

Universidad Nacional de Ingeniería

Facultad de Ingeniería de Petróleo, Gas Natural y Petroquímica



TESIS

Elaboración de un material de referencia *in house* para el control de calidad del ensayo de gas disuelto en aceite en un laboratorio de Lima - Perú

Para obtener el título profesional de

Ingeniero Petroquímico

Elaborado por

Kevin Cristian Rodriguez Ames

 [0009-0003-0377-4669](https://orcid.org/0009-0003-0377-4669)

Asesor

M.Sc. Williams Javier Ramos Vasquez

 [0000-0003-4895-6039](https://orcid.org/0000-0003-4895-6039)

LIMA - PERÚ

2024

Citar/How to cite	(Rodriguez, 2023)
Referencia/Reference	Rodriguez, K. (2023). <i>Elaboración de un material de referencia in house para el control de calidad del ensayo de gas disuelto en aceite en un laboratorio de lima Perú</i> . [Tesis de pregrado, Universidad Nacional de Ingeniería]. Repositorio Institucional Cybertesis UNI.
Estilo/Style:	
APA (7ma ed.)	

Citar/How to cite	Rodriguez Ames [1]
Referencia/Reference	K. Rodriguez Ames, " <i>Elaboración de un material de referencia in house para el control de calidad del ensayo de gas disuelto en aceite en un laboratorio de lima Perú</i> ". [Tesis de pregrado]. Lima (Perú): Universidad Nacional de Ingeniería, 2023.
Estilo/Style:	[1]
IEEE (2020)	

Dedicatoria

Dedico esta tesis a Dios, a mis padres y hermanos, quienes me apoyaron en mi formación como profesional y me motivaron a concluir con este trabajo. Dedico también esta tesis a mi esposa y a mi pequeña hija, por el cariño que me brindan todos los días.

Agradecimientos

Mis agradecimientos a todo el equipo de trabajo de la empresa TJH2B Latina S.A.C., por brindarme su apoyo desinteresado para lograr el objetivo de la titulación. También mis agradecimientos a los docentes de mi alma mater donde me formé profesionalmente, en especial, a mi asesor MSc. Williams Javier Ramos Vásquez por la guía, plena disposición y compromiso con el desarrollo de esta tesis.

Resumen

El control de calidad interno es esencial para garantizar la confiabilidad de los resultados en los laboratorios de aceite aislante. Para este propósito, los materiales de referencia, presentan un rol fundamental, pero los laboratorios de este tipo suelen carecer de materiales de referencia certificados para aceite aislante.

Este estudio presenta la elaboración de un material de referencia interno para aceite aislante mineral. Los materiales de referencia se elaboraron utilizando jeringas de vidrio herméticas de 100 mL, aceite aislante mineral nuevo y una mezcla de gases estándar.

Los resultados del estudio demuestran que el material de referencia interno cumple con los criterios de control de calidad sugeridos por la norma ASTM D3612. La desviación estándar relativa (%RSD) para los nueve gases detectados fue menor al 10%. Además, el material de referencia interno elaborado, satisface dos principales propiedades; homogeneidad y estabilidad.

El costo de elaboración del material de referencia interno representa aproximadamente el 6.1% del costo de un material de referencia importado. Esto significa un ahorro anual del 93.9%.

En conclusión, la elaboración de un material de referencia interno para aceite aislante mineral es una herramienta eficaz para mejorar el control de calidad en el ensayo de gases disueltos en aceite. El material de referencia interno del presente estudio, satisface los criterios de calidad establecidos y representa un ahorro significativo en comparación con los materiales de referencia importados.

Palabras clave: Control de calidad, materiales de referencia, aceite aislante, gases disueltos.

Abstract

Internal quality control is essential to ensure the reliability of test results in insulating oil laboratories. Using reference materials is very important for this purpose, but there is a problem if such laboratories do not have suitable certified reference materials.

This research presents a procedure for preparing in-house reference material for mineral-insulating oil. This process uses 100 mL airtight glass syringes, new mineral insulating oil and a standard gas mixture.

Besides, this research shows that the in-house reference material meets the quality control criteria suggested by ASTM D3612. The relative standard deviation (%RSD) for all nine gases detected was less than 10%. In addition, the internal reference material meets the homogeneity and stability properties.

The cost of developing the in-house reference material represents approximately 6.1% of the reference material. This amount represents an annual savings of 93.9%.

In conclusion, preparing an in-house reference material for mineral-insulating oil is an effective tool for testing of dissolved gases in oil and improve quality control. The in-house reference material developed in this research meets the established quality criteria and represents a significant saving compared to imported reference materials.

Key words - Quality control, reference materials, insulating oil, dissolved gases.

Prólogo

Capítulo I, introducción, describe y formula el problema de la presente investigación, y se justifica la importancia del estudio. También se expone los objetivos que se pretende alcanzar y se expone los antecedentes de investigación para dar a conocer cómo es abordado el estudio de los temas control de calidad interna y material de referencia por otros autores; finalmente, se presenta la hipótesis y se realiza la identificación y operacionalización de las variables del estudio, culminando con la presentación de la matriz de consistencia.

Capítulo II, marco teórico y conceptual, profundiza los fundamentos bibliográficos, conceptos y definiciones específicas que son de gran ayuda para la construcción de la presente tesis en torno a las variables de control de calidad interno y material de referencia.

Capítulo III, desarrollo del trabajo de investigación, se desarrolla la metodología de la investigación, las herramientas metodológicas utilizadas para lograr los objetivos, se expone cómo es el proceso de elaboración del material de referencia interno y cómo es el cálculo de la concentración teórica acompañado de su incertidumbre. Finalmente, se presenta un pequeño análisis económico del costo de producción de este material de referencia versus el precio de un material de referencia importado.

Capítulo IV, análisis y discusión de resultados, analiza los resultados obtenidos del cálculo y la medición por cromatografía de gases de la concentración del material de referencia interno elaborado, así como también el análisis del indicador de control de calidad (%RSD) y el análisis ANOVA para evaluar la homogeneidad y estabilidad. Se realiza una comparación de la concentración teórica vs la concentración medida por cromatografía de gases; posteriormente, se analiza

los costos de producción del material de referencia interno vs el precio de un material de referencia importado.

Finalmente, se desarrolla las conclusiones y recomendaciones.

Índice

Resumen	v
Abstract	vi
Prólogo	vii
Lista de Tablas	xiii
Lista de Figuras	xv
Lista de Acrónimos	xvi
Capítulo I. Introducción	1
1.1 Generalidades.	1
1.2 Descripción del Problema de Investigación.....	3
1.2.1 Formulación del problema.....	3
1.2.2 Justificación de la investigación.	3
1.3 Objetivos del Estudio.....	4
1.3.1 Objetivo General.....	4
1.3.2 Objetivo Específico.....	5
1.4 Antecedentes investigativos.	5
1.5 Hipótesis de la investigación.	8
1.5.1 Hipótesis General.	8
1.5.2 Hipótesis Específica.	8
1.6 Identificación de variables.	8
1.6.1 Variable Independiente.	8

1.6.2	Variable Dependiente.....	9
1.7	Operacionalización de variables.....	9
1.8	Matriz de consistencia.....	9
Capítulo II. Marco teórico y conceptual.....		1
2.1	Marco Teórico.....	1
2.1.1	Control de calidad interno en laboratorios.....	1
2.1.2	Material de referencia (MR).....	3
2.1.3	Aceite mineral aislante.....	6
2.1.4	Análisis del aceite como método de diagnóstico de fallas.....	7
2.2	Marco conceptual.....	14
2.2.1	Material de referencia in house (MRI).....	14
2.2.2	Control de Calidad Interno (CCI).....	15
2.2.2.1	Muestra control.....	15
2.2.3	Ensayo de gas disuelto en aceite.....	15
Capítulo III. Desarrollo del trabajo de investigación.....		16
3.1	Metodología del Trabajo de Investigación.....	16
3.1.1	Tipo de Investigación.....	16
3.1.2	Fuentes de Datos.....	16
3.1.3	Población y Muestra.....	17
3.1.4	Instrumentos de recolección de datos.....	17
3.1.5	Herramientas de análisis e interpretación de la información.....	17
3.2	Proceso de elaboración del MRI.....	19

3.2.1	Reactivos.....	19
3.2.2	Equipos.....	20
3.2.3	Materiales e instrumentos.	20
3.2.4	Proceso de elaboración del blanco.	20
3.3	Cálculo de la concentración del MRI.	27
3.4	Estimación de la incertidumbre del MRI.	28
3.4.1	Especificación del mensurando.....	28
3.4.2	Identificación de las fuentes de incertidumbre.	28
3.4.3	Cuantificación de la incertidumbre estándar de los componentes.	29
3.4.4	Cálculo de la incertidumbre estándar combinada.	30
3.4.5	Cálculo de la incertidumbre expandida.	31
3.5	Análisis económico.....	31
3.6	Evaluación de los requerimientos para el procesamiento del MRI de acuerdo a la ISO Guide 80.....	33
3.6.1	Especificación del material.....	33
3.6.2	Fuentes del material.....	33
3.6.3	Subdivisión y empaçado.	34
3.6.4	Evaluación de la homogeneidad.	34
3.6.5	Caracterización.....	35
3.6.6	Valor asignado.	36
3.6.7	Evaluación de la estabilidad.....	36
3.6.8	Documentación e información del MRI.	38
3.6.9	Almacenamiento.....	38

Capítulo IV. Análisis y discusión de resultados.....	40
4.1 Concentración calculada del MRI y su incertidumbre.	40
4.2 Concentración medida del MRI.	42
4.2.1 Concentración del Blanco del MRI.	42
4.2.2 Concentración detectada en las Jeringas.	43
4.3 %RSD del MRI por día de ensayo.....	43
4.4 Homogeneidad del MRI.....	44
4.5 Estabilidad del MRI.....	46
4.6 Concentración calculada vs Concentración medida del MRI.	49
4.7 Costo de elaboración del MRI.	53
4.7.1 Costo de importación de un MR.....	55
4.7.2 Costo de elaboración del MRI vs Costo de importación de un MR.....	55
Conclusiones.....	57
Recomendaciones.....	59
Referencias Bibliográficas.....	60
Anexos	64

Lista de Tablas

Tabla 1. Identificación de variables.....	9
Tabla 2. Matriz de operacionalización de variables.	10
Tabla 3. Matriz de consistencia.....	11
Tabla 4. Clasificación de los materiales de referencia.....	4
Tabla 5. Componentes del gas disuelto en aceite dieléctrico.	11
Tabla 6. Coeficiente de partición de los gases en aceite a 70°C.....	13
Tabla 7. Valor del factor de cobertura “k” para nivel de confianza “p” suponiendo una distribución normal.	31
Tabla 8. Condiciones ambientales en la preparación de los MRI.	40
Tabla 9. Concentración calculada de los MRI en ppmv.....	41
Tabla 10. Incertidumbre promedio estimada del MRI en ppmv.....	42
Tabla 11. Concentración blanco del MRI en ppmv.	43
Tabla 12. %RSD por día de ensayo.....	44
Tabla 13. Varianza dentro de jeringas.	45
Tabla 14. Varianza entre jeringas.	45
Tabla 15. Contraste F calculado y tabulado por cada tipo de gas.	46
Tabla 16. Varianza dentro de fechas de ensayo del MRI.	47
Tabla 17. Varianza entre fechas de ensayo del MRI.	48
Tabla 18. Contraste F calculado y tabulado por cada tipo de gas.	48
Tabla 19. Costos considerados para la elaboración del MRI.....	54
Tabla 20. Costo de importación de un MR.....	55

Tabla 21. Costo del MRI vs un MR importado. 55

Lista de Figuras

Figura 1. Ejemplo de una gráfica control.....	3
Figura 2. Concentración relativa de gas. disuelto en aceite. mineral vs temperatura y el tipo de defecto	9
Figura 3. Proceso de desgasificación del blanco.	21
Figura 4. Proceso de presurización del blanco.	22
Figura 5. Muestreo de aceite blanco en jeringas.....	24
Figura 6. Preparación de la jeringa para la disolución de gas standard en aceite..	24
Figura 7. Preparación del gas standard	25
Figura 8. Inyección de gas standard en aceite.....	26
Figura 9. Identificación de fuentes de incertidumbre del MRI.	29
Figura 10. Requerimientos para el procesamiento del MRI.	33
Figura 11. Gráfica control del H ₂ en ppmv.	49
Figura 12. Gráfica control del O ₂ en ppmv.....	50
Figura 13. Gráfica control del N ₂ en ppmv.	50
Figura 14. Gráfica control del CO ₂ en ppmv.....	51
Figura 15. Gráfica control del C ₂ H ₂ en ppmv.....	51
Figura 16. Gráfica control del C ₂ H ₄ en ppmv.	52
Figura 17. Gráfica control del C ₂ H ₆ en ppmv.....	52
Figura 18. Gráfica control del CH ₄ en ppmv.	53
Figura 19. Gráfica control del CO en ppmv.	53

Lista de Acrónimos

ANOVA	<i>Analysis of Variance</i>
ANSI	<i>American National Standards Institute</i>
APA	<i>American Psychological Association</i>
API	<i>American Petroleum Institute</i>
ASQ	<i>American Society for Quality</i>
ASTM	<i>American Society for Testing and Materials</i>
CCI	Control de Calidad Interno
CITAC	<i>Cooperation on International Traceability in Analytical Chemistry</i>
DGA	<i>Dissolved Gas Analysis</i>
EA	<i>European Co-operation for Accreditation</i>
IEC	<i>International Electrotechnical Commission</i>
IEEE	<i>Institute of Electrical and Electronics Engineer</i>
ILAC	<i>International Laboratory Accreditation Cooperation</i>
INACAL	Instituto Nacional de Calidad
ISO	<i>International Organization for Standardization</i>
JCGM	<i>Joint Committee for Guides on Metrology</i>
MR	Material de Referencia
MRC	Material de Referencia Certificado
MRI	Material de Referencia Interno
RSD	<i>Relative Standard Deviation</i>
SD	<i>Standard Deviation</i>
WHO	<i>World Health Organization</i>

Capítulo I. Introducción

1.1 Generalidades.

En el mundo entero, el control de calidad de ensayos analíticos es una herramienta valiosa para la validez de los resultados; las organizaciones internacionales han realizado estudios acerca de la importancia de la calidad. Se puede considerar que la calidad es el “grado en el cual un conjunto de características inherentes cumple con los requisitos” (ISO 9000, 2015, p. 22), un pobre control de calidad del ensayo podría significar que los resultados reportados no son válidos; por lo tanto, inducen al error de interpretación o diagnóstico, trayendo consigo malas decisiones que se podrían traducir en pérdidas económicas. El aseguramiento de la calidad es “parte de la gestión de la calidad orientada a proporcionar confianza en que se cumplirán los requisitos de la calidad” (ISO 9000, 2015, p. 39). Para la norma internacional ISO/IEC 17025 (2017), el control de calidad del ensayo es un mecanismo de aseguramiento de validez de resultados.

El sitio web Quiminet es el portal de negocios más grande de América Latina, tiene más de 20 años de existencia realizando el trabajo de intermediario para las empresas productoras de reactivos químicos, sustancias y demás materiales relacionado con los laboratorios (Quiminet, s/f); al realizar una búsqueda de un material de referencia para el ensayo de gases disueltos en aceite, no se encuentran resultados lo que sería indicativo de que en América Latina presenta una ausencia de materiales de referencia para ser utilizados para el control de calidad del ensayo de gases disueltos en aceite.

Los laboratorios en América Latina, optan por otros mecanismos para asegurar la validez de sus resultados como utilizar gases patrón, los mismos que son utilizados para la calibración del equipo, u ordenar la preparación de materiales de referencia a otros países fuera de la región como, por ejemplo, Estados Unidos, país

que presenta la mayor cantidad de proveedores de materiales de referencia, siendo la opción la más costosa. Actualmente, la compañía estadounidense Doble, en su portal web indica que los materiales de referencia elaborados por su compañía son únicos y acreditados internacionalmente está acreditado con la norma ISO 17034:2016 por la ANSI ASQ *National Accreditation Board* para la producción de material de referencia que figura en su alcance de acreditación (Doble, s/f).

El laboratorio TJH2B LATINA S.A.C., es un laboratorio ubicado en la ciudad de Lima, su actividad principal es el servicio de análisis de aceites dieléctricos, tanto de naturaleza mineral como sintética o vegetal. Respecto al ensayo de gases disueltos en aceite mineral, el control de calidad se lleva cabo por medio de un material de referencia importado de Estados Unidos al no lograrse encontrar un material de referencia comercial en el Perú y/o en Latinoamérica (Quiminet, s/f). En ocasiones, este material llega dañado por el viaje o se generan retrasos con el envío del material por lo que existen días, semanas o inclusive meses que no se cuenta con una muestra de control de calidad.

Las consecuencias que se generan de este problema implican que, a la ausencia de un control de calidad eficaz, se corre el riesgo de reportar valores no confiables que podrían traer consigo malas interpretaciones que conlleven a malas decisiones o acciones sobre el equipo en cuestión, lo que podría significar pérdidas económicas (Delgado, 2009). Por otra parte, a nivel de competencia técnica, el ensayo de gases disueltos no podría ser acreditado por la ISO/IEC 17025, al no cumplir con un requisito de aseguramiento de validez de los resultados; esto se traduciría en la imposibilidad de satisfacer los requerimientos de los clientes, quienes preferirían enviar sus muestras a laboratorios extranjeros.

El presente trabajo de investigación muestra cómo elaborar un material de referencia que cumpla con las dos principales características de estabilidad y

homogeneidad, así como su efecto en el control de calidad de los ensayos de gases disueltos en aceite en el laboratorio TJH2B Latina S.A.C.

1.2 Descripción del Problema de Investigación.

1.2.1 Formulación del problema.

1.2.1.1 Problema General.

¿Es posible mejorar el control de calidad de los ensayos de gases disueltos en aceite en el laboratorio TJH2B Latina S.A.C. utilizando un material de referencia elaborado *in house*?

1.2.1.2 Problema Específico.

1.2.1.2.1 ¿Cuáles son las propiedades más importantes que debe presentar un material de referencia elaborado *in house*?

1.2.1.2.2 ¿Será económicamente rentable elaborar un material de referencia?

1.2.2 Justificación de la investigación.

La investigación presenta una justificación teórica porque el estudio de los materiales de referencia de gases disueltos en aceite aún se encuentra en desarrollo; no se ha encontrado evidencias de estudios específicos de esta matriz, solo se cuenta con procedimientos alternativos de elaboración del material de referencia en las normas ASTM D3612 e IEC 60567. Asimismo, no se cuenta con estudios de homogeneidad y estabilidad de este tipo de materiales de referencia. Por ello, este estudio se desarrolla para cubrir la necesidad de conocimiento técnico y teórico específico de este material de referencia con la finalidad de abrir un camino para el desarrollo de teorías específicas acerca de este tipo material.

El estudio es experimental; por lo tanto, presenta una justificación práctica porque puede ser utilizado como fuente o guía para la elaboración de materiales de

referencia de gases disueltos en aceite en cualquier laboratorio que se dedique a realizar este tipo de ensayo, tanto a nivel nacional como a nivel internacional.

El estudio presenta una justificación económica porque está enfocado a elaborar el material de referencia de gases disueltos en aceite *in-house*; es decir, elaborado por el propio laboratorio, lo que se traduce en reducción de costos si se compara con la compra de un material de referencia elaborado en el extranjero.

El estudio presenta una justificación social porque busca expandir el conocimiento y la investigación acerca de los materiales de referencia; se espera que sea utilizado como guía para aquellos analistas o futuros investigadores que desean mejorar el control de calidad de sus ensayos, tanto de gases disueltos o ensayos similares.

El estudio presenta una justificación metodológica porque busca elaborar un material de referencia basado y modificado de las normas ASTM D3612 e IEC 60567.

El estudio presenta una justificación investigativa porque posibilita a otros profesionales a revisar el estudio y ampliarlo.

1.3 Objetivos del Estudio.

1.3.1 Objetivo General.

Elaborar un material de referencia que se utilice para garantizar la calidad analítica durante el control de calidad de los ensayos de gases disueltos en aceite en el laboratorio TJH2B Latina S.A.C.

1.3.2 Objetivo Específico.

Elaborar un material de referencia que sea estable y homogéneo.

Elaborar un material de referencia que sea económicamente rentable.

1.4 Antecedentes investigativos.

Cabana realizó una investigación cuyo objetivo fue “preparar y evaluar un material de referencia para la determinación de boro e impurezas en ácido bórico” (Cabana, 2021, p. 2). Para este estudio, se ejecutaron seis lotes de 15 ensayos para la cuantificación de boro e impurezas en muestras de ácido bórico, en el laboratorio de química de la Universidad Nacional de San Agustín de Arequipa y, para lograr los objetivos del estudio, desarrolló una evaluación estadística de los resultados. Por sus características, este estudio presenta un diseño experimental aplicativo (Cabana, 2021).

A partir de los resultados del estudio se concluye que el material de referencia de ácido bórico ha sido preparado presentando una buena homogeneidad en cuanto a magnesio, sodio, cloruro, boro, humedad y tamaño de partícula. Su estabilidad se mantiene entre 5°C y 45°C, con una exposición máxima de 1 hora en ambientes húmedos y 3 horas en ambientes secos (Cabana, 2021).

El estudio de Marchezi et al, tuvo como objetivo general el desarrollar un material de referencia de matriz natural para la cuantificación de vanadio, níquel, magnesio, sodio, calcio, estroncio y bario en petróleo crudo con la finalidad de mejorar la sensibilidad, precisión y exactitud de las medidas (Marchezi et al., 2020).

Se tomó como muestra de estudio, tres kilogramos de petróleo crudo brasilero los que fueron procesados y distribuidos en 115 unidades de 20 gramos, cada una. El instrumento de la investigación es una evaluación estadística de los resultados para los estudios de homogeneidad y estabilidad. El diseño del estudio es

experimental aplicativo. Como resultado de la evaluación estadística de los datos se observa que, bajo las condiciones del estudio, el candidato a material de referencia presenta una buena homogeneidad y estabilidad en el tiempo. (Marchezi et al., 2020).

En el estudio de Travieso et al, el objetivo general ha sido “el diseño, obtención y caracterización de un candidato a un Material de Referencia Interno (MRI) de fosfolípidos para utilizar como control interno de los ensayos cromatográficos de control de calidad de un medicamento surfactante pulmonar” (Travieso et al., 2010, p. 41).

La muestra del estudio corresponde a tres lotes de 10 ensayos cromatográficos para medicamentos surfactantes pulmonares realizados en el Centro Nacional de Sanidad Agropecuaria de México. El instrumento de este estudio es una evaluación estadística de los resultados del ensayo utilizando el MRI elaborado. El estudio presenta un diseño experimental y aplicativo para la obtención de resultados y lograr sus objetivos (Travieso et al., 2010).

La investigación demostró que el MRI propuesto cumple con los indicadores de calidad, homogeneidad y estabilidad necesarios para su uso analítico de acuerdo con las normas ISO vigentes (Travieso et al., 2010).

En el estudio de Prada et al, el objetivo “es explicar las semejanzas y diferencias entre los diferentes modelos existentes de control interno y de control externo de la calidad analítica en el laboratorio clínico, así como dar recomendaciones sobre el uso apropiado de cada uno de ellos” (Prada et al., 2016, p. 2).

La muestra de este estudio está representada por los ensayos clínicos aplicados en España. El instrumento utilizado en el estudio es una recopilación bibliográfica de los conceptos estudiados. El diseño del estudio es descriptivo

comparativo diferencial, debido a que se busca conceptualizar la diferencia entre el control de calidad interno y el control de calidad externo (Prada et al., 2016).

Las conclusiones del estudio establecen que el control interno con gestión externa y el programa de inter comparación son diferentes en diseño y propósito. El control interno permite calcular la imprecisión al procesar repetidamente la misma muestra de control. Sin embargo, aunque se conozcan los resultados procesados por varios laboratorios que utilizan el mismo procedimiento, no es válido para estudiar el sesgo ni el error total. Por otro lado, el programa de inter comparación es la mejor manera para medir el error total, ya que se analiza muestras de control con valor desconocido. De acuerdo con las recomendaciones de la comunidad científica y los textos normativos, este programa debe utilizarse para conocer el error total o inexactitud de un laboratorio para una muestra y mensurando dado, y también permite conocer el sesgo (Prada et al., 2016).

En el estudio de Perich et al, el objetivo general es “proporcionar las directrices básicas a aplicar en los procesos de control interno de la calidad analítica para asegurar la calidad de los resultados proporcionados por los procedimientos de medida cuantitativos en los laboratorios clínicos” (Perich et al., 2014, p. 26).

La muestra del estudio la constituyen los procedimientos de medición cuantitativos en los laboratorios clínicos de España. El instrumento aplicado al estudio es una recopilación bibliográfica y estadística de los controles aplicados por los laboratorios clínicos españoles. El diseño del estudio es descriptivo debido a que buscan mostrar cómo son aplicados los controles de calidad internos en los procesos de medición cuantitativa y que este sirva de guía aplicativa para futuros procesos (Perich et al., 2014).

Las conclusiones del estudio establecen que el control interno de la calidad se utiliza para identificar grupos de datos que deben ser eliminados debido a una alta posibilidad de pérdida de estabilidad del sistema analítico por errores sistemáticos o aleatorios que no son propios al proceso analítico. El indicador de eliminación puede ser ocasionado por un error que perjudica la calidad de los resultados o, en menor proporción, a una eliminación fallida. Sin embargo, el análisis estadístico de procesos no permite identificar el tipo de señal de rechazo (Perich et al., 2014).

1.5 Hipótesis de la investigación.

1.5.1 Hipótesis General.

La elaboración de un material de referencia que se utilice para garantizar la calidad analítica mejorará el control de calidad de los ensayos de gases disueltos en aceite del laboratorio TJH2B Latina S.A.C.

1.5.2 Hipótesis Específica.

El material de referencia elaborado será estable y homogéneo.

El material de referencia elaborado será económicamente rentable.

1.6 Identificación de variables.

1.6.1 Variable Independiente.

1.6.1.1 Material de Referencia in-house (MRI).

Esta variable independiente será manipulada para evaluar el efecto que tiene sobre la variable dependiente.

Como consecuencia del estudio de esta variable se medirán dos propiedades de esta variable, la homogeneidad y la estabilidad.

1.6.2 Variable Dependiente.

1.6.2.1 Control de Calidad Interno del ensayo de Gases Disueltos en Aceite (CCI).

Esta variable dependiente, será medida en dos escenarios, el primero con el material de referencia importado y el segundo con el material de referencia *in-house*.

Tabla 1.

Identificación de variables.

VARIABLES INDEPENDIENTES	VARIABLE DEPENDIENTE
Material de Referencia <i>in-house</i> (MRI): <ul style="list-style-type: none">• Homogeneidad• Estabilidad	Control de calidad interno del ensayo de gases disueltos en aceite (CCI).

Nota: Elaboración propia.

1.7 Operacionalización de variables.

El desarrollo de la matriz de operacionalización de variables se presenta en la Tabla 2.

1.8 Matriz de consistencia.

El desarrollo de la matriz de consistencia se presenta en la Tabla 3.

Tabla 2.

Matriz de operacionalización de variables.

VARIABLES	DEFINICION CONCEPTUAL	DEFINICIÓN OPERACIONAL	DEFINICIÓN INSTRUMENTAL	INDICADORES	UNIDAD DE MEDIDA	
Variable Dependiente f(x)	Control de Calidad interno (CCI)	Tratamiento de datos para asegurar la calidad del ensayo.	La variable CCI, será medida a través del estadístico %RSD (Porcentaje desviación estándar relativa). Se medirá antes y después de implementar el MRI.	$\%RSD = SD/M \times 100\%$ Donde: SD = Desviación estándar. M = Media de las mediciones.	<ul style="list-style-type: none"> • %RSD < 10%: Óptimo. • %RSD > 10%: No óptimo. 	%
Variable independiente, x	Material de referencia <i>in house</i> (MRI): <ul style="list-style-type: none"> • Homogeneidad. • Estabilidad. 	Material usado como muestra control de calidad, elaborado en el laboratorio, caracterizado por ser homogéneo y estable.	La variable MRI, será medida con los resultados del ensayo de gases disueltos en aceite (ASTM D3612), expresado en concentración (C _i) del gas en aceite.	$C_i = C_G(K + V_G / V_L)$ Donde: C _G =Concentración del gas. K=Coficiente de partición. V _G =Volumen de gas. V _L =Volumen de líquido.	<ul style="list-style-type: none"> • Homogéneo y estable=óptimo • No homogéneo y/o no estable=no óptimo 	ppmv

Nota: Elaboración propia.

Tabla 3.

Matriz de consistencia.

"ELABORACIÓN DE UN MATERIAL DE REFERENCIA <i>IN-HOUSE</i> PARA EL CONTROL DE CALIDAD DEL ENSAYO DE GAS DISUELTO EN ACEITE EN UN LABORATORIO DE LIMA PERÚ".			
PROBLEMAS	OBJETIVOS	HIPOTESIS	VARIABLES
Problema General	Objetivo General	Hipótesis General	Variable Dependiente
¿Es posible mejorar el control de calidad de los ensayos de gases disueltos en aceite en el laboratorio TJH2B Latina S.A.C. utilizando un material de referencia elaborado <i>in house</i> ?	Elaborar un material de referencia que se utilice para garantizar la calidad analítica durante el control de calidad de los ensayos de gases disueltos en aceite en el laboratorio TJH2B Latina S.A.C.	La elaboración de un material de referencia que se utilice para garantizar la calidad analítica mejorará el control de calidad de los ensayos de gases disueltos en aceite del laboratorio TJH2B Latina S.A.C.	Control de calidad del ensayo de gases disueltos en aceite.
Problema Específico	Objetivo Específico	Hipótesis Específica	Variable Independiente
¿Cuáles son las propiedades más importantes que debe presentar un material de referencia elaborado <i>in house</i> ?	Elaborar un material de referencia que sea estable y homogéneo.	El material de referencia elaborado será estable y homogéneo.	Material de referencia.
¿Será económicamente rentable elaborar un material de referencia?	Elaborar un material de referencia que sea económicamente rentable.	El material de referencia elaborado será económicamente rentable.	<ul style="list-style-type: none"> • Estabilidad. • Homogeneidad.

