



FONDONORMA

NORMA VENEZOLANA

ÓXIDO NITROSO, GAS ANESTÉSICO. MÉTODOS DE ENSAYO

FONDONORMA 2604:2006

(1^{ra} Revisión)



BIBLIOTECA NACIONAL
DEPOSITO LEGAL

FONDO PARA LA NORMALIZACIÓN Y CERTIFICACIÓN DE LA CALIDAD

PRÓLOGO

La presente norma sustituye totalmente a la Norma Venezolana **2604:1989 Óxido nitroso, gas anestésico. Métodos de ensayo**, fue revisada de acuerdo a las directrices de la Comisión Técnica de Normalización **CTXXVI Farmacia cosméticos y afines**, y aprobada por **FONDONORMA** en la reunión del Consejo Superior N° 2006-06 de fecha 20/12/2006.

En la revisión de esta norma participaron las siguientes entidades: OXICAR; AGA GAS, C.A.; Gases Unidos de Venezuela; PRAXAIR Venezuela, C.A.; Centro Nacional de Tecnología Química.

9200
P.O.

**NORMA VENEZOLANA
ÓXIDO NITROSO, GAS ANESTÉSICO.
MÉTODOS DE ENSAYO**

**FONDONORMA
2604:2006
(1ª Revisión)**

1 OBJETO

Esta Norma Venezolana contempla los métodos de ensayo para la determinación de los requisitos físicos y químicos del gas anestésico óxido nitroso.

2 REFERENCIAS NORMATIVAS

Esta norma es completa.

3 MÉTODOS DE ENSAYO

3.1 Determinación de monóxido de carbono (CO), dióxido de carbono (CO₂), amoníaco (NH₃), cloro (Cl₂), óxido de nitrógeno (NO y NO₂), en óxido nitroso usando tubos colorimétricos (Véase figura 1).

3.1.1 Aparatos y materiales

3.1.1.1 Cilindro de óxido nitroso.

3.1.1.2 Bomba detectora de gases.

3.1.1.3 Tubos detectores de gases "colorimétrico" seleccionados de acuerdo a lo contemplado en la tabla 1.

Tabla 1. Descripción de tubos colorimétrico usados para el análisis

Tipo de tubo colorimétrico	Margen de medida a 20 °C y 1 Atm	Número de carreras (Bombeos)
Amoníaco 5/a	5 -70 ppm	10
Dióxido de carbono 100/a	100 - 3000 ppm	10
Cloro 0,2/a	0,2 - 3 ppm	10
Óxidos de nitrógeno 0,5/a	0,5 - 10 ppm	5
Monóxido de carbono 2/a	2 - 60 ppm	10

3.1.2 Procedimiento

3.1.2.1 Controlar antes de cada prueba, que la bomba no tenga escapes, para ello, insertar un tubo colorimétrico sellado en la cabeza de la bomba (Véase figura 1), seleccionar el tubo según lo indicado en la tabla 1 y el tipo de gas a verificar. Evacuar el aire de la bomba apretando el fuelle, éste debe permanecer comprimido.

3.1.2.2 Romper los extremos del tubo colorimétrico seleccionado.

3.1.2.3 Insertar dicho tubo en la cabeza de la bomba, controlando que la flecha en el tubo apunte hacia la bomba.

3.1.2.4 Insertar el tubo en la corriente del gas de muestra.

3.1.2.5 Efectuar el número adecuado de bombeos para el tipo de tubo utilizado (Véase tabla 1), sostener la bomba entre el dedo pulgar y la base del dedo índice y oprimir hasta que llegue por completo al tope, luego soltar. El movimiento de espiración termina cuando queda tensa la cadenilla que mantiene la distancia.

3.1.2.6 Leer la concentración en partes por millón en la escala del tubo colorimétrico seleccionado.

3.1.3 Expresión de los resultados

Expresar el resultado de cada uno de los ensayos según el viraje de color que presente el tubo colorimétrico seleccionado (Véase tabla 2) y el valor de ppm indicado en su escala.

