

ESTADO LIBRE ASOCIADO DE PUERTO RICO  
AUTORIDAD DE ENERGÍA ELÉCTRICA DE PUERTO RICO

SAN JUAN, PUERTO RICO

www.aeepr.com



APARTADO 364267  
CORREO GENERAL  
SAN JUAN, PR 00936-4267

4 de junio de 2014

Pedro A. Rodríguez Cintrón, Administrador  
Oficina de Auditoría Interna

~~Rafael Marrero Carrasquillo~~, Jefe  
División de Protección Ambiental  
Y Confiabilidad de Calidad

Recibido: Pedro Rodríguez  
6/9/2014  
7:26 PM.

**Evaluación Técnica - Informe Auditoría Técnica del Recibo de la Barcaza Tennessee  
el 19 de mayo de 2010**

El 30 de mayo de 2014, recibimos su solicitud para realizar una evaluación técnica del informe de referencia ("el Informe"), la cual nos concedió hasta el 6 de junio de 2014. A tenor con lo requerido en su comunicado, realizamos la evaluación solicitada, considerando las normas internacionales del *ASTM International*, previamente conocido como la *American Society for Testing and Materials* ("ASTM"). Esta entidad es una organización internacional que desarrolla y publica estándares técnicos, dentro de los cuales existen algunos métodos de prueba que establecen los requisitos de cumplimiento necesarios para realizar las actividades de muestreo y análisis de petróleo y sus derivados. Una vez aprobados y publicados, estos métodos de prueba son adoptados y requeridos por las entidades reguladoras, tanto federales como estatales. Una de estas entidades lo es el *US Customs and Border Protection Agency* ("USCBP"), adscrita al *US Department of Homeland Security*, la cual regula y certifica, entre otros, a los laboratorios que realizan los análisis de combustible en los Estados Unidos continentales y sus territorios, así como a las compañías encargadas de muestrear y medir los tanques de combustible. Según el USCBP, una vez la compañía o laboratorio recibe su acreditación y aprobación, el mismo está autorizado a medir y analizar productos importados a los Estados Unidos continentales y sus territorios. Otras agencias reguladoras de índole ambiental, tales como la Junta de Calidad Ambiental del Estado Libre Asociado de Puerto Rico ("JCA") y la Agencia de Protección Ambiental Federal de los Estados Unidos ("USEPA", por sus siglas en inglés), adoptan dichos métodos de prueba y requieren que las actividades de muestreo y análisis de los combustibles utilizados en las unidades generatrices de electricidad, entre otros, se realicen a tenor con las disposiciones y requisitos de los diferentes métodos de prueba desarrollados y aprobados por ASTM. Por consiguiente, son estos métodos de prueba los

"Somos un patrono con igualdad de oportunidades en el empleo y no discriminamos por razón de raza, color, sexo, edad, origen social o nacional, condición social, afiliación política, ideas políticas o religiosas; por ser víctima o ser percibida(o) como víctima de violencia doméstica, agresión sexual o acecho, sin importar estado civil, orientación sexual, identidad de género o estatus migratorio; por impedimento físico, mental o ambos, por condición de veterano(a) o por información genética."

requisitos aplicables a los laboratorios de muestreo y análisis de calidad de los combustibles que adquiere y utiliza la Autoridad de Energía Eléctrica ("Autoridad"), ya sean éstos privados o su laboratorio interno que administra.

El Informe, según presentado el 28 de octubre de 2010 por el señor Abraham Ortiz Charriez, surge como parte de una auditoría interna que realizó la Autoridad para atender una petición de investigación sobre la aceptación del combustible residual número 6 ("Bunker C") que contenía la barcaza Tennessee el 19 de mayo de 2010 y que estaba destinado para su uso en las unidades termoeléctricas del Complejo Generatriz de Aguirre ("el Complejo"). Previo a transferir el contenido de la barcaza hacia el tanque de reserva de Bunker C núm. 2 del Complejo, surgió una controversia en relación a los resultados de varios análisis realizados para determinar el contenido de azufre en dicho combustible, los cuales fueron realizados por las compañías Inspectorate America Corp. ("Inspectorate"), Alchem Laboratory ("Alchem") y Saybolt, LP ("Saybolt"). La controversia inicia luego de que uno de los laboratorios privados (Alchem) analizó diferentes muestras del combustible que contenía la barcaza e informó resultados distintos a las demás compañías sobre el contenido de azufre en el mismo. Por un lado, Alchem reportó en su Certificado de Análisis un resultado de 0.51% de azufre por peso, lo que resulta mayor al límite máximo de contenido de azufre permitido (0.50% por peso) en el contrato de combustible vigente en ese entonces, mientras que Inspectorate y Saybolt reportaron cada uno resultados de 0.50% de azufre por peso, lo que resulta dentro de dicho límite.