Nota: Elaboración propia.

Capítulo II. Marco teórico y conceptual

2.1 Marco Teórico.

2.1.1 Control de calidad interno en laboratorios.

Históricamente el control de calidad interno conforma el grupo de actividades realizadas por el personal del laboratorio para verificar de forma continua el trabajo y los resultados que se van obteniendo (World Health Organization, 1979). Para Westgard (2007), se define como los procedimientos para monitorear la calidad de los resultados de los ensayos, detectando problemas antes de la entrega de resultados.

Se recomienda utilizar controles estables con uno a tres niveles de concentración del mismo lote hasta su vencimiento. La estabilidad debe ser lo más larga posible con la finalidad de evadir la verificación o validar los controles con mucha frecuencia. No se debe utilizar el mismo material para el control interno y la calibración, ya que imposibilita detectar problemas relacionados con la matriz del control, su preparación en el laboratorio o su programación en el instrumento (Prada et al., 2016).

2.1.1.1 Muestra de control de calidad.

En el control de calidad de un laboratorio analítico se suele utilizar las denominadas “muestras control”; estas muestras son las que verificarán todo el proceso de análisis con el objetivo de asegurar la correcta medición de un lote analítico de forma correcta, considerando todos los pasos que el análisis requiera para obtener el resultado final.

Las muestras de control de calidad son muestras especiales que durante un periodo de tiempo específico son lo suficientemente estables y homogéneas para brindar el mismo resultado (sujeto a la variación aleatoria del funcionamiento del

método) y están disponibles en cantidad suficiente para repetir los análisis a lo largo del tiempo (Eurachem, 2016).

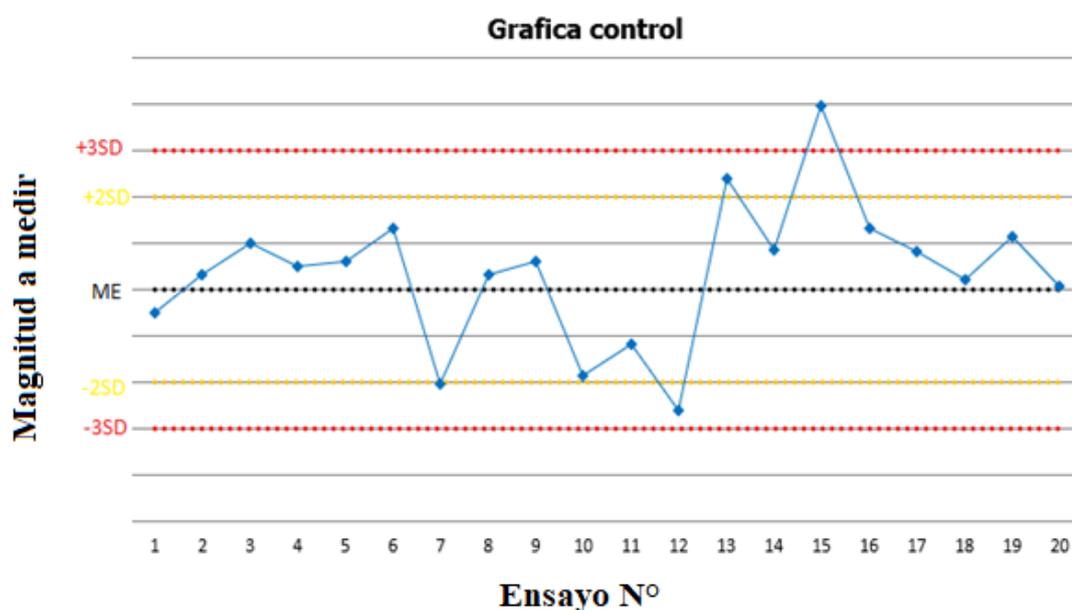
2.1.1.2 Gráficas de control.

El uso de gráficas de control también conocido como “cartas control”, es una metodología gráfica donde se puede evaluar las reglas de control y verificar si un procedimiento de análisis satisface los controles. Los resultados del ensayo se trazan frente al tiempo o el número de ejecución secuencial y las líneas generalmente se dibujan de punto a punto para resaltar cualquier tendencia, cambios sistemáticos y excursiones aleatorias (Westgard, 2016).

En un laboratorio, las gráficas de control se utilizan para comparar el valor observado hoy de un material de control estable con lo que se espera en función del historial anterior (Westgard, 2016).

En la Figura 1, se muestra una gráfica de control como ejemplo. Los límites son calculados a partir de la media (ME) y la desviación estándar (SD) de los datos de control pasados. Asimismo, se observa que las líneas límite corresponden a la $ME \pm 1 SD$, $\pm 2 SD$ y $\pm 3 SD$. La línea $ME \pm 2 SD$, comúnmente se le denomina límite de alerta, si se excede este límite se debe realizar investigaciones para determinar cuál es la causa raíz que provoca dicha desviación y a la línea $ME \pm 3 SD$, comúnmente se le denomina límite de acción; si se excede este límite, se debe realizar acciones correctivas sobre el proceso de análisis, el equipo o cambio de muestra control, hasta que se obtenga nuevamente un valor dentro de límite.

Figura 1. Ejemplo de una gráfica control.



Nota: La Figura 1 representa una gráfica de control, donde el eje de las abscisas indica el número de ensayo de la magnitud medida en orden creciente desde uno; el eje de las ordenadas indica los valores de la magnitud medida, la recta horizontal ME, indica la media de una carga inicial de datos antes de elaborar la gráfica, las rectas horizontales +2SD, -2SD, +3SD, -3SD, indican los niveles de alerta y de acción. Elaboración propia.

2.1.2 Material de referencia (MR).

Los Materiales de Referencia (MR) son utilizados dar soporte a las mediciones como; composición química, propiedades biológicas, físicas, clínicas, de ingeniería y áreas diversas (ILAC G9, 2005).

Existen diversos tipos de materiales de referencia comúnmente utilizados. Entre ellos se encuentran las sustancias puras, las cuales se caracterizan por su pureza química y/o la presencia de trazas de impurezas. También se encuentran las soluciones estándar y mezclas de gases, que se elaboran de forma gravimétrica partiendo de sustancias puras, con el propósito de utilizarlas como material de calibración. Otro tipo son los materiales de referencia matriciales, los cuales se diferencian ya que se utiliza la matriz de la muestra a analizar y se enriquece con una composición conocida. Estos materiales pueden ser elaborados a partir de matrices que presenten los componentes de estudio o mediante la elaboración de mezclas sintetizadas. Asimismo, existen los materiales de referencia caracterizados por

propiedades como el punto de fusión, la densidad óptica y viscosidad, a estos tipos de MR se les denomina físico-químicos. Existen también los objetos o artefactos de referencia, diferenciados por sus propiedades funcionales como el sabor, octanaje, olor, dureza, punto de inflamación, etc. Este tipo también incluye especímenes de microscopía caracterizados por propiedades que van desde el tipo de fibra hasta los especímenes microbiológicos (ILAC G9, 2005).

2.1.2.1 Clasificación de los materiales de referencia.

Según la ISO GUIDE 80 (2014), reconoce principalmente dos clases de materiales de referencia:

Materiales de Referencia Certificados (MRC) por definición, deben ser trazables hasta la unidad en la que se expresan los valores de la propiedad. El valor de cada propiedad debe expresarse junto con su incertidumbre a un nivel de confianza establecido.

Materiales de referencia (MR), se caracteriza por presentar valores de propiedad homogéneos y estables para ser usados como patrón de calibración de un equipo, evaluar un método de ensayo o para asignar proporcionar valores a ciertos materiales.

Según la EA (2003), también se encuentran las siguientes clases de materiales de referencia, mostrados en el Tabla 4.

Tabla 4.

Clasificación de los materiales de referencia.

Material de referencia primario		Disminución de la incertidumbre
Materiales de referencia secundarios		
Material de referencia <i>in house</i> o de trabajo.		

Nota: Adaptado de (EA, 2003, p. 5).

Como se muestra en la Tabla 4. el material de referencia primario es el que presenta menor incertidumbre, los materiales de referencia secundarios presentan una incertidumbre intermedia y los materiales de referencia *in house*, presentan una incertidumbre mayor. En muchas ocasiones, debido a la complejidad de la matriz a analizar, no se dispone de materiales de referencia primarios o secundarios y se opta por un material de referencia *in house*; cabe resaltar que esta clase de material de referencia, no es usado como un patrón de calibración, debido a que presenta una incertidumbre mayor a las otras clases (EA, 2003).

2.1.2.2 Material de Referencia In house (MRI).

El Material de Referencia *In house* (MRI), también conocido como Material de Referencia Interno, es un material de referencia preparado y utilizado dentro de la misma instalación en la que se llevará a cabo las mediciones. Estos materiales se usan para el control de calidad interno y se elaboran por personal calificado, en el interior de los laboratorios, donde se aplican los ensayos. Existe una menor rigurosidad, en cuanto a los requisitos que se deben cumplir para este tipo de materiales de referencia; en comparación con un MRC. La preparación de estos materiales debería incluir evaluaciones de homogeneidad y estabilidad, y una caracterización limitada del material para proporcionar una indicación de sus valores de propiedad relevantes y su variación, antes de su uso (ISO GUIDE 80, 2014).

2.1.2.3 Uso del MR como control de calidad.

Los MR pueden ser evaluados con respecto a estabilidad, homogeneidad y valor o valores de propiedad certificados. Pero, este último requisito puede flexibilizarse para los MRI, manteniendo una estabilidad y homogeneidad adecuadas. Requisitos similares se aplican a las muestras de control.

Para las pruebas de competencia interlaboratorio, la estabilidad se evalúa y controla la escala de tiempo y la homogeneidad es esencial. Es deseable, certificar

los valores de propiedad de las muestras de pruebas de competencia, pero debido al costo elevado, a menudo se utilizan en su lugar los valores medios de consenso. Esto implica, en consecuencia, que sea común las dudas sobre la fiabilidad de los valores asignados utilizados en los esquemas de pruebas de competencia. Los valores de consenso, tienen un valor, pero gran parte de ellos no es necesariamente correcta en consecuencia; los valores conllevan algún elemento de incertidumbre no revelado. Por lo tanto, la interpretación de los datos de las pruebas de competencia debe llevarse a cabo con cautela (E.A., 2003).

2.1.2.4 Preparación de materiales de un MRI.

Es preferible que un laboratorio utilice un MRC, para el control diario de calidad, pero debido al alto costo que presentan, muchos laboratorios, optan por elaborar sus propios MRI. Existen guías disponibles como las de Brookman y Walker (1997), Christensen (1998), o la ISO GUIDE 80 (2014) para ayudar al laboratorio no especializado a preparar sus propios MRI.

Algunas de las cuestiones clave que debe tenerse en cuenta para la elaboración de MRI consideran la selección de materiales (idoneidad, material nativo frente a picos, preparación de materiales, etc.), pruebas de homogeneidad, preparación y envasado (homogeneidad, contaminación, estabilidad, etc.), pruebas de estabilidad, estudios de certificación, estimación de incertidumbre, documentación y control de calidad, aprobación de certificación, almacenamiento, distribución y tiempo de vida (EA, 2003).

2.1.3 Aceite mineral aislante.

El aceite mineral aislante es un derivado del petróleo, pertenece a la familia de aceites industriales; el uso y aplicación directa de este aceite es en los transformadores eléctricos o equipos similares, cuyas principales características

consideran el aislamiento eléctrico, refrigeración y contar con una alta estabilidad a la oxidación (Ecured, s/f).

2.1.3.1 Aplicación del aceite mineral aislante.

Según la IEEE (2019), el aceite mineral aislante suele ser utilizado en equipos como; transformadores eléctricos, bobinas de aislamiento, *bushing* o aisladores de tensión, condensadores, conmutadores bajo carga, electroimanes de refinerías mineras.

El uso principal de este fluido se encuentra en los transformadores eléctricos (IEEE Standard Boards, 2019).

2.1.3.2 Transformador Eléctrico.

El transformador eléctrico es un equipo que utiliza un campo magnético para inducir corriente y consta de dos o más bobinas devanadas. El uso principal de este equipo, se encuentra en la distribución de energía eléctrica. Los transformadores presentan la característica que elevar o reducir el voltaje entregado, por medio de la inducción de corriente (Dorf, 1995).

2.1.4 Análisis del aceite como método de diagnóstico de fallas.

El aceite mineral almacena información importante que puede ayudar a conocer qué fallas podrían estar ocurriendo en el equipo sin necesidad de la intervención física de este; se podría clasificar como un método de mantenimiento predictivo y preventivo (IEEE Standard Boards, 2019).

El análisis principal que brinda información acerca de fallas en los equipos es el análisis de gases disueltos en aceite, conocido por sus siglas en inglés como *Dissolved Gas Analysis* (DGA) (IEEE Standard Boards, 2019).

2.1.4.1 Análisis de gases disueltos (DGA).

El ensayo de cromatografía de gases se ha basado en el estudio de casos correlacionados entre el tipo de falla incipiente o avanzada que se ha presentado en transformadores y los gases generados por dicha falla; en la mayoría de los casos, relacionando también algunos gases entre sí y, con el apoyo de métodos estadísticos, se puede clasificar a manera de conclusión la tendencia específica de cada grupo de casos similares (Gallo, 2010).

Los criterios de evaluación se han basado en la experiencia con transformadores que sufrieron fallas, equipos con fallas incipientes o moderadas, simulaciones de laboratorio y estudios estadísticos en el mundo.

“La Cromatografía de Gases es aún una ciencia empírica, de ahí que algunos autores califican de arte el manejo adecuado de la información cromatográfica” (Gallo, 2010, p. 111); es decir, que la interpretación de los resultados presenta un grado de complejidad que podría inducir a errores de diagnóstico. Por ello, es recomendable que un experto realice la interpretación de los resultados.

2.1.4.2 Generación de gases en el aceite.

Los aceites minerales aislantes están formados por una gran variedad de hidrocarburos, y su descomposición por fallas térmicas o eléctricas es un proceso complejo. El proceso de descomposición se lleva a cabo a través de la ruptura de los enlaces carbono-hidrógeno y carbono-carbono. Estas rupturas producen átomos de hidrógeno y radicales libres en forma de hidrocarburos cortos. Los radicales libres pueden combinarse entre sí para formar gases, como hidrógeno molecular, metano, etano, etc. La formación de etileno y acetileno se lleva a cabo por otro tipo de procesos de descomposición y reordenamiento.

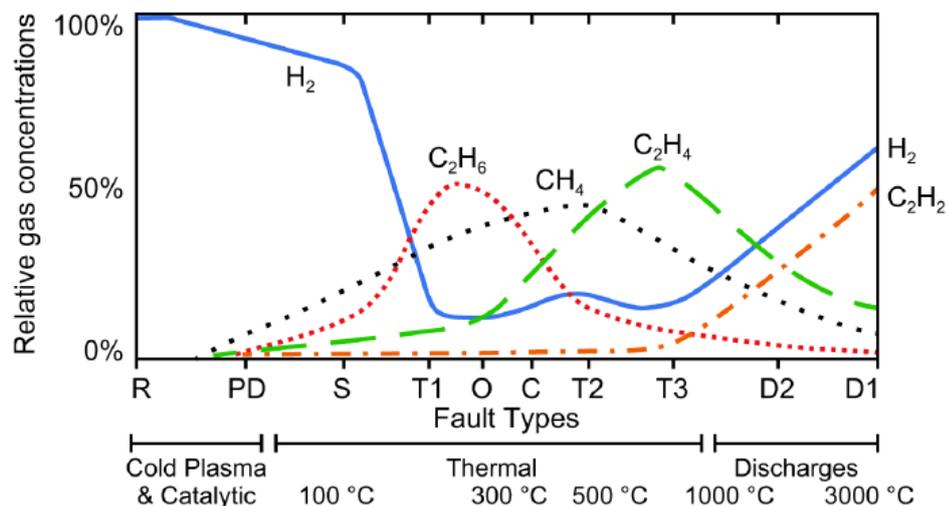
Los procesos de descomposición son dependientes de la presencia de hidrocarburos individuales, distribución energética, temperatura en el punto

localizado de la falla, y el intervalo de tiempo en el cual el aceite mineral está exhibido a un estrés eléctrico o térmico (IEEE Standard Boards, 2019).

La cantidad de hidrógeno formado puede ser relativamente alta y puede ser insensible a la temperatura para algunos tipos de fallas, como en el caso de los gases parásitos o Stray Gassing, Descargas Parciales (PD) y fallas catalíticas. La formación de acetileno se vuelve apreciable solo a temperaturas cercanas a los 1000 °C. La presencia de metano, etano y etileno dependen de la temperatura, como se observa en la Figura 2 (IEEE Standard Boards, 2019).

La descomposición térmica del papel aislante impregnado con aceite mineral genera monóxido y dióxido de carbono acompañado con trazas de hidrógeno o metano provenientes del aceite mineral. La velocidad a la que se producen depende exponencialmente de la temperatura y directamente del volumen de material a esa temperatura (IEEE Standard Boards, 2019).

Figura 2. Concentración relativa de gas disuelto en aceite mineral vs temperatura y el tipo de defecto



Nota: Adaptado de (IEEE Standard Boards, 2019, p. 20).

2.1.4.3 Métodos de análisis de gas disuelto en aceite.

Existen diversos métodos para el análisis de gases disueltos en aceite, pero los más comunes son los basados en la norma ASTM D3612 y en la norma IEC

60567. En el Perú, existe mayor familiaridad con la norma estadounidense de la *American Society for Testing and Materials* (ASTM); la norma de la *International Electrotechnical Commission* (IEC) es mayormente utilizada en Europa, pero se pueden considerar similares.

2.1.4.3.1 Norma ASTM D3612.

Esta norma, en su versión más reciente del año 2017, cubre tres procedimientos de extracción y medida de gases disueltos en aceite; la determinación e identificación de los componentes individuales del gas extraído (ASTM D3612, 2017).

Los gases componentes individuales, que se pueden identificar y determinar se muestran en la Tabla 5.

Tabla 5.*Componentes del gas disuelto en aceite dieléctrico.*

NOMBRE	SÍMBOLO
Hidrógeno	H ₂
Oxígeno	O ₂
Nitrógeno	N ₂
Monóxido de Carbono	CO
Dióxido de carbono	CO ₂
Metano	CH ₄
Etano	C ₂ H ₆
Etileno	C ₂ H ₄
Acetileno	C ₂ H ₂
Propano	C ₃ H ₈
Propileno	C ₃ H ₆

Nota: Adaptado de (ASTM D3612, 2017, p. 1).

- **Método A:** Este método emplea la extracción al vacío para separar los gases del aceite. Los gases emitidos se comprimen a la presión atmosférica y se mide el volumen total; en seguida, los gases se analizan mediante cromatografía de gases (ASTM D3612, 2017).
- **Método B:** Este método emplea la extracción de gases de una muestra de aceite, burbujeando con gas *carrier* en una columna separadora compuesta de granos con gran área superficial. Luego, los gases se descargan desde la columna de separación hacia un cromatógrafo de gases para su análisis (ASTM D3612, 2017).
- **Método C:** Este método consiste en inyectar la muestra de aceite a recipiente cerrado, purgado con argón, con la finalidad que los gases disueltos en el aceite se liberen al *Headspace* donde se encuentra la fase gaseosa. Como resultado, una parte de un gas (H₂, O₂, N₂, CH₄, CO, CO₂,

C_2H_2 , C_2H_4 , C_2H_6 o C_3H_8) de concentración (C_{L0}), disuelto en aceite se transfiere al *headspace*. En el equilibrio, la relación entre la concentración restante de un gas en el aceite (C_L), su concentración en el *headspace* (C_G) y su concentración inicial en el aceite (C_{L0}) puede deducirse por equivalencia de masa de la siguiente manera:

$$C_{L0}.V_L = C_L.V_L + C_G.V_G$$

Donde:

V_L = Volumen de la muestra de aceite, y

V_G = Volumen del *headspace*.

Existe una proporción directa entre la concentración del gas en las dos fases que se encuentran en equilibrio, esta proporción es:

$$C_L = K.C_G$$

Donde:

K = Coeficiente de partición.

Sustituyendo el equivalente de C_L tenemos:

$$C_{L0}.V_L = K.C_G.V_L + C_G.V_G$$

Reduciendo se obtiene:

$$C_{L0} = C_G.(K + V_G / V_L)$$

Esta expresión muestra que la concentración inicial de un gas disuelto en el aceite se puede determinar analizando una porción alícuota del *headspace*, cuando se alcanza el equilibrio (ASTM D3612. 2017).

2.1.4.3.2 Coeficiente de partición (K).

Este coeficiente, está relacionado con la solubilidad de los gases en el aceite. La norma ASTM D3612 (2017), muestra los valores de K para cada gas bajo condiciones de T=70°C, analizados de un aceite comercial de naturaleza nafténica que contiene un 12% de hidrocarburos aromáticos, los valores de K se presentan en la Tabla 6.

Tabla 6.

Coeficiente de partición de los gases en aceite a 70°C.

GAS	K
H ₂	0.074
O ₂	0.170
N ₂	0.110
CH ₄	0.440
CO	0.120
CO ₂	1.020
C ₂ H ₂	0.930
C ₂ H ₄	1.470
C ₂ H ₆	2.090
C ₃ H ₆	5.040

Nota: Adaptado de (ASTM D3612. 2017. p. 16).

2.1.4.3.3 Precisión del método.

Según la norma ASTM D3612 (2017), cuando la precisión es estimada por un laboratorio con estándares de gas disuelto de diferentes niveles de concentración (10, 50, 100 y 175 ppmv), los resultados muestran que es posible obtener una precisión superior al 10 % por cada gas constituyente.

Es decir, el estadístico %RSD (por sus siglas en inglés *Relative Standard Deviation*), debería ser menor o igual al 10% para cada gas constituyente.

2.1.4.3.4 Estadístico %RDS

Este estadístico, matemáticamente se define como:

$$\%RSD = \frac{SD}{X} 100\%$$

Donde:

SD = Desviación Estándar.

X = Media.

2.2 Marco conceptual.

2.2.1 Material de referencia in house (MRI).

Material o sustancia con valores conocidos de concentración del analito estudiado, utilizado como referencia para verificar y controlar la calidad de un método de ensayo; se le denomina *in house*, cuando este material es preparado en el mismo laboratorio utilizando un material de referencia primario o secundario para su elaboración.

2.2.1.1 Estabilidad.

Se refiere a la propiedad de mantener constantes a través del tiempo las concentraciones de los analitos estudiados en el material de referencia.

2.2.1.2 Homogeneidad

Se refiere a la propiedad de mantener constantes a través del espacio las concentraciones de los analitos estudiados en el material de referencia.

2.2.2 Control de Calidad Interno (CCI).

Procesos o pasos efectuados para asegurar la calidad de los resultados emitidos por un ensayo. Generalmente para los ensayos, se suele utilizar una muestra de control, la cual es sometida a todo el proceso de análisis; los resultados del ensayo de esta muestra son sometidos a evaluaciones estadísticas para determinar si el proceso de ensayo se encuentra correctamente realizado.

2.2.2.1 Muestra control.

Muestra de la matriz estudiada; en esta investigación, la matriz estudiada es el aceite mineral aislante. Esta muestra debe contener los analitos de estudio, los cuales para este caso son los gases disueltos en el aceite.

2.2.3 Ensayo de gas disuelto en aceite

Ensayo para cuantificar los gases que pueden encontrarse disueltos en el aceite; el método utilizado para este ensayo es la cromatografía de gases. Los valores reportados por este ensayo están expresados en ppmv (partes por millón volumétricos).

2.2.3.1 Cromatografía de gases.

Técnica analítica que utiliza como principio de funcionamiento, la diferencia de los coeficientes de volatilización de los componentes del gas a estudiar para ser separados por medio de una o varias columnas cromatográficas que, finalmente, terminan por ser analizados por un detector que mide las perturbaciones a medida que los componentes cruzan por este.

Capítulo III. Desarrollo del trabajo de investigación

3.1 Metodología del Trabajo de Investigación.

3.1.1 Tipo de Investigación.

El tipo de investigación de este estudio es aplicada, debido a que el estudio presenta un diseño experimental.

La metodología de la investigación está basada en el método científico; más precisamente, en una metodología hipotética deductiva debido a que el estudio está basado en una hipótesis, la cual se busca comprobar con los resultados obtenidos.

El nivel que presenta esta investigación es aplicativo, debido a que el estudio tiene como objetivo resolver un problema o la realidad problemática planteada.

El diseño de la investigación es experimental debido a que, para lograr el objetivo planteado, hay que realizar un experimento y obtener resultados. El estudio también presenta un diseño cuantitativo debido a que los resultados obtenidos son numéricos y han sido procesados para verificar si se logró el objetivo planteado. Debido a que el estudio fue desarrollado en un plazo establecido, el estudio también presenta un diseño prospectivo. Para el estudio de homogeneidad y estabilidad se realizaron varias mediciones a lo largo del tiempo, por este motivo el estudio presenta un diseño longitudinal.

3.1.2 Fuentes de Datos.

La fuente de datos se obtiene directamente de los resultados del análisis de gases disueltos en aceite aislante efectuados en el laboratorio TJH2B LATINA S.A.C. tanto para el material de referencia importado como para el MRI elaborado.

3.1.3 Población y Muestra.

La población de la presente tesis abarca a los análisis de gases disueltos realizados en laboratorio TJH2B LATINA S.A.C.

La muestra de la presente investigación abarca a los análisis de gases disueltos del MRI elaborado en el periodo de junio a septiembre del año 2022.

3.1.4 Instrumentos de recolección de datos.

Se recurrió a la técnica de recolección de datos experimentales y como instrumento de recolección de datos se utilizó una ficha de registro de datos. La recolección de datos involucra:

- Resultados experimentales de concentración de los gases, en ppmv.
- Cálculos de %RSD (porcentaje de desviación estándar relativa) por día de ensayo.

3.1.5 Herramientas de análisis e interpretación de la información.

Los datos obtenidos en el experimento son unidades de concentración expresadas en partes por millón volumétrico (ppmv), estos datos fueron analizados por los siguientes estadísticos:

3.1.5.1 %RSD (% desviación estándar relativa).

Este estadístico, definido como la desviación estándar entre la media de las mediciones, expresado en %, fue evaluado con los datos de un solo día de análisis, así se obtuvo el %RSD por cada día. Este estadístico, a su vez, es un indicador de calidad que se define en la Ecuación 1:

$$\%RSD = \frac{\sigma}{\bar{x}} \cdot 100\% \quad (1)$$

Donde:

σ = Desviación estándar.

X = Media de las mediciones.

En el presente estudio, el estadístico %RSD, se calculó para el MRI elaborado, logrando asegurar la calidad de los resultados analíticos para el ensayo de gases disueltos en aceite.

3.1.5.2 Análisis de Varianza (ANOVA).

Es una técnica estadística muy potente que se utiliza para separar y estimar las diferentes causas de variación (Miller, 2002).

Para efectos de este estudio, se realizó el ANOVA para evaluar la estabilidad y la homogeneidad del MRI. En el caso de la homogeneidad, se analizó la variación de la concentración entre recipientes (jeringas) y, para la estabilidad se analizó la variación a través del tiempo de almacenamiento, estas variaciones fueron contrastadas con el estadístico F de una cola.

3.1.5.3 Contraste F de una cola.

Se utiliza para probar si un método es más preciso que otro; es utilizado también para probar si la diferencia entre dos varianzas muestrales es significativa; el estadístico F ha sido calculado como se muestra en la Ecuación 2.

$$F = \frac{\sigma^2_1}{\sigma^2_2} \quad (2)$$

Donde:

σ^2_1 : Varianza o cuadrado medio del primer grupo de datos.

σ^2_2 : Varianza o cuadrado medio del segundo grupo de datos.

Se debe disponer al numerador mayor que el denominador, de tal forma que F sea siempre mayor o igual que la unidad.

Para aplicar el contraste, se debe cumplir que las poblaciones de donde se extraen las muestras son normales.

Según Miller (2002), si la hipótesis nula es verdadera, entonces la relación de varianzas debería ser próxima a la unidad. Pueden existir variaciones con relación a la unidad, que se pueden atribuir a variaciones aleatorias, sin embargo, si la variación es muy alta, las causas podrían ser otras. En caso el contraste "F" sea mayor que el valor crítico obtenido de tablas, la hipótesis nula es rechazada. El valor crítico de F es dependiente del tamaño de las dos muestras, del nivel de significancia y del tipo de contraste realizado; para su estimación en tablas considerando una distribución normal (la evaluación de la normalidad de los datos se muestra en el Anexo 4), se suele tomar un valor de probabilidad del 5% ($P=0.05$).

Para el estudio de estabilidad y homogeneidad del MRI, se esperaba obtener un valor calculado del estadístico F menor al valor F tabulado, con esto la hipótesis nula es verdadera; es decir, la variación entre muestras (homogeneidad) y la variación en el tiempo de las muestras (estabilidad), no es significativa. Por lo tanto, el MRI es estable y homogéneo, evaluado a un 95% de nivel de confianza.

3.2 Proceso de elaboración del MRI.

El proceso de elaboración del MRI, se realizó en las instalaciones del laboratorio de la empresa TJH2B LATINA S.A.C.

3.2.1 Reactivos.

- Aceite mineral aislante marca NYNAS, N° Batch: 78-T571-210124
- Mezcla de gases standard marca LINDE (H_2 , O_2 , N_2 , CH_4 , C_2H_2 , C_2H_4 , C_2H_6 , CO , CO_2 y balance con Argón), N° Batch: 22/000016 F.V: 22/02/2025
- Argón grado 5.0 para cromatografía de gases.

3.2.2 Equipos.

- Compresora de vacío.
- Balanza analítica OHAUS.
- Agitador magnético.