Tabla 2. Color. Tubo Colorimétrico.

Tipo de tubo colorimétrico	Viraje de color (resultado positivo)
Amoniaco 5/a (NH_3)	Naranja a azul oscuro
Dióxido de carbono (CO_2) 100/a	Blanco a violeta
Cloro (Cl_2) 0,2/a	Blanco a amarillo - naranja
Óxidos de nitrógeno (NO , NO_2 , NO_x) 0,5/a	Gris verdoso a gris azulado
Monóxido de carbono (CO) 2/a	Blanco a parduzco - rosa -verde

3.1.4 Informe

El informe debe contener como mínimo lo siguiente:

- 3.1.4.1 Fecha de realización del ensayo.
- 3.1.4.2 Identificación completa de la muestra.
- 3.1.4.3 Resultado del análisis realizado.
- 3.1.4.4 Número y título de la Norma Venezolana consultada.
- 3.1.4.5 Nombre del analista.
- 3.1.4.6 Observaciones.

3.2 Determinación de humedad en el producto final óxido nitroso

3.2.1 Aparatos y materiales

- 3.2.1.1 Analizador de humedad en trazas (escala de punto de rocío $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$).
- 3.2.1.2 Celda calibrada.
- 3.2.1.3 Regulador con 2 manómetros.
- 3.2.1.4 Flujoómetro.

3.2.2 Procedimiento

- 3.2.2.1 Conectar el cilindro de Óxido Nitroso al regulador y a la línea que va al flujoómetro.
- 3.2.2.2 Abrir cuidadosamente la válvula que va al cilindro.
- 3.2.2.3 Ajustar la presión de salida de la muestra en el manómetro de baja presión del regulador.
- 3.2.2.4 Ajustar el flujo de la muestra gaseosa que va al analizador (1 – 2 litros /min).
- 3.2.2.5 Controlar que la celda de medición esté seca. La aguja debe marcar menos de $-70\text{ }^{\circ}\text{C}$, con la cabeza secadora sobre la celda de medición.
- 3.2.2.6 Detener el flujo de gas de la cabeza de medición con el dedo hasta que se forme suficiente presión para levantar la cabeza secadora.
- 3.2.2.7 Leer el instrumento cuando se haya obtenido un valor constante de medición (aproximadamente de 10 a 20 minutos).
- 3.2.2.8 Presionar la cabeza secadora y desconectar al flujo del gas.

3.2.3 Expresión de los resultados

Reportar la lectura obtenida con el analizador de humedad.

3.2.4 Informe

Véase apartado 3.1.4

3.3 Determinación del porcentaje de aire en el óxido nitroso

3.3.1 Principio

La determinación de gases no condensables se lleva a cabo con un cromatógrafo de gases, utilizando un detector de conductividad térmica que contenga una columna porapak o similar. El gas portador es helio, con flujo de 40 ml/min a temperatura ambiente.

3.3.2 Aparatos y materiales

3.3.2.1 Cilindro de óxido nitroso.

3.3.2.2 Cromatógrafo de gases.

3.3.2.3 Detector de conductividad térmica.

3.3.2.4 Columna porapak o similar.

3.3.2.5 Registrador gráfico.

3.3.2.6 Gasificador eléctrico en caso que se requiera (Véase figura 2).

3.3.2.7 Regulador con 2 manómetros.

3.3.2.8 Manguera plástica.

3.3.2.9 Flujoímetro.

3.3.3 Procedimiento

3.3.3.1 Inyectar en el cromatógrafo un flujo de muestra de óxido nitroso de 40 ml/min.

3.3.3.2 Registrar el pico de la muestra y medir su altura h_m o el valor del área bajo la curva correspondiente al pico del aire A_m .

3.3.4 Expresión de los resultados

Conociendo los valores de la muestra y de calibración (alturas o áreas) se puede obtener la concentración conocida del aire presente en la muestra mediante las siguientes ecuaciones según sea el caso:

$$\% \text{ v/v aire en } N_2O = \frac{h_m \times \% C}{h_c}$$

$$\% \text{ v/v aire en } N_2O = \frac{A_m \times \% C}{A_c}$$

Donde:

h_c : Altura del pico de calibración en mm.

h_m : Altura del pico de la muestra en mm.