La evaluación técnica que se nos encomendó fue realizada conforme a las disposiciones de los métodos de prueba aplicables del ASTM, siendo el principal el ASTM D 4294 (*Standard Test Method for Sulfur in Petroleum and Petroleum Products by Energy-Dispersive X-ray Fluorescence Spectrometry*), cuya aplicación es requerida por la Autoridad como parte de los contratos de suministro de combustible, el USCBP para la certificación de los laboratorios de análisis de combustible; y las agencias reguladoras locales, estatales y federales de índole ambiental, como la USEPA y la JCA, entre otros, para determinar cumplimiento con las leyes y reglamentos ambientales promulgados y vigentes. Este método de prueba fue creado para determinar la cantidad de azufre presente en los combustibles de interés que son analizados, así como servir de herramienta para determinar el cumplimiento con las especificaciones o límites establecidos en los contratos, leyes y reglamentos relacionados al contenido de azufre en los productos derivados del petróleo. Para el análisis que nos compete se utilizó las versiones de los años 2003 y 2008 del método, toda vez que fueron las utilizadas por los laboratorios involucrados en la controversia. No conforme a estos, evaluamos el Informe al amparo de las disposiciones de la versión del 2010 del método de referencia, la cual fue aprobada el 15 de febrero y publicada en marzo del mismo año en que se realizaron los muestreos en controversia. De acuerdo a los Certificados de Análisis presentados por las diferentes compañías, encontramos que Inspectorate y Alchem utilizaron la versión del método del 2003 para realizar sus análisis, mientras que Saybolt utilizó la versión del 2008. Ver Anejo - A.

De la evaluación realizada a los documentos de referencia, nuestra División presenta los siguientes hallazgos, los cuales representan los de mayor importancia:

1. **Evaluación de los Resultados Presentados:**

De acuerdo a la Sección IV.A (página 8) del Informe, la compañía "Alchem asignó el número P10-04630 a la muestra. Su resultado para contenido de azufre fue 0.51%, el cual excedió el límite de las especificaciones." [Énfasis suplido nuestro]. Se desprende del Informe presentado que Alchem fue contratada por la Autoridad para realizar los servicios de análisis de contenido de azufre, entre otros, del combustible que contenía la barcaza Tennessee (Viaje Núm. 227940) previo a ser transferido hacia el tanque de reserva de Bunker C núm. 2 del Complejo.

 Según los resultados presentados en el Anejo 1.2 del Informe (*Resultados de Análisis de Azufre Barcaza del 19 de mayo de 2010 Realizados por el Laboratorio de Alto, (Yabucoa)*), encontramos que Alchem realizó cuatro (4) análisis con tres lecturas cada una, de la muestra compuesta de todos los compartimientos de la barcaza ("la compuesta") cuando ésta se encontraba en el muelle de la compañía Shell en Yabucoa, e indicó que el resultado del promedio de cada uno fue de 0.5049%, 0.5069%, 0.5046% y 0.5064% de azufre por peso. Sin embargo, Alchem reportó un resultado de 0.51% por peso en el Certificado de Análisis que presentó en su momento a la Autoridad. Ver Anejo - A.

Para el caso presentado en el Informe, el Decreto por Consentimiento ("el Decreto") del 19 de marzo de 1999, acordado entre la USEPA y la Autoridad (Caso Civil Núm. 93-2527 CCC), y sus enmiendas del 8 de septiembre de 2004 establecen los límites máximos de contenido de azufre en el combustible que son permitidos a utilizarse en las calderas de las unidades termoeléctricas de la Autoridad y que ubican en las centrales generatrices de Palo Seco, Aguirre, Costa Sur y San Juan. En específico, la sección IV.10 (*Fuel Oil Sulfur Content*) de la Modificación al Decreto del 2004 establece el valor de 0.50% por peso como el nuevo límite máximo de contenido de azufre en el Bunker C, así como los requisitos de cumplimiento del combustible que se autoriza a utilizar o quemar en las unidades correspondientes, según aplique. Ver Anejo - B. Este límite fue incluido por la Autoridad como parte de los requisitos del contrato para el suministro de combustible Bunker C (Exhibit-A del contrato núm. 902-09-09), el cual entró en vigencia el 5 de marzo de 2010, dentro de las especificaciones del combustible a ser adquirido. Ver Anejo - C. Este límite también fue incorporado por la JCA como uno de los requisitos de cumplimiento dentro del permiso de operación (PFE-TV-4911-63-0796-005), el cual fue emitido el 24 de febrero de 2008 bajo las consideraciones del Título V de la Ley de Aire Limpio Federal, y cuya vigencia fue hasta el 24 de febrero de 2013. Ver Anejo - D. Claramente, estos documentos establecen un límite máximo de contenido de azufre en el combustible a utilizarse en las unidades termoeléctricas del Complejo de 0.50% de azufre por peso, así como definir la determinación de cumplimiento con lo anterior a base de dos (2) lugares decimales. Por consiguiente, los resultados de los análisis que se

realizan para determinar el contenido de azufre en el combustible Bunker C tienen que ser reportados y considerados únicamente a base de dos (2) lugares decimales.

De esta forma, los resultados de análisis que realizó Alchem y que fueron incluidos en el Anejo 1.2 del Informe requerían ser reducidos a dos (2) lugares decimales, siguiendo las disposiciones del método internacional ASTM E 29 (*Standard Practice for Using Significant Digits in Test Data to Determine Conformance with Specifications*), versión del 2008. Este método establece, entre otros, las consideraciones a seguir para reportar resultados de análisis a ciertas cifras significativas cuando es requerido aplicar el método de redondeo, según sea requerido por las leyes, reglamentos, métodos, estándares, contratos, etc., aplicables. Cabe destacar que éste es el método requerido por el método de prueba ASTM D 4294 para estos fines, y así poder reportar oficialmente el mismo en el Certificado de Análisis, según las disposiciones del contrato de suministro de combustible vigente, el Decreto y los permisos de operación, entre otros.

