

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG 2685—95

医 用 氧 化 亚 氮

1995-04-05 发布

1996-01-01 实施

中华人民共和国化学工业部 发布

中华人民共和国化工行业标准

HG 2685—95

医 用 氧 化 亚 氮

1 主题内容与适用范围

本标准规定了医用氧化亚氮的技术要求、试验方法、检验规则、包装、标志、贮存及运输。

本标准适用于硝酸铵热分解工艺制取的氧化亚氮。用于手术麻醉、镇痛等医疗目的。

分子式: N_2O

相对分子质量: 44.01 (按 1991 年国际相对原子质量)

2 引用标准

GB 190 危险货物包装标志

GB 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 5832.1 气体中微量水份的测定 电解法

GB/T 5832.2 气体中微量水份的测定 露点法

GB 7144 气瓶颜色标记

GB 8986 医用及航空呼吸用氧气检验方法

GB/T 14600 电子工业用气体 氧化亚氮

HG/T 2537 焊接用二氧化碳

3 技术要求

医用氧化亚氮产品的质量应符合表 1 要求:

表 1

项 目	指 标
氧化亚氮含量, $10^{-2} (V/V)$ >	99.0
一氧化碳含量, $10^{-6} (V/V)$ ≤	10.0
二氧化碳含量, $10^{-6} (V/V)$ ≤	300.0
气态酸和碱	符合检验
卤化物(以氯素计)	符合检验
易还原物	符合检验
易氧化物	符合检验
砷化氢、磷化氢	符合检验
水份含量, g/m ³ ≤	0.1

4 试验方法

本试验中所用的试剂，除另有规定外均指分析纯试剂。

4.1 氧化亚氮含量的测定

4.1.1 方法提要

取 100 mL 氧化亚氮样品气，用新煮沸的蒸馏水或去离子水吸收。从分析器上读出样品气减少的体积，即为氧化亚氮含量。

4.1.2 试剂和材料

- a. 不含二氧化碳的蒸馏水或去离子水；
- b. 真空活塞脂。

4.1.3 仪器及设备

- a. 氧化亚氮分析器：其量气管容积为 100 mL、最小分度值 0.1 mL。见附录 B 图 B 1。
- b. 贮水瓶：带有下口的或装有虹吸管的玻璃瓶。

4.1.4 分析前的准备

将分析用水煮沸 10 min 以上，待冷至室温后移入贮水瓶备用。

4.1.5 测定

4.1.5.1 将分析器上的玻璃活塞涂上真空活塞脂，确保不漏气。把贮水瓶出水管与支管 E 用乳胶管连接后将分析器倒置，开通活塞 C，关闭活塞 B 后将分析器上提，使活塞 B 在贮水瓶的液面以上再开通活塞 B，让活塞孔内充满水后立即关闭。放正仪器，旋转活塞 B 使支管 D 与 A 连通。

4.1.5.2 开启样品气瓶阀，用样品气以至少三次升、降压的方法充分置换取样阀及管道后由支管 F 或 G 进入分析器内，以十倍以上分析器容积的样气吹洗，迅速关闭活塞 C、B。转动活塞 B 使贮水瓶出水管与 A 管相通，待水流进 A 管后关闭。振摇分析器让水充分吸收氧化亚氮。

4.1.5.3 开通活塞 C，将 A 管内的水放出大部份后关闭，再开通活塞 B，进水振摇。照此反复多次，至 A 管内气体体积不再减少为止。

4.1.5.4 关闭活塞 B、C，将贮水瓶的出水管取下与支管 F 或 G 连接。用水排掉活塞 C 孔道中的空气，仪器上提开通活塞 C，待分析器内液面与贮水瓶液面相平时关闭 C。读出已被水吸收减少的气体体积即得到氧化亚氮的含量。