A_c : Área bajo la curva correspondiente al pico de aire en el gas de calibración en mm^2 .

A_m : Área bajo la curva correspondiente al pico de aire de la muestra en mm^2 .

$\% C$: Concentración de aire conocida en porcentaje v/v (calibración).

3.4 Determinación de pureza en el óxido nitroso

3.4.1 Aparatos y materiales

3.4.1.1 Gasificador eléctrico en caso que se requiera (Véase figura 2).

3.4.1.2 Regulador con 2 manómetros.

3.4.1.3 Manguera plástica.

3.4.1.4 Cromatógrafo de gases

3.4.1.5 Detector de conductividad térmica

3.4.1.6 Registrador gráfico.

3.4.1.7 Fluómetro.

3.4.1.8 Cilindro de Óxido Nitroso.

3.4.1.9 Columna porapak o similar.

3.4.2 Procedimiento

3.4.2.1 Conectar el gasificador a la salida de la válvula del cilindro de óxido nitroso.

3.4.2.2 Conectar a continuación el regulador.

3.4.2.3 Conectar a la salida del regulador la manguera plástica, la cual a su vez se debe conectar a la entrada de la válvula de muestreo del cromatógrafo.

3.4.2.4 Invertir el sistema de muestra (cilindro – gasificador – regulador) para asegurar la salida del líquido.

3.4.2.5 Conectar el gasificador a la fuente de electricidad.

3.4.2.6 Abrir la válvula del cilindro y regular el flujo a 30 ml/min (aproximadamente) usar el flujómetro conectado a la salida del cromatógrafo.

3.4.2.7 Realizar la inyección de la muestra correspondiente en el cromatógrafo.

3.4.3 Expresión de los resultados

Después de inyectar la muestra en el cromatógrafo, el registrador gráfico ó integrador debe presentar un cromatograma que muestra el pico del aire en óxido nitroso líquido y su valor numérico porcentual correspondiente ya que el aire es el contaminante mayoritario en el óxido nitroso. Realizar el cálculo de la pureza utilizando la siguiente ecuación:

$$\% \text{ Pureza de Óxido Nitroso (N}_2\text{O)} = (100 - P)$$

Donde:

P: Valor porcentual de aire obtenido en el cromatograma.

