



# Gas e vapori anestetici

## N<sub>2</sub>O, forano, etrano, alotano e sevorano

### Componenti di radiello da utilizzare

Kit codice 125, composto da 20 imballaggi, contenenti ciascuno:

1 corpo permeativo (v. codice 120-3)

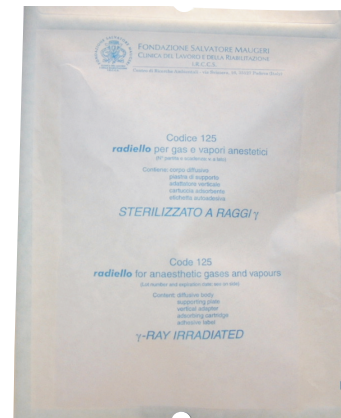
1 piastra di supporto (v. codice 121)

1 adattatore verticale (v. codice 122)

1 cartuccia adsorbente (v. codice 132)

il tutto introdotto all'interno di una busta in alluminio con chiusura a clip, a sua volta racchiusa da una busta in carta-polietilene termosaldata; l'insieme è sterilizzato a raggi  $\gamma$ .

I singoli componenti sono anche disponibili **non sterilizzati** in confezioni da 20 pezzi ciascuna.



### Principio

La cartuccia codice 132 è in rete di acciaio inossidabile riempita da una miscela di setaccio molecolare e carbone attivo 35-50 mesh.

Protossido di azoto e anestetici alogenati permeano la membrana siliconica e sono captati, il primo, dal setaccio molecolare, gli altri dal carbone attivo.

Gli analiti captati sono spostati con una miscela acqua-metanolo e sono analizzati gascromatograficamente con la tecnica dello spazio di testa.

N<sub>2</sub>O, forano, etrano e alotano rispondono bene al rivelatore a cattura di elettroni (ECD). Il sevorano non risponde all'ECD: la sua determinazione deve essere eseguita in GC-MS.

### Portate di campionamento

La tabella accanto riporta i valori di portata di campionamento a 25 °C e 1013 hPa.

#### Effetto della temperatura, dell'umidità e della velocità dell'aria

La variazione della portata di campionamento con la temperatura espressa in kelvin (K) in relazione alla portata di campionamento a 298 K (25 °C) è data da

$$Q_K = Q_{298} \left( \frac{K}{298} \right)^{1,5}$$

dove  $Q_K$  è la portata alla temperatura  $K$  e  $Q_{298}$  è il valore di portata alla temperatura di riferimento di 298 K. Ciò comporta una variazione del  $\pm 5\%$  per ogni 10 °C in più o in meno di 25 °C.

La portata di campionamento è invariante con l'umidità nell'intervallo 15-90% per esposizioni non superiori a 8 ore e con la velocità dell'aria fra 0,1 e 10 m·s<sup>-1</sup>.

	portata ml·min <sup>-1</sup>
N <sub>2</sub> O	1,01
forano	2,25
etranò	3,39
alotano	4,93
sevorano	0,92



## Calcoli

La concentrazione in aria si calcola applicando la:

$$C = \frac{m}{Q_K \cdot t} \cdot 1000$$

dove:

$C$  = concentrazione in  $\text{mg} \cdot \text{m}^{-3}$

$m$  = massa di analita reperita nella cartuccia in  $\mu\text{g}$

$Q_K$  = portata di campionamento in  $\text{ml} \cdot \text{min}^{-1}$

$t$  = tempo di esposizione in minuti.

## Esposizione

La portata di campionamento è costante per esposizione fino ad 8 ore con umidità relativa fino all'80% per concentrazione di  $\text{N}_2\text{O}$  fino a 500 ppm e cumulativa di alogenati fino a 100 ppm.

Esposizioni di durata superiore a 8 ore in ambienti a umidità relativa superiore al 80% conducono alla progressiva perdita del  $\text{N}_2\text{O}$  già campionato per effetto della competizione del vapor d'acqua sui siti attivi del setaccio molecolare.

## Limite di rivelabilità e incertezza

Le cartucce sono predepurate in modo da garantire un bianco gascromatografico inferiore a tre volte il rumore alla minima attenuazione strumentale.

