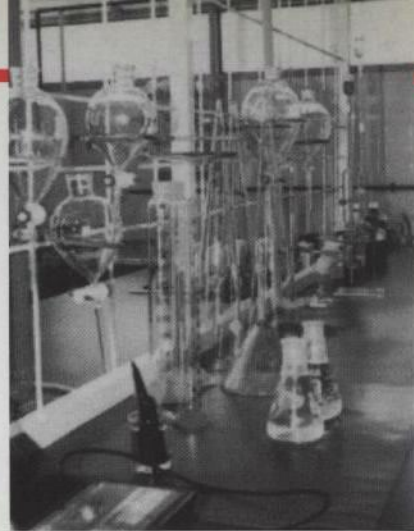




Aseguramiento de calidad en laboratorios del *upstream*



Por Eduardo Curci, Gustavo Galliano, Marcelo Barreto y Gustavo Bianchi, YPF S.A:

Desde enero de 1995 se está implementando en YPF S.A. un Plan de Aprovechamiento Integral de Laboratorios con el fin de asegurar la calidad de los resultados de los ensayos experimentales, sistematizando y unificando las metodologías a aplicar en todos los laboratorios del país que trabajen para el *upstream* de esta empresa.

Hasta el momento del inicio de este plan se carecía de un Manual de Métodos que indicara cuál es la técnica que debe emplearse ante la necesidad de una determinación experimental, por lo que cada laboratorio contratado utilizaba la metodología que consideraba conveniente.

Esta situación originaba permanentes inconvenientes y divergencias con contratistas y usuarios, a la vez que imposibilitaba un adecuado control de calidad y performance de productos químicos utilizados en explotación.

A partir de este plan, en un plazo máximo de dieciocho meses se aplicarán las normas referidas de Aseguramiento de la Calidad en todos los laboratorios que trabajan para el *upstream* de YPF.

El trabajo "Aseguramiento de calidad en laboratorios del *upstream*", presentado en el 1^{er} Encuentro Latinoamericano para la Calidad en la Industria Petrolera realizado en Mendoza en setiembre del año pasado, describe las distintas etapas de las acciones que se están desarrollando, la implementación de un plan global y un cronograma tentativo.

Eduardo Curci es Licenciado en Ciencias Químicas de la Universidad de Buenos Aires egresado en 1980. En 1982 ingresó a la Gerencia de Activos Tecnológicos de YPF desempeñándose en el Área de Química Analítica. En 1987 fue becado por la Universidad de Praga (Charles University) en Checoslovaquia, especializándose en Polarografía. Desde febrero de 1994 se desempeña en el Laboratorio de Apoyo a la Producción del Centro de Tecnología Aplicada del Upstream de YPF en Luján de Cuyo, Mendoza.

Entre 1978 y 1986 fue docente de la Facultad de Ciencias Exactas y Naturales de la UBA.

Gustavo Galliano es Ingeniero Químico de la Universidad Nacional de Mar del Plata egresado en 1982. Se especializó en Explotación de Yacimientos en IP/UBA en 1983. Al año siguiente ingresó a la Gerencia de Investigación y Desarrollo de YPF especializándose en flujo monofásico y análisis nodal. Entre 1990 y 1992 se desempeñó como responsable del Área de Termodinámica y entre 1992 y 1994, como responsable del Área Ingeniería de Reservorios. Desde febrero de 1994 se encuentra a cargo del Centro de Tecnología Aplicada del

Upstream de YPF denominado Laboratorio de Análisis Especiales en Luján de Cuyo, Mendoza.

Marcelo Barreto es Ingeniero Químico de la Universidad Tecnológica Nacional Regional Rosario egresado en 1977. En 1981 se especializó en Explotación de Yacimientos en IP/UBA. Al año siguiente ingresa a la Gerencia de Investigación y Desarrollo de YPF en las actividades de corrosión en instalaciones de producción y refinación de petróleo, desempeñándose entre 1987 y 1992 como responsable del Departamento Corrosión de Activos Tecnológicos. Desde febrero de 1994 es responsable del Laboratorio de Apoyo a Producción del Centro de Tecnología Aplicada del Upstream en Luján de Cuyo, Mendoza.

Gustavo Bianchi es Licenciado en Química de la Universidad de Morón egresado en 1983. Es Doctor en Ciencias de Materiales de la Universidad Nacional de Mar del Plata. Entre 1984 y 1994 se desempeñó como investigador principal de la Comisión Nacional de Energía Atómica en Física del estado sólido.

Ingresó a YPF a mediados de 1994 desempeñándose como coordinador técnico

general de Laboratorios del Upstream, coordinador de grupos multidisciplinarios en la Regional Comodoro Rivadavia y desde enero de 1995 como Coordinador General de Recuperación Secundaria en el Área Rincón de los Sauces.

Para establecer un Programa de Aseguramiento de la Calidad es esencial un compromiso de todos los involucrados, desde los niveles gerenciales hasta el último de los operadores.

Para ello debe llevarse a cabo un plan de concientización entre todo el personal.

Antes de iniciar un Plan referido a los Laboratorios del Upstream deberíamos formularnos algunas preguntas.

¿Cuáles son las consecuencias de datos inexactos o incompletos?

¿Algunos de los problemas que ocurrieron en el pasado podrían haberse evitado o minimizado teniendo un buen Plan de Aseguramiento de la Calidad?