3.4.4 Informe

Véase apartado 3.1.4

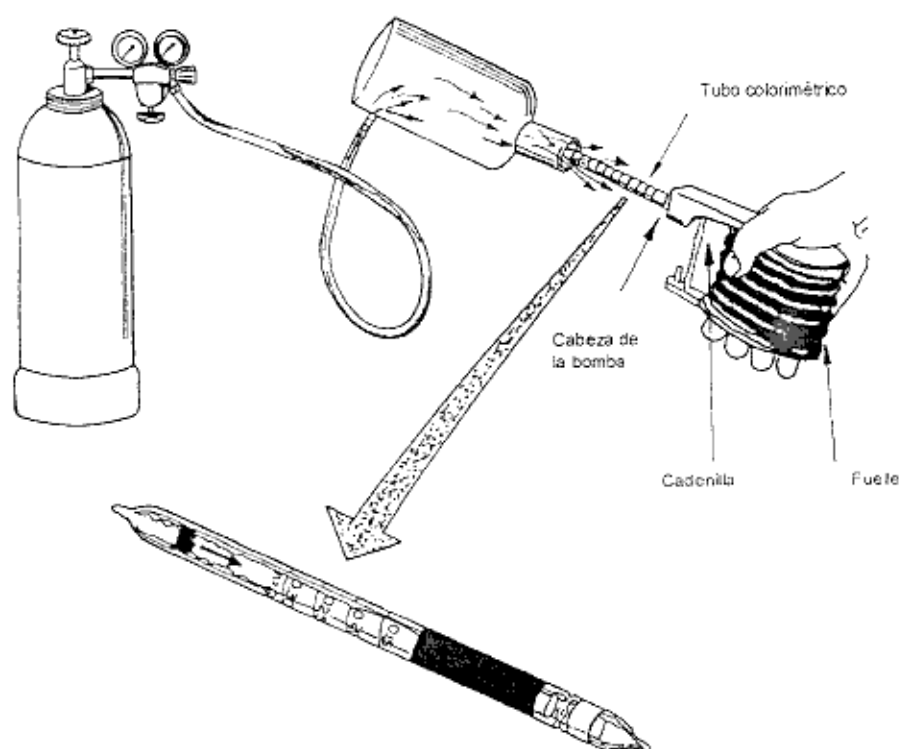


Figura 1. Análisis con tubos calorimétricos

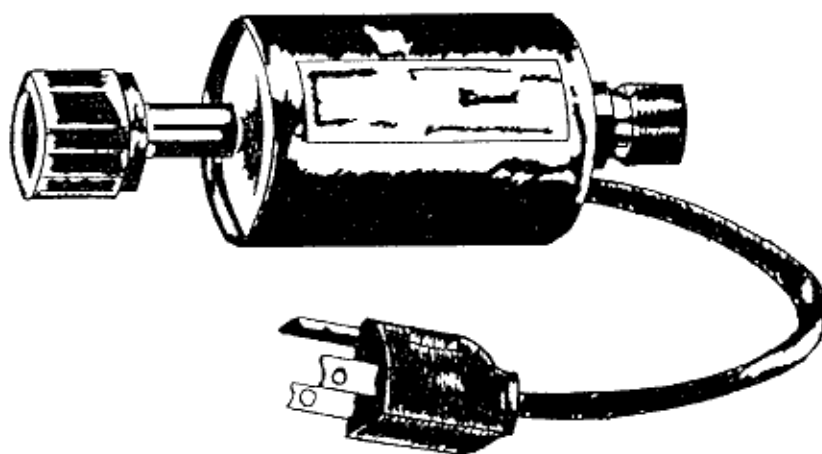


Figura 2. Gasificador eléctrico

ANEXO A
(Informativo)

A MÉTODOS DE ENSAYO PARA LA DETERMINACIÓN DE LOS REQUISITOS FÍSICOS Y QUÍMICOS DEL NITRATO DE AMONIO

A.1 Determinación de nitrato de amonio (base seca)

A.1.1 Preparación de las soluciones

A.1.1.1 Solución 0,1 N de hidróxido de sodio (NaOH): Diluir el contenido de una ampolla 0,1 N titrisol en agua destilada cantidad suficiente para 1000 ml en un matraz volumétrico.

A.1.1.2 Solución 0,1 N de ácido clorhídrico (HCL): Diluir el contenido de una ampolla 0,1 N titrisol en agua destilada cantidad suficiente para 1000 ml en un matraz volumétrico.

A.1.1.3 Solución indicadora de rojo de metilo al (0,1%): Disolver 0,1 g de rojo de metilo en 60 ml de alcohol y luego agregar 40 ml de agua destilada.

NOTA 1: Todas las soluciones deben ser valoradas previas a su utilización.

A.1.2 Aparatos y materiales

A.1.2.1 Balanza analítica, con precisión de $\pm 0,001$ g.

A.1.2.2 Desecador, con rejilla de porcelana, que contenga en el fondo algún material deshidratante, tales como cloruro de calcio anhidro, sulfato de calcio anhidro, etc.

A.1.2.3 Estufa, regulada a la temperatura de 110 ± 3 °C, preferiblemente con circulación de aire.

A.1.2.4 Baño de maría.

A.1.2.5 Matraz erlenmeyer de 250 ml.

A.1.2.6 Bureta de 100 ml.

A.1.2.7 Piseta.

A.1.2.8 Pipetas graduadas de 1 ml, 5 ml, 7 ml y 10 ml.

A.1.2.9 Espátulas de acero inoxidable.

A.1.2.10 Pinzas y soporte para bureta.