Usando un rivelatore ECD in buono stato, quattro ore di esposizione garantiscono i seguenti limiti di sensibilità analitica: 0,5 ppm di  $\text{N}_2\text{O}$ , 0,002 ppm di forano, 0,01 ppm di etrano e 0,002 ppm di alotano. **Il sevorano non risponde all'ECD.** Con sensibilità accettabile, può essere usato il rivelatore a ionizzazione di fiamma (FID) ma, se si desidera dosare contemporaneamente anche il protossido di azoto o gli altri alogenati, è necessario ricorrere allo spettrometro di massa. Lavorando in SIM, si ottengono, per  $\text{N}_2\text{O}$ , forano, etrano e alotano, limiti di sensibilità analitica confrontabili con quelli raggiunti dall'ECD; un'ora di esposizione permette di dosare 0,1 ppm di sevorane.

L'incertezza a  $2\sigma$  è: 5,5 % per  $\text{N}_2\text{O}$ , 4,7-5,6 % per forano, etrano e alotano con rivelatore ECD; 6,2 % per  $\text{N}_2\text{O}$  e 5,5-6,2 % per forano, etrano, alotano e sevorano con rivelatore MS.

## Durata e conservazione

La confezione codice 125 è fornita sterilizzata a raggi  $\gamma$ . L'uso del campionatore fa decadere la sterilizzazione.

Fatta eccezione per la cartuccia adsorbente, il campionatore è riutilizzabile un numero illimitato di volte. Dopo il primo campionamento, l'utente può provvedere da sé alla sterilizzazione: sarà sufficiente ordinare le cartucce codice 132, per le quali la sterilizzazione non è indispensabile.

Conservate in luogo asciutto e non contaminato, le cartucce integre sono stabili per almeno 12 mesi. Numero di lotto e data di scadenza sono stampati sull'involucro trasparente. Dopo il campionamento, le cartucce conservate allo stesso modo sono stabili per 30 giorni.

### IMPORTANTE

**NON STERILIZZARE IN AUTOCLAVE.** Il trattamento in autoclave altera **irrimediabilmente** le caratteristiche della membrana silicica.

## Analisi

### Materiali occorrenti per l'analisi

- ✓ vial da spazio di testa da 20 ml
- ✓ miscela acqua-metanolo 60/40 in volume
- ✓ normale vetreria da laboratorio.



## Materiali occorrenti per la retta di calibrazione

- ✓ N<sub>2</sub>O puro in bombola
- ✓ anestetici alogenati
- ✓ siringhe da gas da 500 µl e microsiringhe da 100 e da 10 µl
- ✓ bottiglia in vetro da 1 litro con collo filettato, tipo SVL o equivalente, tappo a vite forato e sottotappo in gomma e PTFE: *misurarne accuratamente il volume pesandola piena d'acqua.*
- ✓ agitatore magnetico con ancorotta di medie dimensioni (orientativamente 30-40 mm di lunghezza)
- ✓ normale vetreria da laboratorio.

## Trattamento del campione

Con una pipetta tarata versare nel vial 10 ml della miscela acqua-metanolo; introdurre la cartuccia di **radiello** e tap-pare immediatamente. Agitare, sistemare il vial nello strumento dello spazio di testa e lasciar termostatare per un'ora a 45° C.

## Analisi strumentale

### Rivelatore ECD (il sevorano non si vede)

- ✓ gas di pressurizzazione del vial: N<sub>2</sub> a 1,2 atm
- ✓ loop: 1 ml
- ✓ colonna gascromatografica: Poraplot Q (Chrompack 7554 o equivalente), lunga 30 m, 0,32 mm di diametro, 20 µm di spessore (questa colonna consente di dosare sia il protossido di azoto che gli alogenati con una sola analisi)
- ✓ carrier: N<sub>2</sub> a 1,0 atm
- ✓ rapporto di split: 10/1
- ✓ gas di make-up: Ar-CH<sub>4</sub> (10% v/v di CH<sub>4</sub>) al flusso di 30 ml·min<sup>-1</sup>
- ✓ temperature:
  - ✓ forno: 40° C per 2 min, 10° C·min<sup>-1</sup> fino a 150° C, 6° C·min<sup>-1</sup> fino a 200° C, isoterma per 5 minuti
- ✓ iniettore: 150° C
- ✓ ECD: 300° C

In queste condizioni si producono gascromatogrammi simili a quello mostrato accanto, ottenuto dopo esposizione di quattro ore ai valori di concentrazione indicati e ad umidità relativa del 70%.