4.1.5.5 重复测定两次，两次平行测定结果之差不大于 0.05%。取其平均值作为测定结果。

4.1.6 允许采用扣除杂质含量的方法测定氧化亚氮的纯度，其测定方法见附录 A。当两种方法测定结果不一致时，以水吸收法为仲裁方法。

4.2 一氧化碳的测定

4.2.1 方法提要

一氧化碳在 120℃ 下被五氧化二碘氧化为二氧化碳和碘，析出的碘与过量的碘化钾溶液形成易溶于水的 I_3^- 。用硫代硫酸钠标准溶液滴定，通过测定碘含量计算一氧化碳的量。

4.2.2 试剂及溶液

- a. 五氧化二碘；
- b. 碘化钾 (GB/T 1272)，160 g/L 溶液称取碘化钾 16.0 g，溶于适量水中，稀释至 100 mL，置棕色瓶保存。
- c. 硫代硫酸钠 (GB/T 637) 标准滴定溶液， $c(Na_2S_2O_3) = 0.002 \text{ mol/L}$ ：取 $c(Na_2S_2O_3) = 0.1 \text{ mol/L}$ 的标准溶液在临用前加新煮沸过的水稀释即得。
 $c(Na_2S_2O_3) = 0.1 \text{ mol/L}$ 硫代硫酸钠标准溶液的配制：按 GB/T 601 的规定。
- d. 硫酸 (GB/T 625)，化学纯；
- e. 三氧化铬 (GB/T 3—934)，化学纯，饱和硫酸溶液：取固体三氧化铬加入硫酸中至饱

和。

f. 淀粉指示液：取可溶性淀粉 0.5 g，加水 5 mL 搅匀后，缓缓倾入 100 mL 沸水中，不断搅拌，继续煮沸 2 min，冷却后取其上层清液即得。本溶液保存期为两周。

4.2.3 仪器及设备

- a. 吸收管：内装五氧化二碘；
- b. 气体流量计；
- c. 加热炉：可控温度 200±0.5℃。

4.2.4 分析前的准备

- a. 将五氧化二碘于 200℃ 干燥 2 h；
- b. 将三氧化铬饱和硫酸溶液、固体氢氧化钾、五氧化二磷分别装入三个洗气瓶内，按顺序连接好，组成洗涤装置系统。

4.2.5 测定

4.2.5.1 空白试验。取 5 000 mL 不含一氧化碳的氮气（或空气），采用与测定样品相同试剂、用量和测定步骤进行空白试验。

4.2.5.2 用样品气充分置换取样管道后，连接在吸收装置系统上，让 5 000 mL 氧化亚氮气体以约 100 mL/min 的速度依次通过（1）三氧化铬饱和硫酸溶液，（2）固体氢氧化钾，（3）五氧化二磷等洗涤装置后，再通过恒温 120℃ 的五氧化二碘吸收管，析出的碘蒸汽导入贮有碘化钾溶液的碘量瓶内。

4.2.5.3 样品通毕后，再通过约 5 000 mL 不含一氧化碳的氮气（或空气）以驱除残留在五氧化二碘吸收管内的碘蒸汽，仍导入碘化钾溶液吸收。

4.2.5.4 取下碘量瓶，加入淀粉指示液 2~3 mL，用 $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.002 \text{ mol/L}$ 硫代硫酸钠标准溶液滴定至无色，记录其用量。

4.2.6 结果计算

一氧化碳含量 (ϕ) 按式（1）计算：

$$\phi = \frac{(V_1 - V_0) \times 0.112}{V_2} \times 10^6 \quad (1)$$

式中： V_0 ——空白测定时硫代硫酸钠标准溶液用量，mL；

V_1 ——样品测定时硫代硫酸钠标准溶液用量，mL；

V_2 ——氧化亚氮气体体积（换算为标准状况下），L；

0.112——在标准状况下，与 1 mL $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.002 \text{ mol/L}$ 硫代硫酸钠标准溶液相当的一氧化碳的量，mL。

4.2.7 允许按 GB/T 14600《电子工业用气体氧化亚氮》标准中 4.4 条规定的检验方法测定医用氧化亚氮中一氧化碳含量。允许使用氩或氮为载气。当两种方法测定结果不一致时，以碘量法为仲裁方法。