A.1.3 Procedimiento

A.1.3.1 Pesar 0,500 g de nitrato de amonio previamente secado en una estufa a 100 °C, durante 8 horas.

A.1.3.2 Retirar la muestra de la estufa y colocar en un desecador durante 2 horas.

A.1.3.3 Disolver la muestra con agua destilada en un matraz erlenmeyer de 250 ml.

A.1.3.4 Añadir 70 ml de hidróxido de sodio 0,1 N desde una bureta de 100 ml.

A.1.3.5 Evaporar la solución a sequedad en un baño de maría colocado bajo una campana de extracción para eliminar el amoníaco formado.

A.1.3.6 Disolver el residuo obtenido en agua destilada.

A.1.3.7 Titular el exceso de hidróxido de sodio con ácido clorhídrico 0,1 N, usar como indicador rojo de metilo.

A.1.3.8 El punto final práctico se debe alcanzar, cuando el color rojo que aparece permanezca durante 10 segundos, después de agitar fuertemente.

A.1.4 Expresión de los resultados

Expresar los resultados como porcentaje de nitrato de amonio y calcular según la siguiente ecuación:

$$Y = \frac{(a - b)}{62,5} \times 100$$

Donde:

Y: Porcentaje de nitrato de amonio.

a: Mililitros de hidróxido de sodio 0,1 N agregados.

b: Mililitros de ácido clorhídrico 0,1 N consumidos en la titulación.

A.1.5 Informe

El informe debe contener como mínimo lo siguiente:

A.1.5.1 Fecha de realización del ensayo.

A.1.5.2 Identificación completa de la muestra.

A.1.5.3 Resultado del análisis realizado.

A.1.5.4 Número y título de la Norma Venezolana consultada.

A.1.5.5 Nombre del analista.

A.1.5.6 Observaciones.

A.2 Determinación del contenido de humedad en nitrato de amonio**A.2.1 Aparatos y materiales**

A.2.1.1 Balanza analítica, con precisión de $\pm 0,001$ g.

A.2.1.2 Estufa, regulada a la temperatura de 110 ± 3 °C, preferiblemente con circulación de aire.

A.2.1.3 Desecador, con rejilla de porcelana, que contenga en el fondo algún material deshidratado, tales como Cloruro de Calcio Anhidro, Sulfato de Calcio Anhidro, etc.

A.2.1.4 Crisoles de porcelana.

A.2.1.5 Pinza.

A.2.1.6 Espátulas de acero inoxidable.

A.2.2 Procedimiento

A.2.2.1 Colocar los crisoles en la estufa a 110 ± 3 °C durante una hora, enfriar en el desecador y pesar.

A.2.2.2 En cada crisol pesar 2 g de nitrato de amonio y colocar dentro de la estufa regulada a 110 °C, contando 6 horas como mínimo a partir del momento en que la estufa alcance la temperatura fijada.

A.2.2.3 Sacar los crisoles de la estufa, colocar en el desecador y pesar tan pronto hayan alcanzado la temperatura ambiente.

A.2.2.4 Colocar de nuevo los crisoles en la estufa, durante 30 minutos, dejar enfriar en el desecador y pesar. Continuar con este procedimiento hasta obtener peso constante.

A.2.3 Expresión de los resultados

Expresar el contenido de humedad en porcentaje y calcular mediante la siguiente ecuación:

$$\%H = \frac{A - B}{A} \times 100$$

Donde:

%H: Porcentaje de humedad.

A: Peso de la muestra original, en gramos.

B: Peso de la muestra seca, en gramos.

A.2.4 Informe

Véase apartado A.1.5.

A.3 Determinación del contenido de cloruros en nitrato de amonio

A.3.1 Preparación de las soluciones

A.3.1.1 Solución madre de nitrato de amonio (NH_4NO_3): Pesar 10 gramos de Nitrato de Amonio y disolver en 100 ml de agua destilada.

A.3.1.2 Solución 0,1 N de ácido nítrico (HNO_3): Diluir el contenido de una ampolla 0,1 N titrisol en agua destilada cantidad suficiente para 1000 ml en un matraz volumétrico.