El artículo 13.1 del ASTM D 4294-03 establece que los resultados de análisis del contenido de azufre en el combustible deben informarse de acuerdo a lo siguiente:

*"Round results to three significant figures using Practice E 29,..."* [Énfasis suplido nuestro]

En el caso del ASTM D 4294-08 y D 4294-10, el artículo 14.1 establece lo siguiente:

*"... Use Practice E 29 as a guide for rounding purposes."* [Énfasis suplido nuestro]

Entonces, para el caso de interés, los artículos 6.4.1 al 6.4.3 del ASTM E 29-08 establecen lo siguiente:

*6.4.1 When the digit next beyond the last place to be retained is less than 5, retain unchanged the digit in the last place retained.*

*6.4.2 When the digit next beyond the last place to be retained is greater than 5, increase by one the digit in the last place retained.*

*6.4.3 When the digit next beyond the last place to be retained is 5, and there are no digits beyond this 5, or only zeros, increase by 1 the digit in the last place retained if it is odd, leave the digit unchanged if it is even. Increase by 1 the digit in the last place retained, if there are non-zero digits beyond this 5."* [Énfasis suplido nuestro]

Considerando lo anterior, los resultados presentados en los anejos del Informe requieren ser redondeados a dos (2) lugares decimales y considerando estos artículos del ASTM. Los resultados presentados consistieron de cuatro (4) lugares decimales, por lo que para poder redondear el mismo a dos (2) lugares decimales, según requerido por los contratos y reglamentaciones ambientales, se considera y utiliza el tercer lugar decimal para determinar dicho redondeo.

En el caso de los resultados presentados en el Anejo 1.2 del Informe, encontramos que los resultados de los análisis realizados a la compuesta de la barcaza por Alchem promediaron valores de 0.5049%, 0.5046%, 0.5069% y 0.5064%. Según lo dispuesto en el artículo 6.4.1 del ASTM E 29-08, los resultados de 0.5049%, 0.5046% debieron ser reportados como 0.50% cada uno, ya que el tercer lugar decimal corresponde a un valor menor de cinco (5), por lo que el segundo lugar decimal permanece inalterado. Por otro lado, según lo dispuesto en el artículo 6.4.2 del ASTM E-29-08, los valores de 0.5069% y 0.5064% debieron ser reportados como 0.51% cada uno, ya que el tercer lugar decimal corresponde a un valor mayor de cinco (5), por lo que el segundo lugar decimal se incrementa por una unidad. De esta forma, el Informe debió indicar que Alchem analizó la compuesta en cuatro (4) ocasiones y que obtuvo resultados diferentes y divididos, donde dos de ellas estaban en 0.50% por peso y las otras en 0.51% por peso luego de redondear los mismos a dos (2) lugares decimales, según requerido para determinar cumplimiento con las disposiciones del contrato, el Decreto y los permisos de operación de las unidades generatrices correspondientes. Debido a que el método de prueba utilizado no requiere ningún tipo de manejo adicional de los datos, entendemos que de requerir tomar una acción adicional con los mismos, debería ser conforme a los criterios establecidos bajo la metodología estadística de la rama de la química analítica. Dicha metodología establece que para manejar varios resultados de análisis se deben utilizar los métodos correspondientes para reportar el mejor valor estimado. Esto se hace en referencia a los métodos de manejo de datos a base de la media y la mediana, siendo la mediana el que provee un estimado más robusto del valor por ser menos sensible a valores extremos.<sup>1</sup> En el caso de interés, los resultados obtenidos y una vez redondeados, fueron entonces 0.50%, 0.50%, 0.51% y 0.51%. Al calcular la mediana y la media para este conjunto de valores coinciden los resultados, ya que en ambos casos el mismo es de 0.505%. Una vez más, al redondear este resultado de acuerdo a los requisitos del contrato, el Decreto y los permisos de operación se obtiene un valor de 0.50%, lo que está en cumplimiento con el límite establecido para el parámetro analizado.

Del Apéndice 1.1 (Nota #3) del Informe se desprende que "Inspectorate analizó la muestra de la compuesta de todos los compartimientos de la barcaza en tres (3) ocasiones", e indicó que el resultado del promedio de cada uno fue de 0.4986%, 0.4998% y 0.4990% de azufre por peso, reportando un resultado de 0.499% por peso en el Certificado de Análisis que presentó en su momento a la Autoridad. Aplicando lo anterior, cada uno de los tres (3) resultados debió ser reportado en el Certificado de Análisis como 0.50% por peso, según lo dispuesto en el artículo 6.4.2 del ASTM E 29-08. Al igual que la muestra de Alchem, este muestreo se realizó cuando la barcaza se encontraba en el muelle de la compañía Shell en Yabucoa.

En el caso de las muestras de Saybolt, el Anejo 1.9 (Nota #4) del Informe indica que "Saybolt analizó la muestra de la barcaza dos veces. En ambas ocasiones, informó 0.50% de azufre" e indicó que el resultado de cada uno fue de 0.4980% y 0.4972% de

<sup>1</sup> Harvey, D. (2000) *Modern Analytical Chemistry*, Boston, MA, McGraw Hill Companies

azufre por peso, reportando un resultado de 0.50% por peso en el Certificado de Análisis que presentó en su momento a la Autoridad. Este muestreo se realizó cuando la barcaza se encontraba en el muelle del Complejo Generatriz de Aguirre.

