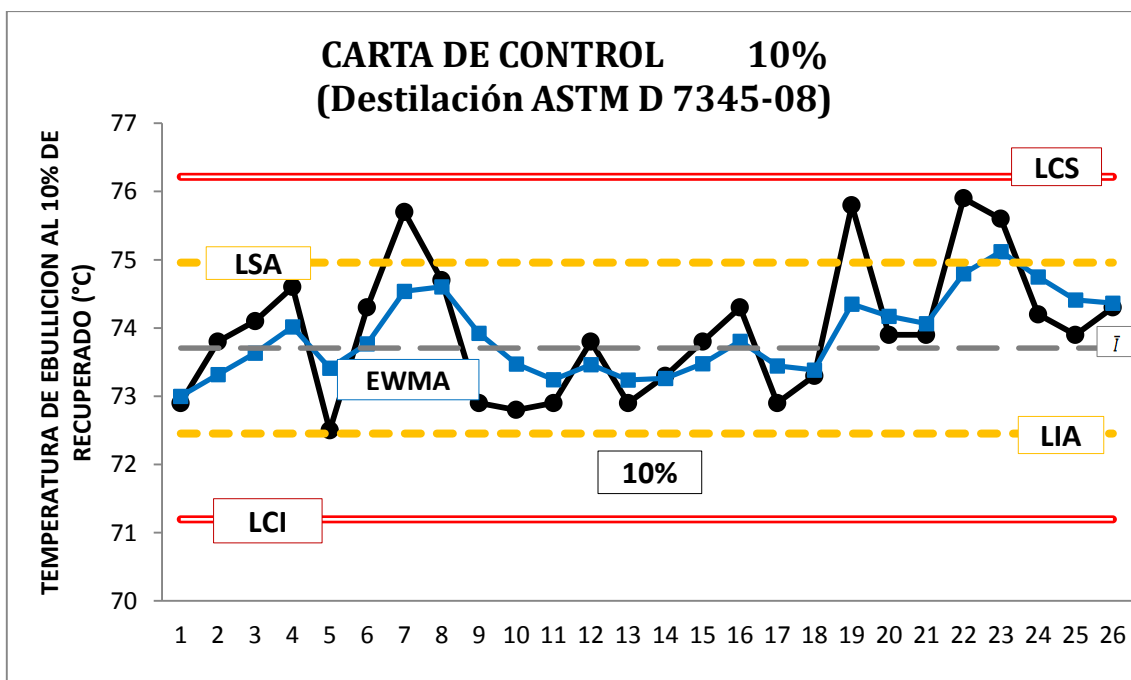
Una vez graficados los valores de control de calidad con los límites, podrá observarse si el control de calidad es satisfactorio. En función de que el valor de la muestra de control de calidad sea aceptable, es probable que los resultados obtenidos de las muestras del mismo lote así como de las muestras de control, puedan considerarse como confiables. La aceptación del valor obtenido con la muestra de control de calidad se deberá verificar desde el inicio del proceso analítico, para que en caso de un problema, sólo se haya desperdiciado poco esfuerzo en un análisis poco confiable de las muestras.

Con el fin de establecer límites reales en las cartas de control, los cálculos iniciales de la media y de la desviación estándar deben reflejar la forma en que se pretende usar el método de manera rutinaria. De este modo, las lecturas deben reflejar todas las variaciones posibles en las condiciones de operación: diferentes analistas, variaciones en la temperatura del laboratorio, etc. Si no se hace esto, entonces, la desviación estándar será irrealmente pequeña ocasionando que en el uso normal sea imposible estar dentro de los límites fijados en la carta.