A.3.1.3 Solución 0,2 N de nitrato de plata (AgNO_3): Diluir el contenido de una ampolla 0,2 N titrisol en agua destilada cantidad suficiente para 1000 ml en un matraz volumétrico.

A.3.2 Aparatos y materiales

A.3.2.1 Vaso de precipitado de 100 ml.

A.3.2.2 Vidrio de reloj.

A.3.2.3 Pipetas volumétricas de 25 ml.

A.3.2.4 Pipetas graduadas de 1 ml.

A.3.3 Procedimiento

A.3.3.1 Medir una alícuota de 25 ml de la solución madre de nitrato de amonio y colocar en un vaso de precipitado de 100 ml.

A.3.3.2 Acidificar con una o dos gotas de ácido nítrico 0,1 N (HNO_3).

A.3.3.3 Agitar la solución y posteriormente adicionar 25 ml de nitrato de plata 0,1 N (AgNO_3).

A.3.3.4 Tapar el vaso de precipitado con un vidrio de reloj y colocar en la oscuridad por un lapso de tiempo de 8 horas.

A.3.3.5 Paralelamente realizar un blanco con 25 ml de agua destilada.

A.3.4 Expresión de los resultados

Expresar el contenido de cloruros de la siguiente manera:

- Positivo: en caso de que la solución adquiera aspecto turbio.
- Negativo: en caso de que la solución no adquiera aspecto turbio.

A.3.5 Informe

Véase apartado A.1.5.

A.4 Determinación del contenido de hierro en nitrato de amonio**A.4.1 Preparación de las soluciones**

A.4.1.1 Solución madre de nitrato de amonio (NH_4NO_3): Pesar 10 g de Nitrato de Amonio y disolver en 100 ml de agua destilada.

A.4.1.2 Solución de tiocianato de amonio al 2 %: pesar 2 g de tiocianato de amonio y disolver en 100 ml agua destilada.

A.4.1.3 Solución de peróxido de hidrógeno (H_2O_2) al 30 %: diluir en un matraz volumétrico 30 ml de peróxido de hidrógeno en 100 ml de agua destilada.

A.4.2 Aparatos y materiales

A.4.2.1 Baño de María.

A.4.2.2 Vaso de precipitado de 250 ml.

A.4.2.3 Pipeta graduada de 5 ml.

A.4.2.4 Pipetas volumétricas de 50 ml.

A.4.3 Procedimiento

A.4.3.1 Medir 50 ml de la solución madre de nitrato de amonio y colocar en un vaso de precipitado de 250 ml.

A.4.3.2 Agregar 2 ml de peróxido de hidrógeno (H_2O_2) al 30 % para que posibles iones ferrosos se oxiden a iones férricos.

A.4.3.3 Hervir la muestra durante 10 minutos en baño de maría.

A.4.3.4 Agregar 3 ml de una solución de tiocianato de amonio al 2 %.

A.4.4 Expresión de los resultados

Expresar el contenido de iones férricos de la siguiente manera:

- Positivo: con la aparición de una coloración roja.
- Negativo: cuando la solución mantiene su color original.

A.4.5 Informe

Véase apartado A.1.5.

A.5 Determinación del contenido de sulfato en nitrato de amonio**A.5.1 Preparación de las soluciones**

A.5.1.1 Solución 0,2 N de cloruro de bario: Diluir el contenido de una ampolla 0,2 N titrisol en agua destilada cantidad suficiente para 1000 ml en un matraz volumétrico.

A.5.1.2 Solución madre de nitrato de amonio: Pesar 10 g de nitrato de amonio y disolver en 100 ml de agua destilada.

A.5.1.3 Solución de ácido nítrico al 0,1 N (HNO_3): Diluir el contenido de una ampolla titrisol 0,1 N en agua destilada cantidad suficiente para 1000 ml.

A.5.2 Aparatos y materiales

A.5.2.1 Pipeta volumétrica de 25 ml y 50 ml.