Por otro lado, Alchem realizó un muestreo adicional a los compartimientos de la barcaza cuando ésta se encontraba en el muelle del Complejo Generatriz de Aguirre, según la información provista en el Apéndice 1.4 del Informe. Para el mismo, realizó cuatro (4) análisis de la compuesta de todos los compartimientos de la barcaza e indicó que el resultado del promedio de cada análisis fue de 0.5058%, 0.5048%, 0.5060% y 0.5058% de azufre por peso. Sin embargo, Alchem reportó un resultado de 0.51% por peso en el Certificado de Análisis que presentó en su momento a la Autoridad. Aplicando el método de redondeo anterior, los resultados de 0.5058%, 0.5060% y 0.5058% debieron ser reportados como 0.51%, y el de 0.5048% como 0.50%. De la evaluación realizada al documento, encontramos que para estos análisis Alchem realizó cuatro (4) pruebas de control de calidad al instrumento utilizado para verificar su calibración contra un estándar de muestra conocido de 0.50000% de azufre por peso. Los resultados de dichas pruebas reflejaron que el instrumento no estaba dentro de los límites de aceptabilidad de calibración durante cada una de las pruebas realizadas con este estándar, por lo que debió ser calibrado antes de comenzar con los análisis, acción que al parecer no se realizó. Esto resulta contrario a lo dispuesto por el método requerido.

En relación a esto, el artículo 14.1.1 del D 4294-03 establece que:

*"For the purpose of establishing the statistical control status of the testing process since the last valid calibration, quality control samples prepared from material(s) selected and stored according to 9.3 and 9.4 are to be regularly tested as if they were unknown production samples. Results are recorded and immediately analyzed by control charts<sup>5</sup> or other statistically equivalent techniques to ascertain the statistical control status of the total testing process. Any out of control data shall trigger investigation for root cause(s). The outcome of the investigation may result in instrument recalibration. ..." [Énfasis suplido nuestro]*

Además, el artículo 12.3 del ASTM D 4294-08 y el ASTM D 4294-10 establece lo siguiente:

*"Measure a quality control sample at the end of each batch, but no less than every ten unknown samples, to verify that the method is in control. In all situations where the quality control samples vary by more than the repeatability expected for that concentration (Table 6), the analysis must be discontinued and corrective action taken to find the source of error. Use a quality control sample close to the unknown samples' sulfur concentration. Refer to Section 15." [Énfasis suplido nuestro]*

Resulta de la información provista en el Anejo 1.4, que para estas pruebas se procedió a utilizar además un estándar de mayor concentración (0.70000% por peso), algo que no se hizo con el análisis del muestreo original (mientras la barcaza se encontraba en el

muelle de Shell en Yabucoa), además de reportar los resultados de estas pruebas a dos (2) lugares decimales y no a tres (3) como se hizo con el estándar de 0.50000% por peso durante las mismas. El haber reportado los resultados a tres (3) lugares decimales hubiera permitido determinar de forma más precisa si los mismos cumplían con el valor mínimo permitido, como se pudo realizar para la evaluación realizada a los resultados obtenidos con la muestra de 0.50000% de azufre por peso. Cabe destacar que fue precisamente el tercer lugar decimal de los resultados lo que permitió determinar en el Informe que las pruebas realizadas con el estándar de 0.50000% de azufre por peso no estaban dentro de los rangos de aceptabilidad calculados.

Luego de evaluar los datos provistos en los Anejos 1.1, 1.2 y 1.9, encontramos que de un total de nueve (9) análisis realizados a las muestras compuestas de los compartimientos de la barcaza que fueron preparadas y analizadas por los diferentes laboratorios, siete (7) de éstas se encontraban en el límite máximo de contenido de azufre permitido, mientras que dos (2) de ellas reflejaron estar en 0.51% por peso. Los resultados obtenidos de la segunda muestra, presentada en el Anejo 1.4, que fuera tomada mientras la barcaza se encontraba en el muelle del Complejo Generatriz de Aguirre y analizada por Alchem no fueron considerados para esta evaluación por lo descrito anteriormente.

Otro elemento que debió considerarse en el Informe para la determinación de cumplimiento de los resultados presentados con el límite establecido es el "grado de incertidumbre" del equipo de análisis utilizado por cada uno de los laboratorios. Esto de acuerdo a la desviación que surge del estándar de la muestra utilizada para verificar su calibración previo a realizar el análisis de cada muestra. El método ASTM E 456 (*Terminology for Relating to Quality and Statistics*) define el término de incertidumbre de la siguiente manera:

"uncertainty,  $n$  - an indication of the variability associated with a measured value that takes into account two major components of error: (1) bias, and (2) the random error attributed to the imprecision of the measurement process."

[Énfasis suplido nuestro]

El Informe, según presentado, refleja que no se consideró dicho elemento al determinar el cumplimiento de los resultados con el límite establecido. De haberse considerado, los lugares decimales que crean la incertidumbre no debieron ser utilizados para determinar dicho cumplimiento. De acuerdo al Anejo 1.2 del Informe, la desviación permitida que surge como resultado de las pruebas de control de calidad realizadas por Alchem fue de 0.008% por peso (1.5% de incertidumbre para el estándar de muestra utilizado), por lo que la primera cifra incierta afecta el tercer lugar decimal de los resultados. De esta forma, los resultados de Alchem debieron considerar únicamente los primeros dos (2) lugares decimales, toda vez que la incertidumbre que establece el estándar de muestra utilizado afecta el tercer lugar decimal. Además, la aplicación de dicha incertidumbre al límite máximo permitido (0.50% por peso) permite la aceptación de los resultados de análisis de las pruebas realizadas con el equipo de Alchem hasta 0.508% por peso. Considerando la incertidumbre del estándar utilizado por Alchem

para la verificación de calibración del instrumento utilizado, los resultados reportados por la compañía se encuentran dentro del rango aceptabilidad de la muestra y en cumplimiento con el límite establecido.