¿Con qué frecuencia debemos repetir análisis por reclamos de los usuarios?

¿Cuántas horas perdidas y recursos malgastados debemos afrontar por carecer de un Plan de Aseguramiento de la Calidad?

Una vez que hayamos reflexionado suficientemente sobre éstas o similares cuestiones, estaremos en condiciones de iniciar un plan que nos permita asegurar la calidad de los resultados informados en las determinaciones que involucren a los laboratorios del *Upstream*.

DESARROLLO

Situación previa/Diagnóstico preliminar

A fines de 1994 el *Upstream* de YPF SA solicitaba diversos servicios técnicos a diez laboratorios contratados por cada Gerencia Regional (dos en Plaza Huincul, uno en Rincón de los Sauces, uno en Catriel, uno en Comodoro Rivadavia, uno en Cañadón Seco, uno en Las Heras uno en Barrancas, uno en Malargüe y uno en Cerro Divisadero) y a dos propios (el Laboratorio de Análisis Especiales en Luján de Cuyo y un laboratorio petrofísico en Comodoro Rivadavia).

Excluyendo al Laboratorio de Análisis Especiales (LAE), el *Upstream* gastaba anualmente más de dos millones de dólares en los contratos mencionados.

La gran mayoría de estos laboratorios realizan ensayos estandarizados sobre muestras de crudo, análisis de aguas y en algún caso se realizan controles y ensayos básicos sobre productos químicos. Son usuarios de estos laboratorios las Áreas Operaciones, Reservorios y Exploración.

El nexo entre los laboratorios contratados e YPF es en todos los casos un inspector (personal estable de YPF), encargado a la vez de supervisar técnicamente los trabajos y de certificarlos para su pago. En algunos casos los inspectores no eran profesionales.

Por otra parte no existía conexión alguna entre laboratorios, presumiéndose que cada uno de ellos realizaba los ensayos por los métodos que prefiriera. Ninguno de los laboratorios disponía de material certificado por normas ISO ni tenía previsto incorporar un sistema de Aseguramiento de la Calidad.

Este diagnóstico preliminar será ampliado y profundizado a lo largo del resto del trabajo.

Algunas de las consecuencias indeseadas de esta situación previa eran las siguientes:

- Imposibilidad de chequear ensayos entre Regionales o entre el LAE y laboratorios contratados, ante la diversidad de técnicas

utilizadas para los mismos ensayos.

- Incertidumbres sobre la precisión de los resultados informados, algunas de las cuales fueron señaladas por consultores externos.
- Políticas de evaluación y control de calidad de productos químicos diferentes según la Regional, rubro al que el *Upstream* destina anualmente varios millones de dólares.
- Imposibilidad de auditar el grado de calibración de equipos del contratista y la repetibilidad de sus resultados.
- Imposibilidad para los inspectores de realizar auditorías sobre ensayos particulares.

Todos los puntos expuestos afectan directamente la calidad de datos de entrada para estudios de reservorio, tratamiento de estimulación, recuperación secundaria, tratamiento de crudos, de cada Regional, por lo que el tema es de un claro impacto económico en el *Upstream*.

El redimensionamiento de la ex Gerencia de Activos Tecnológicos

Por otra parte el redimensionamiento a fines de 1993 de la ex Gerencia de Activos

Tecnológicos para su posterior transformación en el Laboratorio de Análisis Especiales provocó algunos efectos secundarios no deseados, tales como:

1. La pérdida de experiencia no sistematizada de decenas de especialistas, situación provocada por la falta de existencia de una cultura de documentación de procedimientos y técnicas. En algunos casos esos especialistas fueron luego contratados por la empresa.
2. La interrupción momentánea de los controles de calidad y eficiencia comparativa de decenas de productos que allí se ensayaban.

Ante esta situación la Vicepresidencia de Exploración y Producción asignó a uno de los autores y al Laboratorio de Análisis Especiales, entre otras misiones, el rol de Laboratorio testigo y por ende responsable técnicamente de la calidad de los datos surgidos de los restantes laboratorios. A partir de esta definición se originó la necesidad de establecer un plan de mediano plazo para alcanzar los objetivos mencionados.

El plan que se describe en este trabajo, comenzó a implementarse en enero de 1995.

OBJETIVOS

El plan implementado tiene como objetivos principales los siguientes:

- 1) Establecer en un plazo de 12 meses un Sistema de Aseguramiento de Calidad para todos los servicios provenientes de los laboratorios internos del Laboratorio de Análisis Especiales.
- 2) Establecer en un plazo de 24 meses un Sistema de Aseguramiento de la Calidad para todos los servicios provenientes de laboratorios contratados por el *Upstream*.

Recursos disponibles

Para el primer objetivo se contaba con los siguientes recursos:

• **Recursos humanos.** Dentro del *staff* del LAE se asignó a este proyecto en forma *part-time* a 11 profesionales y dos técnicos especializados con una experiencia promedio de 12 años en trabajos de laboratorio. Se considera que estos recursos son aceptables para la implementación del plan. Se contempló la capacitación de algunos profesionales en el tema Aseguramiento de Calidad.

• **Recursos económicos.** El LAE no disponía en su presupuesto 1995 de partidas para este plan. Se incluyeron partidas especiales en el presupuesto 1996.