3.2.3 Materiales e instrumentos.

- Matraz Kitasato de 250 mL.
- Tapón de jebe.
- Manguera de silicona de ¼".
- Válvulas de 3 vías.
- Magneto de agitación.
- Jeringas de vidrio de 100 mL.
- Septa para cromatografía.
- Jeringa *gastight* de 1 o 2 mL (1000 uL o 2000 uL)

3.2.4 Proceso de elaboración del blanco.

El blanco para el material de referencia, se consideró a la matriz de igual naturaleza que las muestras analizadas por el método de cromatografía de gases, es decir; un aceite mineral dieléctrico desgasificado, cuyo proceso de elaboración constituyó de dos etapas:

3.2.4.1 Proceso de desgasificación del blanco.

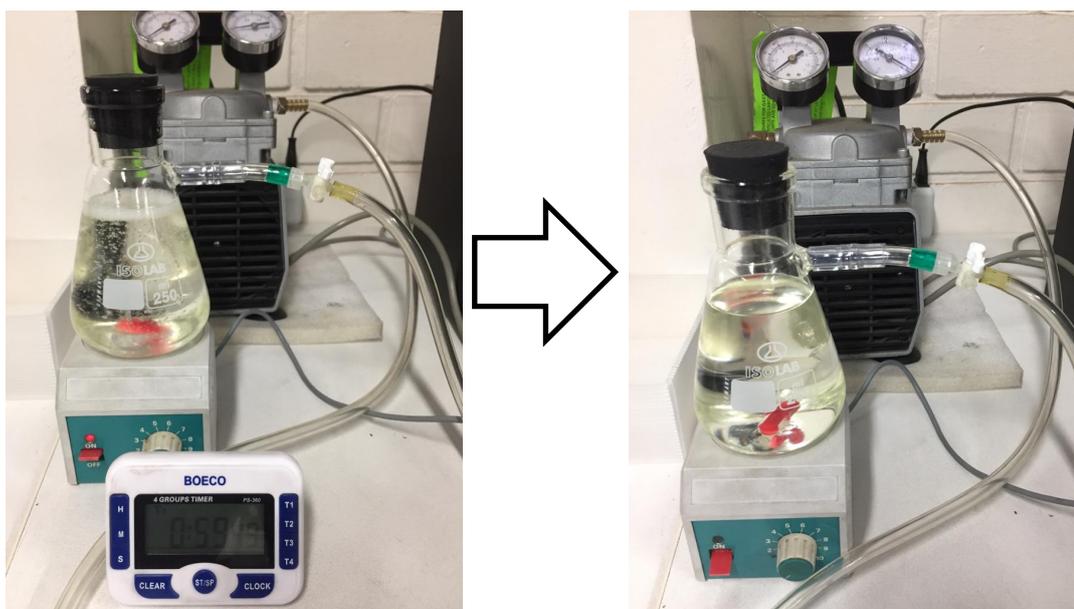
Para el proceso de desgasificado, se requirió de un matraz Kitasato, aceite mineral aislante nuevo, una válvula de tres vías, un magneto de agitación, un agitador magnético y una compresora de vacío.

Se agregó aproximadamente un poco más de 200 mL de aceite mineral aislante en el matraz Kitasato, se introdujo el magneto agitador y se selló con el tapón

de jebes; luego, por el brazo lateral del matraz Kitasato, se conectó una manguera de silicona en cuyo extremo se conectó una válvula de tres vías.

El siguiente paso fue realizar el proceso de desgasificación, para lo cual se conectó la válvula de tres vías con la conexión de la manguera de silicona que viene de la compresora de vacío; la válvula de tres vías debe colocarse en una posición que permita la succión del aire del interior del matraz Kitasato. Se accionó la compresora; luego, el agitador magnético, colocando las revoluciones necesarias para formar un pequeño remolino cuyo origen se encuentre cerca de la base del matraz Kitasato.

Figura 3. Proceso de desgasificación del blanco.



Nota: Elaboración propia.

El proceso de desgasificación demoró aproximadamente 60 minutos observándose que, al término del periodo, el aceite ya no emite más burbujas. Finalizado el proceso de desgasificado se apagó primero el agitador magnético, seguido de la compresora y finalmente, colocar la válvula de tres vías en una posición que evite el ingreso de aire al interior del matraz Kitasato.

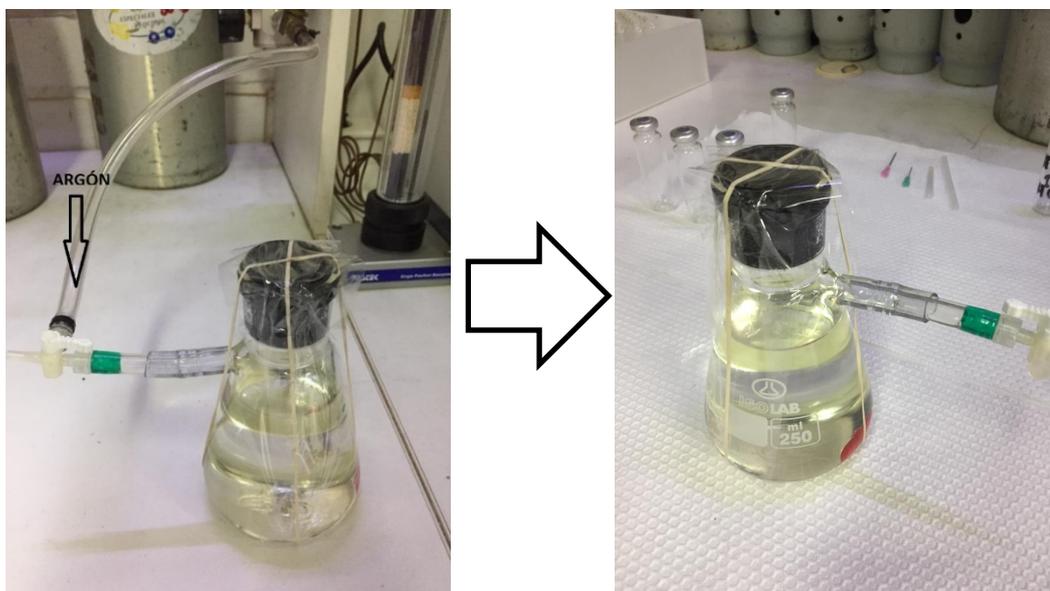
3.2.4.2 Proceso de presurización del blanco.

Una vez obtenido el blanco desgasificado se procedió a presurizarlo con Argón.

Primero, se purgó la conexión y la manguera de silicona conectados a la línea de Argón, luego se conectó esta manguera de silicona, con la válvula de tres vías conectada al extremo del matraz Kitasato.

Segundo, se realizó la apertura de la línea de Argón seguido de la válvula de tres vías; este proceso se realizó solo por unos pocos segundos (entre tres a cinco segundos), con la finalidad de presurizar la manguera de silicona conectada al matraz Kitasato y permitir extraer aceite. Finalizada la presurización, se cerró la válvula de tres vías de tal forma, que, evite el ingreso de aire al matraz Kitasato.

Figura 4. Proceso de presurización del blanco.



Nota: Elaboración propia.

3.2.4.3 Muestreo de aceite blanco en jeringas.

Para este proceso, fueron requeridas cuatro jeringas de vidrio de 100 mL equipadas con válvulas de tres vías en sus extremos. Se aseguró que estas jeringas sean herméticas.

Las jeringas equipadas con sus válvulas, fueron previamente pesadas sin contenido en su interior; para ello, se utilizó una balanza analítica. Se registraron los pesos de las jeringas a utilizar.

Se colocó el matraz Kitazato de cabeza, de tal forma que la salida del aceite se realizó por la parte inferior conectando la válvula de tres vías de la jeringa con la válvula de tres vías del matraz Kitazato, aperturando ambas válvulas, de tal forma que se permitió el paso del aceite del matraz Kitazato hacia la jeringa de 100 mL.

Con la ayuda del émbolo se succionó una pequeña cantidad de aceite (alrededor de 2 a 5 mL); luego, se colocó la válvula de tres vías de la jeringa de tal forma que evite el ingreso de aceite pero que permita la eliminación del aire por la tercera vía libre. Se procedió con la liberación de burbujas y aire que se succionaron al inicio al accionar el émbolo liberándolos por la tercera vía, evitando eliminar por completo el aceite conservando una pequeñísima cantidad.

Una vez purgada la jeringa, se succionó unos 20 mL de aceite; luego se cerró ambas válvulas de tres vías (posición inicial), se conectó por la tercera vía de la válvula de tres vías a la línea de Argón previamente purgada y permitió el ingreso del Argón al matraz Kitazato (la operación duró más de cinco segundos). En seguida se cerró la línea de Argón y se abrieron las válvulas nuevamente para permitir el paso de otros 20 mL de aceite hacia la jeringa. Esta operación de agregar 20 mL de aceite y recargar el colchón de Argón en el matraz Kitazato, se repitió hasta completar los 100 mL de aceite en la jeringa de vidrio. Al finalizar la operación del llenado de aceite, se purgó toda burbuja que se haya introducido dentro de la jeringa. Una vez

completada la operación de una jeringa, se prosiguió con la segunda jeringa siguiendo el mismo procedimiento utilizado con la primera.

Figura 5. *Muestreo de aceite blanco en jeringas.*



Nota: Elaboración propia.

3.2.4.4 Preparación de la jeringa para la disolución de gas standard en aceite.

Una vez preparadas las jeringas con aceite, se determinó su volumen por diferencia de pesos antes y después de llenarlas con aceite; asumiendo una densidad promedio de 0.88 g/mL, se obtuvo el volumen final de aceite agregado. Se ajustó el volumen de aceite lo más próximo a 100 mL, eliminando o recargando aceite en la jeringa.

Una vez definido, calculado y medido el volumen de aceite de cada jeringa, se insertó una septa en la punta de cada jeringa, se sellaron con la válvula de tres vías con el fin de poder inyectar una aguja a través de la septa y evitar la fuga de gas y de aceite.

Figura 6. *Preparación de la jeringa para la disolución de gas standard en aceite.*



Nota: Elaboración propia.

3.2.4.5 Preparación del gas standard:

En un vial de cromatografía de 20 mL, se purgó y llenó de gas standard con la concentración más alta de los gases de calibración utilizados para calibrar el cromatógrafo de gases; se utilizó el procedimiento descrito en la ASTM D3612 método C sección 30.3.1. Una vez obtenido el vial con gas standard, se tomó nota de la Presión y Temperaturas atmosféricas.

Figura 7. Preparación del gas standard



Nota: Elaboración propia.

3.2.4.6 Inyección de gas standard en aceite.

Se insertó la jeringa *gastight* al vial, como se muestra en la Figura 7, y se succionó lentamente una pequeña porción de gas; luego, se retiró la aguja y se eliminó el gas succionado. Se mantuvo el émbolo en la posición final y se volvió a insertar en el vial la aguja para succionar lentamente 1 mL de gas. Inmediatamente se introdujo la aguja de la jeringa *gastight* a través de la septa en la punta de la jeringa de 100 mL; se colocó la jeringa de 100mL en forma vertical, de tal forma que la jeringa *gastight* se encuentre en la parte inferior como se muestra en la Figura 8. Se realizó la transferencia del gas hacia el aceite con una velocidad moderada y una vez culminada la inyección de gas, se retiró la aguja y se enjuagó en alcohol isopropílico para su próximo uso. Posteriormente, se cerró la válvula de tres vías de la jeringa.

Finalmente, la jeringa de 100 mL se agitó vigorosamente con la finalidad de disolver las burbujas de gas en el interior del aceite. Para facilitar la disolución del gas, se presionó el embolo al agitar. Terminada la operación de disolución, se rotuló la jeringa según:

N° de Batch: **MRI-aammdd-Jn**

Donde:

MRI: Material de Referencia In-house.

a: simboliza el año de elaboración.

m: simboliza el mes de elaboración.

d: simboliza el día de elaboración.

n: simboliza el número de jeringa preparado en el día.

Se realizó la misma operación con todas las jeringas de 100 mL que contenían el aceite blanco.

Figura 8. *Inyección de gas standard en aceite.*



Nota: Elaboración propia.

3.3 Cálculo de la concentración del MRI.

Para el cálculo de la concentración del MRI se utilizó los valores de concentración del gas standard utilizado para la elaboración; estas concentraciones se encuentran en el certificado de calidad del gas standard.

Para calcular la concentración de cada componente se asumió que todo el volumen de gas inyectado (1 mL) ha sido disuelto en el aceite; también, se realizó una corrección de temperatura ya que la concentración del gas inyectado puede variar ligeramente junto a las condiciones ambientales bajo las cuales ha sido extraído del vial. Por ello, es importante registrar las condiciones ambientales en el momento de la elaboración el MRI. La ecuación de cálculo fue tomada de la referencia, según la ASTM D3612 Anexo A1.2.7:

$$C_{oil-i} = V_{gs} \frac{\left(\frac{P_a}{760}\right)\left(\frac{273}{T_a}\right)}{V_{oil}} C_{gs-i} \quad (3)$$

Donde:

C_{oil-i} = Concentración calculada del componente “i” disuelto en aceite, en ppm.

P_a = Presión atmosférica, cuando se prepara la jeringa *gastight*, en mmHg.

T_a = Temperatura ambiental, cuando se prepara la jeringa *gastight*, en Kelvin.

V_{gs} = Volumen de gas standard inyectado al aceite, en mL.

V_{oil} = Volumen de aceite blanco en la jeringa de 100 mL, en mL.

C_{gs-i} = Concentración del componente “i” del gas standard utilizado, en ppm.

Las concentraciones calculadas fueron registradas y almacenadas de tal forma que aseguren la trazabilidad del proceso de elaboración del MRI correspondiente a cada jeringa de 100 mL.

3.4 Estimación de la incertidumbre del MRI.

Según EURACHEM/CITAC (2012), el proceso de la estimación de la incertidumbre consta de las siguientes etapas:

3.4.1 Especificación del mensurando.

La especificación del mensurando necesita una declaración clara y concisa de lo que se va a medir y una expresión cuantitativa que permita relacionar el valor del mensurando con los parámetros de los que depende (EURACHEM / CITAC, 2012).

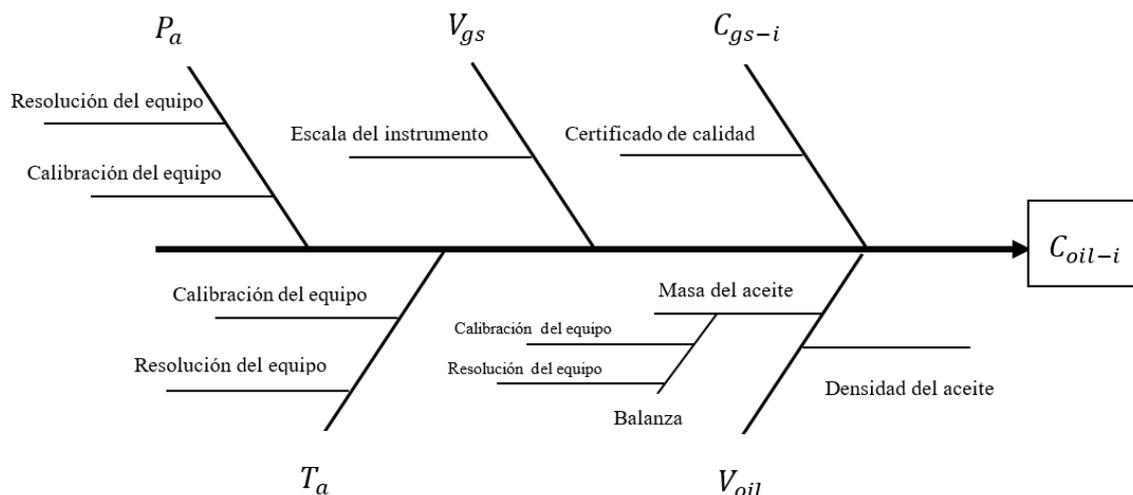
En este estudio, la especificación del mensurando está definida con la expresión matemática para el cálculo de la concentración del MRI, expresada en la Ecuación 3.

3.4.2 Identificación de las fuentes de incertidumbre.

El diagrama de causa y efecto o también llamado Diagrama de Ishikawa, es un método efectivo para listar las fuentes de incertidumbres mostrando cómo se relacionan las fuentes de incertidumbre e indicando su influencia sobre la incertidumbre del mensurando (EURACHEM / CITAC, 2012).

Para la etapa de identificación de fuentes de incertidumbre se presenta el siguiente diagrama de Ishikawa.

Figura 9. Identificación de fuentes de incertidumbre del MRI.



Nota: Diagrama de Ishikawa aplicado en la identificación de las fuentes de incertidumbres. Elaboración propia.

3.4.3 Cuantificación de la incertidumbre estándar de los componentes.

Una vez identificadas todas las fuentes de incertidumbre se procede a cuantificarlas. Se pueden evaluar en dos categorías, evaluación Tipo A y evaluación Tipo B (JCGM, 2008).

La estimación del Tipo A, se efectúa cuando existen “n” observaciones o mediciones.

La estimación del Tipo B, se efectúa cuando la fuente de información para el cálculo de la incertidumbre no se obtiene por observación o medición; las fuentes de información provienen de otras fuentes como, por ejemplo; certificados de calibración, libros, incertidumbre asignada a valores de referencia, datos de los fabricantes, etc.

Según la fuente de la que se obtiene esa incertidumbre tipo B, esta se estima de distinta manera (JCGM, 2008).

En la presente investigación, los pasos del proceso de cuantificación de todas las fuentes de incertidumbre se efectúan y presentan en el Anexo 1 de la presente tesis.

3.4.4 Cálculo de la incertidumbre estándar combinada.

Luego de cuantificar todas las fuentes de incertidumbre, se debe a calcular la incertidumbre estándar combinada por medio de la ley de propagación de la incertidumbre, suponiendo una correlación entre las magnitudes del tipo $Y = f(X_i)$:

$$u_c^2(y) = \sum_{i=1}^n \left(\frac{\partial f}{\partial x_i} \right)^2 \cdot u^2(x_i) \quad (4)$$

Donde:

$u_c(y)$: Incertidumbre combinada.

$u(x_i)$: Incertidumbre estándar de cada componente " x_i ".

f : Función que correlaciona los componentes x_i con el mensurando Y .

Esta expresión proviene de la Serie de Taylor de primer orden, donde se asume que todas las magnitudes son independientes entre sí.

Para la presente investigación, tomando la Ecuación 3 de la definición del mensurando, la expresión de la incertidumbre combinada de la Ecuación 4 se reduce a lo siguiente:

$$\left(\frac{u(C_{oil-i})}{C_{oil-i}} \right)^2 = \left(\frac{u(V_{gs})}{V_{gs}} \right)^2 + \left(\frac{u(P_a)}{P_a} \right)^2 + \left(\frac{u(C_{gs-i})}{C_{gs-i}} \right)^2 + \left(\frac{u(V_{oil})}{V_{oil}} \right)^2 + \left(\frac{u(T_a)}{T_a} \right)^2 \quad (5)$$

3.4.5 Cálculo de la incertidumbre expandida.

La incertidumbre expandida, es definida como un rango de valores, de los cuales, existe la probabilidad a cierto nivel de confianza, que se encuentren los posibles valores atribuidos al mensurando. Para estimar la incertidumbre expandida, se debe multiplicar la incertidumbre combinada por un “factor de cobertura” (k), y lograr expresarlo en un rango como; $[y - u_c(y) \cdot k, y + u_c(y) \cdot k]$ con una alta probabilidad, suponiendo que el mensurando presenta una distribución normal (JCGM, 2008).

Tabla 7.

Valor del factor de cobertura “k” para nivel de confianza “p” suponiendo una distribución normal.

Nivel de confianza p (%)	Factor de cobertura k
68.27	1.000
90.00	1.645
95.00	1.960
95.45	2.000
99.00	2.576
99.73	3.000

Nota: Adaptado de (JCGM, 2008, p. 70).

En el presente estudio, se va a considerar el valor de $k = 2$, con el fin de obtener un nivel de confianza del 95.45%, para una distribución estadística normal.

3.5 Análisis económico.

Para el análisis económico, se evaluó el comparativo de los costos entre el material de referencia importado y el MRI, tomando como referencia un año de producción de ensayos de gases disueltos en aceite.

El costo del material de referencia importado se obtiene de una cotización solicitada a una empresa americana, fabricante de material de referencia para el ensayo de gases disueltos en aceite; el precio incluye el envase y el flete de envío desde Estados Unidos hasta Perú por vía aérea, la cantidad a cotizar será evaluada con base en un año de producción de análisis.

El costo de elaboración del MRI se obtiene de la consideración de costos que conlleva todo el proceso de elaboración; para los fines de facilitar los cálculos, los precios expresados en soles peruanos fueron cambiados a dólares americanos considerando un tipo de cambio de S/. 3.80 por un dólar americano.

Para el cálculo del costo anual de elaboración del MRI se considera que los costos de consumo de recursos como la energía eléctrica, mano de obra y alquiler del local son despreciables debido a que se utilizan los mismos recursos que el laboratorio usa para sus funciones normales; la adición de la elaboración del MRI consume muy poco recurso en comparación con el uso anual de recursos en la operación normal del laboratorio. Solo se considera la depreciación de los equipos e instrumentos adicionado a los costos de consumibles y reactivos.

Para la importación de un Material de Referencia (MR), se considera un año de producción de análisis con un promedio anual de 144 lotes de ensayos; por cada lote se requiere realizar dos ensayos del MR como mínimo, lo que da un total de 288 ensayos. La presentación del Material de Referencia importado es en jeringas de vidrio de 50 mL, por cada jeringa se pueden efectuar como máximo cuatro ensayos; por lo tanto, el promedio anual de jeringas requeridas es de 72 (cotización presente en el Anexo 3).

3.6 Evaluación de los requerimientos para el procesamiento del MRI de acuerdo a la ISO Guide 80.

Según la ISO Guide 80 (2014), los pasos o requerimientos para el procesamiento del MRI son los mostrados en la figura 10.

Figura 10. *Requerimientos para el procesamiento del MRI.*



Nota: Adaptado de la ISO Guide 80 (p.3, 2014). Pasos claves en la preparación de un material de control de calidad típico.

3.6.1 Especificación del material.

La ISO Guide 80 (2014), recomienda que el criterio para la especificación y selección del material para la elaboración del MRI, debe ser lo más cercano posible a una muestra real, por lo tanto; en el estudio, se consideró como matriz para la elaboración del MRI al aceite mineral aislante, que es la misma matriz de las muestras a analizar.

3.6.2 Fuentes del material.

La ISO Guide 80 (2014), recomienda utilizar fuentes de material líquidas por su facilidad en homogenizar al espécimen de estudio, y en cantidades adecuadas para que permitan elaborar los MRI las veces que sean necesarias, recomienda también, prevenir la contaminación de sustancias que podrían interferir potencialmente con el proceso de medición, por lo tanto; en el estudio, se consideró

como fuente de material, un cilindro de aceite aislante mineral nuevo equipado con un desecador en la entrada de respiración de aire, con la finalidad de evitar el ingreso de humedad al interior del cilindro en el momento que el aceite es extraído.

3.6.3 Subdivisión y empaçado.

La ISO Guide 80 (2014), recomienda tener una cuidadosa consideración en la elección del contenedor adecuado para el MRI, si un contenedor no adecuado es utilizado, el MRI puede degradarse rápidamente. El tipo de contenedor a utilizar debe asegurar una estabilidad al MRI para que sea almacenado en el periodo de tiempo adecuado para que el MRI sea utilizado sin perder sus propiedades. Se debe evitar contenedores que sean susceptibles al contacto con el MRI. Para el estudio, se consideró el uso de jeringas de vidrio de 100 mL como contenedor del MRI, debido a que, las jeringas de vidrio son las más recomendadas para contener aceites minerales aislantes, y además ofrecen una hermeticidad para evitar posibles contaminaciones externas o pérdidas de gas disuelto durante su almacenamiento (ASTM D923, 2023).

En el caso de la subdivisión, para el estudio, no es aplicable, ya que el MRI se prepara dentro de la misma jeringa de vidrio de 100 mL, solo se consideró una subdivisión del aceite mineral aislante desgasificado en la etapa de la desgasificación del blanco, en cuyo caso la subdivisión, se realizó desde el matraz de 500 mL hasta las jeringas de vidrio de 100 mL, previa presurización con un gas inerte como el Argón, este proceso se llevó a cabo con todos los cuidados necesarios para evitar la contaminación con aire atmosférico al aceite mineral aislante.

3.6.4 Evaluación de la homogeneidad.

La ISO guide 80 (2014), recomienda evaluar el nivel de la homogeneidad de tal forma que, el nivel de heterogeneidad debería resultar en el efecto más pequeño en la medición de los resultados. Para un candidato a MRI que ha sido subdividido

en alícuotas independientes, es importante identificar cualquier desviación de las propiedades entre las alícuotas, para matrices complejas, la evaluación de la homogeneidad debe ser muy rigurosa, es preferible utilizar matrices líquidas, estas facilitan la homogeneidad de las propiedades. Se debe llevar a cabo una evaluación estadística con datos suficientes de los ensayos, que permita identificar desviaciones significativas a niveles de probabilidades altos. La homogeneidad se evalúa en dos aspectos; homogeneidad entre unidades y homogeneidad dentro de las unidades, la homogeneidad entre unidades refleja la variación de los resultados de las mediciones en cada unidad del material. La homogeneidad dentro de la unidad se refleja en el tamaño mínimo de la submuestra que es representativa de toda la unidad. Debe confirmarse que los tamaños de muestra utilizados habitualmente en el análisis diario son mayores o al menos iguales a este tamaño.

Para el estudio, la evaluación de homogeneidad se realizó, entre jeringas y dentro de jeringas, sometiendo los resultados a un análisis de varianza ANOVA.

3.6.5 Caracterización.

La ISO Guide 80 (2014), indica que, el objetivo del MRI es supervisar los procesos de medición para detectar cambios, por lo tanto, recomienda caracterizar al MRI utilizando la media global derivada del estudio de homogeneidad añadiendo la desviación estándar de estos valores, con la finalidad de establecer los límites de alerta y acción en las gráficas de control.

La ISO/IEC 17034 (2017), para el proceso de caracterización y valor asignado, recomienda en el punto 7.12.3 seleccionar una estrategia de caracterización apropiada para el propósito del uso del MR, en la nota uno de esta norma, se enumeran 5 estrategias desde el apartado a) hasta el apartado e).

Para el estudio, se ha considerado las recomendaciones de las ISO/IEC 17034:2017, debido a que, dentro de sus estrategias de caracterización, incluyen la

imparcialidad del proceso. Dentro de las cinco estrategias propuestas por esta norma, se han descartado las estrategias b) y c), debido a que, en el Perú, en el periodo de tiempo, el cual fue realizado el estudio, no existía un laboratorio competente (acreditado por la ISO/IEC 17025:2017) que realice el ensayo de gases disueltos en aceites aislantes, y también se descarta la estrategia d), debido a que, en el Perú, no existe un MR comercial con similares características al MRI elaborado, del cual transferir su valor. Entonces, se han considerado las estrategias; a) se utilizó un único procedimiento de medición de referencia (ASTM D3612) y e) la caracterización se basó en el volumen de los ingredientes utilizados en la preparación del MRI, el cual fue 1 mL de inyección de gas estándar, realizando el cálculo con la Ecuación 3 según el Anexo A1.2.7 de la norma ASTM D3612. Con la finalidad de asegurar la imparcialidad del proceso, se designó a una persona para la elaboración del MRI, a otra persona para la ejecución de los ensayos y a una tercera persona para la evaluación de todos los resultados y cálculos.

3.6.6 Valor asignado.

Como se ha descrito en la estrategia de caracterización del MRI, el valor asignado será producto del cálculo teórico de la concentración para cada gas disuelto en cada jeringa preparada, siguiendo la Ecuación 3 del presente estudio, el resultado de dicho cálculo se muestra en la Tabla 9. Para el valor asignado, se considera la media de las concentraciones calculadas correspondientes a las cuatro jeringas preparadas, adicional a ello, se declara la incertidumbre correspondiente al proceso de elaboración en la Tabla 10.

3.6.7 Evaluación de la estabilidad.

La ISO Guide 80 (2014), recomienda que la evaluación de la estabilidad sea enfocada en el almacenamiento del MRI, ya que, este material no será trasladado fuera de las instalaciones del laboratorio, no es necesario realizar pruebas de

degradación para el transporte, también recomienda no realizar una evaluación de estabilidad en un periodo de tiempo muy largo, ya que, este proceso es costoso y demanda mucho tiempo, para asegurar la estabilidad, el laboratorio debe comprobar mediante un estudio estadístico, que no existan variaciones significativas en el periodo de tiempo de almacenamiento establecido.

Para el estudio, se realizó la evaluación de estabilidad, considerando un tiempo de almacenamiento máximo de tres meses, debido a que los MRI preparados, se encuentran en jeringas de 100 mL, solo permite realizar la evaluación del control de calidad de tres a cuatro lotes de muestras, en la empresa TJH2B, el volumen de muestras para el ensayo de gases disueltos en aceite aislante, ronda en promedio las 120 muestras mensuales, considerando lotes de ensayo de 20 muestras por día, se obtiene 6 lotes de trabajo al mes, por lo tanto; una jeringa de 100 mL, se consumiría en un mes como máximo. Los resultados del estudio de estabilidad realizados a través del análisis de varianza ANOVA, arrojaron resultados satisfactorios

3.6.7.1 Periodo de vigencia.

El estudio de estabilidad fue realizado en el periodo de tres meses, encontrándose satisfactorio para el análisis de varianza ANOVA, por lo tanto, para el MRI elaborado, se puede considerar como tiempo de vigencia del MRI el periodo de tres meses desde la fecha de elaboración, tiempo suficiente para poder consumirlo, ya que el volumen de la jeringa es de 100 mL, y para realizar un ensayo de cromatografía de gases, se requiere entre 10 a 15 mL según el método ASTM D3612 (2017), es decir; que una jeringa de 100 mL, puede ser utilizada para realizar de seis a ocho ensayos, recordando que por cada lote de muestras se deben analizar por duplicado el MRI con la finalidad de calcular el %RSD, por lo tanto; una jeringa de 100 mL, puede ser utilizada para evaluar el control de calidad de tres a cuatro lotes de muestras.

3.6.8 Documentación e información del MRI.

La ISO Guide 80 (2014), recomienda etiquetar adecuadamente los MRI elaborados, así como también mantener la información disponible al usuario sobre:

- Nombre y descripción del material.
- Numero de referencia o número de lote.
- Fecha de preparación.
- Uso previsto del material y cualquier información para su uso.
- Valor asignado con unidades de medida y desviación estándar o incertidumbre en caso aplique.
- Información de trazabilidad sobre los materiales o fuentes utilizadas para la preparación del MRI
- Cantidad mínima de material requerido para alcanzar resultados consistentes.
- Instrucciones de almacenamiento.
- Información del tiempo de vida útil.
- Cualquier información de seguridad aplicada a los usuarios.

