

Determinación de óxido de dinitrógeno en aire - Método de captación en bolsas inertes / Cromatografía de gases

MTA/MA-020/A91

Palabras clave: anestésicos, óxido de dinitrógeno, aire, cromatografía de gases.

PRESENTACIÓN

El óxido de dinitrógeno es el gas anestésico más utilizado, siendo muchas las personas que están directamente expuestas a él (personal de quirófanos y de salas de reanimación, dentistas, veterinarios, etc.)

Existen en la bibliografía muchos estudios epidemiológicos que describen los posibles riesgos para la salud que puede reportar la exposición crónica a óxido de dinitrógeno: aumento de abortos espontáneos, malformaciones congénitas, problemas hepáticos, renales y neurológicos, entre otros. Sin embargo, los estudios más recientes indican que en realidad los únicos efectos demostrados hasta el momento son una ralentización de los procesos de desarrollo, crecimiento y aprendizaje en animales expuestos a concentraciones ambientales de óxido de dinitrógeno equivalentes a las existentes como residuales en los quirófanos.

Para poder medir estas concentraciones residuales se ha puesto a punto el método "*Determinación de óxido de dinitrógeno en aire. Método de captación directa con bolsas inertes y análisis por cromatografía de gases*". Este es un **MÉTODO ACEPTADO** por el Instituto Nacional de Seguridad e Higiene en el Trabajo (INSHT). Como **MÉTODO ACEPTADO** se entiende un método utilizado por el INSHT y que ha sido sometido a un protocolo de validación por organizaciones oficiales competentes en el área de normalización de métodos analíticos, o bien ha sido adoptado como método recomendado por asociaciones profesionales dedicadas al estudio y evaluación de riesgos por agentes químicos, así como, aquellos métodos recomendados por la CEE o basados en métodos ampliamente conocidos y evaluados por especialistas en este tipo de análisis.

Índice

1. OBJETO Y CAMPO DE APLICACIÓN

2. FUNDAMENTO DEL MÉTODO

3. REACTIVOS Y PRODUCTOS

3.1. Gases

3.2. Reactivos

3.3. Disoluciones patrón para la calibración multinivel

4. APARATOS Y MATERIAL

4.1. Aparatos y material para la toma de muestras

4.2. Aparatos y material para el análisis

5. TOMA DE MUESTRAS

6. PROCEDIMIENTO DE ANÁLISIS

6.1. Calibración

6.2. Análisis cromatográfico

7. CÁLCULOS

8. PRECISIÓN

1. OBJETO Y CAMPO DE APLICACIÓN

Se describe en este método el procedimiento a seguir y el equipo necesario para la determinación de óxido de dinitrógeno (N° CAS 10024-97-2) en ambientes laborales (quirófanos, salas de reanimación), mediante captación de las muestras de aire en bolsas inertes y análisis por cromatografía de gases, en los intervalos de concentraciones de 10 ml/m³ a 1200 ml/m³.

El límite superior del intervalo útil depende del nivel de saturación del detector.

El límite inferior del intervalo útil depende del nivel de ruido del detector y las interferencias en el análisis cromatográfico.

Se considera como interferencia cualquier compuesto, que presente el mismo o próximo tiempo de retención que el compuesto a analizar.



2. FUNDAMENTO DEL MÉTODO

La muestra se recoge llenando una bolsa de muestreo mediante una bomba personal provista de un dispositivo impulsor u otro método equivalente. Mediante una válvula o jeringa de gases se introduce la muestra en un cromatógrafo de gases equipado con un detector de captura de electrones.

A partir de las áreas obtenidas se leen en la recta de calibración las concentraciones ambientales correspondientes.



3. REACTIVOS Y PRODUCTOS

3.1. Gases

3.1.1. Nitrógeno purificado

3.1.2. Aire purificado para la preparación de patrones.

3.2. Reactivos

Todos los reactivos deben ser de calidad analítica.