A base de la información presentada en los Anejos 1.1, 1.2 y 1.9 del Informe y lo anterior, encontramos que los resultados de análisis realizados sugieren que el contenido de azufre del combustible Bunker C que contenía la barcaza Tennessee estaba dentro de los límites establecidos en el contrato para el suministro de combustible vigente y los límites requeridos por las agencias reguladoras para poder utilizarlo o quemarlo en las unidades termoeléctricas del Complejo Generatriz de Aguirre.

## 2. Evaluación de las Conclusiones del Informe Sobre los Análisis Realizados por la Compañías:

### a. Análisis de azufre realizado por el laboratorio de Inspectorate:

- i. El Informe (página 11) concluye que *"La curva de calibración utilizada fue generada 1,367 días antes del análisis"*. Luego de evaluar el método de prueba aplicable (ASTM D 4294-03, D 4294-08 y D 4294-10), encontramos que el mismo no establece límite específico alguno sobre la vigencia de la curva de calibración utilizada para fines de ajustar el mismo, de ser necesario. Lo único que establece el método al respecto está relacionado a la frecuencia en que se requiere realizar el cotejo de la calibración del equipo, según lo siguiente:

El artículo 14.1.1 del D 4294-03 establece que:

*"... Depending on the criticality of the quality being measured and the demonstrated stability of the testing process, the frequency of quality control sample testing can range from once each day the test apparatus is in use to twice per week. It is recommended that at least one type of quality control sample be analyzed that is representative of samples routinely analyzed (as in 9.4)." [Énfasis suplido nuestro]*

El artículo 12.1 del D 4294-08 establece que:

*"A quality control sample is measured prior to analyzing unknowns verify that the test method is in control. If the chosen quality control sample's repeatability varies by more than the repeatability value expected for that concentration (acceptance value obtained from Table 6) then the procedure is deemed to be out of control and the instrument should be recalibrated before running any further analysis. ..." [Énfasis suplido nuestro]*

El artículo 12.1 del D 4294-10 establece que:

*"A quality control sample is measured prior to analyzing unknowns to verify that the test method is in control. It is run identically to any*

*unknown sample. If the chosen quality control sample's repeatability varies by more than the repeatability value of this test method expected for that concentration (acceptance value obtained from Table 6) then the procedure is deemed to be out of control and the instrument should be recalibrated before running any further analysis. ...* [Énfasis suplido nuestro]

En relación a los requisitos de calibración, el método solo requiere que el equipo sea calibrado en el caso de que las pruebas de control de calidad reflejen que la desviación de la muestra de control de calidad exceda del criterio requerido. En el caso particular de la información provista en el Informe para Inspectorate, los resultados de dicha prueba reflejaron que el equipo estaba dentro de los límites de calibración permitidos bajo el estándar de referencia, no así para el caso de Alchem cuando analizó la muestra adicional que tomó a la barcaza mientras se encontraba en el muelle del Complejo de Aguirre, según descrito anteriormente.

- ii. El Informe (página 11) concluye que *"Las muestras de la barcaza Tennessee fueron analizadas aproximadamente 5½ horas después de haber verificado la calibración del analizador de azufre con un estándar."* Luego de evaluar el método de prueba aplicable (artículo 14.1.1 del ASTM D 4294-03, artículo 12.1 del ASTM D 4294-08 y artículo 12.1 del ASTM D 4294-10, anterior), encontramos que el mismo no establece un límite específico de tiempo o término definido para la realización de pruebas de verificación de la calibración del equipo previo al comienzo del análisis de las muestras. El artículo 14.1.1 del D 4294-03, método utilizado por Inspectorate para analizar la muestra, establece como requisito que las pruebas de control de calidad o verificación de calibración se deben realizar a una frecuencia diaria o dos veces por semana. De otra parte, el artículo 12.1 del ASTM D 4294-08 y del ASTM D 4294-10 establece como requisito que las pruebas de control de calidad se deben realizar previo al comienzo del análisis del grupo de muestras.
- b. Análisis de azufre realizado por el laboratorio de Alchem:
- i. El Informe (páginas 12 y 14) concluye que *"Las muestras de la barcaza Tennessee fueron analizadas conjuntamente con muestras de estándares (muestras de valor conocido), a razón de un estándar por cada dos muestras."* De la evaluación realizada se desprende que dicha frecuencia no forma parte de los requisitos del método aplicable (artículo 14.1.1 del ASTM D 4294-03, artículo 12.3 del ASTM D 4294-08 y artículo 12.3 del ASTM D 4294-10).