Para el estudio, toda la información descrita se encuentra disponible en los registros de preparación de los MRI, se adjunta una hoja informativa de los MRI en el Anexo 5

3.6.9 Almacenamiento.

La ISO Guide 80 (2014), recomienda almacenar los lotes preparados de MRI en condiciones que garanticen su inalterabilidad, asegurando que los contenedores individuales estén bien cerrados y alejados de condiciones extremas de calor, luz y humedad. El almacenamiento en condiciones de oscuridad a la temperatura adecuada, suele ser el aspecto clave para garantizar la estabilidad a largo plazo.

Para el estudio se tomó como referencia la norma ASTM D923 (2023), “Practica estándar para el muestreo de líquidos aislantes eléctricos”, y la norma internacional IEC 60475 (2022), “Método de muestreo para líquidos aislantes”, los cuales recomiendan almacenar las jeringas que contienen aceite con gas disuelto en cajas de cartón, con la finalidad de protegerlas de la luz, ya que se ha confirmado experimentalmente, que el aceite expuesto a la luz ambiental por periodos de tiempo prolongados, generan una reacción química de oxidación con el oxígeno disuelto que presenta, generando hidrocarburos y óxidos de carbono. Para el almacenamiento del MRI, se utilizó unas cajas de cartón del tamaño adecuado para la jeringa de 100 mL, con la finalidad de proteger al MRI de la exposición a la luz solar, y teniendo en cuenta que al momento de manipular el MRI, se debe guardar después de su uso, en el periodo de tiempo más breve y evitar tiempos prolongados de exposición a la luz solar.

Capítulo IV. Análisis y discusión de resultados

4.1 Concentración calculada del MRI y su incertidumbre.

Para el cálculo de la concentración del MRI se anotó las condiciones ambientales a las cuales fueron preparados los MRI; en la Tabla 8, se muestra las condiciones ambientales de presión y temperatura ambientales, expresados en mmHg y K, respectivamente.

Tabla 8.

Condiciones ambientales en la preparación de los MRI.

MRI	Fecha de Preparación	Pa (mmHg)	Ta (K)
MRI-220615-J1	15/06/2022	762.8	294.9
MRI-220809-J1	09/08/2022	762.5	292.5
MRI-220615-J2	15/06/2022	762.8	294.9
MRI-220809-J2	09/08/2022	762.5	292.5
MRI-220615-J3	15/06/2022	762.8	293.4
MRI-220809-J3	09/08/2022	762.7	295.1
MRI-220615-J4	15/06/2022	762.8	293.4
MRI-220809-J4	09/08/2022	762.7	295.1

Nota: Las condiciones ambientales, son consideradas como el promedio registrado durante el día de preparación. Elaboración propia.

Se observa que las condiciones ambientales son similares para los días de preparación, la temperatura es el parámetro que más variación presenta, pero no es significativa.

Entre las consideraciones para el cálculo de la concentración de cada MRI, se toma en cuenta que todas las jeringas que almacenan los MRI son de 100 mL de volumen nominal; el volumen de inyección del gas patrón es de 1 mL y se asume que la totalidad del gas inyectado se ha disuelto en el aceite. Para el caso de los gases

O₂, N₂ y CO₂. se debe considerar adicionar la concentración calculada, con la concentración del blanco de aceite de cada jeringa para una mejor estimación de la concentración real de estos gases; en la Tabla 9, se presenta las concentraciones de los MRI calculadas expresados en ppmv, las concentraciones de O₂, N₂ y CO₂ ya fueron adicionadas con su respectiva concentración de blanco.

Tabla 9.

Concentración calculada de los MRI, en ppmv.

MRI	H₂	O₂	N₂	CO₂	C₂H₂	C₂H₄	C₂H₆	CH₄	CO
MRI-220615-J1	139	1836	7538	280	93	94	94	95	59
MRI-220809-J1	140	1841	7715	282	94	95	95	96	59
MRI-220615-J2	139	1907	7894	283	93	94	94	95	59
MRI-220809-J2	140	1852	7815	283	94	95	95	96	59
MRI-220615-J3	140	1859	7539	281	93	94	94	95	59
MRI-220809-J3	139	1834	7681	280	93	94	94	95	58
MRI-220615-J4	140	1809	7682	282	93	94	94	95	59
MRI-220809-J4	139	1834	7691	281	93	94	94	95	58
Media	140	1848	7694	282	93	94	94	95	59

Nota: Concentraciones calculadas utilizando la Ecuación 3. Elaboración propia.

Se puede observar que, debido a las condiciones ambientales similares, las concentraciones de los gases disueltos del MRI, son similares; por ello, es importante en lo posible preparar todas las jeringas en un mismo día o en dos días como máximo, para que las condiciones ambientales no sean tan variables y se pueda mantener la evaluación del control de calidad por un periodo más largo.

La incertidumbre del MRI, se calcula siguiendo los pasos descritos en el capítulo anterior y, con más detalle, su desarrollo se muestra en el Anexo 1. En la Tabla 10, se observa la incertidumbre para cada jeringa preparada, expresada en ppm; es importante resaltar que la incertidumbre de los gases O₂, N₂, y CO₂. fue

estimada considerando la adición de la concentración del blanco de aceite para cada jeringa.

Tabla 10.

Incertidumbre promedio estimada del MRI, en ppmv.

Componente:	H ₂	O ₂	N ₂	CO ₂	C ₂ H ₂	C ₂ H ₄	C ₂ H ₆	CH ₄	CO
<i>U(C_{oil}) (ppm):</i>	±2.8	±53.0	±115.4	±6.4	±2.2	±2.2	±2.2	±3.0	±2.0

Nota: Incertidumbre expandida a un valor de k=2 y un 95.45% de nivel de confianza. Elaboración propia.

Se puede observar que la mayor incertidumbre se encuentra en los gases atmosféricos debido a la influencia del blanco del aceite. Es decir, que se debe de controlar con mayor énfasis el proceso de desgasificación del aceite para así poder reducir esta incertidumbre.

4.2 Concentración medida del MRI.

La concentración medida del MRI se refiere a la concentración obtenida del ensayo de gases disueltos en aceite. Se realizaron ensayos tanto de los blancos de aceite como de los MRI elaborados, los blancos de aceite se analizaron el mismo día en que la jeringa del MRI fue preparada; y, para los MRI ya elaborados, se analizaron en grupos de dos ensayos por día, empezando con la jeringa J1 y culminando con la jeringa J4. Se consideraron dos lotes de preparación de jeringas, el primero en el mes de junio y el segundo, en el mes de agosto del año 2022.

4.2.1 Concentración del Blanco del MRI.

La concentración del blanco se refiere a la concentración de gases disueltos en el aceite nuevo luego de ser sometido al proceso de desgasificado para tratar de reducir al máximo posible los gases atmosféricos que podrían estar disueltos en el aceite.

En la Tabla 11. se muestra los valores de la concentración de los gases atmosféricos (expresados en ppmv) O₂, N₂ y CO₂. disueltos en el aceite.

Tabla 11.*Concentración blanco del MRI, en ppmv.*

MRI	H₂	O₂	N₂	CO₂	C₂H₂	C₂H₄	C₂H₆	CH₄	CO
MRI-220615-J1	0	1697	4750	91	0	0	0	0	0
MRI-220809-J1	0	1701	4905	92	0	0	0	0	0
MRI-220615-J2	0	1768	5106	94	0	0	0	0	0
MRI-220809-J2	0	1712	5005	93	0	0	0	0	0
MRI-220616-J3	0	1719	4736	91	0	0	0	0	0
MRI-220810-J3	0	1695	4895	92	0	0	0	0	0
MRI-220616-J4	0	1669	4879	92	0	0	0	0	0
MRI-220810-J4	0	1695	4905	93	0	0	0	0	0
Media	0	1707	4898	92	0	0	0	0	0

Nota: Elaboración propia.

Se puede observar que, a pesar de que el aceite fue sometido a una agitación magnética y succión por vacío, no se logra eliminar la cantidad de gases atmosféricos disueltos en el aceite, pero se mantiene en niveles casi estables.

4.2.2 Concentración detectada en las Jeringas.

Las concentraciones detectadas en las jeringas J1, J2, J3 y J4 se encuentran expresadas por día de ensayo y se muestran en el Anexo 2 de la presente investigación.

4.3 %RSD del MRI por día de ensayo.

En la Tabla 12. se muestra el %RSD (indicador del Control de Calidad Interno) por día de ensayo considerando las 4 jeringas.

Tabla 12.*%RSD por día de ensayo.*

Fecha	H ₂	O ₂	N ₂	CO ₂	C ₂ H ₂	C ₂ H ₄	C ₂ H ₆	CH ₄	CO
15/06/2022	6.7	2.3	2.0	1.2	2.6	3.1	2.3	2.8	5.3
17/06/2022	8.0	1.2	1.8	2.4	3.4	2.2	2.2	2.3	4.2
21/06/2022	5.7	1.5	2.2	1.5	3.0	4.0	4.1	4.2	3.3
24/06/2022	6.4	2.1	2.1	2.4	3.2	4.0	3.1	3.9	4.9
08/07/2022	5.7	2.4	1.7	3.0	2.1	3.8	4.9	1.4	4.8
09/08/2022	5.1	1.5	2.9	2.6	2.7	3.6	3.4	3.2	5.4
19/08/2022	4.9	1.9	2.6	2.5	3.2	3.5	1.9	2.9	3.5
23/08/2022	7.0	2.8	1.8	2.6	3.1	3.9	3.9	4.1	4.8
02/09/2022	5.4	1.9	2.4	2.3	1.5	3.2	3.6	3.1	5.5
09/09/2022	7.4	2.9	3.1	2.8	1.6	4.3	3.2	3.6	2.2

Nota: Elaboración propia.

Como se puede apreciar, en general, el %RSD para todos los gases es menor a 10%; por lo tanto, se puede asegurar que los MRI preparados cumplen con el criterio de la ASTM D3612 método C (%RSD < 10%) y el control de calidad es satisfactorio. Se observa que el mayor %RSD se encuentra en el gas Hidrógeno.

4.4 Homogeneidad del MRI.

Para evaluar la homogeneidad, se evalúa la varianza entre y dentro de las jeringas (envases); para la varianza dentro de las jeringas, se toma la media de las varianzas de cada jeringa y para la varianza entre jeringas, se calcula la varianza entre las medias de cada jeringa.

En la Tabla 13, se muestran las varianzas de cada jeringa y la media de las varianzas (varianza dentro de jeringas). Para este cálculo, $h = 4$ jeringas y cada una

de ellas se analizó $n = 18$ veces; es decir, los grados de libertad equivalen a la siguiente expresión; $h*(n-1) = 68$.

Tabla 13.

Varianza dentro de jeringas.

Jeringa	H ₂	O ₂	N ₂	CO ₂	C ₂ H ₂	C ₂ H ₄	C ₂ H ₆	CH ₄	CO
Jeringa 1	55.8	1455.8	39537.3	56.5	7.5	14.2	13.4	10.8	6.7
Jeringa 2	77.8	1692.0	32491.0	41.0	7.6	7.0	9.4	11.1	5.8
Jeringa 3	69.2	1386.8	14438.1	41.5	7.9	11.8	6.9	7.2	9.1
Jeringa 4	78.1	1122.4	27687.1	35.8	6.8	8.7	12.5	8.6	5.8
V (dentro de jeringas)	70.2	1414.3	28538.4	43.7	7.5	10.4	10.6	9.4	6.9

Nota: Elaboración propia.

En la Tabla 14 se muestra las medias de cada jeringa y la varianza entre estas medias, multiplicado por el número de ensayos por jeringa (18 ensayos) (varianza entre jeringas). Para este cálculo, $h = 4$ jeringas; es decir, los grados de libertad equivalen a la siguiente expresión; $(h-1) = 3$.

Tabla 14.

Varianza entre jeringas.

Jeringa	H ₂	O ₂	N ₂	CO ₂	C ₂ H ₂	C ₂ H ₄	C ₂ H ₆	CH ₄	CO
Jeringa 1	137	1845	7687	280	94	95	95	96	59
Jeringa 2	135	1869	7676	280	94	95	96	96	59
Jeringa 3	137	1837	7682	279	95	95	96	95	59
Jeringa 4	137	1852	7624	278	94	95	95	94	58
V (entre jeringas)	18.0	3340.5	15328.5	16.5	4.5	0.0	6.0	16.5	4.5

Nota: Elaboración propia.

En la Tabla 15 se muestra los resultados del contraste entre el F calculado y el F tabulado, según los grados de libertad (68 y 3) y un valor de $\alpha = 0.05$ para cada gas.

Tabla 15.

Contraste F calculado y tabulado por cada tipo de gas.

Contraste	H ₂	O ₂	N ₂	CO ₂	C ₂ H ₂	C ₂ H ₄	C ₂ H ₆	CH ₄	CO
F _{calc.}	3.9	2.4	1.9	2.6	1.7	0.0	1.8	1.8	1.5
F _(68;3)	8.567	2.740	8.567	8.567	8.567	2.740	8.567	2.740	8.567

Nota: Elaboración propia.

En todos los gases, se observa que el F calculado es menor al F tabulado (68;3); es decir, la hipótesis nula es verdadera, por lo tanto, no hay variación significativa dentro y entre jeringas. En consecuencia, el MRI es homogéneo con un 95% de confianza.

4.5 Estabilidad del MRI.

Para evaluar la estabilidad, se evalúa la varianza entre y dentro de las fechas de los ensayos.

Para la varianza dentro de las fechas, se toma la media de las varianzas por fecha de ensayo del MRI sin importar el recipiente (jeringa) utilizada.

Para la varianza entre fechas se calcula la varianza entre las medias de cada una de las fechas de ensayo del MRI sin importar el recipiente (jeringa) utilizada.

En la Tabla 16, se muestra las varianzas de cada fecha de ensayo y la media de las varianzas (varianza dentro de las fechas).

Para este cálculo se ha considerado el valor de $h = 8$ (cantidad de fechas de ensayos del MRI) y el valor de $n = 8$. ya que en cada fecha se ensayó ocho veces el MRI; por lo tanto, los grados de libertad son; $h*(n-1) = 56$.

Tabla 16.*Varianza dentro de fechas de ensayo del MRI.*

Jeringa	H₂	O₂	N₂	CO₂	C₂H₂	C₂H₄	C₂H₆	CH₄	CO
15/06/2022	81.4	1908.0	23136.7	11.4	6.1	8.7	5.1	7.1	9.6
17/06/2022	118.8	455.9	19130.0	44.6	10.2	4.3	4.6	4.8	6.3
21/06/2022	60.8	725.7	28756.3	17.7	7.6	14.3	15.1	15.7	3.7
24/06/2022	81.6	1476.9	27281.1	45.1	9.4	14.3	9.1	13.7	8.6
09/08/2022	50.4	773.6	49495.6	53.7	6.4	11.4	10.3	9.1	9.9
19/08/2022	43.9	1317.0	39900.0	47.1	8.9	11.1	3.1	7.7	4.3
23/08/2022	92.7	2645.8	18811.7	55.4	8.6	13.1	13.1	15.4	8.0
02/09/2022	52.0	1232.1	34204.5	43.1	2.1	9.6	11.6	8.9	10.3
V (dentro de fechas)	72.7	1316.9	30089.5	39.8	7.4	10.9	9.0	10.3	7.6

Nota: Elaboración propia.

En la Tabla 17, se muestra las medias de cada fecha de ensayo del MRI y la varianza entre estas medias multiplicada por el número de ensayos por fecha (8 ensayos del MRI); a este producto de la multiplicación se le denomina varianza entre fechas.

Para este cálculo, se ha considerado el valor de $h = 8$ debido a la cantidad de fechas en las que se ensayó el MRI; por lo tanto, el número de grados de libertad en este caso es igual a $(h-1) = 7$.

Tabla 17.*Varianza entre fechas de ensayo del MRI.*

Jeringa	H ₂	O ₂	N ₂	CO ₂	C ₂ H ₂	C ₂ H ₄	C ₂ H ₆	CH ₄	CO
15/06/2022	136	1871	7698	279	94	95	97	95	59
17/06/2022	136	1845	7687	278	93	96	97	95	60
21/06/2022	136	1816	7589	276	93	96	96	94	58
24/06/2022	141	1854	7710	279	95	95	97	95	60
09/08/2022	139	1847	7676	278	94	94	96	94	58
19/08/2022	134	1868	7666	278	94	95	94	97	58
23/08/2022	137	1844	7683	282	95	94	94	95	59
02/09/2022	135	1864	7649	283	96	95	93	97	58
V (entre fechas)	40.6	2506.1	11309.1	42.1	8.6	4.6	20.6	10.9	6.3

Nota: Elaboración propia.

En la Tabla 18, se muestra los resultados del contraste entre el F calculado y el F tabulado, según los grados de libertad (56 y 7) y un valor de $\alpha = 0.05$ para cada gas.

Tabla 18.*Contraste F calculado y tabulado por cada tipo de gas.*

Contraste	H ₂	O ₂	N ₂	CO ₂	C ₂ H ₂	C ₂ H ₄	C ₂ H ₆	CH ₄	CO
F _{calc.}	1.800	1.900	2.700	1.100	1.200	2.400	2.300	1.100	1.200
F _(56;7)	3.310	2.178	3.310	2.178	2.178	3.310	2.178	2.178	3.310

Nota: Elaboración propia.

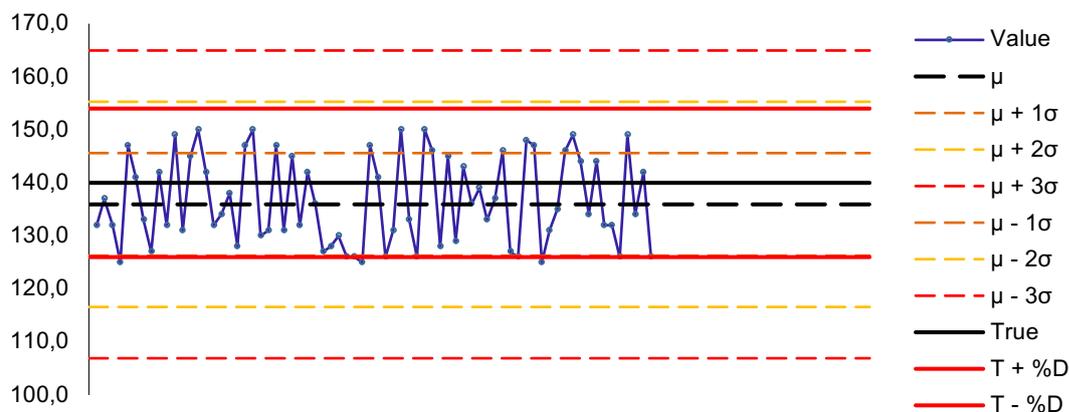
En todos los gases se observa que el F calculado es menor al F tabulado (56;7); con excepción del gas etano que se encuentra ligeramente superior. En general, la hipótesis nula es verdadera, lo que significa que no hay variación

significativa dentro y entre fechas; por lo tanto, el MRI es estable con un 95% de confianza.

4.6 Concentración calculada vs Concentración medida del MRI.

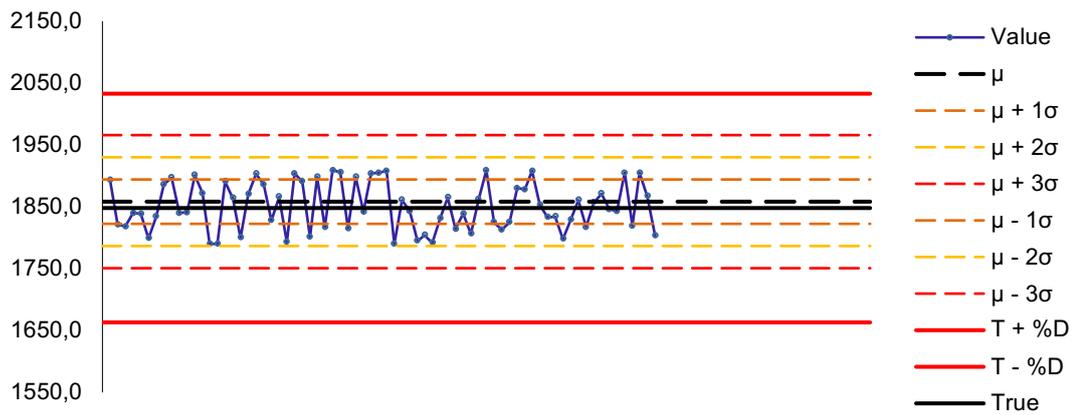
Para realizar el comparativo entre la concentración teórica vs la concentración medida por medio del ensayo de gases disueltos en aceite se construye las gráficas de control considerando todos los resultados de las jeringas del uno al cuatro. y tomando como valor “verdadero” la media de las concentraciones teóricas calculadas de las jeringas. La gráfica de control, presentará también el intervalo de las desviaciones estándar de los 16 primeros datos correspondientes a las dos primeras fechas de análisis; a continuación, se presenta nueve graficas de control correspondientes a los nueve gases de interés en este estudio.

Figura 11. Gráfica control del H_2 en ppmv.



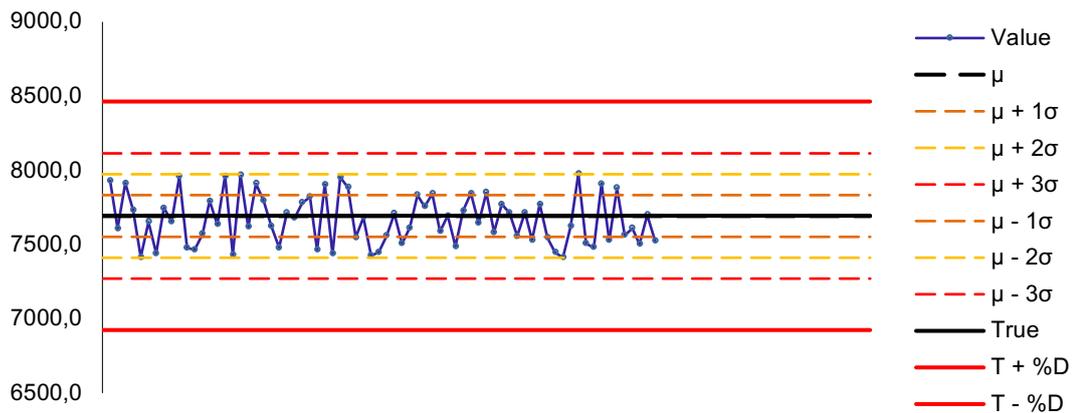
Nota: "Value" indica el valor de la medición, " μ " simboliza la media de los valores previos a la construcción de la gráfica, " σ " simboliza a la desviación estándar, "True" indica al valor teórico del MRI, "%D" representa un nivel fijado en 10%. Elaboración propia.

Figura 12. Gráfica control del O₂ en ppmv.



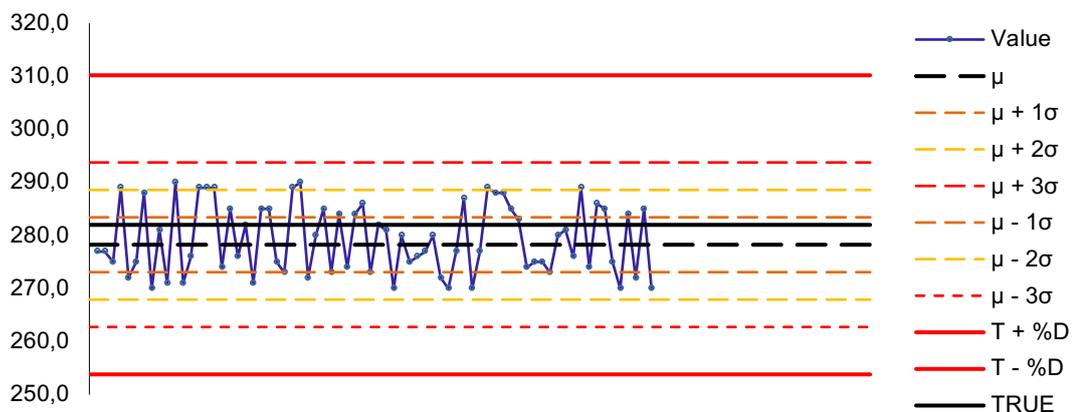
Nota: "Value" indica el valor de la medición, " μ " simboliza la media de los valores previos a la construcción de la gráfica, " σ " simboliza a la desviación estándar, "True" indica al valor teórico del MRI, "%D" representa un nivel fijado en 10%. Elaboración propia.

Figura 13. Gráfica control del N₂ en ppmv.



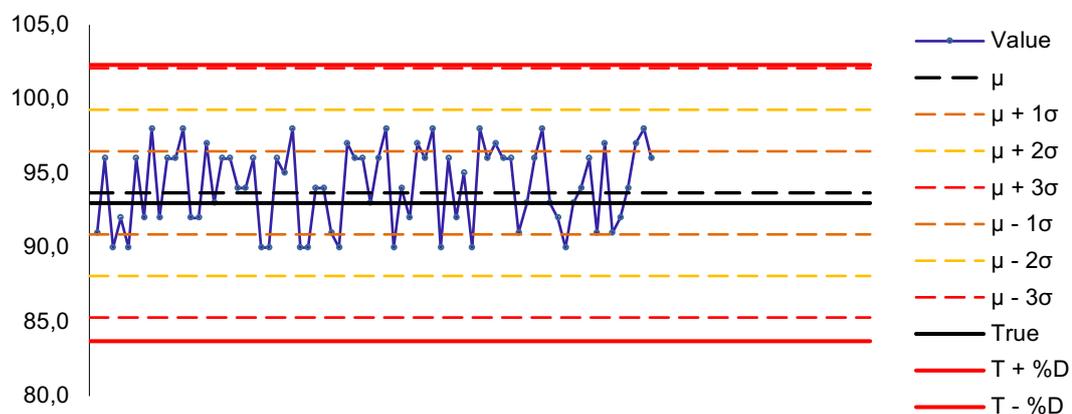
Nota: "Value" indica el valor de la medición, " μ " simboliza la media de los valores previos a la construcción de la gráfica, " σ " simboliza a la desviación estándar, "True" indica al valor teórico del MRI, "%D" representa un nivel fijado en 10%. Elaboración propia.

Figura 14. Gráfica control del CO₂ en ppmv.



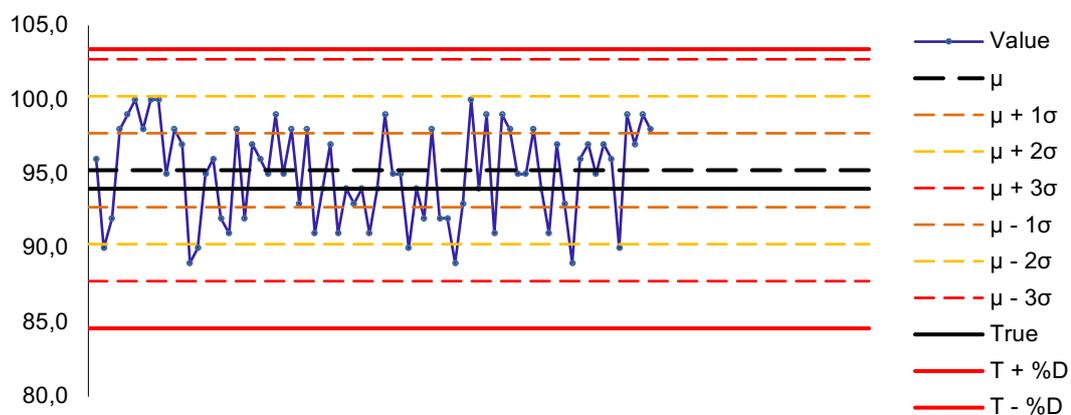
Nota: "Value" indica el valor de la medición, "μ" simboliza la media de los valores previos a la construcción de la gráfica, "σ" simboliza a la desviación estándar, "True" indica al valor teórico del MRI, "%D" representa un nivel fijado en 10%. Elaboración propia.

Figura 15. Gráfica control del C₂H₂ en ppmv.



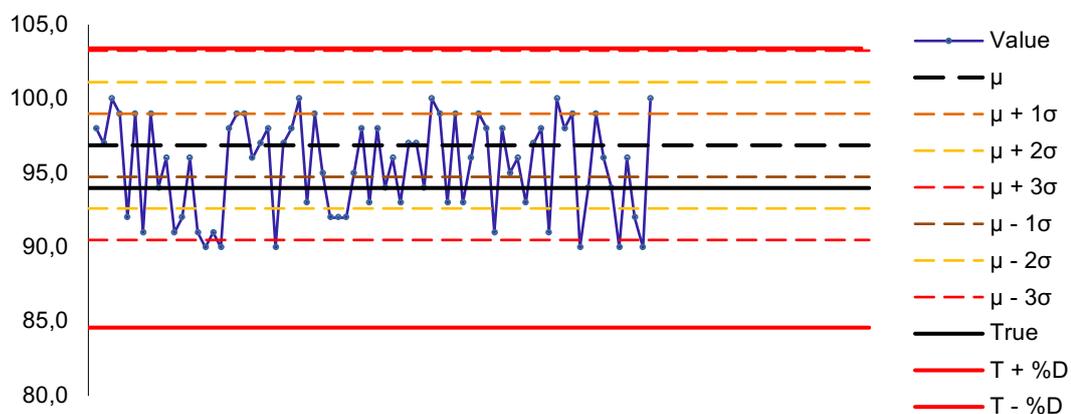
Nota: "Value" indica el valor de la medición, "μ" simboliza la media de los valores previos a la construcción de la gráfica, "σ" simboliza a la desviación estándar, "True" indica al valor teórico del MRI, "%D" representa un nivel fijado en 10%. Elaboración propia.

Figura 16. Gráfica control del C_2H_4 en ppmv.