3.2.1. Óxido de dinitrógeno 99,5 %

3.3. Disoluciones patrón para la calibración multinivel

Se preparan cinco patrones diferentes añadiendo a una jeringa de un litro de capacidad (4.2.2) llena con aire purificado (3.1.2), diferentes cantidades de óxido de dinitrógeno, a fin de obtener disoluciones patrón en concentraciones que cubran el intervalo de aplicación del método. Dichas concentraciones se deben expresar en términos de ml/m³.



4. APARATOS Y MATERIAL

4.1. Aparatos y material para la toma de muestras.

4.1.1. Bomba de muestreo. Se requiere una bomba de muestreo portátil capaz de mantener un funcionamiento continuo durante todo el tiempo de toma de muestra. El caudal de la bomba ha de mantenerse constante dentro de un intervalo $\pm 5\%$.

Para conectar la bomba y la bolsa se utilizará un tubo de goma ó plástico de longitud y diámetro adecuado a fin de evitar estrangulamientos y fugas en las conexiones.

Para la calibración de la bomba se utilizará preferentemente un medidor de burbuja de jabón.

4.1.2. Bolsas de muestreo. Se utilizarán bolsas de 5 capas y 5 l de capacidad, provistas de una válvula de cierre y apertura y de un séptum para poder tomar alícuotas para su inyección en el cromatógrafo.

Las bolsas pueden ser utilizadas de nuevo después de su análisis, previa limpieza de las mismas mediante la aplicación de vacío y llenado con nitrógeno purificado (3.1.1) dos veces como mínimo.

4.2. Aparatos y material para el análisis

4.2.1. Recipiente (jeringa ó bolsa) adecuado para almacenar el óxido de dinitrógeno de donde se tomará la alícuota para la preparación del patrón.

4.2.2. Jeringa de 1 l de capacidad para preparar las disoluciones patrón de óxido de dinitrógeno en aire.

4.2.3. Jeringas de gases para la preparación de patrones e inyección de las muestras en el cromatógrafo.

4.2.4. Cromatógrafo de gases equipado con detector de captura de electrones.

4.2.5. Columna cromatográfica de vidrio de 4 m de longitud por 4 mm de diámetro interno, rellena con Porapak Q de 80/100 mallas.

4.2.6. Integrador electrónico u otro modo equivalente para la medida de las áreas de los picos cromatográficos.

5. TOMA DE MUESTRAS

5.1. Calibrar la bomba portátil en condiciones representativas de la toma de muestra, utilizando un medidor de burbuja de jabón. El caudal impulsor de la bomba depende del tiempo de muestreo, de la capacidad de la bolsa y de las características de la bomba.

5.2. Elegir una localización adecuada del muestreo, de acuerdo a las características y condiciones del local.

5.3. Conectar la bolsa con la bomba mediante un tubo inerte, abrir la bolsa y poner en marcha la bomba. Se debe controlar la duración del muestreo para que no se sobrepase el volumen de la bolsa.

5.4. Una vez efectuada la toma de muestra, la bolsa debe cerrarse cuidadosamente.

5.5. Las muestras deben analizarse dentro de las tres semanas siguientes a su captación (véase [tabla 1 del anexo A](#)).

6. PROCEDIMIENTO DE ANÁLISIS

6.1. Calibración

Cada una de las cinco disoluciones patrón preparadas según 3.3 se analizan por triplicado en las mismas condiciones que las muestras, intercalando inyecciones de blancos de aire. La curva de calibración se construye representando en una gráfica la concentración del óxido de dinitrógeno en ml/m³ frente a las áreas promedio del pico del analito.