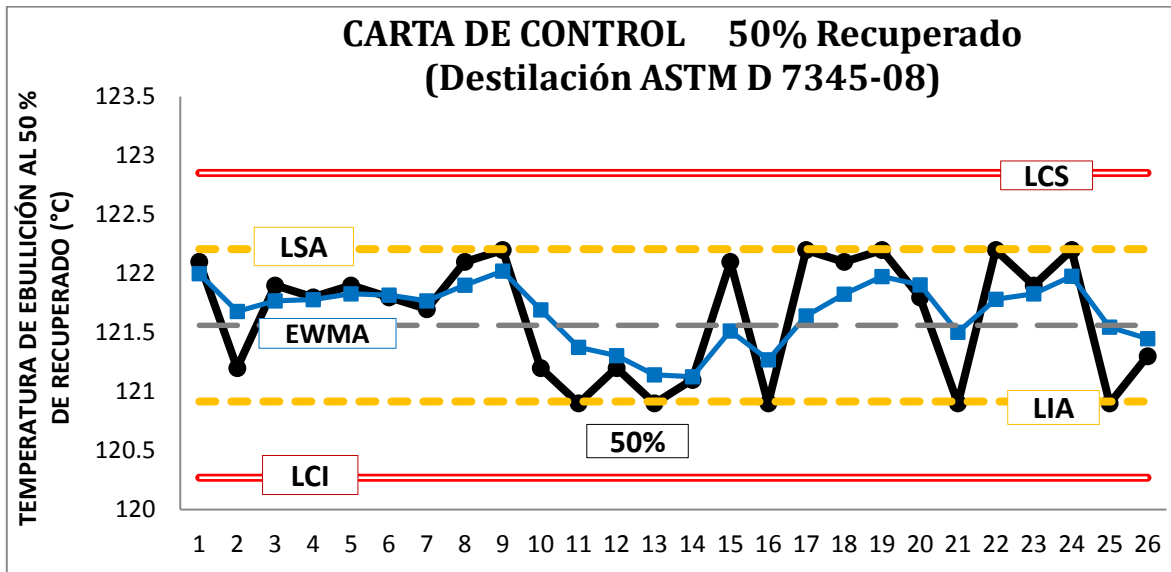
La elaboración de las cartas de control se llevó a cabo con la recopilación de la información calculada previamente y se realizó en hoja de cálculo del programa EXCEL, teniendo como resultado lo siguiente:



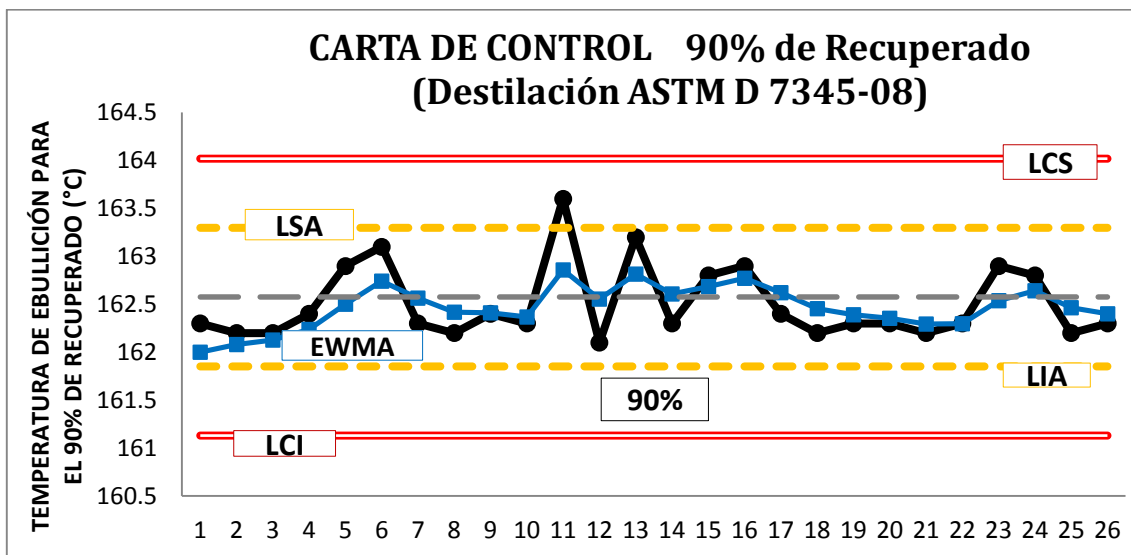
Gráfica 1. Carta de control de Micro destilación ASTM D-7345