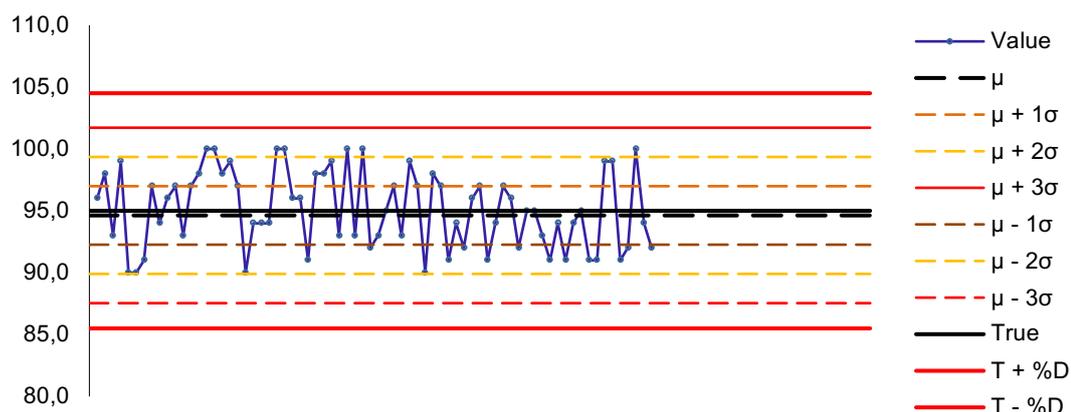
Nota: "Value" indica el valor de la medición, " μ " simboliza la media de los valores previos a la construcción de la gráfica, " σ " simboliza a la desviación estándar, "True" indica al valor teórico del MRI, "%D" representa un nivel fijado en 10%. Elaboración propia.

Figura 17. Gráfica control del C_2H_6 en ppmv.



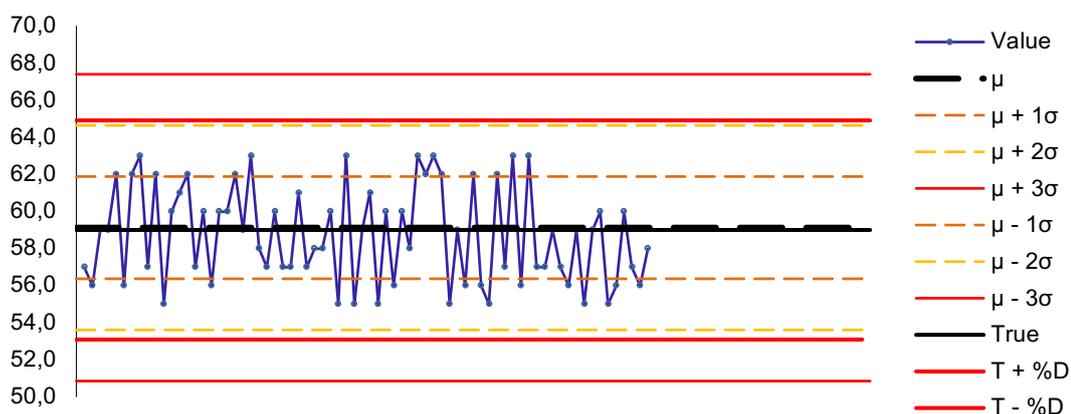
Nota: "Value" indica el valor de la medición, " μ " simboliza la media de los valores previos a la construcción de la gráfica, " σ " simboliza a la desviación estándar, "True" indica al valor teórico del MRI, "%D" representa un nivel fijado en 10%. Elaboración propia.

Figura 18. Gráfica control del CH₄ en ppmv.



Nota: "Value" indica el valor de la medición, " μ " simboliza la media de los valores previos a la construcción de la gráfica, " σ " simboliza a la desviación estándar, "True" indica al valor teórico del MRI, "%D" representa un nivel fijado en 10%. Elaboración propia.

Figura 19. Gráfica control del CO en ppmv.



Nota: "Value" indica el valor de la medición, " μ " simboliza la media de los valores previos a la construcción de la gráfica, " σ " simboliza a la desviación estándar, "True" indica al valor teórico del MRI, "%D" representa un nivel fijado en 10%. Elaboración propia.

Se puede observar que todos los gases, se encuentran dentro del $\pm 10\%$ del promedio de la concentración teórica calculada del MRI; los valores más dispersos, los presenta el gas hidrógeno.

4.7 Costo de elaboración del MRI.

En la Tabla 19, se observa los costos de los materiales e instrumentos utilizados para la elaboración del MRI; todos los datos son adaptados de documentos

y cotizaciones internas de la empresa TJH2B latina S.A.C., los cuales fueron solicitados y brindados por la empresa de forma resumida.

Tabla 19.

Costos considerados para la elaboración del MRI.

Costos de equipos e instrumentos	Unidades	Costo Unitario	Cantidad	Costo
Compresora de vacío.	un	\$2550.00	1	\$2550.00
Jeringas de vidrio de 100 mL.	kit	\$50.00	4	\$200.00
Jeringas <i>gastight</i> .	kit	\$350.00	1	\$350.00
Tapón de jebe.	un	\$5.00	1	\$5.00
Matraz Kitazato.	un	\$15.00	1	\$15.00
Magneto de agitación.	un	\$5.00	1	\$5.00
Total				\$3125.00
Costos de consumibles y reactivos.	Unidades	Costo Unitario	Cantidad	Costo
Aceite mineral aislante.	L	\$4.00	5	\$20.00
Válvulas de 3 vías.	un	\$0.30	36	\$10.80
Agujas hipodérmicas.	un	\$0.30	36	\$10.80
Gas patrón.	m ³	\$1800.00	0.2	\$360.00
Manguera de silicona de ¼".	m	\$1.00	36	\$36.00
Septas de cromatografía.	un	\$2.00	36	\$72.00
Total				\$509.60

Nota: Adaptado de documentos y cotizaciones internas de la empresa TJH2B Latina S.A.C.

Teniendo en cuenta los costos de los equipos e instrumentos, el DL N° 1488 promulgado por el Poder Ejecutivo peruano considera una depreciación anual del 20% (Diario Oficial El Peruano, 2020), se tiene entonces un costo por depreciación de equipos e instrumentos de \$625.00 que, sumados a los costos de consumibles y reactivos da un total de \$1134.60.

4.7.1 Costo de importación de un MR.

En la Tabla 20, se muestra los costos de importación de un MR fabricado por el proveedor Doble en el laboratorio Morgan Schaffer, desde los Estados Unidos hasta Lima – Perú; es decir, se considera tanto el precio del MR (Incluido cualquier cargo por transferencia interbancaria hacia el extranjero) como el flete por el transporte aéreo del MR.

Tabla 20.

Costo de importación de un MR.

Descripción	Unidades	Costo Unitario	Cantidad	Costo
Material de Referencia importado (Incluye el envase).	kit	\$250.00	72	\$18000.00
Flete vía aérea (Incluye Aduanas).	viajes	\$120.00	6	\$720.00
Total				\$18720.00

Nota: Elaboración propia.

4.7.2 Costo de elaboración del MRI vs Costo de importación de un MR.

En la Tabla 21, se presenta el costo de elaboración del MRI versus el costo de importación de un MR desde los Estados Unidos; el ahorro es calculado por la diferencia entre estos dos costos y expresado en dólares americanos, así como también en porcentaje respecto al costo de importación de un MR.

Tabla 21.

Costo del MRI vs un MR importado.

Costo del MRI (\$)	1136.60
Costo del MR importado (\$)	18720.00
Ahorro (\$)	17583.40
Ahorro (%)	93.9 %

Nota: Elaboración propia.

Se puede apreciar que el costo de MRI representa aproximadamente el 6.1% del costo de un MR importado, tomando como base un año de elaboración y un año de importación, respectivamente; significando esto un 93.9% de ahorro anual y una alta rentabilidad en caso de elaborar el MRI en el propio laboratorio.

Conclusiones

- La elaboración del material de referencia ha ocasionado un efecto positivo en el control de calidad del ensayo de gases disueltos en aceite del laboratorio TJH2B Latina S.A.C. debido a que actualmente se puede contar con un MRI con el cual compararse y que cumple con el criterio de control de calidad sugerido por la norma de ensayo ASTM D3612; hallándose un %RSD menor al 10% para los nueve gases detectados y, de esta forma, se asegura la calidad de los resultados. Además, se observa mediante las gráficas de control que la variación de la concentración medida a través del ensayo de gases disueltos en aceite del MRI se encuentra dentro del $\pm 10\%$ de su valor teórico calculado. Es decir, que el MRI elaborado ha mejorado el control de calidad del ensayo de gases disueltos en aceite.
- Se comprueba que las propiedades más importantes que debe presentar un MRI, son la homogeneidad y estabilidad, ya que, realizando la evaluación de los requerimientos para el procesamiento del MRI, la gran mayoría de estos requisitos está enfocado en asegurar estas dos propiedades. El material de referencia es estable y homogéneo, debido a que se encontró satisfactorio el análisis estadístico ANOVA para el estudio de estabilidad y homogeneidad; en ambos casos, los valores del estadístico Fischer de una cola calculado es menor a los valores del estadístico Fischer de una cola tabulado.
- Se comprueba que la elaboración del material de referencia es económicamente rentable debido a que el costo de elaboración del MRI representa aproximadamente el 6.1% del costo de un MR importado,

tomando como base un año de elaboración y un año de importación, respectivamente; significando un 93.9% de ahorro anual.

Recomendaciones

- Se recomienda elaborar un material de referencia para mejorar el control de calidad en los ensayos utilizando la misma matriz a ser analizada, con la finalidad de reducir cualquier sesgo e incertidumbre asociado a la medición del parámetro a analizar. Asimismo, evaluar el efecto sobre el control de calidad utilizando algún estadístico recomendado por la norma de ensayo y expandir el estudio de la elaboración de los materiales de referencia ya que se ha demostrado que su uso es importante para la mejora del control de calidad de los ensayos.
- Se recomienda realizar un estudio de la estabilidad y homogeneidad del material de referencia utilizando algún estadístico comparativo como es el caso del análisis estadístico ANOVA, para garantizar la idoneidad del material de referencia.
- Se recomienda la elaboración de los materiales de referencia *in house*, debido a que son más rentables en comparación a un material de referencia importado.

Referencias Bibliográficas

- American Society for Testing and Materials. (2017). *ASTM D3612 - Standard Test Method for Analysis of Gases Dissolved in Electrical Insulating Oil by Gas Chromatography*. <https://doi.org/10.1520/D3612-02R17>
- Brookman, B., & Walker, R. (1997). *Guidelines for the In-House Production of Reference Materials*.
- Cabana, R. (2021). *Preparación y evaluación de un material de referencia para la determinación de Boro e impurezas en Ácido Bórico*. Universidad Nacional de San Agustín.
- Christensen, J. (1998). *Guidelines for Preparation and Certification of Reference Materials for Chemical Analysis in Occupational Health*.
- Delgado, G. (2009). *Sistema de la calidad en los laboratorios de ensayos*. 3(2).
- Diario Oficial El Peruano. (2020). *Decreto Legislativo N° 1488*. 15–15. <https://busquedas.elperuano.pe/download/url/decreto-legislativo-que-establece-un-regimen-especial-de-dep-decreto-legislativo-n-1488-1866210-6>
- Doble. (s/f). *Ensure accurate calibration of your laboratory instruments and reliable DGA results every time*. Recuperado el 29 de marzo de 2022. de <https://www.doble.com/product-category/oil-standards/>
- Dorf, R. (1995). *Circuitos Eléctricos Introducción al análisis y Diseño* (1a ed.). Alfaomega Grupo Editor S.A.
- Ecured. (s/f). *Aceite aislante*. Recuperado el 25 de agosto de 2022. de https://www.ecured.cu/Aceite_aislante#Fuentes

- Eurachem. (2016). *La adecuación al uso de los métodos analíticos – Una Guía de laboratorio para la validación de métodos y temas relacionados*. EuroLab.
- EURACHEM / CITAC. (2012). *Cuantificación de la Incertidumbre en Medidas Analíticas*.
- European Accreditation. (2003). The Selection and Use of Reference Materials. En *EA-4/14 INF:2003*.
- Gallo, E. (2010). *Diagnóstico y Mantenimiento de transformadores en campo* (2a ed.). ECM Impresores Ltda.
- Institute of Electrical and Electronics Engineers Standard Boards. (2019). IEEE Std C57.104 *Guide for the Interpretation of Gases Generated in Mineral Oil-Immersed Transformers: Vol. Std C57.104*.
- ILAC G9. (2005). *Guía para la selección y uso de Materiales de Referencia*. Inter American Accreditation Cooperation.
- ISO 9000. (2015). *Sistemas de gestión de la calidad — Fundamentos y vocabulario*. Organization for Standardization, Switzerland.
- ISO GUIDE 80. (2014). *Guidance for the in-house preparation of quality control materials (QCMs)*. International Organization for Standardization.
- ISO/IEC 17025. (2017). *General requirements for the competence of testing and calibration laboratories*. International Organization for Standardization, Switzerland.
- Joint Committee for Guides in Metrology (JCGM). (2008). *Evaluation of measurement data-Guide to the expression of uncertainty in measurement*. www.bipm.org

- Marchezi, T., Viera, L., de Sena, R., de Castro, E., Brandao, G., & Carneiro, M. (2020). Preparation of a reference material for crude oil trace elements: Study of homogeneity and stability . *Microchemical Journal*, 155(104799).
- Miller, J. (2002). *Estadística y Quimiometría para Química Analítica* (1a ed.). Pearson Educación S.A.
- Perich, C., Álvarez, A. I., Blazquez, R., Calafell, R., Cobo del Hoyo, M. J., Cuadrado, M. A., Gutierrez, G., Jou, J. M., Morancho, J., Prada de Medio, E., Prieto, S., Ramón, F., Ricós, C., & Salas, Á. (2014). Aplicación práctica del control interno de la calidad en los procedimientos de medida cuantitativos. En *Revista del Laboratorio Clínico* (Vol. 7. Número 1. pp. 25–32). Ediciones Doyma, S.L. <https://doi.org/10.1016/j.labcli.2013.12.001>
- Prada, E., Blazquez, R., Gutiérrez-Bassini, G., Morancho, J., Jou, J. M., Ramón, F., Ricós, C., & Salas, Á. (2016). Control interno de la calidad vs control externo de la calidad. *Revista del Laboratorio Clínico*, 9(2), 54–59. <https://doi.org/10.1016/j.labcli.2016.04.003>
- Quiminet. (s/f). *Resultados de búsqueda de proveedores de Material de Referencia Certificado*. Recuperado el 21 de junio de 2022. de https://www.quiminet.com/principal/resultados_busqueda.php?N=Material+de+referencia+certificado&d=P&mkt_source=22&mkt_term=2_1&mkt_medium=121374841744&mkt_campaign=3
- Travieso, M. del C., Villoch, A., Fraga, V., & Betancourt, A. (2010. julio). Elaboración y caracterización de un material de referencia interno de fosfolípidos para métodos cromatográficos de control de calidad. *Revista Mexicana de Ciencias Farmacéuticas*, 41. 41–49. <http://www.redalyc.org/articulo.oa?id=57916078006>
- Westgard, J. O. (2007). *Assuring the right quality right* (1a ed.). Westgard QC Inc.

Westgard, J. O. (2016). *Basic QC practices : training in statistical quality control for medical laboratories* (4a ed.). Westgard QC, Inc.

World Health Organization. (1979). External quality assessment of health laboratories. En *Euro reports and Studies* (Vol. 36). Copenhagen.

Anexos

Anexo 1. Estimación de la incertidumbre del MRI.	1
Anexo 2. Resultados de los ensayos	14
Anexo 3. Cotización de la importación de un Material de Referencia.....	18
Anexo 4. Evaluación de la normalidad de datos.....	19
Anexo 5. Hoja informativa del MRI	38

Anexo 1. Estimación de la incertidumbre del MRI.

Según EURACHEM / CITAC (2012), el proceso de la estimación de la incertidumbre consta de las siguientes etapas:

Especificación del mensurando.

El mensurando se define utilizando como referencia la ecuación de cálculo teórico para las concentraciones del MRI:

$$C_{oil-i} = V_{gs} \cdot \frac{\left(\frac{P_a}{760}\right) \left(\frac{273}{T_a}\right)}{V_{oil}} \cdot C_{gs-i}$$

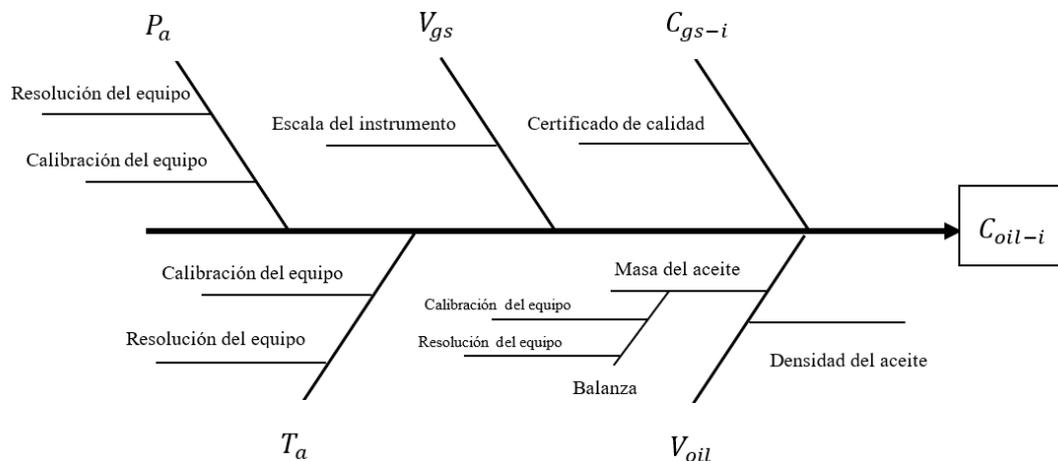
De acuerdo a esta ecuación, se define la proporcionalidad de las variables:

$$C_{oil-i} \propto V_{gs} \cdot P_a \cdot C_{gs-i} \cdot \frac{1}{V_{oil}} \cdot \frac{1}{T_a}$$

Identificación de las fuentes de incertidumbre.

Para la etapa de identificación de fuentes de incertidumbre, se presenta el siguiente diagrama de Ishikawa:

Identificación de fuentes de incertidumbre del MRI.



Fuente: Elaboración propia.

Cuantificación de la incertidumbre estándar de los componentes.

Incertidumbre estándar de P_a , $u(P_a)$:

$$u(P_a)^2 = u(res)^2 + u(cal)^2$$

La incertidumbre estándar de la resolución del equipo, se calcula asumiendo una distribución de probabilidad rectangular; por lo tanto, considerando que la unidad mínima de resolución del equipo es de 0.1 mmHg, entonces su incertidumbre se define como el semirango entre raíz cuadrada de 3:

$$u(res) = \frac{0.1/2}{\sqrt{3}} = 0.028868 \text{ mmHg}$$

La incertidumbre estándar de la calibración del equipo, se calcula dividiendo la incertidumbre declarada en el certificado de calibración, entre el factor de cobertura. Según el certificado de calibración del equipo, su incertidumbre declarada es de 0.7 mmHg, el factor de cobertura es 2.; por lo tanto,

$$u(cal) = \frac{0.7}{2} = 0.35 \text{ mmHg}$$

Reemplazando los valores calculados en la Ecuación 3.3 tenemos:

$$u(P_a)^2 = 0.028868^2 + 0.35^2 = 0.1233$$

$$u(P_a) = 0.3512 \text{ mmHg}$$

Incertidumbre estándar de T_a , $u(T_a)$:

$$u(T_a)^2 = u(res)^2 + u(cal)^2 \quad (\text{A.1})$$

La incertidumbre estándar de la resolución del equipo, se calcula asumiendo una distribución de probabilidad rectangular; por lo tanto, considerando que la unidad mínima de resolución del equipo es de 0.1 °C, entonces su incertidumbre se define como el semirango entre raíz cuadrada de 3:

$$u(res) = \frac{0.1/2}{\sqrt{3}} = 0.028868 \text{ } ^\circ C$$

La incertidumbre estándar de la calibración del equipo, se calcula dividiendo la incertidumbre declarada en el certificado de calibración, entre el factor de cobertura. Según el certificado de calibración del equipo, su incertidumbre declarada es de 0.3 °C, el factor de cobertura es 2.; por lo tanto,

$$u(cal) = \frac{0.3}{2} = 0.15 \text{ } ^\circ C$$

Reemplazando los valores calculados en la Ecuación A.1 tenemos:

$$u(T_a)^2 = 0.028868^2 + 0.15^2 = 0.0233$$

$$u(T_a) = 0.1528 \text{ } ^\circ C$$

Según el equipo, la resolución de la temperatura en la escala Kelvin es la misma que en la escala de grados Celsius, y asumiendo que la incertidumbre del certificado de calibración es la misma para ambas escalas, entonces:

$$u(T_a) = 0.1528 \text{ } K$$

Incertidumbre estándar de V_{gs} , $u(V_{gs})$:

La escala de la jeringa *gastight* de 1 mL utilizada en este estudio para la inyección de gas al aceite es de 0.01 mL; por lo tanto, asumiendo una distribución de probabilidad rectangular y que la incertidumbre por la dilatación del vidrio de la jeringa es despreciable, la incertidumbre estándar se define como el semirango entre la raíz cuadrada de 3:

$$u(V_{gs}) = \frac{0.01/2}{\sqrt{3}} = 0.0029 \text{ } ml$$

Incertidumbre estándar de C_{gs-i} , $u(C_{gs-i})$:

El certificado de calidad del gas estándar utilizado declara la incertidumbre expandida; para cada componente, le corresponde una incertidumbre expandida del certificado de calidad, $U(Cert)_i$. Según el certificado, el factor de cobertura “k” es igual a 2; por lo tanto,

$$u(C_{gs-i}) = \frac{U(Cert)_i}{2}$$

Así, para cada componente “i”, se tiene las siguientes incertidumbres estándar:

Concentración del gas patrón y su incertidumbre expandida.

Componentes	Concentración Certificada (%)	Incertidumbre (%), k=2	Incertidumbre estándar (%)
C2H2	1.00	±0.02	0.01
C2H4	1.01	±0.02	0.01
C2H6	1.01	±0.02	0.01
CO2	2.03	±0.01	0.005
CH4	1.02	±0.03	0.015
H2	1.50	±0.02	0.01
CO	0.63	±0.02	0.01
N2	30.01	±0.07	0.035
O2	1.50	±0.02	0.01

Nota: Adaptado de Certificado de Análisis N°22/000052 (Linde ,2022).

Incertidumbre estándar de V_{oil} , $u(V_{oil})$:

Para el cálculo del volumen de aceite en la jeringa de 100 mL se realiza un proceso de pesaje para luego dividir por la densidad promedio del aceite mineral aislante; por lo tanto, la incertidumbre estándar se define como:

$$\left(\frac{u(V_{oil})}{V_{oil}}\right)^2 = \left(\frac{u(m)}{m}\right)^2 + \left(\frac{u(d)}{d}\right)^2$$

El cálculo de la incertidumbre estándar de la masa del aceite se define como,

$$u(m)^2 = u(res)^2 + u(cal)^2$$

La incertidumbre estándar de la resolución del equipo se calcula asumiendo una distribución de probabilidad rectangular; por lo tanto, considerando que la unidad mínima de resolución del equipo es de 0.0001 g, entonces su incertidumbre se define como el semirango entre raíz cuadrada de 3:

$$u(res) = \frac{0.0001/2}{\sqrt{3}} = 0.000029 \text{ g}$$

La incertidumbre expandida de la calibración de la balanza según su certificado se encuentra expresada como,

$$U(cal) = 2 \cdot \sqrt{1.18 \cdot 10^{-8} + 1.38 \cdot 10^{-10} \cdot m \text{ g}}$$

El certificado de calibración considera un factor de cobertura $k=2$. por lo tanto:

$$u(cal) = \sqrt{1.18 \cdot 10^{-8} + 1.38 \cdot 10^{-10} \cdot m \text{ g}}$$

Reemplazando estos valores en:

$$u(m)^2 = u(res)^2 + u(cal)^2$$

$$u(m)^2 = (0.000029)^2 + \left[\sqrt{1.18 \cdot 10^{-8} + 1.38 \cdot 10^{-10} \cdot m} \right]^2$$

$$u(m)^2 = 0.0841 \cdot 10^{-8} + 1.18 \cdot 10^{-8} + 1.38 \cdot 10^{-10} \cdot m$$

$$u(m)^2 = 1.2641 \cdot 10^{-8} + 1.38 \cdot 10^{-10} \cdot m$$

$$u(m) = \sqrt{1.2641 \cdot 10^{-8} + 1.38 \cdot 10^{-10} \cdot m} \text{ g}$$

Realizando el promedio de pesajes para el cálculo de la masa del aceite en 100 mL, se obtiene un valor de 86.7323 g, reemplazando este valor en la expresión anterior tenemos:

$$u(m) = 1.5688 \cdot 10^{-4} \text{ g}$$

Para la densidad del aceite se tomará como referencia un valor promedio calculado luego de medir la densidad cinco veces, utilizando un termómetro y un hidrómetro calibrado.

Medición de la densidad promedio del aceite.

Ensayo N°	Temp. Obs. (°C)	°API Obs.
1	21.8	30.1
2	21.7	30.1
3	22.0	30.1
4	21.6	30.2
5	21.2	30.1
Promedio	21.66	30.12
SD	0.2966	0.0447

Fuente: Elaboración propia.

Considerando los promedios de la temperatura y °API, por medio de un programa que convierte los °API a densidad o gravedad específica (*Software "Oil*

density”), se tiene que la densidad promedio del aceite mineral aislante es **0.8753 g/cm³**.

La incertidumbre estándar de la densidad (d), calculada por este método se expresa como la combinación de la incertidumbre estándar de la Temperatura (T), y la incertidumbre estándar del Hidrómetro (H):

$$\left(\frac{u(d)}{d}\right)^2 = \left(\frac{u(T)}{T}\right)^2 + \left(\frac{u(H)}{H}\right)^2$$

Para la incertidumbre estándar de la temperatura se considera la contribución de la calibración del termómetro y la repetibilidad de las mediciones (expresado como la desviación estándar de las mediciones “SD”).

$$u(T)^2 = u(rep)^2 + u(cal)^2$$

$$u(rep) = \frac{SD}{\sqrt{n}} = \frac{0.2966}{\sqrt{5}} \text{ } ^\circ\text{C} , u(cal) = \frac{0.006}{2} = 0.003 \text{ } ^\circ\text{C}$$

$$u(T)^2 = \left[\frac{0.2966}{\sqrt{5}}\right]^2 + 0.003^2$$

$$u(T) = 0.133 \text{ } ^\circ\text{C}$$

Para la incertidumbre estándar del hidrómetro, se considera la contribución de la calibración del hidrómetro y la repetibilidad de las mediciones expresado como desviación estándar.

$$u(H)^2 = u(rep)^2 + u(cal)^2$$

$$u(rep) = \frac{SD}{\sqrt{n}} = \frac{0.0447}{\sqrt{5}} \text{ } ^\circ\text{API} , u(cal) = \frac{0.05}{2} = 0.025 \text{ } ^\circ\text{API}$$

$$u(H)^2 = \left[\frac{0.0447}{\sqrt{5}}\right]^2 + 0.025^2$$

$$u(H) = 0.032 \text{ } ^\circ\text{API}$$

Reemplazando los valores de temperatura, lectura del hidrómetro y sus respectivas incertidumbres estándar:

$$\left(\frac{u(d)}{d}\right)^2 = \left(\frac{0.1327}{21.66}\right)^2 + \left(\frac{0.0316}{30.12}\right)^2$$

$$\frac{u(d)}{d} = 0.0062$$

$$u(d) = 0.0054 \text{ g/cm}^3$$

De:

$$\left(\frac{u(V_{oil})}{V_{oil}}\right)^2 = \left(\frac{u(m)}{m}\right)^2 + \left(\frac{u(d)}{d}\right)^2$$

$$\left(\frac{u(V_{oil})}{100 \text{ ml}}\right)^2 = \left(\frac{1.5688 \cdot 10^{-4} \text{ g}}{86.7323 \text{ g}}\right)^2 + \left(\frac{0.0054 \text{ g/cm}^3}{0.8753 \text{ g/cm}^3}\right)^2$$

$$u(V_{oil}) = 0.6456 \text{ ml}$$

Cálculo de la incertidumbre estándar combinada.

Una vez cuantificadas todas las fuentes de incertidumbre, procedemos a calcular la incertidumbre estándar combinada por medio de la ley de propagación de la incertidumbre.

Según:

$$C_{oil-i} \propto V_{gs} \cdot P_a \cdot C_{gs-i} \cdot \frac{1}{V_{oil}} \cdot \frac{1}{T_a}$$

Todas las variables son lineales, de primer orden e independientes entre sí; por lo tanto, la expresión de incertidumbre combinada se puede expresar como:

$$\left(\frac{u(C_{oil-i})}{C_{oil-i}}\right)^2 = \left(\frac{u(V_{gs})}{V_{gs}}\right)^2 + \left(\frac{u(P_a)}{P_a}\right)^2 + \left(\frac{u(C_{gs-i})}{C_{gs-i}}\right)^2 + \left(\frac{u(V_{oil})}{V_{oil}}\right)^2 + \left(\frac{u(T_a)}{T_a}\right)^2$$

Considerando como volumen promedio de gas inyectado igual a 1 mL, presión atmosférica promedio de 762.8 mmHg, temperatura atmosférica promedio igual a 295.8 K y un volumen promedio de aceite de 100 mL, se obtiene la Incertidumbre Combinada:

Incertidumbre combinada del MRI.

Componentes (i)	$u(V_{gs})$	$u(P_a)$	$u(C_{gs-i})$	$u(V_{oil})$	$u(T_a)$	$u(C_{oil-i})$
	mL	mmHg	ppm	mL	K	ppm
C2H2	0.0029	0.3512	100	0.6456	0.1528	1.1
C2H4	0.0029	0.3512	100	0.6456	0.1528	1.1
C2H6	0.0029	0.3512	100	0.6456	0.1528	1.1
CO2	0.0029	0.3512	50	0.6456	0.1528	1.4
CH4	0.0029	0.3512	150	0.6456	0.1528	1.5
H2	0.0029	0.3512	100	0.6456	0.1528	1.4
CO	0.0029	0.3512	100	0.6456	0.1528	1.0
N2	0.0029	0.3512	350	0.6456	0.1528	19.9
O2	0.0029	0.3512	100	0.6456	0.1528	1.4

Fuente: Elaboración propia

Para el caso específico de los gases, O2, N2 y CO2 (gases atmosféricos), se debe incluir el efecto de la incertidumbre del blanco del aceite.