El artículo 14.1.1 del ASTM D 4294-03 establece lo siguiente:

*“Depending on the criticality of the quality being measured and the demonstrated stability of the testing process, the frequency of quality control sample testing can range from once each day the test apparatus is in use to twice per week. It is recommended that at least one type of quality control sample be analyzed that is representative of samples routinely analyzed.”* [Énfasis suplido nuestro]

El artículo 12.3 del ASTM D 4294-08 establece lo siguiente:

*“Measure a quality control sample at the end of each batch, but no less than every ten unknown samples, to verify that the method is in control. In all situations where the quality control samples vary by more than the repeatability expected for that concentration (Table 6), the analysis must be discontinued and corrective action taken to find the source of error. Use a quality control sample close to the unknown samples’ sulfur concentration. Refer to Section 15.”* [Énfasis suplido nuestro]

El artículo 12.3 del ASTM D 4294-10 establece lo siguiente:

*“When analyzing more than a single unknown sample, measure a quality control sample at the end of each batch of unknown samples, but no less than every ten unknown samples, to verify that the method is in control. In all situations where the quality control samples vary by more than the repeatability expected for that concentration (Table 6), the analysis must be discontinued and corrective action taken to find the source of error. Use a quality control sample close to the unknown samples’ sulfur concentration. Refer to Section 15.”* [Énfasis suplido nuestro]

El artículo 14.1.1 del D 4294-03, método utilizado por Alchem para la muestra solo establece como requisito que las pruebas de control de calidad se realicen a una frecuencia diaria o dos veces por semana. De otra parte, el artículo 12.3 del ASTM D 4294-08 y del ASTM D 4294-10 establece como requisito que se analice una muestra de control al finalizar el grupo de las muestras, pero no menos frecuente que de cada diez (10) muestras desconocidas.

- ii. El Informe (páginas 12 y 14) concluye que *“Los estándares utilizados son de una concentración de 0.50%, el límite máximo de azufre que aplicaba para este cargamento.”* De la evaluación realizada se desprende que esta conclusión es conforme a las disposiciones del artículo 14.1.1 del ASTM D 4294-03 y el artículo 12.3 del ASTM D 4294-08 y del ASTM D 4294-10. No obstante, según lo anterior, los análisis realizados por Alchem a la muestra adicional que fue tomada mientras la barcaza se encontraba en el muelle del Complejo de Aguirre resultaron estar fuera de los rangos de aceptabilidad permitidos con este estándar.

- iii. El Informe (páginas 12 y 14) concluye que *“Tener un estándar de una concentración cercana al valor de la muestra es ventajoso porque permite determinar si el analizador de azufre registra lecturas correctas en el rango de concentraciones de interés.”* Según discutido en lo anterior, esta conclusión es conforme a las disposiciones del artículo 14.1.1 del ASTM D 4294-03 y el artículo 12.3 del ASTM D 4294-08 y del ASTM D 4294-10.
- c. Análisis de azufre realizado por el laboratorio de Saybolt:
- i. El informe (página 15) concluye que *“Informaron los resultados de la muestra 35 minutos antes de analizarla.”* Sobre lo concluido, responsablemente no podemos emitir comentarios debido a que de la información provista para nuestra evaluación no surge información que nos permita evaluar los elementos utilizados para llegar a dicha conclusión.
  - ii.  El informe (página 15) concluye que *“Analizaron una muestra de Round Robin 26 minutos después de la muestra de la barcaza.”* Sobre lo concluido, responsablemente no podemos emitir comentarios debido a que de la información provista para nuestra evaluación no surge información que nos permita evaluar los elementos utilizados para llegar a dicha conclusión.
  - iii. El informe (página 16) concluye que *“La muestra de Round Robin utilizada por Saybolt, no es cercana al valor de interés, pues tiene un valor de 0.809% y el valor de la muestra en controversia es cercano a 0.50%. Tener un estándar de una concentración cercana al valor de la muestra es ventajoso porque permite determinar si el analizador de azufre registra lecturas correctas en el rango de concentraciones de interés.”* De la evaluación realizada se desprende que esta conclusión es conforme a las disposiciones del artículo 14.1.1 del ASTM D 4294-03 y el artículo 12.3 del ASTM D 4294-08 y del ASTM D 4294-10. Por otro lado, no encontramos en los métodos evaluados un límite o valor cuantitativo sobre los criterios de aceptación de lo que se debe considerar como *“concentración cercana al valor de la muestra”*.
  - iv. El informe (página 16) concluye que *“No verificaron la calibración del equipo con una muestra estándar (muestra de valor conocido).”* Luego de evaluar el método de prueba aplicable (ASTM D 4294-03, ASTM D 4294-08 y ASTM D 4294-10), encontramos que el mismo permite la utilización de muestras con concentraciones de azufre que sean conocidas, tales como las utilizadas en un proceso de *Round Robin*, como muestras de control de calidad para verificar la condición de la calibración del equipo, lo que contrasta con la conclusión expresada en el Informe.

Los artículos 9.4 y 14.1.1 del ASTM D 4294-03 establecen lo siguiente:

*“9.4 Quality Control Samples—Stable petroleum or product samples (that is quality control samples) representative of the samples of interest may*

*be run on a regular basis to verify that the system is in statistical control (see Section 14).” y,*

*“14.1.1 For the purpose of establishing the statistical control status of the testing process since the last valid calibration, quality control samples prepared from material(s) selected and stored according to 9.3 and 9.4 are to be regularly tested as if they were unknown production samples.” [Énfasis suplido nuestro]*

El artículo 9.4 del ASTM D 4294-08 y ASTM D 4294-10 establece lo siguiente:

*“9.4 Quality Control Samples - Several additional standards (quality control standards) may prove useful. Quality control standards, independently prepared as per 9.1, may be used as well as any appropriate certified standards as per 9.2. The concentration of the QC standards should be near the expected concentration of the samples being analyzed.” [Énfasis suplido nuestro]*

v. El informe (página 16) concluye que *“Durante el análisis de los compartimientos de la barcaza, uno de ellos, el 4P, resultó fuera de especificaciones con 0.51% de azufre. Este resultado no fue informado a la Autoridad.”* Luego de la evaluación realizada, concurrimos con la conclusión en que todos los resultados de los análisis realizados por los laboratorios que participaron debieron ser reportados e informados a la Autoridad. Por otro lado, para efectos del análisis y determinación de cumplimiento con los límites de contenido de azufre de combustible permitidos se considera los resultados de la muestra compuesta de los compartimientos de la barcaza, y no individualmente.