• **Equipamiento.** El LAE dispone de un variado y sofisticado equipamiento experimental. Los equipos existentes no estaban certificados, estableciéndose este requisito para los nuevos equipos que se adquirieran en lo sucesivo.

Para el segundo objetivo se contaba con:

- Un inspector de YPF por cada laboratorio. La mayoría de ellos sin conocimientos de técnicas de Aseguramiento de Calidad. Se previó una capacitación especial de los inspectores.
- Personal de la empresa contratista, en su enorme mayoría técnicos o idóneos, sin formación alguna en Aseguramiento de Calidad.
- Equipamiento: una escasísima proporción del equipamiento estaba certificado por organismos no oficiales.

IMPLEMENTACION DE UN PLAN GLOBAL

En función de la complejidad de la tarea que se debía encarar se realizó una primera división tentativa entre un sistema de Aseguramiento de Calidad en los ensayos realizados en el Laboratorio de Análisis Especiales y un segundo sistema para aplicar en todos los restantes laboratorios contratados.

Sin embargo, en función de que nume-

Tabla Nº 1. Resumen del Plan

Tema	Responsable Actual	Responsable Futuro
Sistematización de metodologías y equipos		L.A.E. (desarrollo) Laboratorios zonales (aplicación)
Ranking eficiencia productos químicos	L.A.E.	Laboratorios zonales
Control calidad partidas		L.A.E. (desarrollo) Laboratorios. zonales (aplicación)
Auditorías técnicas de productos	L.A.E.	L.A.E.
Análisis especiales p/ proyectos de envergadura	L.A.E.	L.A.E.
Análisis rutinarios (petróleo y aguas)	Laboratorios zonales	Laboratorios zonales

rosos tipos de ensayos que se realizan en el LAE son llevados o podrían ser llevados a cabo en los laboratorios contratados, el esquema que finalmente se adoptó fue definir un sistema de Aseguramiento de la Calidad diferente según cinco tipos básicos de ensayos de laboratorio, a saber:

Grupo 1: ensayos sobre todo tipo de aguas

Grupo 2: ensayos sobre todo tipo de crudos

Grupo 3: ensayos de eficiencia y control de calidad de productos químicos

Grupo 4: ensayos petrofísicos y de estimulación

Grupo 5: ensayos termodinámicos y de recuperación asistida

A partir de este agrupamiento temático es posible establecer sistemas de seguridad que satisfagan los dos objetivos mencionados.

Para cada uno de los tipos de ensayos mencionados se realizó el siguiente plan de trabajo:

- Diagnóstico de la situación previa al comienzo del plan (en el LAE y en los laboratorios contratados).
- Acciones a emprender para el Aseguramiento de la Calidad (en el LAE y en los laboratorios contratados).
- Diseño de mecanismos de control (en el LAE y en laboratorios contratados).

Se describen a continuación los sistemas de Aseguramiento de la Calidad diseñados para cada uno de estos tipos de ensayos.

En los 5 grupos de ensayo se ha trabajado siguiendo los lineamientos establecidos por las Normas IRAM de Aseguramiento de la Calidad referidas a laboratorios de ensayo y calibración.

Dicha Norma es comentada en el Anexo Nº 1.

Grupo 1/Ensayos sobre aguas

Situación previa

En el LAE el grado de conocimiento de las técnicas es muy bueno.

Se utilizan técnicas reconocidas internacionalmente.

El equipamiento es el más moderno y

completo dentro de los laboratorios del *Upstream*.

El droguero es muy completo.

Posee patrones certificados internacionalmente para realizar cualquier determinación.

El personal está recibiendo capacitación en las Normas ISO de Aseguramiento de la Calidad.

Los mayores inconvenientes que se presentaban eran:

- a) Si bien se disponía de todas las normas necesarias, éstas no estaban organizadas en forma sistemática como lo recomiendan las normas IRAM de Aseguramiento de Calidad.
- b) El material de vidrio no poseía certificados de calidad.
- c) La calibración de las balanzas era realizada por el propio personal, no contrastándose contra organismos de certificación.

A fin de solucionar los inconvenientes descriptos se comenzó a organizar la documentación técnica de acuerdo a lo recomendado. Se adquirió material de vidrio debidamente certificado. Un organismo internacional de certificación calibró la totalidad de las balanzas.

La situación en los demás laboratorios que realizan las determinaciones sobre aguas era muy diferente a la del LAE.

Al realizar una recorrida e inspección entre los laboratorios contratados por YPF para evaluar los recursos disponibles y las posibilidades potenciales para implementar un Plan de Aseguramiento de la Calidad, se pudieron advertir los siguientes hechos:

- a) No existía un criterio uniforme para realizar las mismas determinaciones analíticas. Esto se debe fundamentalmente a que en los contratos de cada laboratorio no se exigía una metodología determinada o, en caso de que estuviese explícita, variaba de un laboratorio a otro.
- b) Los inspectores (nexo entre YPF y los contratistas) en muchos casos no conocían los fundamentos de las técnicas empleadas.

c) Existe entre los laboratorios gran disparidad en cuanto a equipamiento tanto instrumental como de reactivos. En algunos casos se realizaban las determinaciones empleando *kits* que no eran chequeados contra métodos reconocidos. En algunos casos se verificaron errores inadmisibles. Algunos laboratorios trabajaban con espectrofotómetros que no estaban calibrados y prácticamente en ningún caso poseían patrones certificados.