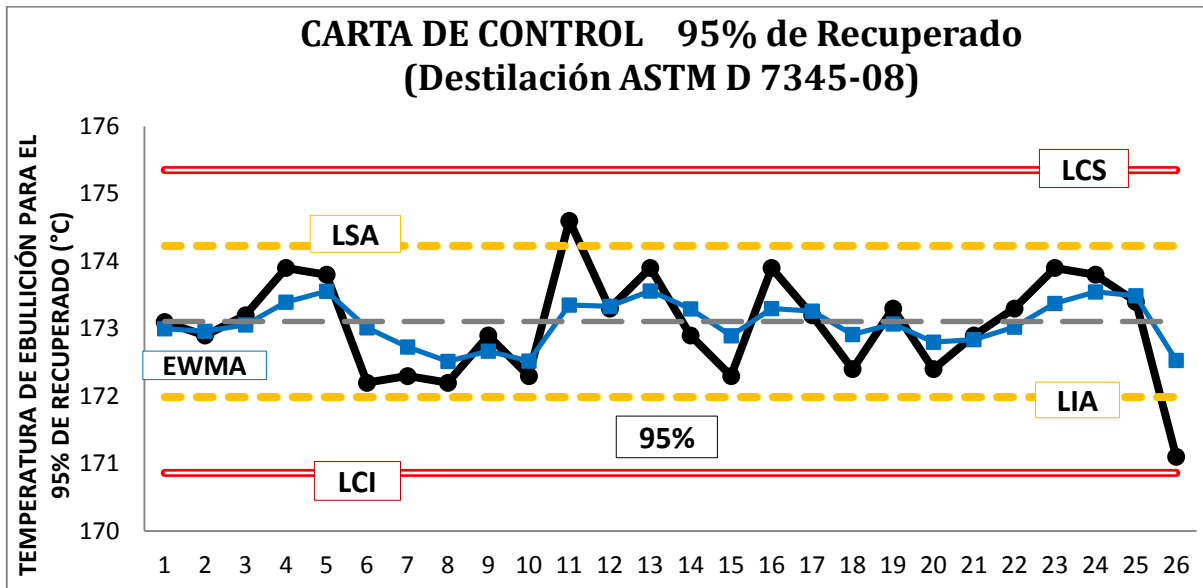
Gráfica 2. Carta de control de Micro destilación ASTM D-7345



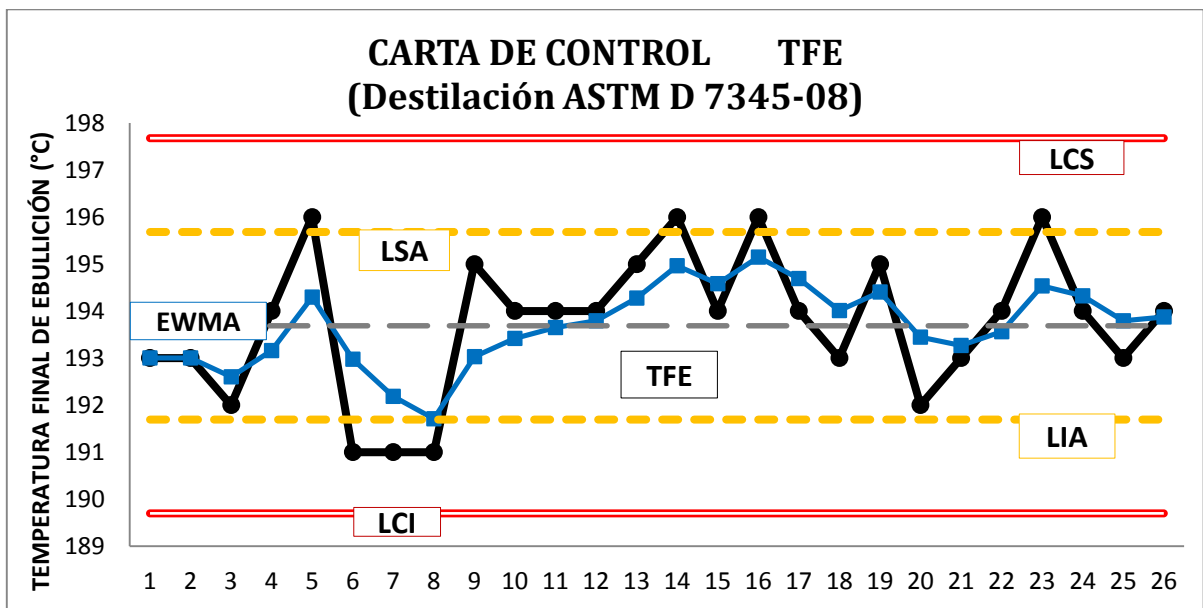
Gráfica 3. Carta de control de Micro destilación ASTM D-7345