A.5.2.2 Vaso de precipitado de 250 ml.

A.5.2.3 Vidrio de reloj.

FONDONORMA 2604:2006

A.5.2.4 Pipeta graduada de 1 ml.

A.5.3 Procedimiento

A.5.3.1 Medir 25 ml de la solución madre de nitrato de amonio.

A.5.3.2 Acidificar con una o dos gotas de ácido nítrico (HNO_3) 0,1 N.

A.5.3.3 Agitar la solución y posteriormente adicionar 50 ml de una solución de cloruro de bario (BaCl_2) 0,2 N.

A.5.3.4 Tapar el vaso de precipitado con el vidrio de reloj y colocar en la oscuridad por un lapso de tiempo de 8 horas.

A.5.4 Expresión de los resultados

Expresar el contenido de iones sulfato de la siguiente manera:

- Positivo: en caso de que se observe la aparición de un precipitado de color blanco.
- Negativo: en caso de que no se observe cambio en la solución.

A.5.5 Informe

Véase apartado A.1.5.

A.6 Determinación de impurezas orgánicas en nitrato de amonio

A.6.1 Aparatos y materiales

A.6.1.1 Balanza analítica con precisión de 0,001 g.

A.6.1.2 Crisol de porcelana.

A.6.1.3 Mechero.

A.6.1.4 Tripode.

A.6.1.5 Rejilla.

A.6.1.6 Vaso de precipitado de 250 ml.

A.6.2 Procedimiento

Para la determinación de impurezas orgánicas en nitrato de amonio realizar cualquiera de los dos tipos de pruebas las cuales se describen a continuación como:

A.6.2.1 Prueba N° 1

A.6.2.1.1 Pesar 50 g de nitrato de amonio en un crisol de porcelana.

A.6.2.1.2 Fundir la muestra y observar la coloración.

A.6.2.2 Prueba N° 2

A.6.2.2.1 Pesar 50 g de nitrato de amonio en un vaso de precipitado de 250 ml.

A.6.2.2.2 Disolver en 100 ml de agua destilada y observar la solución.

A.6.3 Expresión de los resultados

A.6.3.1 Para la prueba N° 1: la masa fundida debe fluir libremente y no presentar ninguna decoloración, es decir la masa fundida fría debe ser absolutamente blanca comparable con el original del nitrato de amonio (pro-análisis) reportar este resultado como Negativo.

A.6.3.2 Para la prueba N° 2: la solución debe ser transparente, (no presentar ningún tipo de turbidez) y no dejar depósitos en las paredes del vaso de precipitado, reportar este resultado como negativo.

A.6.4 Informe

Véase apartado A.1.5.

ANEXO B
(Informativo)

B REQUISITOS DEL ÓXIDO NITROSO GRADO MEDICINAL

El óxido nitroso debe cumplir con los requisitos establecidos en la siguiente tabla:

Tabla B.1. Concentraciones máximas permisibles para el óxido nitroso, grado medicinal

Características	Requisitos
Pureza, % V/V mín.	99,0
Monóxido de carbono (CO), ppm máx. f.g.	10
Dióxido de carbono (CO ₂), ppm máx f.l.	300
Amoníaco (NH ₃), ppm máx. f.g.	25
Aire, f.l., % V/V máx.	1,0
Óxidos de nitrógeno (NO y NO ₂) f.l.,	1
Cloro, f.g, ppm máx.	1
Humedad del producto final, f.g., ppm, máx.	58
Donde:	
f.l.	= Fase líquida
f.g.	= Fase gaseosa
p.p.m.	= Partes por millón

FONDONORMA
2604:2006

CATEGORÍA
C

FONDONORMA
Av. Andrés Bello Edif. Torre Fondo Común Pisos 11 y 12
Telf. 575.41.11 Fax: 574.13.12
CARACAS

publicación de:



Depósito Legal: If555200761086

I.C.S: 11.040.30

RESERVADOS TODOS LOS DERECHOS
Prohibida la reproducción total o parcial, por cualquier medio.