Esto implicaba la imposibilidad de conocer con qué exactitud estaban trabajando.

d) El grado de conocimiento y fundamentos de las técnicas era muy variable. En ciertos laboratorios trabaja personal con mucha experiencia en tanto que en otros, es necesario capacitar a los analistas.

e) Prácticamente no contaban con personal que tuviese conocimientos en Aseguramiento de la Calidad.

Acciones emprendidas

Ante este panorama se ejecutaron una serie de medidas para mejorar la situación, entre las que se pueden mencionar:

1) Con el fin de unificar los distintos criterios empleados, el LAE preparó un manual de técnicas recomendadas para las determinaciones de aguas, el que fue entregado a los distintos inspectores. Al preparar esta recopilación se tuvo en cuenta que:

- Sólo se consideraron técnicas recomendadas por organismos internacionales de reconocido prestigio.
- Se prefirieron aquellas que no necesitaran un equipamiento muy sofisticado. (Hay que tener en cuenta que la mayoría de los laboratorios cuentan con un equipamiento reducido que solamente les permite realizar determinaciones clásicas, gravimetrías y volumetrías, y determinaciones colorimétricas).
- De ser posible, se buscó más de una alternativa para cada determinación.

En este contexto hay que mencionar que se incluyeron determinaciones empleando Espectrofotometría de Absorción Atómica.

En la actualidad sólo el LAE está en condiciones de emplear esta técnica, pero se consideró la posibilidad que en un futuro no muy lejano algunos de los laboratorios contratados cuenten con el equipamiento y la capacitación necesaria para realizarla.

2) Se entregaron muestras preparadas con patrones para verificar con qué exactitud trabajaban al utilizar las técnicas sugeridas por el LAE.

Los resultados informados en cuanto a exactitud diferían mucho de un laboratorio a otro.

En cada situación se analizaron los posibles factores de error, dejando las instrucciones correspondientes para solucionar las deficiencias encontradas.

3) La siguiente medida, actualmente en curso, fue preparar un ensayo interlaboratorio.

Para ello previamente se desarrolló una reunión en donde participaron los inspectores y analistas encargados de realizar las determinaciones químicas.

En dicha reunión se discutieron a fondo las técnicas por implementar, los alcances de los métodos, así como la forma de presentar los informes con los resultados obtenidos.

Para realizar los ensayos de aptitud y desempeño de los laboratorios, se siguieron las recomendaciones de la Norma IRAM 305/90 (ver anexo N° 2).

Una vez reunida toda la información, se realizará una nueva reunión en donde se analizarán los resultados obtenidos y de ser necesario, se indicarán los pasos para mejorar la performance en cada situación particular.

De ser necesario se repetirán los ensayos interlaboratorios hasta obtener un nivel de respuesta adecuado.

4) Se dispuso recomendar a los inspectores la compra de material de vidrio que esté certificado.

5) El paso siguiente es ejercer en forma sistemática los mecanismos de control, que consistirán en realizar auditorías internas y externas tanto al LAE como a todos los demás laboratorios.

Cronograma tentativo

La etapa del diagnóstico de la situación del LAE y de los laboratorios contratados ha sido concluida.

Las acciones por emprender para el Aseguramiento de la Calidad en el LAE se estima que demandarán todo el año 95, en tanto que la de los laboratorios contratados concluirán en 1996.

Grupo 2/Ensayos sobre hidrocarburos líquidos

En el LAE el conocimiento de las técnicas es muy bueno. Se emplean técnicas reconocidas internacionalmente. Existe un equipamiento adecuado para realizar este tipo de determinaciones.

Los mayores inconvenientes encontrados son:

- a) Si bien se disponía de todas las normas necesarias, éstas no estaban organizadas sistemáticamente de acuerdo con lo establecido por las normas IRAM de Aseguramiento de Calidad.
- b) El material y la instrumentación empleada no estaba certificado.
- c) No existe personal capacitado en Aseguramiento de la Calidad.

Para solucionar los inconvenientes mencionados, se comenzó a organizar la documentación técnica según lo establecido. Se adquirieron termómetros, densímetros, picnómetros y material de vidrio debidamente certificados. Se calibraron los viscosímetros contra patrones del fabricante. Se programó la capacitación del personal en Aseguramiento de la Calidad y Técnicas Estadísticas.

Al realizarse un relevamiento e inspección de los laboratorios contratados por YPF, se observó que a diferencia de las determinaciones sobre aguas, había un cierto grado de uniformidad.

Generalmente se utilizan las mismas técnicas y son las reconocidas internacionalmente.

Esto se debe a que en este tipo de muestras muchas veces existe una relación contractual de YPF S.A. con otra empresa en donde están especificados los métodos a emplear, así como la tolerancia de los productos recibidos o entregados.

Sin embargo aun así se constató que en algunos casos se cometían errores al implementar las técnicas, así como muchas veces no se poseían certificaciones del material y la instrumentación utilizada.

El personal de estos laboratorios no había recibido capacitación en temas de Aseguramiento de la Calidad.

Acciones a seguir

Actualmente se está preparando un ensayo interlaboratorios similar al llevado a cabo para las determinaciones de aguas.

Una vez obtenidos resultados satisfactorios, los mecanismos de control que se implementarán serán auditorías internas y externas tanto para el LAE como para los laboratorios contratados.