4.3 二氧化碳的测定

4.3.1 试剂和溶液

a. 氢氧化钡（GB/T 630），50 g/L 溶液：将 5 g 氢氧化钡溶于 100 mL 水中，迅速过滤，密封保存。避免与空气中二氧化碳接触。

b. 碳酸氢钠（GB/T 640），10 g/L 溶液：将 1.0 g 碳酸氢钠溶于 100 mL 新煮沸冷至室温的水中。

c. 蒸馏水或去离子水：为消除其中的二氧化碳，需煮沸 10 min 以上。

4.3.2 仪器及设备

- a. 比色管: 容量 100 mL, 见附录 B 中图 B 2;
- b. 气体流量计.

4.3.3 测定

在两个有编号的比色管内分别加入澄清的氢氧化钡溶液 50 mL, 再加 1.05 mL 碳酸氢钠溶液于 1 号比色管 (相当于 300×10^{-6} 的 CO₂). 以约 100 mL/min 的速度向 2 号管通氧化亚氮气体 1 000 mL, 产生的浊度不得深于 1 号管.

4.4 气态酸和碱的测定

按 GB 8986 中第 6 章气态酸和碱含量的测定方法进行.

4.5 卤化物的测定

4.5.1 试剂及溶液

a. 硝酸银 (GB/T 670), 17 g/L 溶液: 称取 17.0 g 硝酸银, 溶于 1 000 mL 水中, 摆匀. 保存于棕色瓶内.

b. 硝酸 (GB 626)

4.5.2 仪器

按 4.3.2 条之规定.

4.5.3 测定

在两支比色管中分别加入 1 mL 硝酸银溶液、50 mL 水及浓硝酸数滴, 以约 100 mL/min 的速度向其中一只管通氧化亚氮气体 3 000 mL. 两支管内溶液同样澄清时, 则认为医用氧化亚氮产品中卤素含量符合要求.

4.6 易还原物的测定

4.6.1 试剂及溶液

a. 冰乙酸 (GB/T 676);

b. 淀粉;

c. 碘化钾 (GB/T 1272) 淀粉指示液: 称取淀粉 1 g 加水 10 mL 溶解后移入 200 mL 沸水中, 缓慢煮沸 5 min, 冷却后加碘化钾 0.5~1 g.

4.6.2 仪器及设备

按 4.3.2 条之规定.

4.6.3 测定

在两只比色管中分别加入 50 mL 碘化钾淀粉指示液和 1 滴冰乙酸, 以 100 mL/min 的速度向其中一只管通氧化亚氮气体 3 000 mL. 两只管内溶液颜色相同时, 则认为医用氧化亚氮产品中易还原物含量符合要求.

4.7 易氧化物的测定

4.7.1 试剂及溶液

a. 高锰酸钾 (GB/T 643), 3.2 g/L 溶液: 称取高锰酸钾 3.2 g, 加水 1 000 mL 煮沸 15 min, 密塞, 静置 2 日以上, 过滤于干燥的棕色瓶中.

b. 硫酸 (GB/T 625).

4.7.2 仪器及设备

a. 按 4.3.2 条之规定.

4.7.3 测定

在两只比色管中, 分别加入 3.2 g/L 的高锰酸钾溶液 0.1 mL、水 50 mL、硫酸 1~2 mL, 以 100 mL/min 的速度向其中一只管通氧化亚氮气体 3 000 mL. 两只管内溶液颜色相同时, 则认为医用氧化亚氮产品中的易氧化物含量符合要求.