Concentración del blanco del MRI.

MRI	H₂	O₂	N₂	CO₂	C₂H₂	C₂H₄	C₂H₆	CH₄	CO
MRI-J1	0	1697	4750	91	0	0	0	0	0
MRI-J2	0	1768	5106	94	0	0	0	0	0
MRI-J3	0	1719	4736	91	0	0	0	0	0
MRI-J4	0	1669	4879	92	0	0	0	0	0

Fuente: Elaboración propia.

En este caso, adicionalmente a los efectos anteriormente calculados, se debe adicionar el efecto del ensayo del blanco el cual se obtiene de la incertidumbre estándar del método de gases disueltos en aceite. Para el caso del O₂ su incertidumbre estándar es 26.5 ppm, N₂ su incertidumbre estándar es 54.1 ppm y CO₂ su incertidumbre estándar es 2.9 ppm.

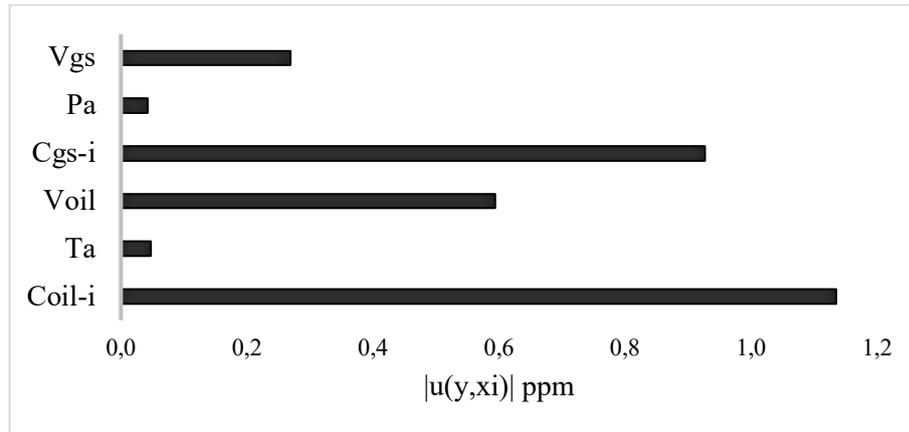
Antes de expresar la incertidumbre expandida, se debe combinar las incertidumbres del método de análisis con el calculado anteriormente para estos gases, obteniendo lo siguiente:

Incertidumbre estándar de los gases atmosféricos bajo la influencia del blanco de aceite.

Componente	$u(C_{oil-i})J1$	$u(C_{oil-i})J2$	$u(C_{oil-i})J3$	$u(C_{oil-i})J4$
O₂	26.5	26.5	26.5	26.5
N₂	57.7	57.7	57.7	57.7
CO₂	3.2	3.2	3.2	3.2

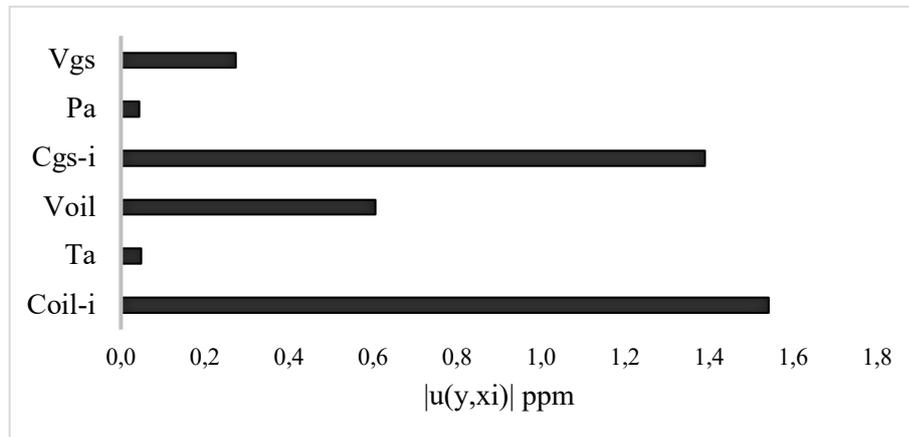
Fuente: Elaboración propia.

Contribución de la incertidumbre para C_2H_2 , C_2H_4 y C_2H_6



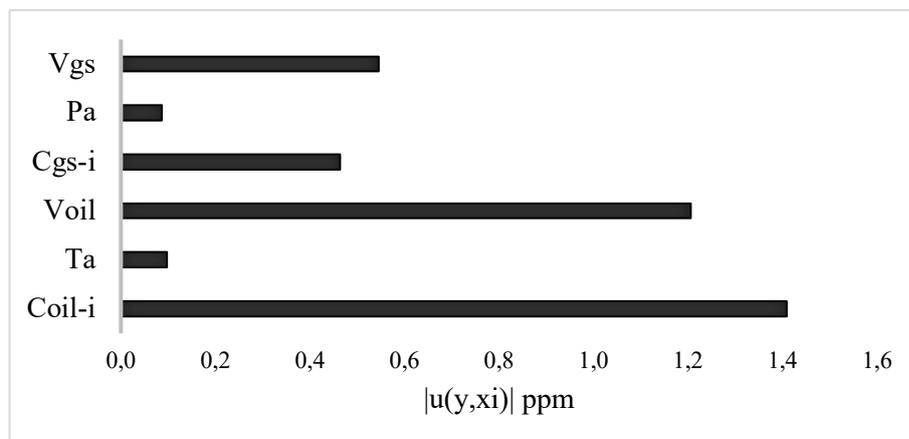
Fuente: Elaboración propia.

Contribución de la incertidumbre para CH_4



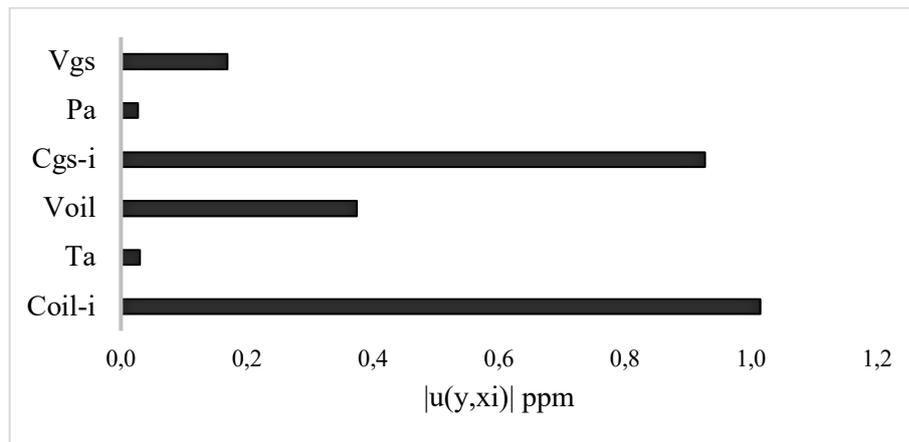
Fuente: Elaboración propia.

Contribución de la incertidumbre para H_2



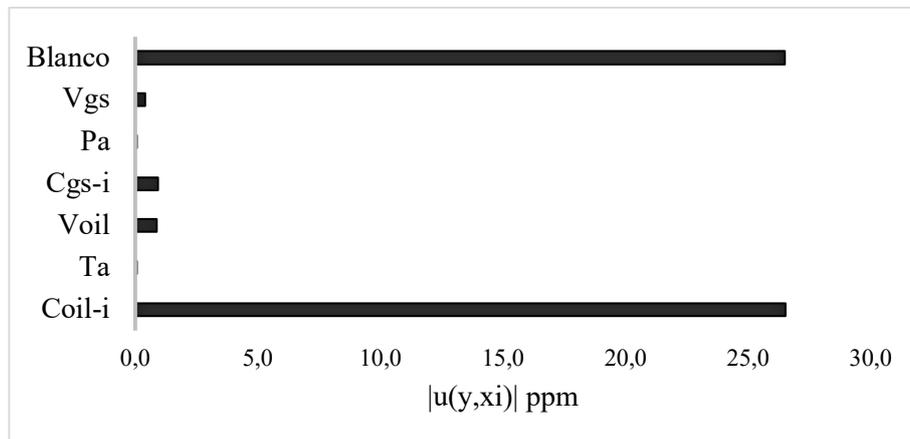
Fuente: Elaboración propia.

Contribución de la incertidumbre para CO



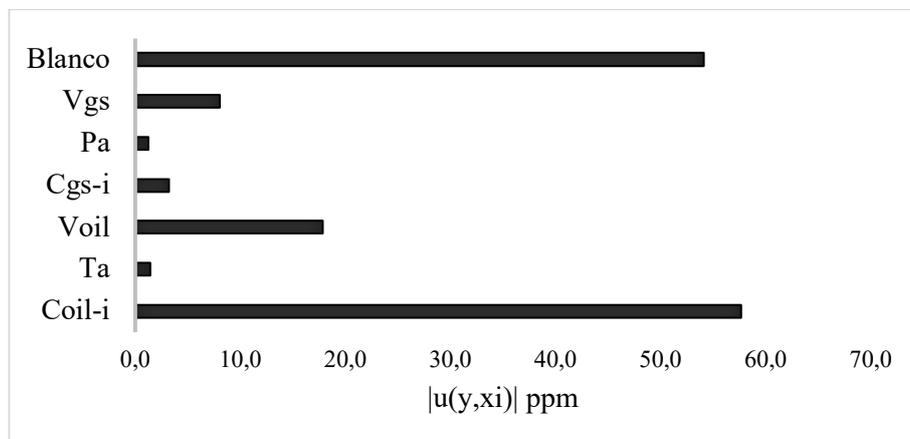
Fuente: Elaboración propia.

Contribución de la incertidumbre para O₂



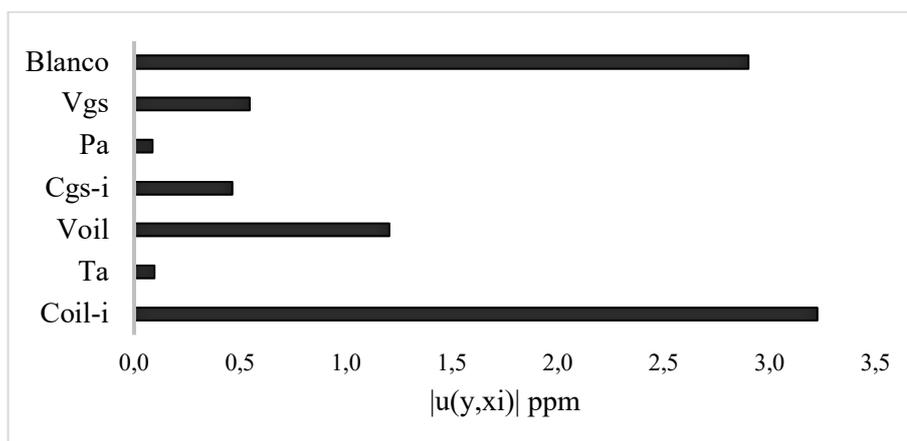
Fuente: Elaboración propia.

Contribución de la incertidumbre para N₂



Fuente: Elaboración propia.

Contribución de la incertidumbre para CO₂



Fuente: Elaboración propia.

Cálculo de la incertidumbre expandida.

La incertidumbre expandida, se obtiene multiplicando la incertidumbre combinada por el factor de cobertura, para un nivel de confianza de 95.45%, se considera un factor de cobertura $k=2$.

Incertidumbre expandida del MRI.

Componentes (i)	Concentración del MRI (ppm)	$U(C_{oil-i})$ ppm
C ₂ H ₂	93	±2.2
C ₂ H ₄	94	±2.2
C ₂ H ₆	94	±2.2
CO ₂	282	±6.4
CH ₄	95	±3.0
H ₂	140	±2.8
CO	59	±2.0
N ₂	7663	±115.4
O ₂	1853	±53.0

Fuente: Elaboración propia.

Anexo 2. Resultados de los ensayos

Resultados del ensayo para el MRI jeringa 1.

Fecha	H₂	O₂	N₂	CO₂	C₂H₂	C₂H₄	C₂H₆	CH₄	CO
15/06/2022	132	1893	7931	277	91	96	98	96	57
15/06/2022	137	1821	7609	277	96	90	97	98	56
17/06/2022	132	1818	7913	275	90	92	100	93	59
17/06/2022	125	1840	7732	289	92	98	99	99	59
21/06/2022	147	1839	7414	272	90	99	92	90	62
21/06/2022	141	1799	7653	275	96	100	99	90	56
24/06/2022	133	1834	7441	288	92	98	91	91	62
24/06/2022	127	1886	7746	270	98	100	99	97	63
08/07/2022	142	1897	7655	281	92	100	94	94	57
09/08/2022	132	1840	7959	271	96	95	96	96	62
09/08/2022	149	1841	7477	290	96	98	91	97	55
19/08/2022	131	1901	7467	271	98	97	92	93	60
19/08/2022	145	1872	7572	276	92	89	96	97	61
23/08/2022	150	1790	7793	289	92	90	91	98	62
23/08/2022	142	1790	7635	289	97	95	90	100	57
02/09/2022	132	1891	7961	289	93	96	91	100	60
02/09/2022	134	1864	7432	274	96	92	90	98	56
09/09/2022	138	1800	7968	285	96	91	98	99	60
Media	137	1845	7687	280	94	95	95	96	59
Varianza	55.8	1455.8	39537.3	56.5	7.5	14.2	13.4	10.8	6.7
%RSD	5.4	2.1	2.6	2.7	2.9	4.0	3.9	3.4	4.4

Fuente: Elaboración propia.

Resultados del %RSD del MRI jeringa 2.

Fecha	H ₂	O ₂	N ₂	CO ₂	C ₂ H ₂	C ₂ H ₄	C ₂ H ₆	CH ₄	CO
15/06/2022	128	1870	7618	276	94	98	99	97	60
15/06/2022	147	1903	7911	282	94	92	99	90	62
17/06/2022	150	1886	7794	271	96	97	96	94	59
17/06/2022	130	1828	7623	285	90	96	97	94	63
21/06/2022	131	1866	7479	285	90	95	98	94	58
21/06/2022	147	1793	7714	275	96	99	90	100	57
24/06/2022	131	1904	7679	273	95	95	97	100	60
24/06/2022	145	1891	7782	289	98	98	98	96	57
08/07/2022	132	1801	7821	290	90	93	100	96	57
09/08/2022	142	1898	7465	272	90	98	93	91	61
09/08/2022	136	1817	7904	280	94	91	99	98	57
19/08/2022	127	1909	7439	285	94	94	95	98	58
19/08/2022	128	1906	7953	273	91	97	92	99	58
23/08/2022	130	1815	7885	284	90	91	92	93	60
23/08/2022	126	1898	7548	274	97	94	92	100	55
02/09/2022	126	1842	7683	284	96	93	95	93	63
02/09/2022	125	1904	7425	286	96	94	98	100	55
09/09/2022	147	1905	7448	273	93	91	93	92	59
Media	135	1869	7676	280	94	95	96	96	59
Varianza	77.8	1692.0	32491.0	41.0	7.6	7.0	9.4	11.1	5.8
%RSD	6.5	2.2	2.3	2.3	2.9	2.8	3.2	3.5	4.1

Fuente: Elaboración propia.

Resultados del %RSD del MRI jeringa 3.

Fecha	H ₂	O ₂	N ₂	CO ₂	C ₂ H ₂	C ₂ H ₄	C ₂ H ₆	CH ₄	CO
15/06/2022	141	1908	7559	282	96	94	98	93	61
15/06/2022	126	1790	7710	281	98	99	94	95	55
17/06/2022	131	1861	7507	270	90	95	96	97	60
17/06/2022	150	1843	7613	280	94	95	93	93	56
21/06/2022	133	1795	7833	275	92	90	97	99	60
21/06/2022	126	1804	7756	276	97	94	97	97	58
24/06/2022	150	1792	7842	277	96	92	94	90	63
24/06/2022	146	1831	7588	280	98	98	100	98	62
08/07/2022	128	1865	7693	272	90	92	99	97	63
09/08/2022	145	1814	7487	270	96	92	93	91	62
09/08/2022	129	1839	7728	277	92	89	99	94	55
19/08/2022	143	1806	7844	287	95	93	93	92	59
19/08/2022	136	1862	7645	270	90	100	96	96	56
23/08/2022	139	1909	7851	277	98	94	99	97	62
23/08/2022	133	1825	7582	289	96	99	98	91	56
02/09/2022	137	1813	7772	288	97	91	91	94	55
02/09/2022	146	1825	7714	288	96	99	98	97	62
09/09/2022	127	1880	7556	285	96	98	95	96	57
Media	137	1837	7682	279	95	95	96	95	59
Varianza	69.2	1386.8	14438.1	41.5	7.9	11.8	6.9	7.2	9.1
%RSD	6.1	2.0	1.6	2.3	3.0	3.6	2.7	2.8	5.1

Fuente: Elaboración propia.

Resultados del %RSD del MRI jeringa 4.

Fecha	H₂	O₂	N₂	CO₂	C₂H₂	C₂H₄	C₂H₆	CH₄	CO
15/06/2022	126	1878	7715	283	91	95	96	92	63
15/06/2022	148	1908	7530	274	93	95	93	95	56
17/06/2022	147	1853	7772	275	96	98	97	95	63
17/06/2022	125	1833	7545	275	98	94	98	93	57
21/06/2022	131	1834	7446	273	93	91	91	91	57
21/06/2022	135	1798	7413	280	92	97	100	94	59
24/06/2022	146	1829	7623	281	90	93	98	91	57
24/06/2022	149	1861	7977	276	93	89	99	94	56
08/07/2022	144	1817	7506	289	94	96	90	95	59
09/08/2022	134	1857	7481	274	96	97	94	91	55
09/08/2022	144	1871	7908	286	91	95	99	91	59
19/08/2022	132	1846	7528	285	97	97	96	99	60
19/08/2022	132	1843	7880	275	91	96	94	99	55
23/08/2022	126	1905	7562	270	92	90	90	91	56
23/08/2022	149	1819	7611	284	94	99	96	92	60
02/09/2022	134	1905	7502	272	97	97	92	100	57
02/09/2022	142	1867	7701	285	98	99	90	94	56
09/09/2022	126	1803	7524	270	96	98	100	92	58
Media	137	1852	7624	278	94	95	95	94	58
Varianza	78.1	1122.4	27687.1	35.8	6.8	8.7	12.5	8.6	5.8
%RSD	6.4	1.8	2.2	2.2	2.8	3.1	3.7	3.1	4.2

Fuente: Elaboración propia.

Anexo 3. Cotización de la importación de un Material de Referencia.

4/7/22, 17:49

Our quote n° 226668

Our quote n° 226668

De: Techlab <techlab@morganschaffer.com>

Enviado: Mon, Jul 4, 2022 a la(s) 3:59 am

Para: 'KEVIN RODRIGUEZ' <rodriguezjh2b.com>

Hello Mr.

Here is our quote n° 226668

1- TN-016	DGA standard at 10 ppm according to ASTM D3612 +
IEC60567	250 dollars/50 ml
2- TN-106	DGA standard at 100 ppm according to ASTM D3612 +
IEC60567	250 dollars/50 ml
3- TN-506	DGA standard at 500 ppm according to ASTM D3612 +
IEC60567	250 dollars/50 ml

Shelf life of all these standards : 60 days

Please note due to the short shelf life, express courier shipment is necessary as well as shortest customs operations

Lead time : approx. 3 weeks from the receipt of your PO

Conditions : unit dealer's price in \$, shipment cost to be added according to the quantity, can also be shipped using your own express courier account number such as Fedex UPS or DHL. Minimum export order: 6 units, approximate Fedex shipping cost for a package of 6 to 12 syringes weighing approximately 2 kg = \$120 door to door.

Payment : at the order by wire transfer, Eur 40 as bank fees must be added for all countries outside Euro zone

Best rgds

Laurent Vogel
MorganSchaffer
Reference
Materials Lab.

-----Message original-----

From : KEVIN RODRIGUEZ <rodriguez@tjh2b.com>

Envoyé : vendredi 1 juillet 2022 15:47

To : Techlab <techlab@morganschaffer.com>

Objet : Quotation about True North Reference Material

Importance : Haute

Company : TJH2B

Name : KEVIN RODRIGUEZ

Location: PERU

Phone : +51994214098

Email : rodriguez@tjh2b.com

Commentary : Dear Sir or Madam.

We would like to quote for the purchase of gas-in-oil standards for DGA analysis.

Consider the shipping cost to our laboratory facilities in Lima-Peru.

Looking forward to your proposal.

Best regards.

Kevin Rodriguez

<https://webmail.emailsrvr.com/versions/webmail/19.0.16-RC/popup.php?wsid=9f2b8ad11e614b7789fdbd044aa23328-b0d8df346e1c4a309d6651...> 1/1

Fuente: Correo electrónico rodriguez@tjh2b.com

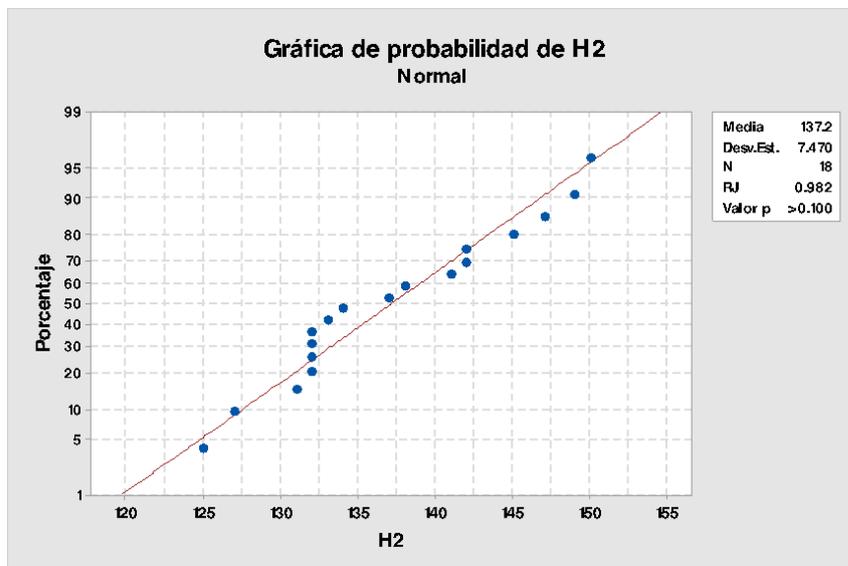
Anexo 4. Evaluación de la normalidad de datos.

Para la evaluación de la normalidad de los datos, se utilizó la prueba de Shapiro-Wilk, prueba de normalidad recomendado para tamaños de muestra menores a 50, debido a que se obtuvo 18 resultados para cada jeringa; entonces el tamaño de muestra para cada jeringa es igual a 18; por lo tanto, la prueba de Shapiro-Wilk es aplicable.

La evaluación por la prueba de Shapiro-Wilk se realizó para cada gas y por cada jeringa preparada. Se establece como hipótesis nula que los datos de la muestra están distribuidos normalmente; si el p-valor (“p-value”) es menor que el nivel de significancia (alfa = 0.05), entonces la hipótesis nula se rechaza concluyéndose que los datos no vienen de una distribución normal. Si el p-valor es mayor a alfa, se concluye que no se puede rechazar dicha hipótesis, lo que significa que los datos evaluados corresponden a una distribución normal con un 95% de confianza.

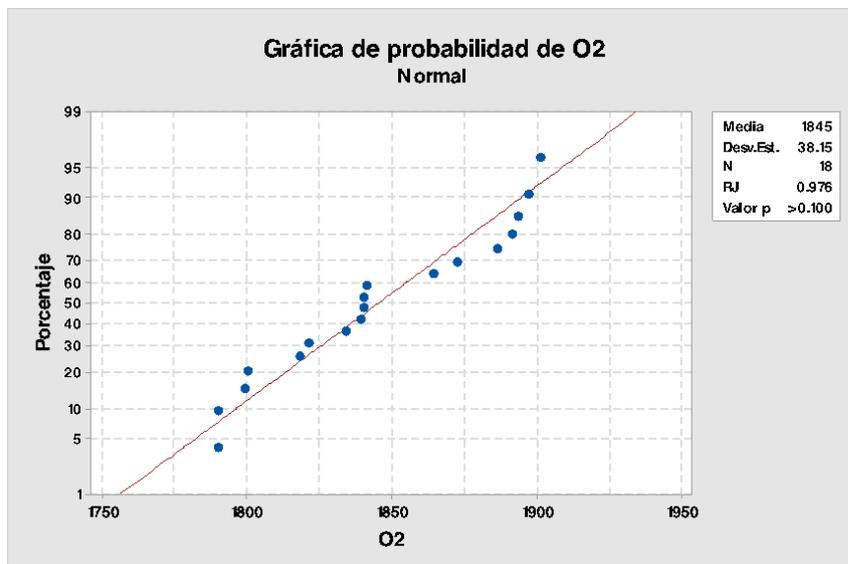
Los datos fueron evaluados a través del software Minitab 18, el cual presenta una recta de probabilidad y el conjunto de datos en la misma gráfica, con la finalidad de observar si el conjunto de datos se ajusta a la recta, también presenta los cálculos correspondientes al test y el valor de “p-value” correspondiente.

Test de Shapiro-Wilk para el H2 (Jeringa 1).



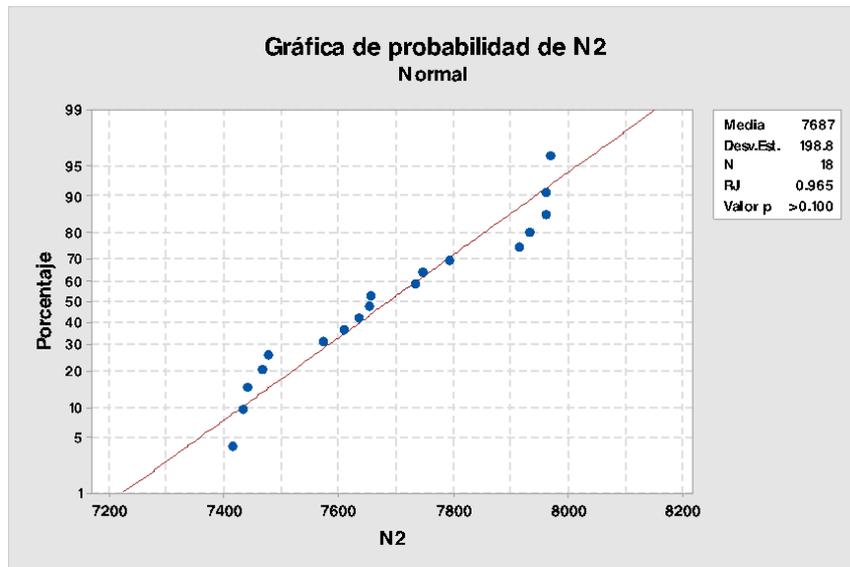
Fuente: Elaboración propia

Test de Shapiro-Wilk para el O2 (Jeringa 1).



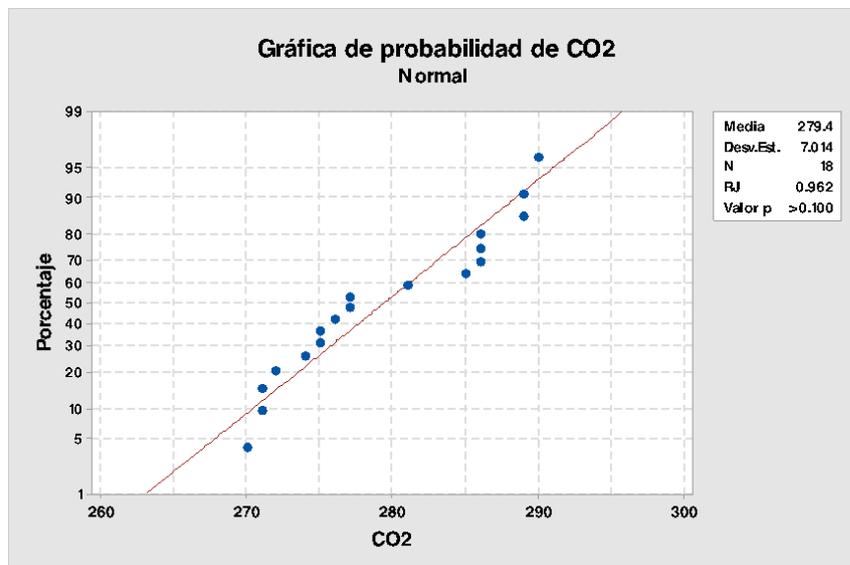
Fuente: Elaboración propia

Test de Shapiro-Wilk para el N2 (Jeringa 1).



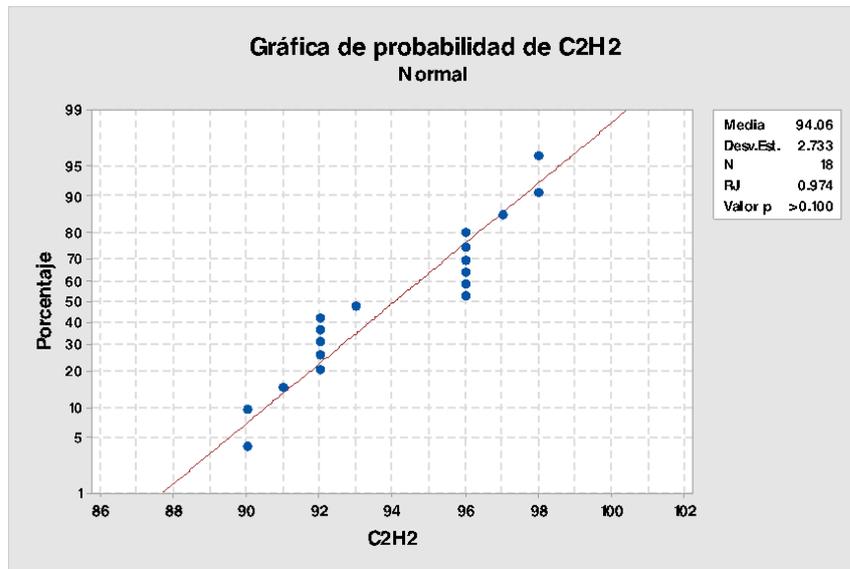
Fuente: Elaboración propia

Test de Shapiro-Wilk para el CO2 (Jeringa 1).