Gráfica 4. Carta de control de Micro destilación ASTM D-7345



Gráfica 5. Carta de control de Micro destilación ASTM D-7345



Gráfica 6. Carta de control de Micro destilación ASTM D-7345

CONCLUSIÓN

Se determinó básicamente una implantación de un nuevo sistema de control de calidad de las pruebas físicas a manera de que se pueda monitorear el continuo desempeño de los métodos utilizados en el Laboratorio y así mismo el trabajo realizado por los operadores encargados de dichos métodos o análisis, todo esto con el fin de establecer un fundamento de la confirmación de los datos resultantes y cumplir con la normatividad NMX-EC-17025-IMNC-2006 para mantener la certificación del Laboratorio.

Con respecto a la aplicación de la norma NMX-EC-17025-IMNC-2006, cabe mencionar que durante la estancia en el área del Laboratorio de Control, se cumple con cada uno de los puntos o criterios establecidos, eso también podría considerarse como un resultados de las constantes auditorias (anuales) que desde que el Laboratorio se certificó en esta norma se han venido realizando para asegurar que se esté cumpliendo.

Posteriormente se comenzó con el estudio para la implantación del sistema de control de calidad; primeramente se enfocó al aprendizaje de los métodos de prueba utilizados para que así se pudieran desarrollar para la obtención de los datos de control, estos son los resultados obtenidos de los análisis de cada una de las muestras bajo las diversas pruebas establecidas y así mismo corresponden al fundamento del sistema de control de calidad implantado.

Con los datos de control fueron recopilados vía manual de los cuadernillos que se tienen en el laboratorio para los apuntes de los probadores físicos antes de acceder su información al SICOLAB, se capturaron en una bitácora electrónica con ayuda del

programa EXCEL. En esta fase se pudieron concluir varios aspectos entre los más importantes se encuentran:

- a) Se debe llevar un estricto seguimiento a la frecuencia de análisis para que se mantenga la creación de nuevos datos de control.
- b) Se debe procurar la supervisión de la realización de las pruebas de las muestras de control.

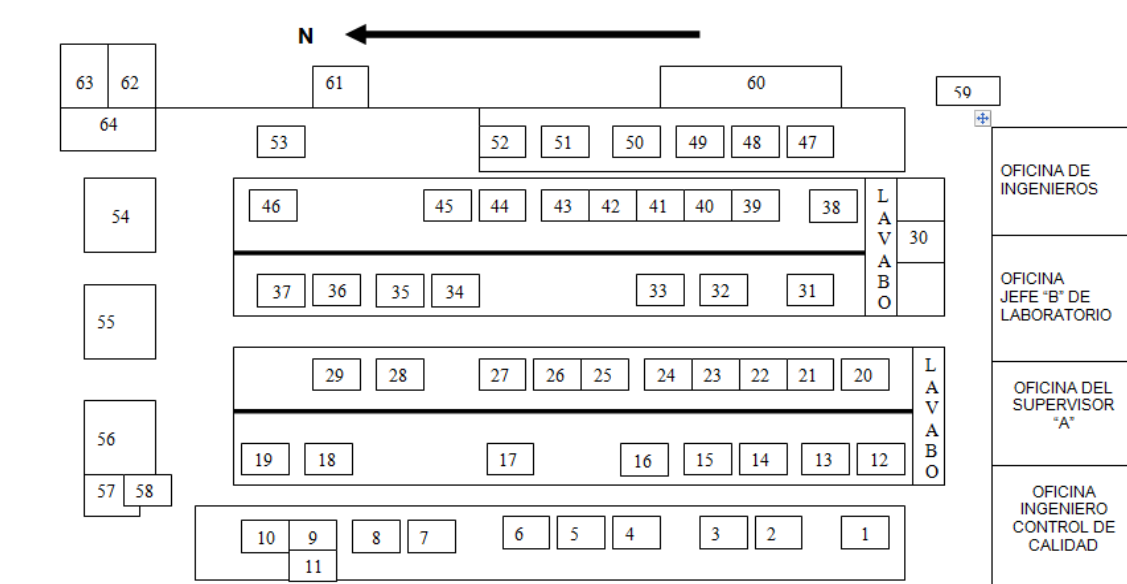
Una vez que los datos ya han sido tratados se procedió a la creación de las cartas de control que son aquellas con las cuales se medirá el estado de control de los métodos realizados en el Laboratorio. Para este procedimiento se siguió un método de prueba internación el ASTM D 6299 con el cual se siguió paso a paso para determinar las cartas de control y en este mismo método nos indica que resultados se deben esperar y cuando un método está siendo utilizado correctamente o si es inestable.