4.8 砷化氢、磷化氢的测定

4.8.1 试剂

- a. 二氯化汞 (HG/T 3—1068), 饱和溶液;
- b. 二氯化汞试纸: 取滤纸条浸入二氯化汞饱和溶液中, 浸透后取出, 在暗处于 60℃ 干燥, 即得。

4.8.2 仪器及设备

- a. 检测管: 见附录 B, 图 B 3;
- b. 气体流量计。

4.8.3 测定

将二氯化汞试纸夹入检测管上端磨口处, 以 100 mL/min 的速度通氧化亚氮 2 000 mL 后, 视二氯化汞试纸上无斑点生成, 则认为医用氧化亚氮产品中的砷化氢、磷化氢含量符合要求。

4.9 水份的测定

氧化亚氮气体中水份的测定, 按 GB/T 5832.1 或 GB/T 5832.2 或 HG/T 2537 中 4.4.1 条规定的质量称重法进行。以质量称重法为仲裁法。

5 检验规则

5.1 医用氧化亚氮产品应由生产厂质量监督部门按本标准进行检查验收, 生产厂应保证所有出厂产品质量符合本标准要求。

5.2 医用氧化亚氮产品应逐瓶检验。

5.3 样品气的取样方法, 是将气瓶倒置, 从液相中取样; 水份的测定是将气瓶直立, 采取气相样品。

5.4 当被测样品中有任何一项指标不符合本标准规定时, 判为不合格品。

5.5 用户有权按照本标准规定验收。

5.6 当供需双方对产品质量发生异议时, 由供需双方共同验收或提交仲裁。

6 包装、标志、贮存及运输

6.1 原则及一般规定应符合《气瓶安全监察规程》、《危险货物运输规则》以及运输部门的有关规定。

6.2 包装液态氧化亚氮的气瓶颜色标记, 应符合 GB 7144 的规定, 并有“医用氧化亚氮”字样。

6.3 气瓶装医用氧化亚氮的最大允许量, 按下式计算:

$$G = V \cdot K$$

式中: **G**—气瓶内氧化亚氮的质量数, kg;

V—气瓶的内容积, L;

K—充装系数, 0.62 kg/L。

6.4 瓶装医用氧化亚氮的实际量, 以直接称量计, 称量衡器应符合《气瓶安全监察规程》第七章第 56 条规定。

6.5 返回生产厂再充装医用氧化亚氮的气瓶应留有余压, 并不得低于 0.5 MPa。没有余压的气瓶, 新气瓶和经水压试验的气瓶, 在充装前均应进行严格的加温、抽空处理, 并用氧化亚氮充分置换。

6.6 瓶装医用氧化亚氮在出厂前应检查瓶嘴、瓶阀杆以及瓶阀与螺纹连接处无泄漏, 并戴上瓶帽。

6.7 医用氧化亚氮产品出厂时, 应附有产品质量合格证。其内容应包括:

- a. 产品名称;

- b. 生产厂名称;
- c. 生产日期和生产批号;
- d. 包装容器号码;
- e. 氧化亚氮质量数;
- f. 分析结果;

附录 A

医用氧化亚氮纯度的测定 (补充件)

A.1 医用氧化亚氮的纯度，采用扣除氧、氮含量的差减法（以体积分数表示），按式（A.1）计算。

式中: φ —医用氧化亚氮纯度, $10^{-2} (V/V)$;

φ_1 ——氧含量, $10^{-2} (V/V)$;

ϕ_2 —氮含量, $10^{-2} (V/V)$.

A.2 方法提要

采用气相色谱法。载气将被测样品带入色谱柱经分离后进入热导检测器进行测定。

A.3 仪器及测定参考条件

A. 3.1 仪器：带有热导检测器的气相色谱仪。检测限： 1×10^{-3} (ν / ν)

A. 3.2 载气：氢气，其纯度应大于 99.9×10^{-2} (V/V)。流量：约 45 mL/min。

A. 3.3 色谱柱：长约 1.5 m，内径 4 mm 的不锈钢管，内装 13 X 分子筛，粒度 250~400 μm

A.3.4 柱温：室温。

A.3.5 进样量：约1mL

A.3.6 工作电流：约 150 mA。

A. 4 测定步骤

A. 4. 1 定标

用纯度大于 99.9×10^{-2} (V/V) 的氢气或氧化亚氮作底气，配入 1×10^{-2} (V/V) 的空气、也可用空气直接进样作为标准混合气。用该标准气以十倍以上进样管及管道体积的量充分置换系统后进行测定。重复进样不少于两次，测量并记录氧、氮的保留时间和峰面积（或峰高），当相对平均偏差不大于 5% 时，取其平均值 A_1 （或 h_1 ）作为测定值。