6.2. Análisis cromatográfico

6.2.1. Condiciones cromatográficas.

Las condiciones de trabajo con la columna cromatográfica descrita en el apartado 4.2.5. son las siguientes:

- Temperatura del inyector: 100 °C
- Temperatura del horno: 60 °C
- Temperatura del detector: 250 °C
- Gas portador, Nitrógeno: 35 ml/min
- Gas auxiliar, Nitrógeno: 40 ml/min

6.2.2. Inyectar 1 ml de muestra en el cromatógrafo e intercalar las inyecciones de patrones. Todas las inyecciones deben realizarse por triplicado.

7. CÁLCULOS

Leer la concentración en ml/m³ de cada una de las muestras en la curva de calibración (véase 6.1).

8. PRECISIÓN

El coeficiente de variación, calculado a partir de los datos intralaboratorio de análisis de muestras reales de óxido de dinitrógeno, es inferior a 6% en todo el intervalo de aplicación del método (véase [tabla 2 del anexo A](#)).

9. BIBLIOGRAFÍA

1. Ducbeck H. W., Niehaus R. "Simultaneous Gas Chromatographic Determination of N₂, O₂, CO, CO₂, N₂O, SO₂, CH₄, C₂H₄ and C₂H₆ at the ppm level" Chromatographia 11 (1), 14-18, (1978)
2. National Institute for Occupational Safety and Health. "Criteria for a recommended standard. Occupational exposure to waste anesthetic gases and vapors". U. S. DHEW, Pub. 77.140, Cincinnati, Oh. USA, 1977.
3. National Institute for Occupational safety and Health. "Nitrous oxide. Method 6600." Manual of analytical methods (3ª ed.) DHNS Pub. 84.100, Cincinnati Oh. USA, 1984.
4. Stoklov M. et al. "L'exposition aux gaz anesthésiques: risques et prévention" Sem. Hóp. Paris 59, 2081-2087, 1983.
5. Guardino X. , Rosell M.G., "Propuesta de método analítico para la determinación de protóxido de nitrógeno (N₂O) en aire por cromatografía de gases". INSHT. ITB/ 130.85.
6. Ladron de Guevara. O., et al. "Quantification of halothane, enflurane and nitrous oxide by means of a simple gas chromatographic method". J.Chromatogr. 403, 350-354, (1987).

ANEXO A

En este anexo se recogen las tablas de los datos obtenidos en las experiencias llevadas a cabo para la puesta a punto del método.

TABLA 1
Estudio de la estabilidad de las muestras

Muestra	0 Días		7 Días		14 Días		21 Días	
	C	CV	C	CV	C	CV	C	CV
1	30	6,9	32	5,1	29	8,7	29	1,1
2	52	2,1	50	1,2	43	0,1	41	3,1
3	47	1,8	45	1,6	43	1,8	46	2,2
4	60	4,1	63	3,9	59	5,6	60	2,5
5	334	1,2	321	1,5	330	0,1	328	0,1
6	1000	2,2	1000	2,1	1034	2,4	987	2,3

C: Concentración media de óxido de dinitrógeno expresada en ml/m³ correspondiente a tres inyecciones.

CV : Coeficiente de variación

TABLA 2
Análisis. Datos Intralaboratorio

Muestra ⁽¹⁾	Concentración ⁽²⁾			Media	CV
1	46	50	47	47,66	4,37

2	110	106	98	104,66	5,83
3	321	316	341	326,00	4,06
4	1034	987	1000	1007,00	2,41

(1) : Todos los datos corresponden a muestras reales.

(2) : Concentración de óxido de dinitrógeno expresada en ml/m³ correspondiente a cada una de las inyecciones.

Para cualquier observación o sugerencia en relación con este Método puede dirigirse al
Instituto Nacional de Seguridad e Higiene en el Trabajo
[Centro Nacional de Verificación de Maquinaria](#)
Camino de la Dinamita, s/n Monte Basatxu-Cruces - 48903 BARACALDO (VIZCAYA)
Tfn. 944 990 211 - 944 990 543 Fax 944 990 678
Correo electrónico.- cnvminsht@mtas.es