El resultado final de cada una de las cartas de control es concluyente y se pudo observar que se tienen los métodos en buen estado, actualizados y los operadores están preparados sin embargo hay acciones preventivas que se deben de cumplir y en los casos de los dos métodos que resultaron inestables se propone una acción correctiva inmediata.

Al implementar un nuevo método en el Laboratorio de Control, es de mucha importancia para los probadores físicos como los técnicos en general, por lo que el método de destilación les lleva mucho tiempo al realizar la prueba y con más índices de error, ya que en el método de micro destilación se realizan los análisis con más exactitud y con menos tiempo para que se puedan realizar otras pruebas con mas calma y realicen todo los pasos que se requiere para cada prueba, y así arroje los datos deseados con la calidad que se requiere.

ANEXOS

Anexo 1 - Distribución de equipos del laboratorio de control.



Claves del diagrama de distribución de equipos del laboratorio de control.

- | | |
|---|---|
| 1.- MESA DE TRABAJO DEL MUESTRERO Y COMPUTADORA DEL PROBADOR FISICO | 20.-EQUIPO DE COMPUTO DESTILACIÓN AUTOMÁTICA D-86 |
| 2.- CENTRIFUGA CON CALENTAMIENTO (EC-07) | 21.-DESTILADOR AUTOMÁTICO D-86 (EC-31-1) |
| 3.- CENTRIFUGA (EC-08) | 22.-DESTILADOR AUTOMÁTICO D-86 (EC-31-2) |
| 4.- EQUIPO AUTOMATICO PARA TEMPERATURA DE CONGELACIÓN EC-35 | 23.-DESTILADOR AUTOMÁTICO D-86 (EC-31-3) |
| 5.- CRYOSTATO PARA EQUIPO DE TEMP. DE CONGELACION AUTOMATICA EC-35 | 24.-DESTILADOR AUTOMÁTICO D-86 (EC-31-4) |
| 6.- EQUIPO AUTOMATICO PARA TEMP. DE ESCURRIMIENTO-NUBLAMIENTO (EC-36) | 25.-DESTILADOR MULTIPLE D-86 (EC-16A) |
| 7.- EQUIPO MANUAL PARA TEMPERATURA DE CONGELACIÓN EN TURBOSINA (EC- 35-B) | 26.-DESTILADOR MULTIPLE D-86 (EC-16B) |
| 8.-CAMPANA DE EXTRACCIÓN (PESO ESPECÍFICO) (EC-06-4) | 27.-EQUIPO DE DESTILACION AUTOMATICA HERZOG (EC-15) |
| 9.- MUESTRAS TRABAJADAS | 28.-EQUIPO MICRODESTILADOR (EC- 45A) |
| 10.-MUESTRAS PENDIENTES POR TRABAJAR | 29.-EQUIPO MICRODESTILADOR (EC-45B) |
| 11.- BAÑO A TEMPERATURA CONSTANTE (EC-03C) | 30.-CAMPANA DE EXTRACCIÓN (EC-06-5) |
| 12.- ENFRIADOR DE INMERSION | 31.-EQUIPO PARA AGUA POR DESTILACION (EC-37) |
| 13.-ESTUFA DE SECADO (EC-40) | 32- SECADOR DE MATERIAL (EC-38.A) |
| 14.-DUCTILÍMETRO (EC-17) | 33.-SECADOR DE MATERIAL (EC-38.B). |
| 15.-BAÑO DE ENFRIAMIENTO | 34.-BAÑO A TEMP. CONSTANTE (EC-03D) |
| 16.-BAÑO A TEMPERATURA CONSTANTE (EC-03B) | 35.-BAÑO A TEMP. CONSTANTE (EC-03A) |
| 17.- PENETRÓMETRO SEMIAUTOMÁTICO (EC-24) | 36.-BAÑO DE CORROSION (EC-02) |
| 18.-DENSITOMETRO ANTON PARA | 37.ÁREA DE RESIDUOS |
| 19.-COLORIMETRO ASTM (EC-09.A) | 38.-VISCOSIMETRO SAYBOLT (EC-30.C) |
| | 39.-VISCOSIMETRO SAYBOLT (EC-30.F) |
| | 40.-VISCOSIMETRO SAYBOLT (EC-30.D) |
| | 41.-VISCOSIMETRO SAYBOLT (EC-30H) |
| | 42.-VISCOSIMETRO SAYBOLT (EC-30.E) |