### Rivelatore MS

Le condizioni strumentali sono uguali a quelle usate per l'ECD, è sufficiente sostituire l'azoto con l'elio ed eliminare il gas di make-up. Operare in SIM e focalizzare il rivelatore sui seguenti ioni di massa (sottolineato il picco-base):

**N<sub>2</sub>O:** 44; **forano ed etrano:** 51, 67, 117; **alotano:** 117, 198, 179; **sevorano:** 33, 131, 181

Conviene lavorare oscurando l'acquisizione dello ione 44 dopo 4 minuti (si evita il picco del CO<sub>2</sub>) ed attivando quella degli altri ioni solo dopo 14 minuti dall'iniezione. Nell'intervallo, si può acquisire uno ione di massa "muta", ad esempio 500. A pag. L4 è mostrato il gascromatogramma-tipo in corrente ionica totale. Rispetto all'analisi in ECD, i tempi di ritenzione sono accorciati per effetto del vuoto applicato alla coda della colonna.

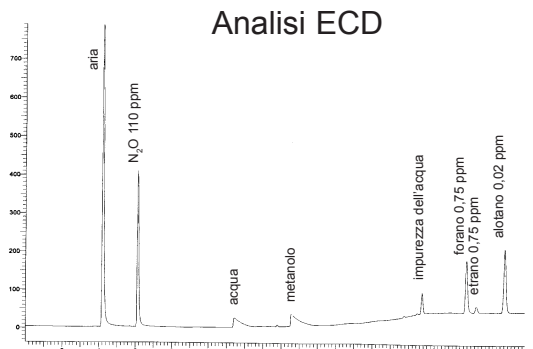
## Calibrazione

Le rette di calibrazione di N<sub>2</sub>O e degli alogenati possono essere realizzate simultaneamente, introducendo tutti gli analiti nello stesso campione.

Preparare almeno 6 vial, versando in ciascuno 10 ml di miscela acqua-metanolo ed una cartuccia vergine. Un vial serve da bianco.

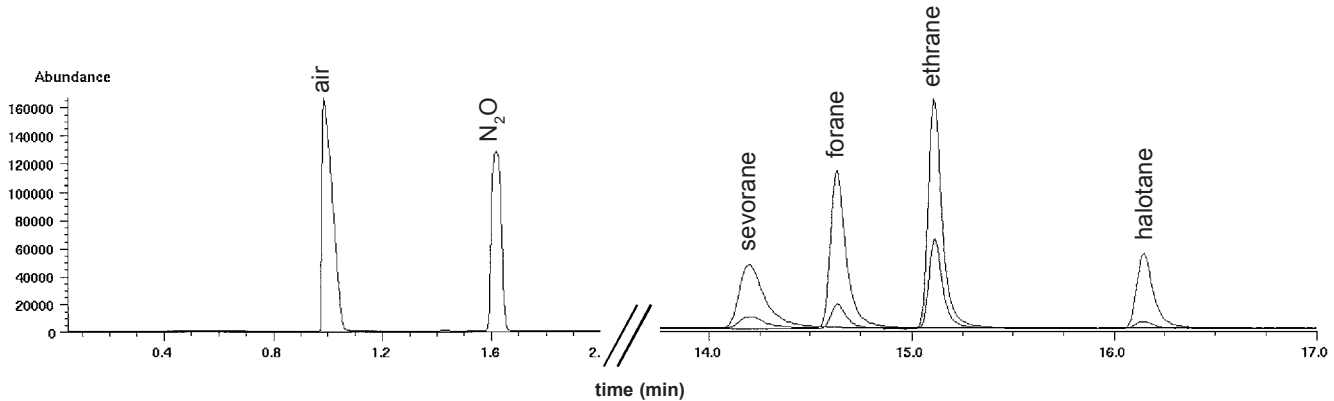
Collegare alla bombola di N<sub>2</sub>O l'estremità di un tubo di silicone, portando l'altra estremità sotto cappa. Aprire la bombola in modo che fluisca circa 1 ml·min<sup>-1</sup> di gas e lasciar fluire per qualche minuto.