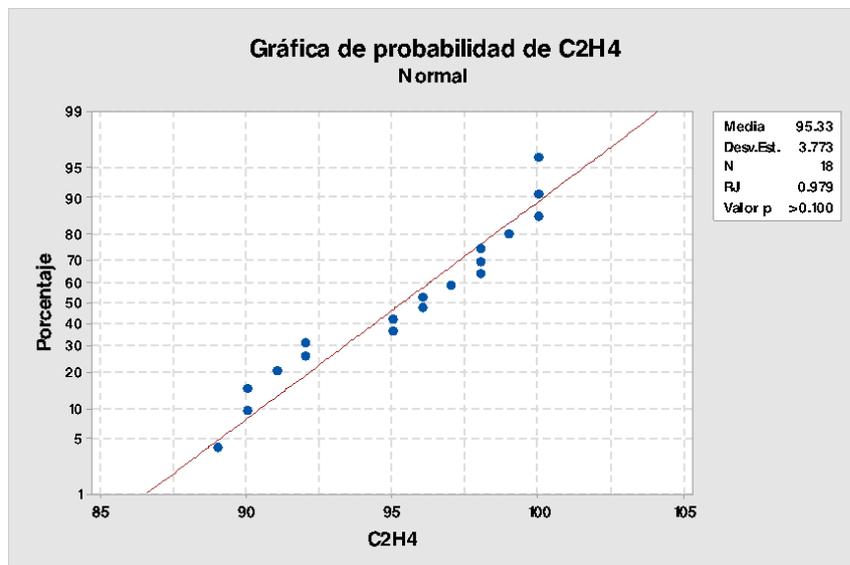
Fuente: Elaboración propia

Test de Shapiro-Wilk para el C2H2 (Jeringa 1).



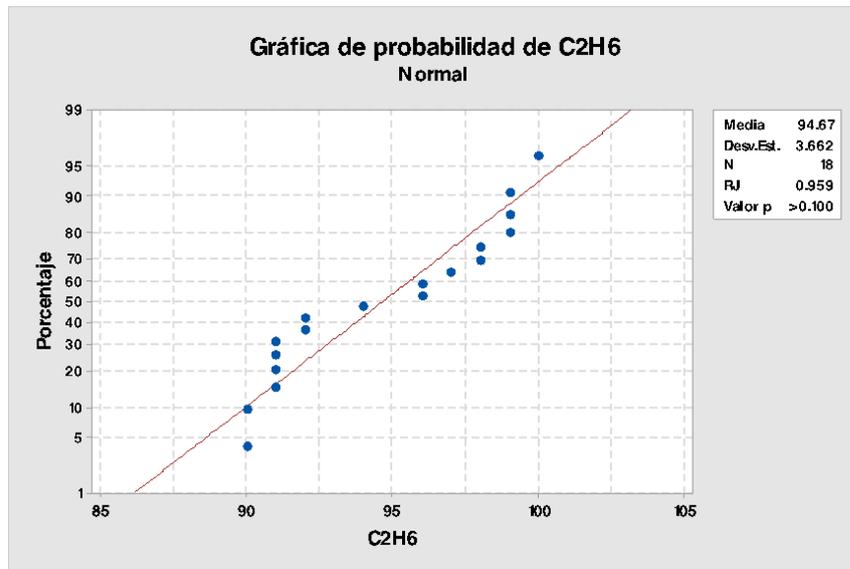
Fuente: Elaboración propia

Test de Shapiro-Wilk para el C2H4 (Jeringa 1).



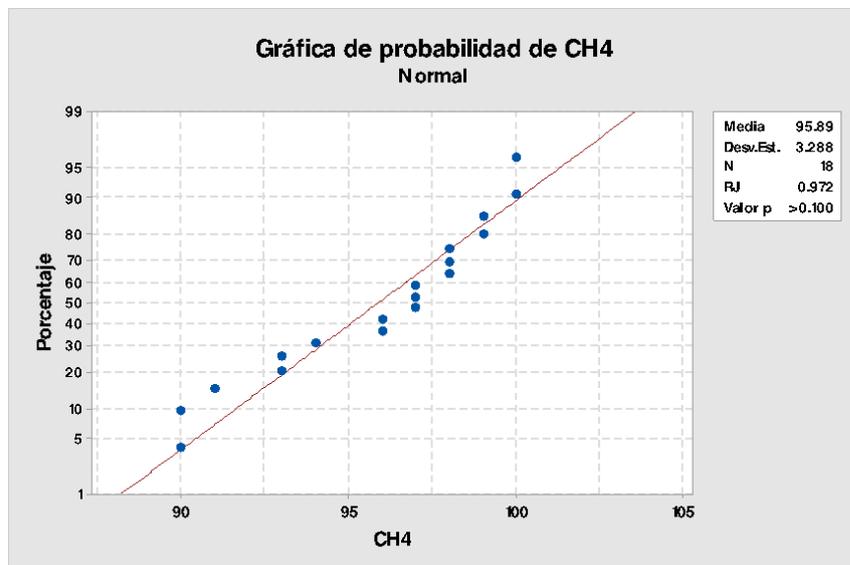
Fuente: Elaboración propia.

Test de Shapiro-Wilk para el C2H6 (Jeringa 1).



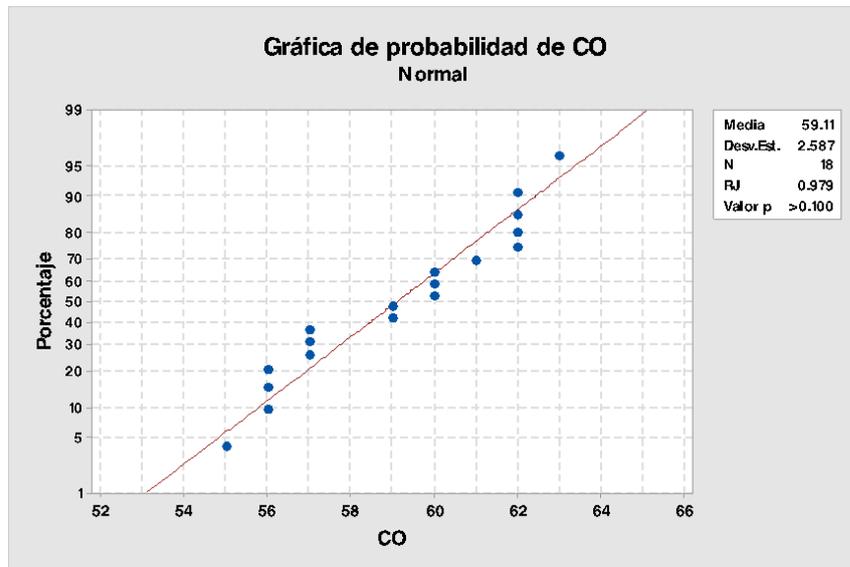
Fuente: Elaboración propia.

Test de Shapiro-Wilk para el CH4 (Jeringa 1).



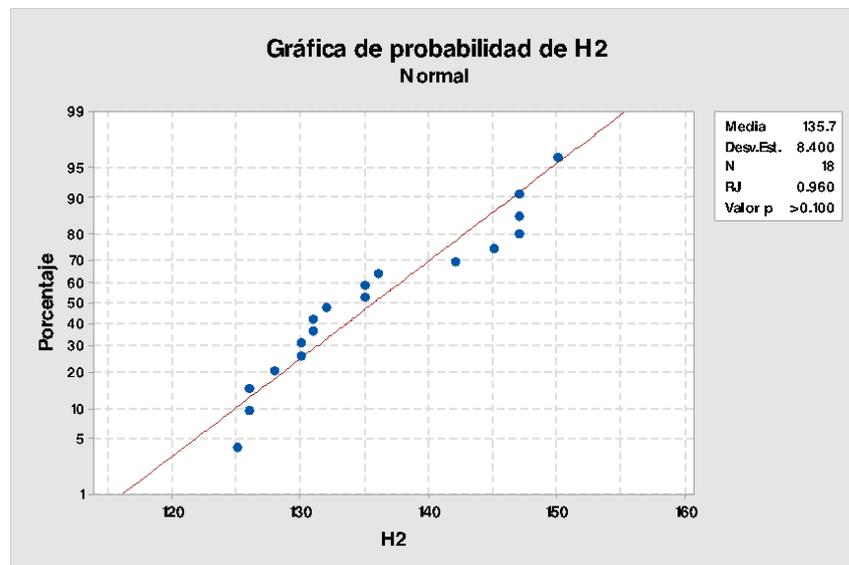
Fuente: Elaboración propia.

Test de Shapiro-Wilk para el CO (Jeringa 1).



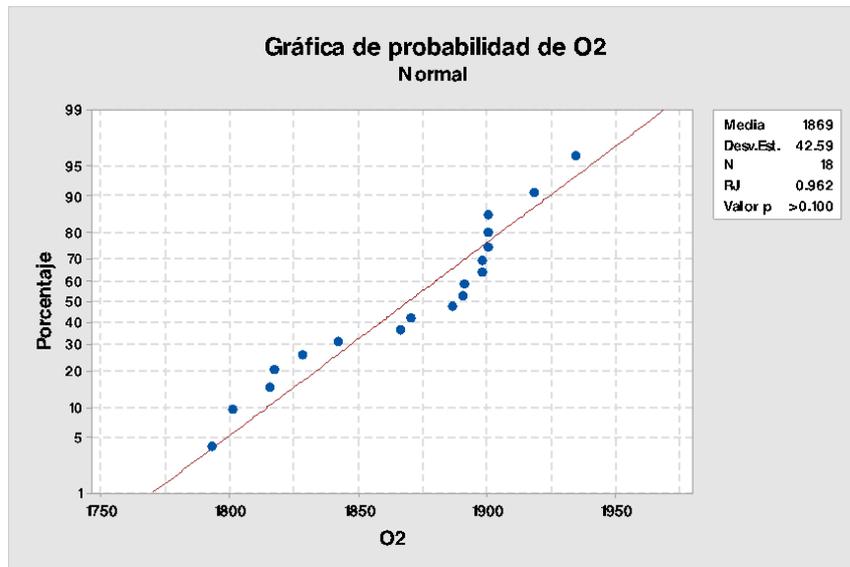
Fuente: Elaboración propia.

Test de Shapiro-Wilk para el H2 (Jeringa 2).



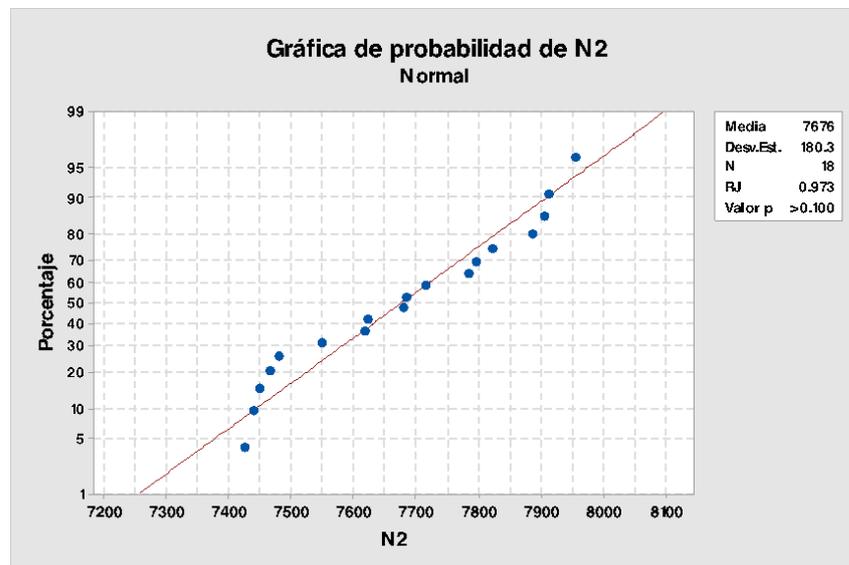
Fuente: Elaboración propia.

Test de Shapiro-Wilk para el O2 (Jeringa 2).



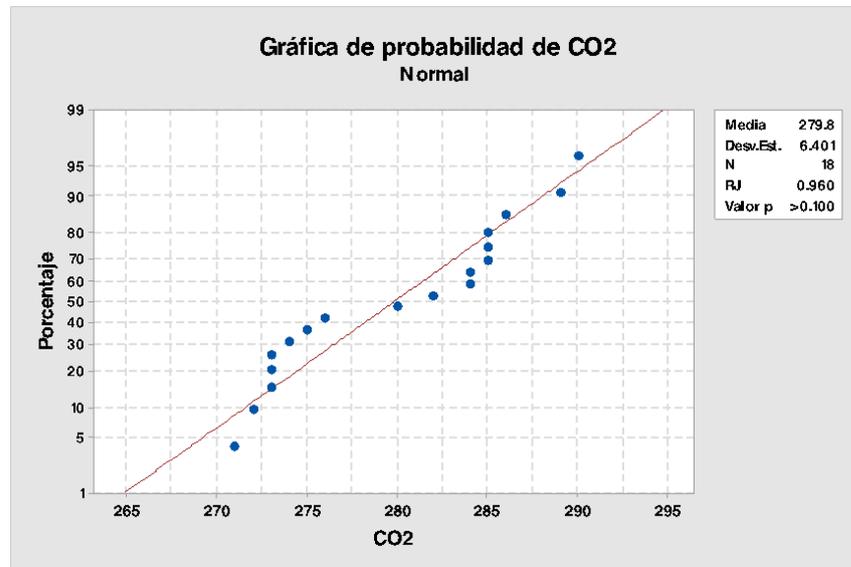
Fuente: Elaboración propia.

Test de Shapiro-Wilk para el N2 (Jeringa 2).



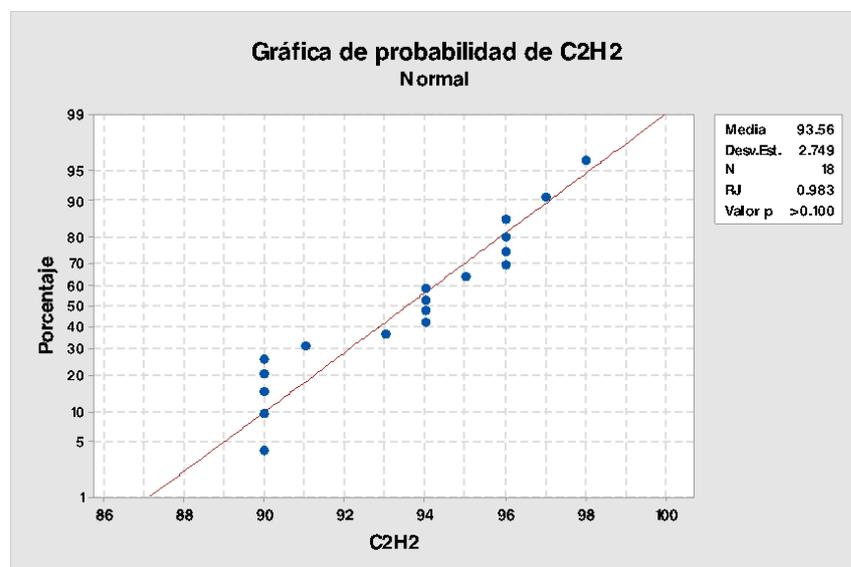
Fuente: Elaboración propia.

Test de Shapiro-Wilk para el CO2 (Jeringa 2).



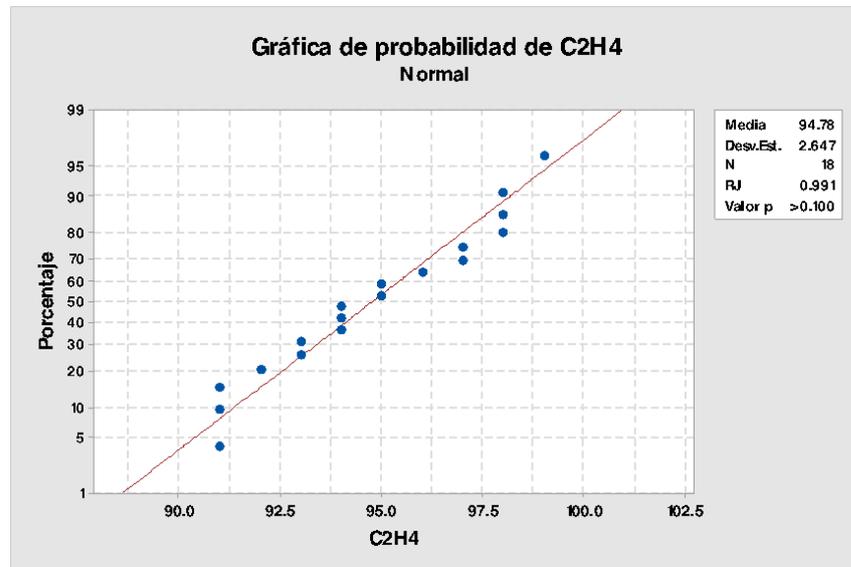
Fuente: Elaboración propia.

Test de Shapiro-Wilk para el C2H2 (Jeringa 2).



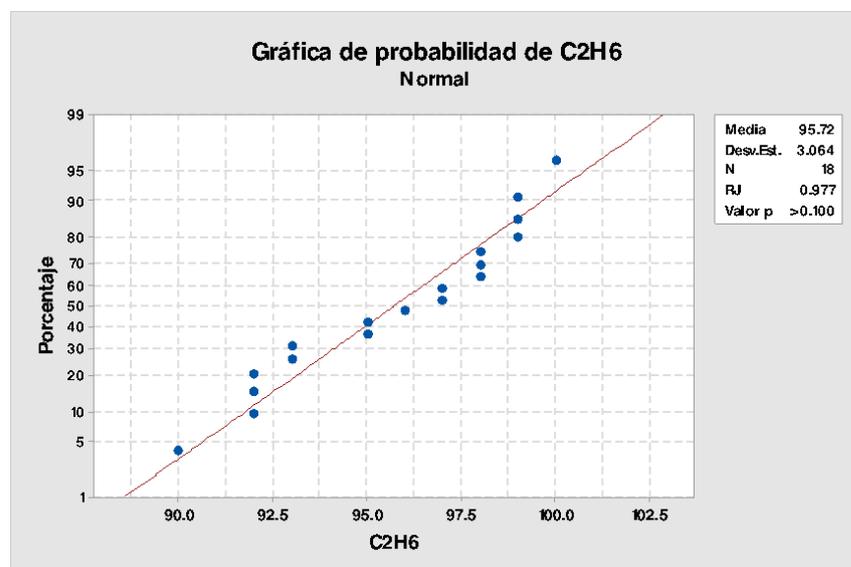
Fuente: Elaboración propia.

Test de Shapiro-Wilk para el C2H4 (Jeringa 2).



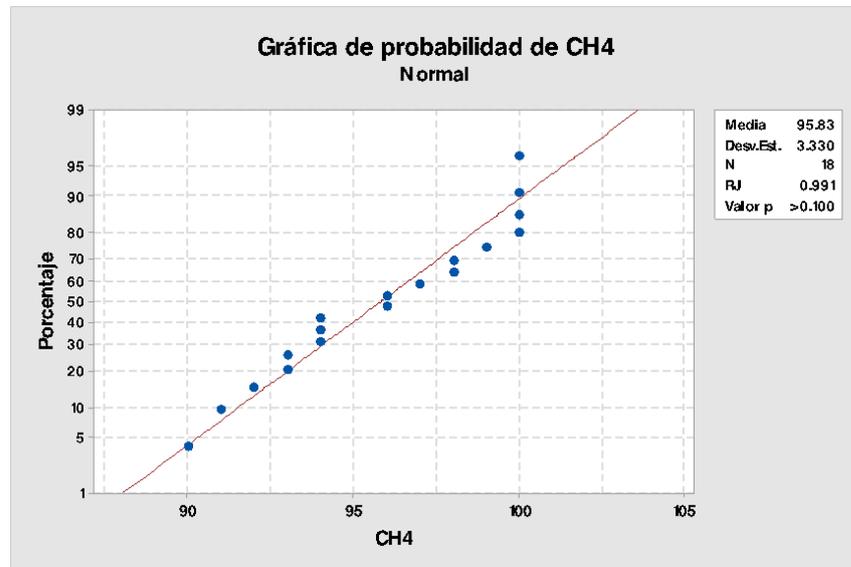
Fuente: Elaboración propia.

Test de Shapiro-Wilk para el C2H6 (Jeringa 2).



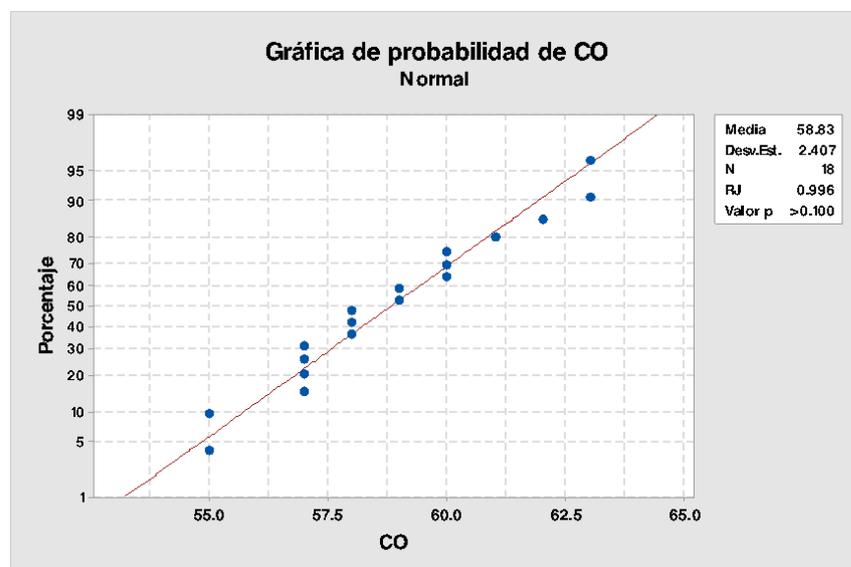
Fuente: Elaboración propia.

Test de Shapiro-Wilk para el CH4 (Jeringa 2).



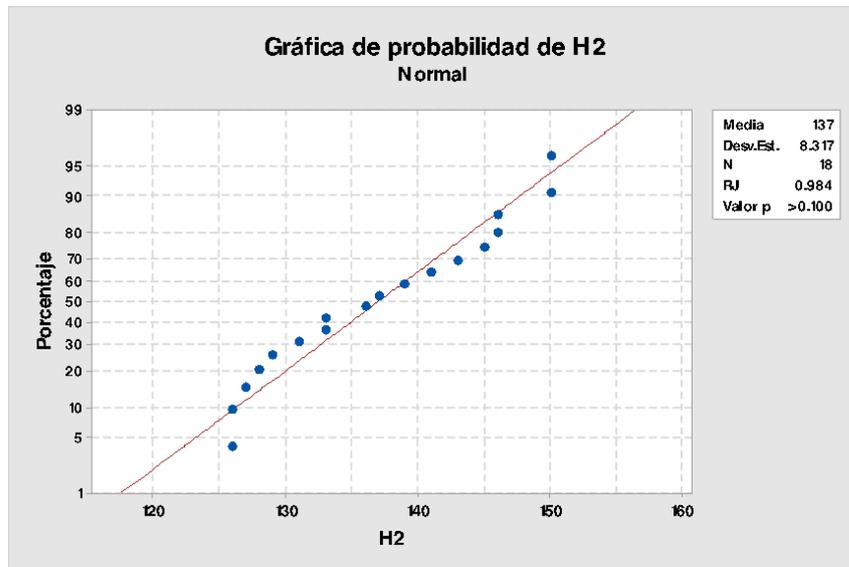
Fuente: Elaboración propia.

Test de Shapiro-Wilk para el CO (Jeringa 2).



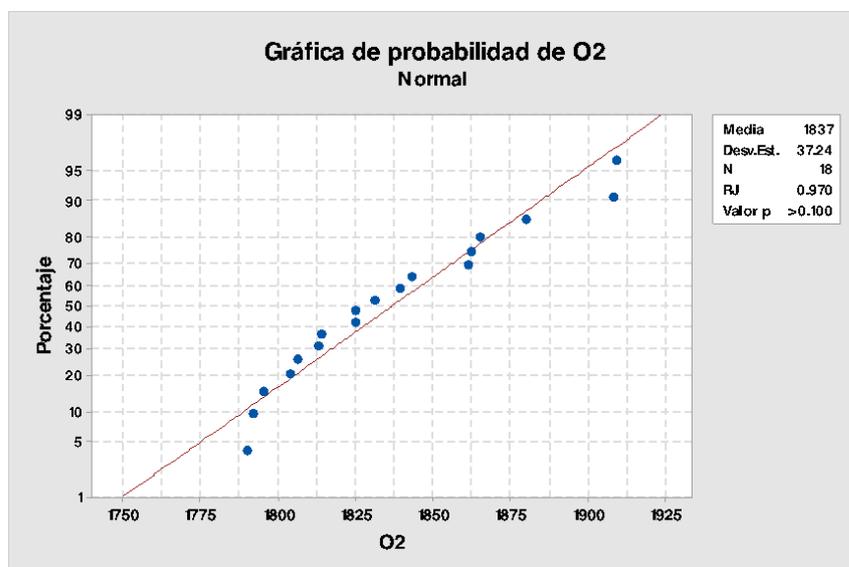
Fuente: Elaboración propia.

Test de Shapiro-Wilk para el H2 (Jeringa 3).



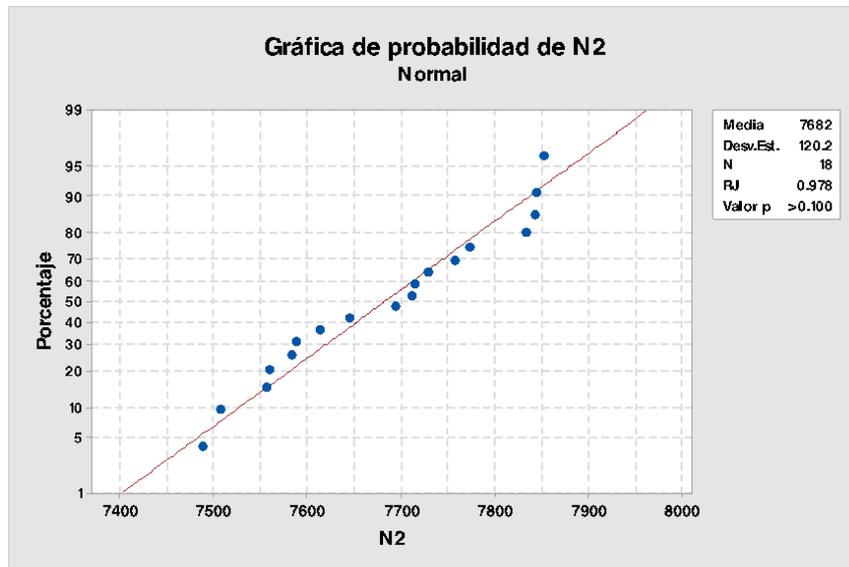
Fuente: Elaboración propia.

Test de Shapiro-Wilk para el O2 (Jeringa 3).



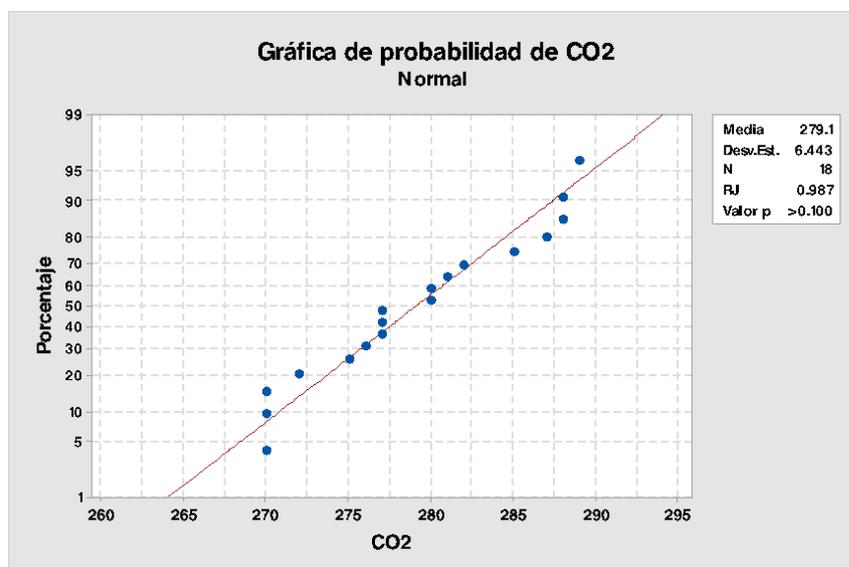
Fuente: Elaboración propia.

Test de Shapiro-Wilk para el N2 (Jeringa 3).



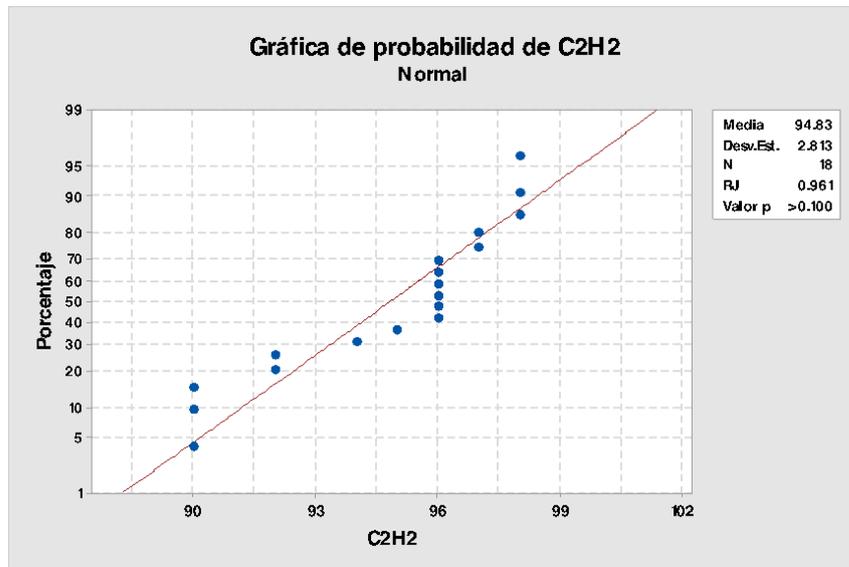
Fuente: Elaboración propia.