Claves del diagrama de distribución de equipos del laboratorio de control (continuación).

- | | |
|---|--|
| 43.-VISCOSIMETRO SAYBOLT (EC-30 B) | 53.-FABRICA DE HIELO (EC-41) |
| 44.-VISCOSIMETRO STANBINGER (EC-44) | 54.- CAMPANA DE EXTRACCIÓN (PARA EQUIPO PENSKY ARTENS)(EC-06-3) |
| 45.-PLATO DE CALENTAMIENTO C/AGITACION (EC-26) | 55.-CAMPANA DE EXTRACCIÓN (PLATO DE CALENTAMIENTO)(EC-06-2) |
| 46.-VISCOSIMETRO SAYBOLT (EC-30 A) | 56.-CAMPANA DE EXTRACCIÓN (EQUIPO HEMPELL Y EQUIPO TAG)(EC-06-1) |
| 47.-BAÑO PARA VISCOSIDAD CINEMATICA A 135°C (EC-29 B) | 57.-BOTIQUIN |
| 48.-REGULADOR DE PRESIÓN PARA EQUIPO DE VISCOSIDAD ABSOLUTA (EC-29 A) | 58.-COLORÍMETRO SAYBOLT (EC-10) |
| 49.-EQUIPO PARA VISCOSIDAD ABSOLUTA (EC-29 A) | 59.ÁREA DE RECEPCIÓN DE MUESTRAS |
| 50.-BAÑO PARA VISCOSIDAD CINEMÁTICA A 40°C (EC-28 A) | 60.-ÁREA DE TRICICLOS |
| 51.-BAÑO PARA VISCOSIDAD CINEMÁTICA A 100°C (EC- 28 B) | 61.-REGADERA DE EMERGENCIA No. 9 |
| 52.-VISCOSIMETRO AUTOMATICO CON EQUIPO DE CÓMPUTO (EC-34) | 62.-ÁREA DE LAVADO DE RECIPIENTES PARA RESIDUOS |
| | 63.-CAMPANA DE EXTRACCIÓN (EC-06-6) |
| | 64.-ÁREA DE MUESTREROS |

GLOSARIO

Administración de la calidad. Conjunto de actividades de la función general de la administración que determina la política de calidad, los objetivos, las responsabilidades y la implantación de estos por medios tales como planeación de la calidad, el control de la calidad, aseguramiento de la calidad y el mejoramiento de la calidad.

Aseguramiento de la calidad. Conjunto de actividades planeadas y sistemáticas implantadas dentro del sistema de calidad, y demostradas según se requiera para proporcionar confianza adecuada de que un elemento cumplirá los requisitos para la calidad.

ASTM.- Son siglas en inglés de métodos de análisis de American Society for Testing and Materials.

Acreditación. Evaluación de tercera parte relativa a un organismo de evaluación de la conformidad (OEC), en este caso un laboratorio, que manifiesta la demostración formal de su competencia para llevar a cabo tareas específicas de evaluación de la conformidad.

Ampliación de la Acreditación. Proceso para realizar la extensión del alcance de la acreditación. En el caso de laboratorios se refiere a métodos de ensayo; en el caso de laboratorios de calibración se refiere a técnicas de calibración o alcance de medición.

Calidad. Conjunto de características de un elemento que le confieren la actitud para satisfacer necesidades explícitas e implícitas.