Cronograma tentativo

La etapa del diagnóstico tanto del LAE como de los laboratorios contratados ha sido concluida.

Durante el año 1995 se concluirá en el LAE la etapa de las acciones por desarrollar. Esta etapa finalizará en diciembre de 1996 para los laboratorios contratados.

Grupo 3/Ensayos sobre productos químicos

Situación previa

Durante años la eficiencia y calidad de todos los productos químicos utilizados en perforación y producción fue analizada en el ex Laboratorio de Florencio Varela. Al mismo tiempo que se efectuaba el redimensionamiento de éste, se producía en las Áreas operativas un cambio de filosofía en el tema, la que se orientó hacia privilegiar el ensayo directo en campo de estos productos para establecer su eficiencia. En un caso, un laboratorio zonal comenzó a aplicar técnicas de ensayo de eficiencia propias.

Los controles de calidad por su parte quedaron reducidos a una expresión muy elemental.

Al definirse el rol del LAE como laboratorio testigo, los primeros esfuerzos se dedicaron a encarar el tema mencionado.

Se propuso entonces a la Vicepresidencia un esquema de distribución gradual de roles entre el LAE y los laboratorios zonales que contempla la transferencia gradual hacia éstos de las técnicas de ensayos de eficiencia y control de calidad de todos los productos normalmente usados en las regionales. De esta forma las Regionales contarán en el mediano plazo con determinaciones rápidas y confiables realizadas en la zona y en un tema de enorme impacto económico (se estima que el costo anual de adquisición de productos químicos es de unos veinte millones de dólares).

El rol del LAE en el tema quedará en el mediano plazo circunscripto a auditar procedimientos en los Laboratorios Zonales y a reemplazar técnicas por otras más modernas y sofisticadas a medida que estas sean desarrolladas.

En una primera etapa se planteó este esquema a las Gerencias Regionales e inspectores, explicándose sus fundamentos y etapas.

Una vez acordada la filosofía básica, se pasó a la segunda etapa consistente en

seleccionar las técnicas más adecuadas, tanto para ensayos de eficiencia comparativa (*rankings*) como para el control de calidad de partidas. Para ello, y en virtud de la complejidad de la tarea, se solicitó a las Regionales que establecieran un orden de prioridad en los productos químicos.

A la fecha se han seleccionado ya las técnicas correspondientes a ensayos de eficiencia comparativa de inhibidores de incrustaciones y desmenuzantes. Los procedimientos de dichas técnicas han sido documentados de acuerdo con las normas de Aseguramiento de Calidad y se ha comenzado a transferir dicha documentación a los Laboratorios Zonales más avanzados en la implementación del Plan.

Para comienzos de 1996 se espera concluir con esta etapa en lo que respecta a técnicas de eficiencia comparativa.

Una vez transferidas las técnicas seleccionadas, se monitoreará en forma permanente su aplicación hasta observar que se realizan en la forma adecuada. En una etapa posterior se prevén auditorías técnicas como mecanismo de control.

Cronograma tentativo

En función de la complejidad del tema se estima que la conclusión de la etapa de selección de técnicas demandará unos dieciocho meses.

Grupo 4/ Ensayos de petrofísica y estimulación

Situación previa

Este grupo de ensayos comprende determinaciones experimentales cuya complejidad va desde ensayos sencillos de laboratorio hasta determinaciones complejas que (con excepción del LAE) solo se realizan en el exterior. La situación en este ámbito al comienzo del plan era la siguiente:

Los dos laboratorios zonales realizaban determinaciones sencillas de petrofísica básica para Exploración y Reservorios. Auditorías realizadas por personal del LAE en ambos laboratorios permitieron comprobar que el equipamiento era casi obsoleto; el grado de calibración de equipos, cuestionable y en ninguno de los dos casos se contaba con profesionales especializados en el tema. No se trabaja con material certificado.

En lo que respecta al LAE se disponía de personal con veinte años de experiencia en el tema. En cuanto a la normalización de ensayos, una docena de ellos se encuentra detalladamente descrita en diversas normas del API, mientras que otra media doce-

na se realiza según normas extraídas de publicaciones. En este último caso se comenzó a registrar y documentar por escrito dichos ensayos. Asimismo se inició una campaña de ensayos interlaboratorios con laboratorios privados contratados a fin de determinar posibles errores de calibración.

Acciones a seguir

Las acciones a seguir con los laboratorios zonales comprenden la realización de un programa de ensayos comparativos mediante el ensayo en dichos laboratorios de coronas de propiedades conocidas a fin de comparar resultados, repetibilidad y grado de conocimiento de las técnicas estandarizadas. Del análisis de dichos resultados surgirá la necesidad de capacitar personal en dichos temas y eventualmente de proponer la adquisición de equipamiento más moderno. En el mediano plazo se pretende que los datos provenientes de dichos laboratorios resulten del mismo grado de precisión que los realizados en el LAE.

Cronograma tentativo

Se estima que la conclusión de la etapa de diagnóstico de los laboratorios zonales demandará unos 60 días. El diseño e implementación de acciones correctivas requerirá unos doce meses.

En lo que respecta a las acciones por emprender en el orden interno, se estima que en el término de seis meses el grupo de ensayos que se realizan en el LAE y en laboratorios privados contratados se realizarán de acuerdo a las normas de Aseguramiento de Calidad.

Grupo 5/ Ensayos termodinámicos y de recuperación asistida.