Test de Shapiro-Wilk para el CO2 (Jeringa 3).



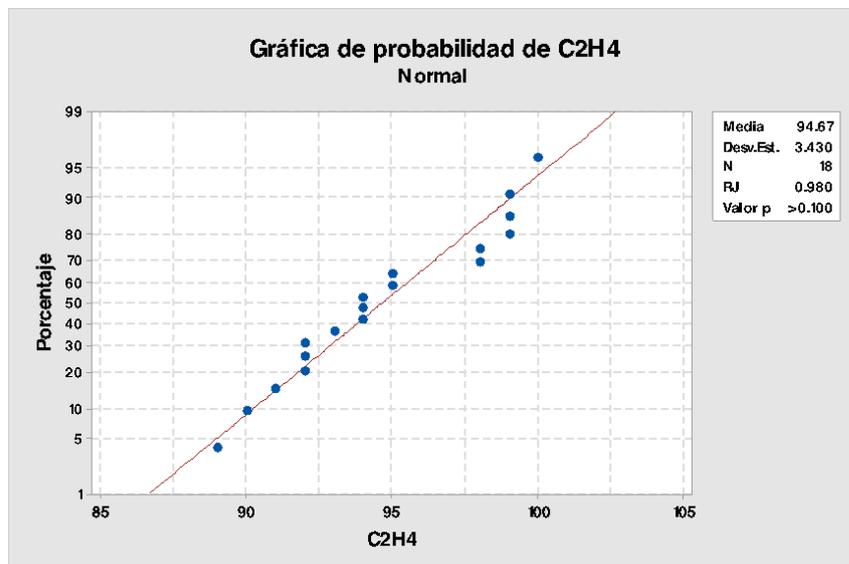
Fuente: Elaboración propia.

Test de Shapiro-Wilk para el C2H2 (Jeringa 3).



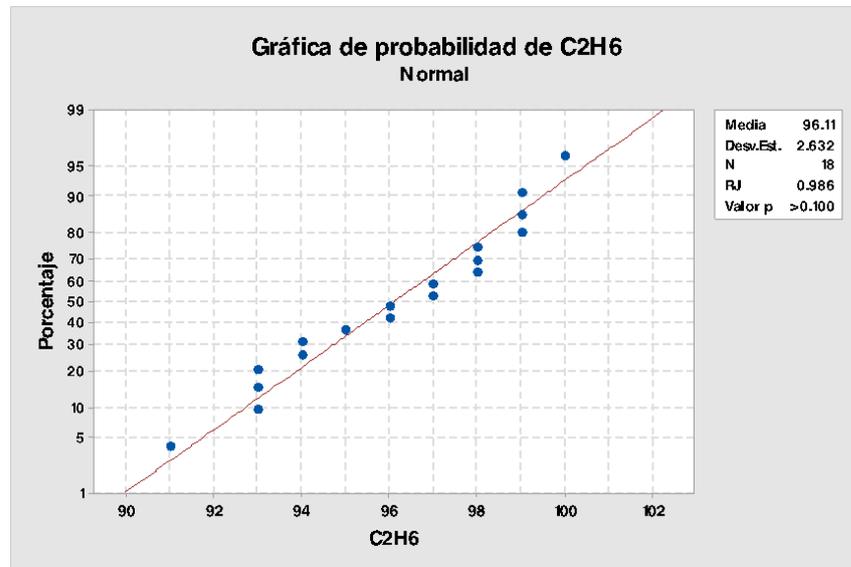
Fuente: Elaboración propia.

Test de Shapiro-Wilk para el C2H4 (Jeringa 3).



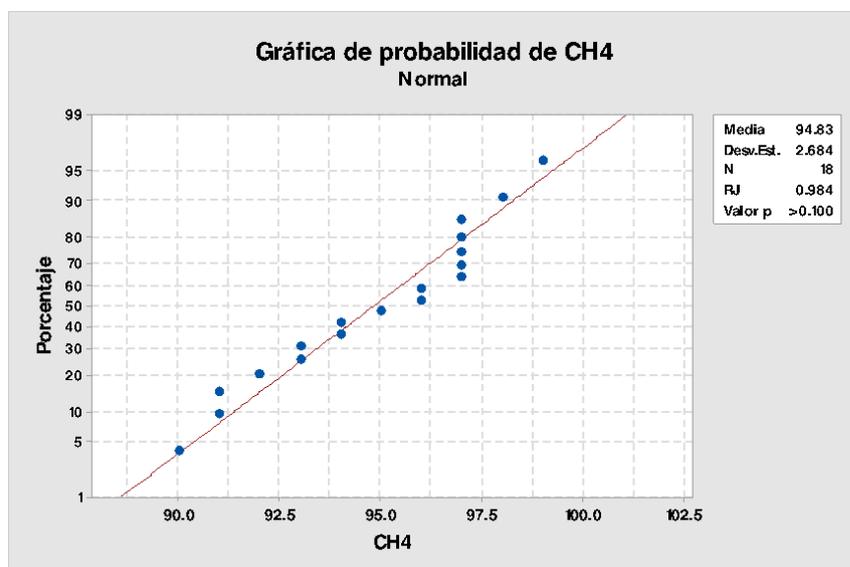
Fuente: Elaboración propia.

Test de Shapiro-Wilk para el C2H6 (Jeringa 3).



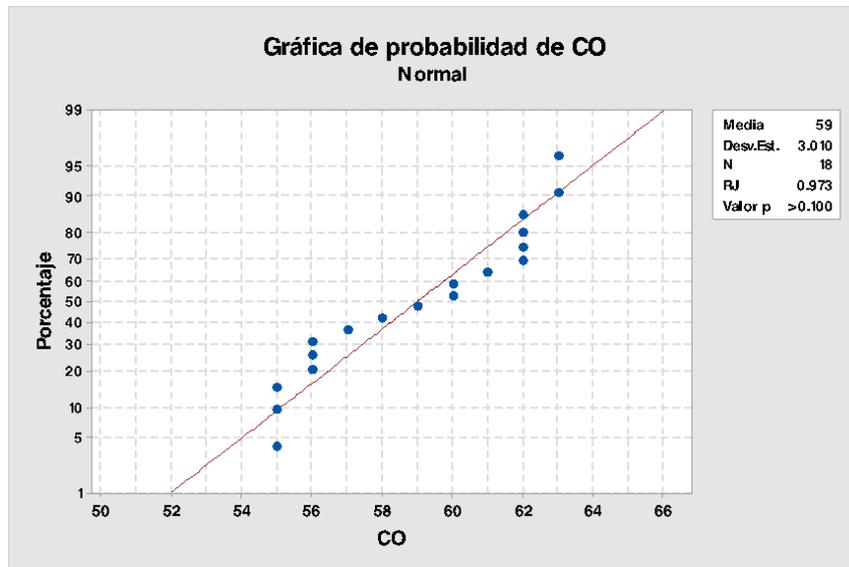
Fuente: Elaboración propia.

Test de Shapiro-Wilk para el CH4 (Jeringa 3).



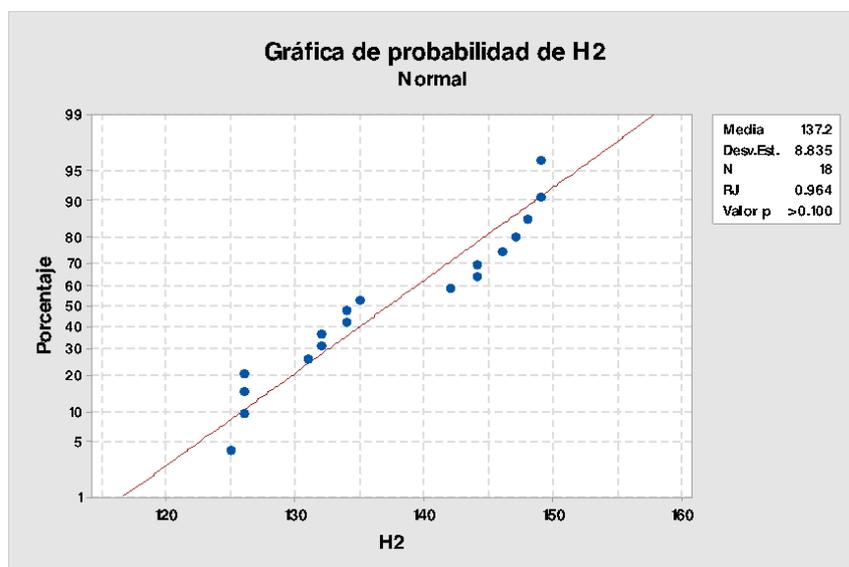
Fuente: Elaboración propia.

Test de Shapiro-Wilk para el CO (Jeringa 3).



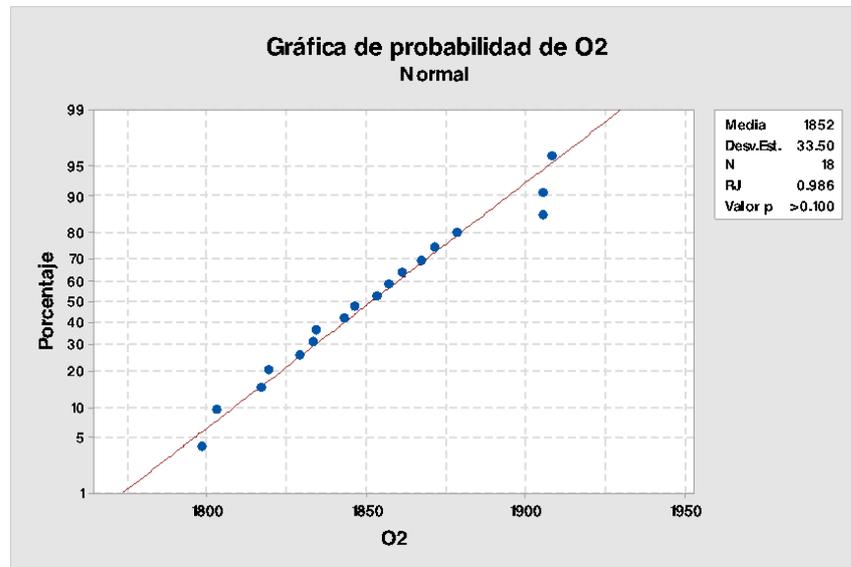
Fuente: Elaboración propia.

Test de Shapiro-Wilk para el H2 (Jeringa 4).



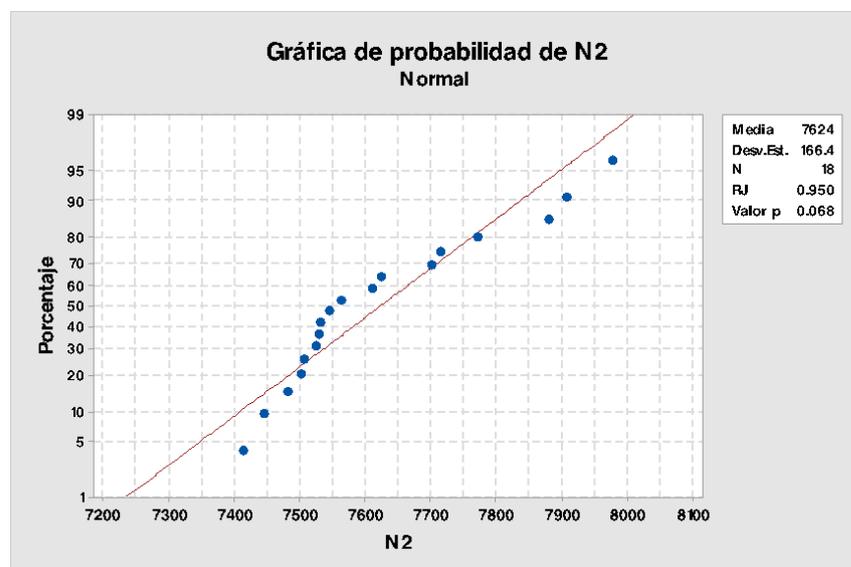
Fuente: Elaboración propia.

Test de Shapiro-Wilk para el O2 (Jeringa 4).



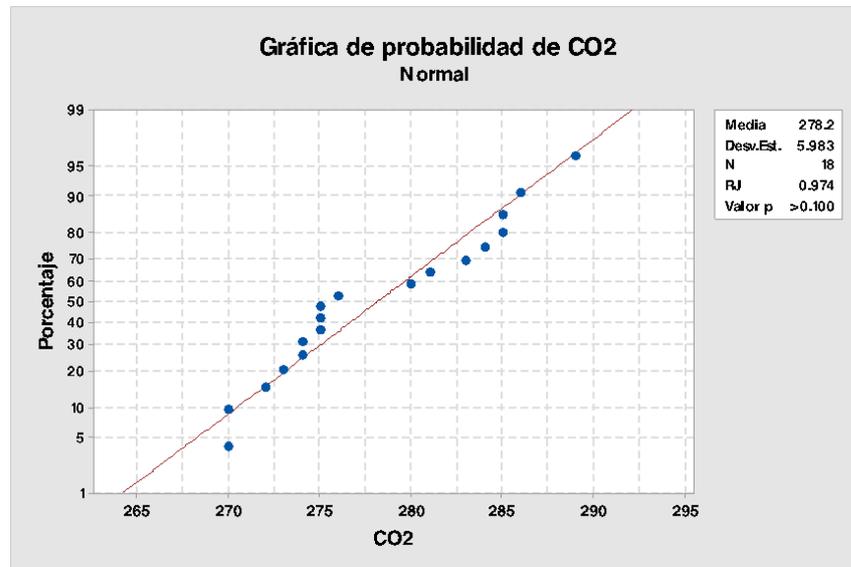
Fuente: Elaboración propia.

Test de Shapiro-Wilk para el N2 (Jeringa 4).



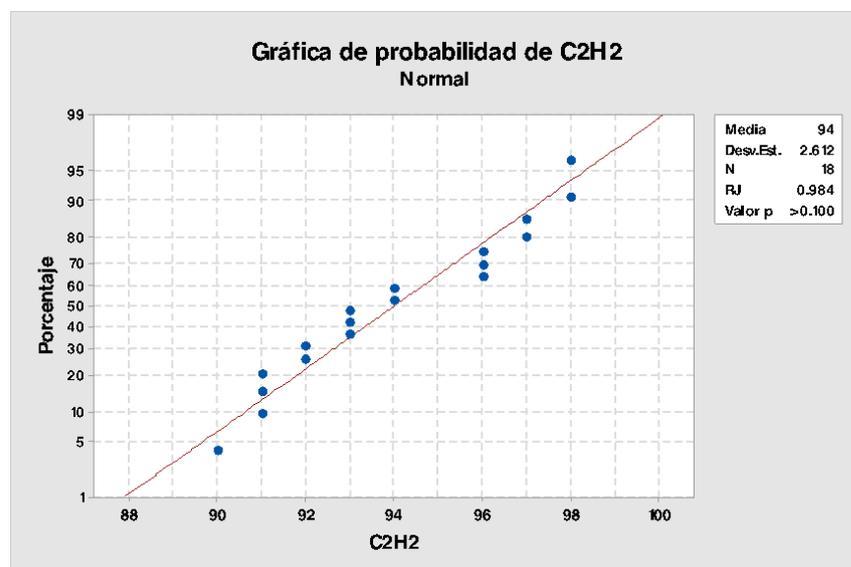
Fuente: Elaboración propia.

Test de Shapiro-Wilk para el CO2 (Jeringa 4).



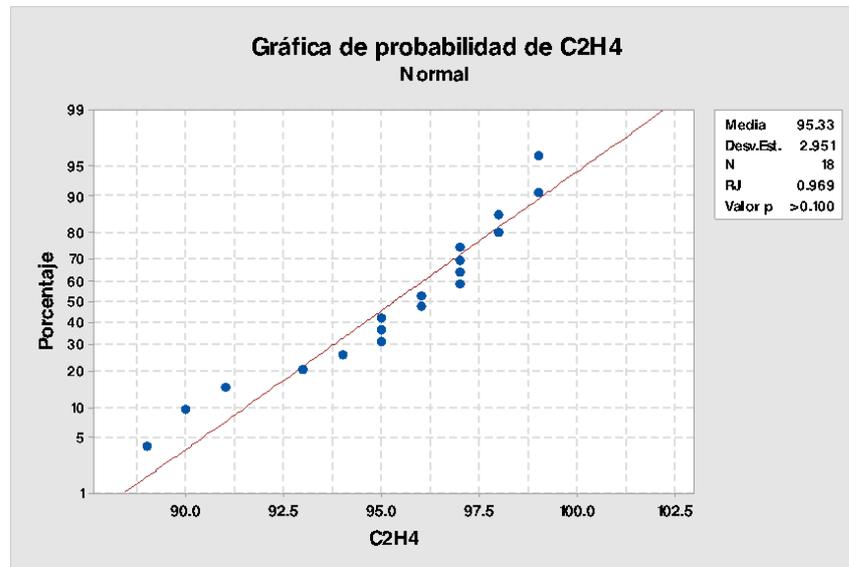
Fuente: Elaboración propia.

Test de Shapiro-Wilk para el C2H2 (Jeringa 4).



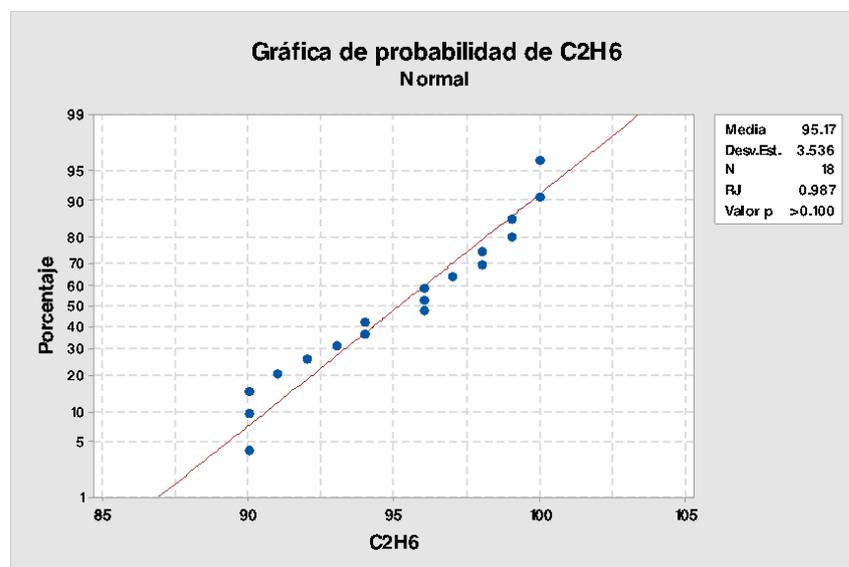
Fuente: Elaboración propia.

Test de Shapiro-Wilk para el C2H4 (Jeringa 4).



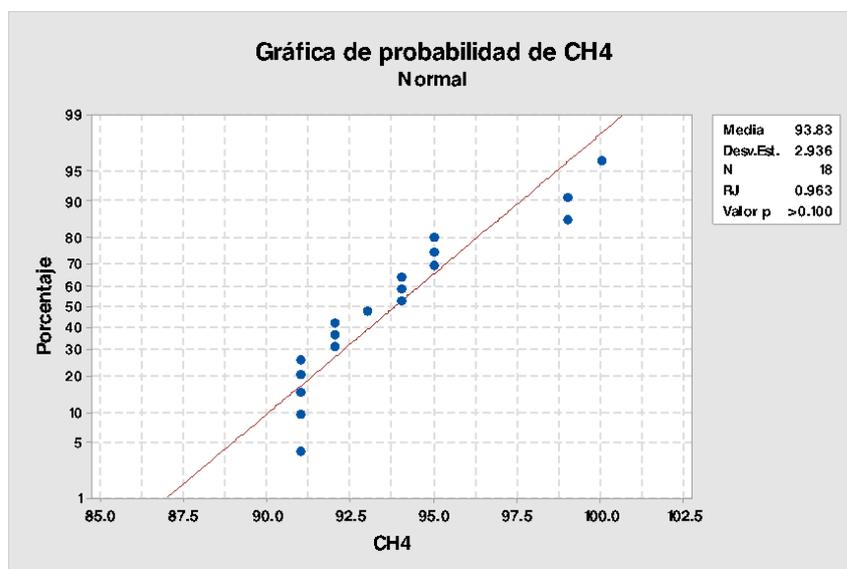
Fuente: Elaboración propia.

Test de Shapiro-Wilk para el C2H6 (Jeringa 4).



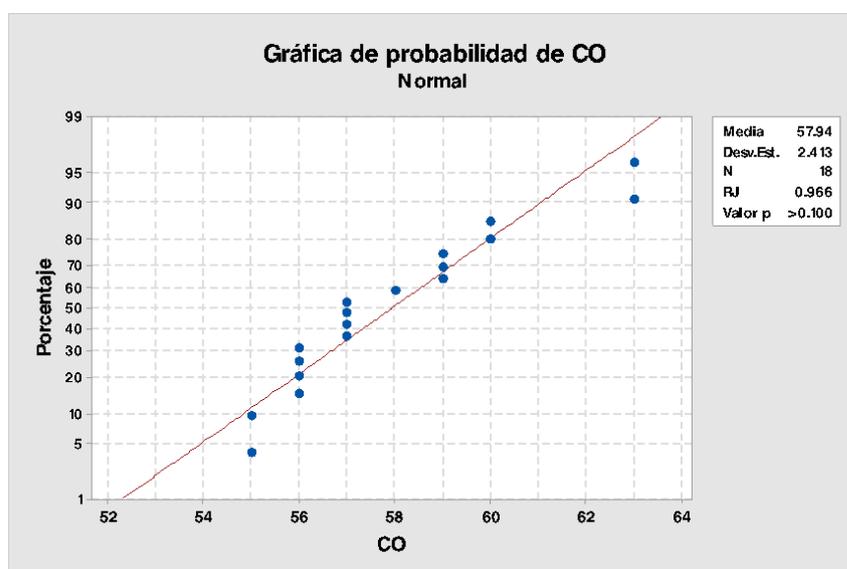
Fuente: Elaboración propia.

Test de Shapiro-Wilk para el CH4 (Jeringa 4).



Fuente: Elaboración propia.

Test de Shapiro-Wilk para el CO (Jeringa 4).



Fuente: Elaboración propia.

Se obtuvieron resultados satisfactorios para la prueba de Shapiro-Wilk; por lo tanto, los datos recolectados, provienen de una distribución normal, con un 95% de nivel de confianza.

Anexo 5. Hoja informativa del MRI

CERTIFICADO DE ELABORACIÓN MRI-DGA-220615

Nombre y descripción del MRI: Material de Referencia Interno para el control de calidad del ensayo de gases disueltos en aceite mineral aislante (DGA), elaborado con aceite mineral aislante nuevo y una mezcla de gases patrón de concentración certificada.

N° de Lote	Fecha de Preparación	Pa (mmHg)	Ta (K)
MRI-220615-J1	15/06/2022	762.8	294.9
MRI-220615-J2	15/06/2022	762.8	294.9
MRI-220615-J3	15/06/2022	762.8	293.4
MRI-220615-J4	15/06/2022	762.8	293.4

Uso previsto del material: Sólo para uso del control de calidad interno para el ensayo cromatográfico DGA.

Valor asignado: Unidades expresadas en ppmv.

N° de Lote	H ₂	O ₂	N ₂	CO ₂	C ₂ H ₂	C ₂ H ₄	C ₂ H ₆	CH ₄	CO
MRI-220615-J1	139	1836	7538	280	93	94	94	95	59
MRI-220615-J2	139	1907	7894	283	93	94	94	95	59
MRI-220615-J3	140	1859	7539	281	93	94	94	95	59
MRI-220615-J4	140	1809	7682	282	93	94	94	95	59
U(C_{oil})(ppm): (k=2)	±2.8	±53.0	±115.4	±6.4	±2.2	±2.2	±2.2	±3.0	±2.0

Información de trazabilidad:

Fuente.	N° de Certificado.	Proveedor
Aceite Mineral Aislante	78-T571-210124	NYNAS
Mezcla de gases patrón	22/000052	LINDE
Gas Argón	LGE-2230/21	LINDE
Balanza	MC-0935-2021	METROIL
Estación meteorológica	1AT-0377-2022	METROIL

Almacenamiento: Se debe almacenar el MRI, protegido de la luz solar, del polvo y la humedad, mantener las condiciones ambientales de laboratorio controladas, guardar en su respectiva caja o gaveta una vez se haya utilizado una porción del MRI, evitar el ingreso de aire en el interior de la jeringa, en caso se observe una burbuja producto de la desgasificación por diferencia de presión o temperatura, agite la jeringa presionando el embolo para disolver la burbuja formada, si el tamaño de la burbuja excede los 5 mm de diámetro, descartar el MRI.

Tiempo de vida útil: Expira el 15/09/2022.

Información de seguridad:

Prohibido comer, beber o fumar durante su manipulación. Evitar contacto con ojos, piel y ropa. Lavarse después de manejar este material.

Clasificación de peligros y uso de EPP:

Clasificación NFPA 7



Clasificación HMIS

Hazardous Materials Identification System	
HAZARD INDEX	
4 Severe Hazard	0 Minimal Hazard
3 Serious Hazard	1 Moderate Hazard
2 Moderate Hazard	2 Slight Hazard
1 Slight Hazard	
PERSONAL PROTECTION INDEX	
A	Goggles
B	Goggles + Gloves
C	Goggles + Gloves + Respirator
D	Respirator + Gloves + Protective Suit
E	Goggles + Gloves + Respirator + Protective Suit
F	Goggles + Gloves + Respirator + Protective Suit + Footwear
AMERICAN LABELMARK, Chicago, IL 60648 NC-ECLU	

SALUD	0
INFLAMABILIDAD	1
RECATIVIDAD	0
EPP	B

Pictograma



Personal que elabora el MRI: Gerardo André Huamán Nakamatzu

Personal técnico que realiza los ensayos DGA: Juan Carlos Solorzano Requena

Personal que evalúa el MRI: Kevin Cristian Rodriguez Ames

CERTIFICADO DE ELABORACIÓN MRI-DGA-220809

Nombre y descripción del MRI: Material de Referencia Interno para el control de calidad del ensayo de gases disueltos en aceite mineral aislante (DGA), elaborado con aceite mineral aislante nuevo y una mezcla de gases patrón de concentración certificada.

MRI	Fecha de Preparación	Pa (mmHg)	Ta (K)
MRI-220809-J1	09/08/2022	762.5	292.5
MRI-220809-J2	09/08/2022	762.5	292.5
MRI-220809-J3	09/08/2022	762.7	295.1
MRI-220809-J4	09/08/2022	762.7	295.1

Uso previsto del material: Sólo para uso del control de calidad interno para el ensayo cromatográfico DGA.

Valor asignado: Unidades expresadas en ppmv.

N° de Lote	H ₂	O ₂	N ₂	CO ₂	C ₂ H ₂	C ₂ H ₄	C ₂ H ₆	CH ₄	CO
MRI-220809-J1	140	1841	7715	282	94	95	95	96	59
MRI-220809-J2	140	1852	7815	283	94	95	95	96	59
MRI-220809-J3	139	1834	7681	280	93	94	94	95	58
MRI-220809-J4	139	1834	7691	281	93	94	94	95	58
U(C_{oil})(ppm): (k=2)	±2.8	±53.0	±115.4	±6.4	±2.2	±2.2	±2.2	±3.0	±2.0

Información de trazabilidad:

Fuente.	N° de Certificado.	Proveedor
Aceite Mineral Aislante	78-T571-210124	NYNAS
Mezcla de gases patrón	22/000052	LINDE
Gas Argón	LGE-2230/21	LINDE
Balanza	MC-0935-2021	METROIL
Estación meteorológica	1AT-0377-2022	METROIL

Almacenamiento: Se debe almacenar el MRI, protegido de la luz solar, del polvo y la humedad, mantener las condiciones ambientales de laboratorio controladas, guardar en su respectiva caja o gaveta una vez se haya utilizado una porción del MRI, evitar el ingreso de aire en el interior de la jeringa, en caso se observe una burbuja producto de la desgasificación por diferencia de presión o temperatura, agite la jeringa presionando el embolo para disolver la burbuja formada, si el tamaño de la burbuja excede los 5 mm de diámetro, descartar el MRI.

Tiempo de vida útil: Expira el 09/11/2022.

Información de seguridad:

Prohibido comer, beber o fumar durante su manipulación. Evitar contacto con ojos, piel y ropa. Lavarse después de manejar este material.

Clasificación de peligros y uso de EPP:

Clasificación NFPA 7



Clasificación HMIS

Hazardous Materials Identification System

HAZARD INDEX

4: Severe Hazard 0: Minimal Hazard
 3: Serious Hazard * An asterisk (*) or other designation corresponds to additional information from an MSDS sheet or separate chemical safety information.
 2: Moderate Hazard
 1: Slight Hazard

PERSONAL PROTECTION INDEX

A **B** **C** **D** **E** **F**

G **H** **I** **J** **K** **X** Consult your supervisor or S.O.P. for special handling directions.

A Safety Glasses **B** Gloves **C** Face Shield & Eye Protection **D** Goggles **E** Boots
F Fall Protection **G** Goggles **H** Goggles and Eye Protection **I** Goggles **J** Goggles and Eye Protection
K Goggles, Gloves, Boots, and Fall Protection **L** Safety Glasses **M** Safety Glasses **N** Safety Glasses **O** Safety Glasses **P** Safety Glasses **Q** Safety Glasses **R** Safety Glasses **S** Safety Glasses **T** Safety Glasses **U** Safety Glasses **V** Safety Glasses **W** Safety Glasses **X** Safety Glasses **Y** Safety Glasses **Z** Safety Glasses

AMERICAN LABELMARK, Chicago, IL 60648 NC-ECLLI HMIS® © National Paint & Coatings Association

SALUD	0
INFLAMABILIDAD	1
RECATIVIDAD	0
EPP	B

Pictograma



Personal que elabora el MRI: Gerardo André Huamán Nakamatzu

Personal técnico que realiza los ensayos DGA: Juan Carlos Solorzano Requena

Personal que evalúa el MRI: Kevin Cristian Rodriguez Ames