### 3. Evaluación de las Conclusiones del Informe Relacionadas a la Repetición de Análisis de las Muestras:

Según indica el Informe, los laboratorios de Alchem y Saybolt realizaron pruebas de análisis adicionales a las muestras tomadas el 19 de mayo de 2010, más no así de las muestras tomadas por Inspectorate, ya que los representantes de la Autoridad así lo determinaron. Entendemos que para esta evaluación del Informe se debió solicitar a Inspectorate la realización de los análisis adicionales requeridos para las pruebas e incluir estos resultados y de esta forma poder corroborar la repetibilidad y confiabilidad de los resultados que estos presentaron inicialmente. Las pruebas fueron solicitadas por los representantes de la Autoridad con el propósito de *“...aclarar la controversia por la discrepancia en resultados”*. El 8 de junio de 2010, Alchem realizó las pruebas solicitadas a las muestras compuestas que fueron obtenidas el día de la controversia (20 días luego de tomada y analizada la muestra original), mientras que Saybolt hizo lo propio a las muestras individuales tomadas a cada uno de los compartimientos de la barcaza el 16 de junio de 2010 (28 días luego de tomada y analizada la muestra original). De acuerdo al ASTM E 177 (*Practice for Use of the Terms Precision and Bias in ASTM Test*

*Methods*) y el ASTM E 456 (*Terminology Relating to Quality and Statistics*), las pruebas de análisis para determinar la repetibilidad de las muestras deben realizarse en un término corto luego de haber tomado la muestra y haber realizado el análisis inicial de la muestra. El ASTM establece este término que típicamente no excede de un (1) día entre las pruebas para que los resultados sean confiables. En el caso de interés, las pruebas de repetibilidad de ambos laboratorios fueron realizadas en términos mucho mayores al indicado por el ASTM. Por lo anterior, entendemos que las pruebas de repetibilidad solicitadas por la Autoridad que fueron realizadas por ambos laboratorios no cumplieron con el criterio de tiempo establecidos por el ASTM para la realización efectiva de las mismas, y que, para cumplir con lo dispuesto por el ASTM, las mismas se debieron comenzar próximo a realizar el análisis inicial de las muestras.

En relación a los cálculos de la prueba de repetibilidad, encontramos que la fórmula utilizada en el Informe contrasta con las disposiciones del método de prueba ASTM D 4294. De acuerdo a los Anejos 1.6 y 1.11 del Informe, se utilizó la siguiente fórmula para los mismos: “

“*La fórmula de Repeatability:  $r = (0.4347) (X^{0.6446})$  donde  $X =$  concentración de azufre en mg/kg.*” [Énfasis suplido nuestro]

De acuerdo al método de prueba utilizado por Alchem (ASTM D 4294-03), la fórmula que se debió utilizar es la siguiente:

“*0.02894(X + 0.1691) where X is the sulfur concentration in mass %*” [Énfasis suplido nuestro] (1)

Para el caso de Saybolt, el método de prueba utilizado (ASTM D 4294-08) indica lo siguiente:

“*Repeatability (r) = 0.5409 \* X<sup>0.6154</sup> mg/kg*” (2)

where:

*X = sulfur concentration in mg/kg total sulfur.*” [Énfasis suplido nuestro]

En relación al Informe, se consideró entonces el artículo 16.1.1 del método de prueba ASTM D 4294-10, el cual establece las fórmulas a utilizar para calcular la repetibilidad de la siguiente manera:

“*Repeatability (r) = 0.4347 \* X<sup>0.6446</sup> mg/kg*” (3)

*Repeatability (r) = (0.4347 \* ((Y \* 10,000)<sup>0.6446</sup>))/10,000 mass %* (4)

where:

*X = sulfur concentration in mg/kg total sulfur, and*

*Y = sulfur concentration in mass % total sulfur.*” [Énfasis suplido nuestro]

De acuerdo a lo anterior, el Informe consideró la ecuación núm. 3 del ASTM D 4294-10 y no consideró la fórmula correspondiente a los métodos de prueba utilizados por cada laboratorio.

En el caso de Alchem, los resultados del cálculo hecho utilizando la ecuación correspondiente al ASTM D 4294-03 resulta en un rango de 0.4806 - 0.5194 % por peso para los resultados de 0.50% por peso de la repetición del análisis de la muestra compuesta, y un rango de 0.4903 - 0.5297 % por peso para los resultados de 0.51% por peso. En el caso de Saybolt, encontramos que las pruebas de repetibilidad son inconclusas, toda vez que sólo se realizó la repetición de los análisis de los compartimientos de la barcaza de forma individual y no de la muestra compuesta, según se realizó originalmente.