Este grupo de ensayos se caracteriza por su complejidad y sofisticación (solo existe en el país un laboratorio similar aunque con menor equipamiento) y por la escasez de normas y procedimientos normalizados. Dentro de YPF estos ensayos son realizados íntegramente en el LAE, con excepción de las tomas de muestras que en algunos casos se están comenzando a ceder a terceros.

Situación previa

Durante casi treinta años el Laboratorio de Termodinámica de YPF realizó determinaciones experimentales sobre muestras de fluidos de todas las cuencas. Desde 1978 el Laboratorio de Recuperación Asistida realizó determinaciones de alto grado de sofisticación.

Sin embargo, en el caso del Laboratorio de Termodinámica, a pesar del alto grado de conocimientos empíricos del personal operativo, la inexistencia de normas nacionales o internacionales, la falta en la empresa de una cultura del registro documentado de la información y los procedimientos, sumadas a la falta de supervisión de profesionales en el tema, provocaron hacia comienzos de los años 90 la necesidad de revisar y optimizar la totalidad de los procedimientos experimentales. Dicha tarea se continuó al crearse el Laboratorio de Análisis Especiales.

Acciones a seguir

En la actualidad el LAE trabaja en la elaboración de un sistema de Aseguramiento de la Calidad en este tipo de ensayos, cuyos aspectos principales son los siguientes:

- diseño óptimo de muestreos/validación de muestras
- criterios de repetibilidad de resultados
- calibración de equipos
- empleo de técnicas de evaluación de consistencia de resultados por balance de materia
- registro minucioso y detallado de procedimientos y normas de seguridad
- formación de recursos humanos

El primer tema (diseño de muestreos) adquiere suma importancia ya que la empresa ha comenzado a ceder a terceros esta actividad. Sin embargo y a pesar de que estos muestreos están normalizados por el API, habitualmente no se exigen normas de Aseguramiento de Calidad sobre dichos muestreos por lo que a menudo las muestras resultan no representativas. Resulta indispensable colocar dichos requisitos técnicos en los contratos correspondientes.

En los últimos meses se ha modificado sustancialmente el informe de este tipo de estudios para incluir procedimientos de evaluación de consistencia de muestreos y ensayos. Asimismo se informa el grado de precisión típico de cada determinación.

Cronograma tentativo

Se estima que por su complejidad esta etapa llevará como mínimo unos doce a dieciocho meses para su conclusión. Las normas de Aseguramiento de la Calidad de ensayos serán exigidas a terceros que eventualmente trabajen en el tema.

CONCLUSIONES

Se diseñó un Plan de Aseguramiento de

Calidad basado en normas internacionales y propias de YPF, aplicable a laboratorios que realicen cinco grupos de ensayos experimentales solicitados por cualquier dependencia del *Upstream* de YPF SA.

El plan (Tabla 1) deberá lograr, en un plazo máximo de 24 meses desde su comienzo, que el *Upstream* de YPF:

- Disponga de información confiable y precisa proveniente de cada uno de

esos laboratorios de acuerdo con las necesidades operativas de cada Regional.

- Solicite a cada laboratorio la técnica óptima seleccionada para cada ensayo, permitiéndose así realizar estudios comparativos interlaboratorios y garantizar la calidad de los resultados.
- Disponer de una política uniforme de evaluación y control de calidad de productos químicos, rubro en el que se in-

vierten anualmente decenas de millones de dólares.

- Libere al LAE de tareas rutinarias que pueden ser realizadas por terceros bajo una supervisión adecuada y reorientando sus actividades hacia el desarrollo o adaptación de nuevas técnicas y la asignación de sus tecnólogos para el apoyo a de proyectos de impacto económico.

ANEXO Nº 1

La norma IRAM 301/93 establece los parámetros que han de considerarse y tener en cuenta al implementar un Sistema de la Calidad referidos a laboratorios de ensayos.

Entre las normativas más importantes se pueden mencionar :

Organización y Gestión

- 1) El laboratorio debe estar legalmente identificado.
- 2) Debe haber personal de dirección provisto de la autoridad y de los recursos necesarios para desempeñar sus funciones.
- 3) El personal debe estar libre de presiones comerciales, financieras u otras susceptibles de influir en la calidad de sus trabajos.
- 4) Establecer y documentar la responsabilidad, la autoridad y la interrelación de todo personal que dirige, ejecuta o verifica las tareas relacionadas con la calidad de las calibraciones y los ensayos.
- 5) Asegurar supervisión por medio de personas que conozcan perfectamente los métodos y procedimientos de los ensayos.
- 6) Tener un responsable de la función técnica.
- 7) Tener un responsable de la función calidad que tenga la responsabilidad por el Sistema de Calidad y su aplicación. Debe tener acceso directo al nivel más alto de la dirección en donde se tomen decisiones relacionadas con la política o los recursos del laboratorio.
- 8) Participar en ensayos comparativos entre laboratorios o en programas de ensayos de aptitud.