Confirmación. Es la confirmación por examen y la provisión de evidencia objetiva de que se cumplen los requisitos particulares para un uso específico propuesto. Es el proceso que establece las características de desempeño y limitaciones de un método y la identificación de aquellas influencias que pueden modificar estas características y en que grado lo afectan. En este proceso queda establecido por estudios experimentales que la capacidad del método de análisis satisface los requisitos para la aplicación deseada.

Con la validación se demuestra el cumplimiento de criterios de calidad y se comprueba que el método sirve para el uso específico propuesto.

Control de calidad. Técnicas y actividades de carácter operacional, utilizadas para cumplir los requisitos para la calidad, a fin de alcanzar la efectividad económica.

Gestión de calidad. Designa sistemas de la calidad, administrativos y técnicos, que rigen las actividades de un laboratorio.

Laboratorio de pruebas. Aquella instalación que opera en una localidad específicamente determinada y dispone del equipo necesario y personal calificado para efectuar las mediciones, análisis y pruebas, calibraciones o determinaciones de las características o funcionamiento de materiales, productos o equipos.

Manual de calidad. Un documento que establece la política de calidad, el sistema de calidad y las prácticas de calidad de un organismo.

Manual de calidad de la Superintendencia de Química. Contiene todos los requisitos aplicables de la norma NMX-EC-17025-IMNC-2006, al sistema de operación de la Superintendencia de Química y hace referencia a los procedimientos de Gestión de la calidad y procedimientos operativos.

Método de prueba. Procedimiento técnico especificado para la realización de una prueba.

NMX. Es la abreviación de Normas Mexicanas.

No Conformidad. Incumplimiento a un requisito especificado. Este requisito puede estar especificado en las normas, políticas, la Ley Federal sobre Metrología y Normalización y su Reglamento, etc. que conforman los criterios de evaluación.

Plan de calidad. Un documento que establece las prácticas relevantes específicas de calidad, los recursos y secuencias de actividades pertenecientes a un producto, proyecto o contrato particular.

Prueba. Operación técnica que consiste en la determinación de una o varias un procedimiento especificado.

Personal nivel supervisor o gerencial. (Jefes, supervisores, Coord. Esp. Tec.”B o D”).
– signatario que realiza funciones de supervisión.

Personal operativo. personal que directamente realizan actividades de análisis o muestreo.

Procedimiento. Forma especificada de realizar una actividad que debe ser documentada.

Representante autorizado. Persona nombrada por el laboratorio, para representarlo en todos los asuntos relacionados con la acreditación y es en estos términos el enlace entre el laboratorio y el organismo de acreditación.

Sesgo. La diferencia entre el valor esperado de los resultados de prueba y un valor de referencia aceptado.

Signatario autorizado. Persona responsable del área de pruebas propuesta por el laboratorio y autorizada por el organismo de acreditación para firmar y endosar los informes de pruebas producidos por el laboratorio acreditado.

Sistema de calidad. La estructura organizacional, responsabilidades, procedimientos, procesos y recursos para implantar la administración de la calidad.

Trazabilidad. La propiedad de un resultado de una medición por medio del cual se puede relacionar a patrones adecuados, generalmente patrones internacionales o nacionales, por medio de una cadena interrumpida de comparaciones.

Registro. Documento que provee evidencias objetivas de las actividades ejecutadas o resultados obtenidos.

Rastreabilidad. Habilidad para rastrear la historia, aplicación o localización de un elemento, por medio de registros identificados.

Sistema Integral de Administración (SIA). Sistema de gestión para dirigir y controlar una organización, con respecto a la Seguridad Industrial, Salud Ocupacional, Administración Ambiental y Calidad.

No Conformidad. Incumplimiento de requisitos.

Acción Correctiva. Es la acción tomada para corregir las causas raíz de una no-conformidad para evitar su repetición.

Registros Técnicos. Son los registros se manejan para reportar los análisis de los productos intermedios y finales.