#### 4. Evaluación de las Conclusiones del Análisis al Informe de Investigación de la Oficina de Combustibles

El Informe (página 24) concluye que *“Un análisis técnico de los datos de los laboratorios Inspectorate y Alchem, hubiese concluido que los resultados del laboratorio Inspectorate eran inválidos y corroborado la validez de los resultados de Alchem.”* Esta conclusión contrasta con los hallazgos de la evaluación que presentamos, toda vez que las conclusiones que presenta el Informe para sustentar o concluir la invalidez de los resultados de Inspectorate no son conforme a los requisitos establecidos en los métodos del ASTM aplicables, según descrito en nuestro análisis. Además, se desprende de los datos provistos en el Informe que el instrumento que utilizó Inspectorate durante la prueba arrojó 0.14% de desviación de su calibración (calibration drift) cuando se comparó con la muestra de control de calidad, así como 0.43% de desviación cuando fue comparado contra el estándar utilizado. En el caso de Alchem, los resultados fueron de 1.2% de desviación de calibración cuando se analizó la primera muestra en comparación con el estándar correspondiente.

El Informe (página 24) también concluye que *“Los resultados de Alchem, tanto en el muestreo original en Yabucoa como en el re-muestreo de la Central Aguirre, advirtieron que el cargamento estaba fuera de especificaciones para el parámetro crítico de azufre. Esta situación representa una violación contractual y ambiental que podría conllevar multas y afectaría adversamente la imagen de la Autoridad.”* En primera instancia, el resultado de la primera muestra tomada por Alchem a la barcaza Tennessee (cuando estaba en el muelle de Shell en Yabucoa) se encontraba dentro de los límites establecidos en el contrato correspondiente, según discutido en este informe. Por lo que la conclusión de que existió una violación contractual contrasta con los hallazgos descritos en esta evaluación. De Alchem haber aplicado las disposiciones y requisitos anteriormente discutidos, la controversia creada y sus consecuencias no hubieran surgido. Por otro lado, el Informe no consideró las disposiciones de las agencias reguladoras de índole ambiental, tanto estatales como federales, cuando concluye que se incurrió en una violación ambiental. Los requisitos de cumplimiento con todo lo relacionado a la calidad del combustible permitido por la EPA y la JCA para utilizarse o quemarse en las calderas de la Autoridad están contenidos y son regulados bajo el Decreto y los permisos de operación de fuente de emisión de las unidades generatrices, respectivamente. Estos documentos establecen claramente que los límites establecidos para los parámetros de calidad del combustible de interés son de

aplicabilidad al combustible previo a quemarse en las calderas y no previo a recibirse en los tanques de reserva de la instalación correspondiente. Aclaremos que en el caso de que la Autoridad hubiera recibido un combustible fuera de los parámetros críticos de cumplimiento ambiental, esto no representa una violación al Decreto o los permisos de operación antes mencionados. Dicho incumplimiento se daría solo en el caso de que el tanque de reserva estuviera fuera de los parámetros críticos ambientales y hubiera sido puesto en servicio para transferir dicho combustible hacia los tanques de servicio y se hubiera quemado en las calderas de las unidades generatrices.

Sustenta nuestra posición la Sección B.7 del *Air Compliance Attachment* del Decreto, el cual establece los requisitos de cumplimiento con lo dispuesto en el Programa de Calidad de Combustible. Esta Sección dispone lo siguiente:

*"c. Prior to receipt of any shipment of fuel, PREPA shall receive from the fuel supplier a certified laboratory analysis of the fuel to be delivered for the following parameters: ...*

*d. If analytical data received pursuant to paragraph B.7.c. above indicates any deviation from the fuel specifications required for asphaltenes, sulfur, vanadium, and viscosity parameters in paragraph B.7.a above, PREPA shall accept shipment of the fuel only if such deviation can be corrected prior to combustion.*

*e. Prior to combustion, PREPA shall sample and analyze the composition of any fuel blended after receipt of shipment (including, but not limited to blending due to additions to reserve tanks or mixing of fuel from various Power Plant locations) for asphaltenes, sulfur, vanadium, and viscosity, in accordance with paragraph 7.b above, to ensure that such fuel meets the specifications for those parameters set forth above in paragraph 7.a.*

*f. ...*

*g. If analytical data generated pursuant to paragraph B.7.e. above indicates any deviation from the fuel specifications required in paragraph B.7.a above, PREPA shall combust such fuel only after such deviation has been corrected. [Énfasis suplido nuestro]"*

Luego de transferir el combustible que contenía la barcaza Tennessee el 19 de mayo de 2010, el tanque de reserva de Bunker C núm. 2 recibió posteriormente otros dos (2) cargamentos de combustible, los cuales también estaban dentro de los límites y especificaciones de contenido de azufre del contrato. El resultado del análisis de dicho tanque, una vez completadas las tres (3) transferencias, y previo a ser puesto en servicio el 27 de mayo de 2010, reflejó un contenido de azufre de 0.48% por peso, según analizado y certificado el 27 de mayo de 2010 por el Laboratorio de Calidad de Combustible de la Autoridad. Ver Anejo - E. Este hecho aparenta haber sido omitido o ignorado del análisis hecho y las conclusiones presentadas en el Informe.

Basado en la evaluación realizada al Informe presentado, encontramos que el mismo recogió información muy importante y valiosa. No obstante, algunos hallazgos y conclusiones del mismo no están conformes o se fundamentan en los requisitos establecidos en los estándares del ASTM aplicables, el Decreto y el permiso de operación vigente de las unidades generatrices correspondientes. En adición, no encontramos en el Informe referencia alguna sobre los métodos, leyes, reglamentos, etc. utilizados para fundamentar los hallazgos y conclusiones del mismo.

De requerir información adicional, favor de comunicarse por el 4960.

Anejos