Sistema de la calidad, auditoría y revisión

- 1) El laboratorio debe establecer y mantener actualizado un Sistema de la Calidad.
Los elementos de este sistema deben estar documentados.
La dirección debe asegurar que las políticas y objetivos se consignen en un Manual de Calidad y sean comunicados al personal del laboratorio que corresponda, el que deberá asimilarlos y aplicarlos.
- 2) El laboratorio debe organizarse de modo que sus actividades puedan ser controladas por intermedio de auditorías con el fin de verificar que se siga cumpliendo con las prescripciones del Sistema de Calidad.
- 3) El Sistema de Calidad debe ser periódicamente revisado (al menos una vez al año) para asegurarse de que continúa siendo eficaz. De ser necesario pueden introducirse mejoras que permitan actualizarlo.

Evaluación de métodos analíticos

Para obtener los métodos autorizados primero se debe hacer un proceso de "validación" que consiste en una serie de experimentos para demostrar que dicha técnica es adecuada.

Cuando utilizamos técnicas estandarizadas se necesita un mínimo de ensayos, debido a que este tipo de técnicas han sido desarrolladas por Asociaciones de estandarización como por ejemplo ASTM (American Society for Testing and Materials) o AOAC (Association of Official Analytical Chemist).

Estos métodos han sido desarrollados e investigados minuciosamente por muchos laboratorios antes de que alcancen el status de "standard".

Son periódicamente revisados y actualizados en caso de ser necesario.

En caso de poseerse un método estandarizado para una determinación, no hay que dudar en emplearlo, ya que difícilmente se obtenga

una alternativa mejor.

Los estudios de validación deben ser llevados a cabo por analistas experimentados para evitar cometer cualquier tipo de error.

Si por algún motivo el método que pretendemos autorizar es tomado de algún método estandarizado al que se le realizan algunas modificaciones, éstas deben estar bien explicitadas en el documento que pretendemos autorizar.

Una vez escrito y asegurándonos que no existan ambigüedades en la redacción, se deben efectuar los ensayos siguiendo paso por paso de las indicaciones metodológicas.

Una vez concluida la etapa de experimentación se deben analizar los resultados empleando técnicas estadísticas.

Por último, de acuerdo con los resultados obtenidos, quedará a decisión de la gerencia si esos resultados cubren las expectativas acerca de la determinación involucrada.

Todos los métodos analíticos utilizados deben estar escritos y guardados en el laboratorio.

Los que hayan dejado de usarse y hayan sido reemplazados no deben estar al alcance del personal del laboratorio para prevenir errores por la utilización del método obsoleto. Es conveniente que hayan sido archivados en la oficina de la jefatura y no en el laboratorio.

Existen distintos formatos para escribir métodos analíticos.

Es conveniente que todos sigan el mismo formato para asegurarnos de encontrar siempre toda la información necesaria.

Se deben asignar números a todos los métodos autorizados.

Pueden ser numerados consecutivamente o siguiendo algún orden lógico. Se pueden combinar números y letras.

Es muy importante resaltar que debe haber un solo número por cada método y cada método debe tener sólo un número.

Esto que parece obvio muchas veces no se cumple y nos encontramos con un número general que se refiere a distintos métodos que por algún motivo han sido reunidos.

Por otro lado suele suceder que distintas áreas o gerencias den distintos números al mismo método simplemente por falta de una adecuada coordinación.

Las jefaturas deben prevenir estas situaciones que terminan provocando confusiones y ambigüedades en los trabajos realizados.

Es conveniente que en el formato estén incluidos los siguientes datos:

- a) fecha de autorización
- b) título del método
- c) referencias bibliográficas
- d) alcance y aplicaciones
- e) aparatos y reactivos
- f) precauciones de seguridad
- g) procedimiento
- h) cálculos y estadística
- i) aseguramiento de la calidad
- j) observaciones (en caso de ser necesario)

Al implementar un plan de Aseguramiento de la Calidad para un laboratorio, para los métodos

empleados se deben exigir al menos 3 condiciones:

- 1) Todos los métodos deben estar escritos en "documentos" y éstos deben estar recopilados en un manual que esté al alcance de todo el personal en todo momento.

2) Todos los métodos utilizados deben estar autorizados por la gerencia y es conveniente tener la documentación donde se indique en qué fecha fueron autorizados.

3) Todos los empleados deben saber que no pueden utilizar métodos no autorizados en el laboratorio.

Aseguramiento de la Calidad

Equipos e instrumentos

Incluimos en esta categoría también a aquellos que si bien no nos dan directamente la medida solicitada, en un análisis su uso es auxiliar y necesario para obtener el resultado de la propiedad buscada.

Se pueden mencionar entre otros estufas, muflas, centrifugas, material de vidrio y plástico, etcétera.

Todos los equipos deben ser evaluados y monitoreados regularmente, es decir, deben ser calibrados.

El término calibración es empleado tanto para equipos, ya sea una balanza, un pHmetro o para aquellos más complicados, ya sea un cromatógrafo gaseoso o un espectrofotómetro de Absorción Atómica.

A veces es posible calibrar un instrumento comparándolo contra la respuesta obtenida por otra técnica, que debe ser totalmente diferente.

Obviamente la segunda técnica debe ser reconocida y exacta.

Como ejemplo se puede citar la calibración de equipos que miden oxígeno disuelto comparados contra la titulación iodométrica (Winkler).

La frecuencia con que los equipos e instrumentos deben ser calibrados depende de distintos factores. Entre los más importantes se pueden mencionar

a) Tipo de instrumento y su estabilidad.

b) Frecuencia de uso.

c) Su interacción con el medio ambiente (vibraciones, polvo, humedad, condiciones de presión y temperatura, etcétera).