Nel frattempo, posizionare la bottiglia con l'ancoretta e con il tappo a vite ben chiuso sull'agitatore magnetico, mettendolo in funzione.





TIC



Con una siringa da 20 ml (una siringa da gas è la soluzione ottimale, ma vanno bene anche quelle in plastica monouso un po' a scapito dell'accuratezza) estrarre 40 ml d'aria dalla bottiglia, prelevarne altrettanti di N<sub>2</sub>O puro ed iniettarli nella bottiglia. Se il volume della bottiglia è esattamente di 1 litro, la concentrazione di N<sub>2</sub>O diventa 71,8 µg·ml<sup>-1</sup> a 25°C. Apportare la necessaria correzione se il volume è diverso.

Con la siringa da gas prelevare i volumi di N<sub>2</sub>O puro o da bottiglia secondo lo schema seguente, introducendoli nei vial:

Vial n°	N <sub>2</sub> O puro µl	N <sub>2</sub> O da bottiglia µl	pari a µg di N <sub>2</sub> O in vial	esposizione equivalente mg·m <sup>-3</sup> ·min
0	--	--	--	--
1	200	--	359	283.120
2	100	--	179,5	141.560
3	--	1.000	71,8	56.625
4	--	500	35,9	28.312
5	--	250	18,0	14.156

Preparare una soluzione in metanolo contenente, in 500 ml, 100 µl di forano, 100 µl di etrano, 50 µl di alotano e 100 µl di sevoroano. Introdurre i volumi di soluzione dello schema sottostante nei vial della tabella precedente che hanno già ricevuto il protossido di azoto:

Vial n°	µl di soluzione	µg introdotti				esposizione equivalente in mg·m <sup>-3</sup> ·min			
		forano	etrano	alotano	sevoroano	forano	etrano	alotano	sevoroano
0	0	--	--	--	--	--	--	--	--
1	100	30,6	30,6	18,7	30,5	9.270	7.065	2.619	21.479
2	50	15,3	15,3	9,35	15,25	4.635	3.533	1.310	10.739
3	25	7,65	7,65	4,68	7,63	2.318	1.766	655	5.370
4	10	3,06	3,06	1,87	3,05	927	707	262	2.148
5	5	1,53	1,53	0,94	1,53	464	353	131	1.074

I valori sopra proposti coprono di solito le situazioni estreme di sala operatoria. L'analista può, ovviamente, optare per valori diversi, tenendo però presente di non simulare valori di esposizione superiori a 400.000 mg·m<sup>-3</sup>·min per il protossido di azoto e di 50.000 mg·m<sup>-3</sup>·min per ciascuno degli alogenati.

Attenzione! Può capitare che la risposta dell'ECD non sia lineare: usare la curva sperimentale così com'è **senza tentare di linearizzarla**. Accertarsi, però, che passi per lo zero.

**Dati utili**

nome	formula	peso molecolare	1 mg·m <sup>-3</sup> a 25°C = ppm
protossido di azoto	N <sub>2</sub> O	44	0,556
forano	CHF <sub>2</sub> -O-CHCl-CF <sub>3</sub>	184,5	0,133
etrano	CHF <sub>2</sub> -O-CF <sub>2</sub> -CHClF	184,5	0,133
alotano	CF <sub>3</sub> -CHBrCl	197,4	0,124
sevoroano	CH <sub>2</sub> F-O-CH(CF <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	200	0,123



**radiello** è brevetto della FONDAZIONE SALVATORE MAUGERI-IRCCS

Centro di Ricerche Ambientali - via Svizzera, 16 - 35127 PADOVA  
tel. 0498 064 511 fax 0498 064 555 e.mail fsm pd@fsm.it