Registros de Calidad. Son los registros que se aplican para mantener el sistema de calidad, como son informes de Auditorias, revisión de indicadores, minutas acuerdo entre proveedores y clientes, reportes de visitas a clientes.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

Documentos internos de PEMEX refinación

- ⊕ Criterios de aplicación de la norma NMX-EC-17025-IMNC-2006 (ISO/IEC 17025:2005) MP-FE-005 vigente
- ⊕ http://www.ema.org.mx/ema/ema/index.php?Itemid=128&id=105&option=com_content&task=blogcategory (Consultado: 2010, Enero 9)
- ⊕ Manual de calidad de Laboratorio Química
- ⊕ Manual del Sistema Integral de Administración (Subdirección de Producción) No de documento 300-40000-MSIA-001, emisión: 07-07-2010.
- ⊕ Manual de Calidad de la Superintendencia de Química. documento no.-332-42200-MI-001, emisión: 01-05-2010
- ⊕ Manual de Procedimientos Criterios de aplicación de la norma NMX-EC-17025-IMNC-2006 / ISO/IEC 17025:2005 GUÍA
- ⊕ Distribución de equipos del laboratorio de control, No de documento 332-42200-MO-001; de la Superintendencia de Química.
- ⊕ Significado de Pruebas de Laboratorio
- ⊕ 300-40800-PSIA-002 Elaboración y control de procedimientos.
- ⊕ Guía Práctica de Pruebas de Laboratorio Aplicable al Control Físicoquímico de los Procesos de Refinación. PEMEX Refinación. Marzo 1997. 161 páginas.
- ⊕ Guía de Laboratorio para la validación de Métodos y temas relacionados, Guía EURACHEM.
- ⊕ Procedimiento para la Validación de los métodos de prueba de la Superintendencia de Química, No. 332-42200-PO-001, emisión 01-08-2010.
- ⊕ Manual de procedimientos evaluación y acreditación de laboratorios de calibración y/o ensayo con base en las NORMAS NMX-EC-17025-IMNC-2000 / ISO/IEC 17025-1999 Y NMX-EC-17025-IMNC-2006 / ISO/IEC 17025:2005

Libros

- ✦ Bertrand L. Hansen, Prabhakar M. Ghare, 1989 Control de calidad teoría y aplicaciones, ediciones Díaz de los Santos S.A.
- ✦ Miguel Udaondo Durán

Normas

- ✦ NMX-EC-17025-IMNC-2006. Documento Interno.
- ✦ ASTM (American Society of Testing Materials). www.astm.org

Internet

- ✦ PEMEX Refinación. Plan de Negocios 2002-2010. Documento Interno. Acceso a la información 22 de MARZO de 2011
- ✦ <http://www.pemex.com/index.cfm?action=content§ionID=73&catID=11959&contentID=18244>
- ✦ Entidad Mexicana de Acreditación, (18 de diciembre de 2009), “Entidad Mexicana de Acreditación” (Laboratorios de ensayo), disponible: http://www.ema.org.mx/ema/ema/index.php?option=com_content&task=blogcategory&id=96&Itemid=120 (Consultado: 2011, febrero, 26)
- ✦ PEMEX refinación, (2009), “PEMEX” (La Refinería Ing. Antonio Dovalí Jaime), disponible: <http://www.ref.pemex.com/octanaje/22salina.htm> (Consultado: 2011, enero 20).
- ✦ PEMEX refinación, (28 de Junio del 2008), “PEMEX” (Conózcenos), disponible: <http://www.ref.pemex.com/index.cfm?action=content§ionid=1> (Consultado: 2011, enero 20)

- ⊕ Instituto Mexicano del Petróleo, “IMP” (PEMEX a grandes rasgos. Curso de Inducción para Instructores), disponible: http://www.imp.mx/especialidades/sisevi/Ind_pemex020408.pdf (Consultado: 2011, enero 20)
- ⊕ Rosas García Eva, (Diciembre 2007), “Entidad Mexicana de Acreditación” (Criterios de aplicación de la norma NMX-EC-17025-IMNC-2006/ISO/IEC 17025), disponible: http://www.semarnat.gob.mx/queessearnat/politica_ambiental/certificaciondeplayas/Documents/TALLER%20LABORATORIOS%20ACREDITADOS/CRITERIOS%20APLICACION%20NMX-EC-17025-IMNC-2006%20EMA.pdf (Consultado: 2011, febrero 24)
- ⊕ American Society for Testing and Materials (Sociedad Americana para Pruebas y Materiales).
- ⊕ <http://www.ref.pemex.com/octanaje/22salina.htm>