Los equipos utilizados para detectar trazas de elementos o sustancias como por ejemplo, cromatógrafos gaseosos, espectrofotómetros de Absorción Atómica, entre otros, deben ser calibrados y estandarizados cada vez que se utilizan.

pHmetros deben ser calibrados al menos una vez al día.

Se utilizan soluciones reguladoras (buffer) que usualmente tienen su

pH comprendido entre 4,00 y 7,00. De ser necesario trabajar en soluciones alcalinas, se disponen de soluciones reguladoras de pH 10,00.

Espectrofotómetros de I.R. se pueden controlar mensualmente (siempre y cuando no haya ocurrido algún acontecimiento fuera de lo usual que nos haga dudar del correcto funcionamiento).

Espectrofotómetros U.V.-visible usualmente se calibran contra soluciones *standard* utilizando una curva de calibración. De ser necesario se pueden emplear soluciones de cromato de potasio en hidróxido de potasio para realizar calibraciones absolutas.

Por último debemos mencionar una serie de elementos que son utilizados en los análisis químicos y son los reactivos, solventes, *standars* y material común de laboratorio.

a) Reactivos y solventes

Deberán tener una pureza adecuada a los fines requeridos. Generalmente los envases van acompañados por un análisis de las impurezas más comunes que presentan, así como la pureza mínima que poseen. Como norma general jamás debe ser devuelto al envase original el exceso de reactivo o solvente no utilizado, ya que se podrían producir contaminaciones involuntarias. El laboratorio debe tener documentada la forma de preparar cada reactivo.

Todas las soluciones deben tener la fecha de preparación y de conocerse, la de vencimiento. Bajo ningún concepto puede emplearse alguna vencida.

b) *Standars*

Existen dos tipos: 1) *Standars* primarios son aquellos que son certificados por organizaciones de reconocido prestigio y entregan junto al material un análisis certificado por dicha organización. Debido a su alto costo no son utilizados para realizar determinaciones rutinarias; sino cuando se necesita obtener mayor exactitud. Son utilizados como referencia para realizar ensayos interlaboratorios. 2) *Standars* secundarios: son muy utilizados en las evaluaciones de control de calidad. Deben tener una pureza constante y ser homogéneos. Ambos tipos de patrones deben ser guardados de modo que no sufran modificaciones ni alteraciones con el medio ambiente. Se pueden citar almacenaje en presencia de un gas inerte, baja temperatura y es muy común emplear recipientes color caramelo para minimizar los efectos que produce la luz.

ANEXO Nº 2

Los métodos de ensayo de aptitud y desempeño de laboratorios pueden ser distintos, dependiendo de la naturaleza del material o producto en ensayo, del método de ensayo y del número de laboratorios intervinientes.

Cuando sea necesario el LAE participará y ejercerá la función de Laboratorio de Referencia.

De acuerdo con la norma IRAM Nº 305/90, podemos clasificarlos en tres tipos.

Tipo A

El material es circulado sucesivamente de un laboratorio participante al siguiente.

En este caso es conveniente que una vez que un laboratorio finaliza con sus análisis, el material sea devuelto al Laboratorio de Referencia para verificar que durante los ensayos no sufrió cambios ni modificaciones.

Tipo B

Se utilizan submuestras seleccionadas al azar de una fuente de un grado de homogeneidad adecuada. Se deben distribuir simultáneamente a los laboratorios intervinientes en el ensayo.

Tipo C

Cuando muestras de un artículo o material se dividen en 2 ó más partes y cada laboratorio participante ensaya una parte de cada muestra. Esto suele llamarse ensayo de "muestra dividida" y difiere del tipo B, especialmente cuando no es posible la verificación de la homogeneidad de la muestra que se dividió.

En los ensayos interlaboratorios se utilizarán los tipos B y C para analizar las muestras de aguas siguiendo las técnicas sugeridas por el LAE.

Al realizar los ensayos interlaboratorios deben tenerse en cuenta los siguientes aspectos:

1) Repetibilidad y reproducibilidad inherentes a los ensayos considerados.

2) Las diferencias mínimas por detectar entre los laboratorios participantes a un determinado nivel de confianza.

En los casos en que corresponda, las muestras serán acondicionadas para que no sufran alteraciones durante el tiempo que demande el ensayo interlaboratorio.

Se debe tener especial interés en mantener el anonimato de los laboratorios intervinientes (sólo el LAE conoce los resultados entregados por cada laboratorio).

BIBLIOGRAFIA

-Norma IRAM 300. Evaluación de laboratorios. Vocabulario

-Norma IRAM 301/93. Evaluación de laboratorios. Requisitos generales relativos a la competencia de los laboratorios de calibración y ensayo.

-Norma IRAM 305/89. Evaluación de laboratorios. Desarrollo y puesta en marcha de los ensayos de aptitud de laboratorios.

-Norma IRAM 308/94. Evaluación de laboratorios. Sistemas de acreditación de laboratorios de calibración y ensayos. Requisitos generales para su funcionamiento y reconocimiento.

-Basic Statistics for Laboratories. W. Kelley, T. Ratliff and C. Nenadic. Van Nostrand Reinhold. 1992.

-Handbook of Quality Assurance for the Analytical Chemistry Laboratory. J. P. Dux. Van Nostrand Reinhold. 1990.

-Norma API RP42.

-Norma API RP27.

-Norma API RP 44