A. 4.2 测定

用样品气以十倍以上进样管及管道体积的量充分置换系统后进行测定。重复进样不少于两次，测量并记录氧、氮的保留时间及峰面积（或峰高）。当相对平均偏差不大于5%时，取其平均值 A_1 （或 A_2 ）作为测定值。

A.5 结果处理

A.5.1 医用氧化亚氮产品中氧、氮含量按式(A2)计算:

$$\varphi_i = \frac{\phi_i}{A_i} \cdot A_i \quad (\text{或 } \varphi_i = \frac{\phi_i}{h} \cdot h_i) \quad \dots \dots \dots \quad (A2)$$

式中: φ_i —样品气中 i 组分的含量, $10^{-2} (\text{V}/\text{V})$;

φ_i —标准混合气中 i 组分的含量, $10^{-2} (V/V)$;

A_i —样品气中*i*组分的峰面积, mm^2 ;

A_i —标准混合气中 i 组分的峰面积, mm^2 ;

h —样品气中 i 组分的峰高, mm;

h_i —标准混合气中*i*组分的峰高, mm

A.5.2 采用氧化亚氮作底气的标准混合气定标时，用峰面积（或峰高）计算氧、氮含量。采用氢作底气的标准混合气或纯空气定标时，用峰面积计算氧、氮含量。

附录 B
(参考件)

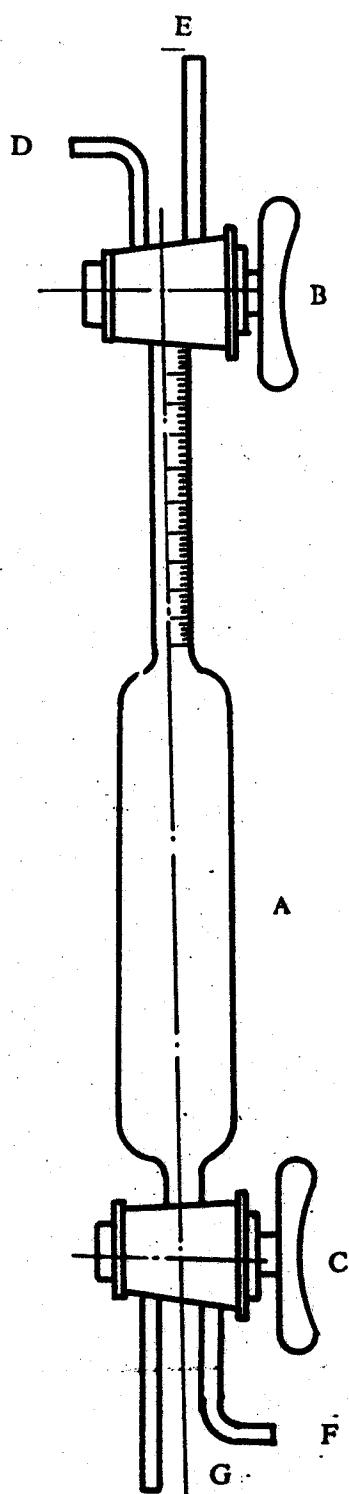


图 B1 纯度测定器

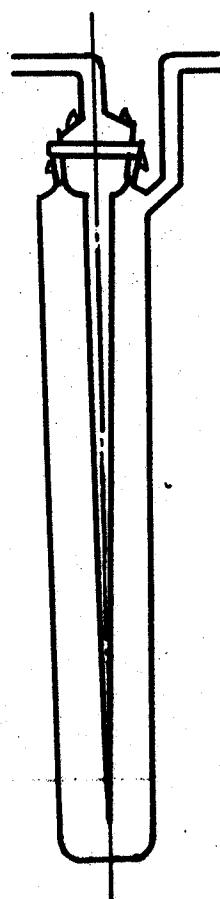


图 B2 比色管

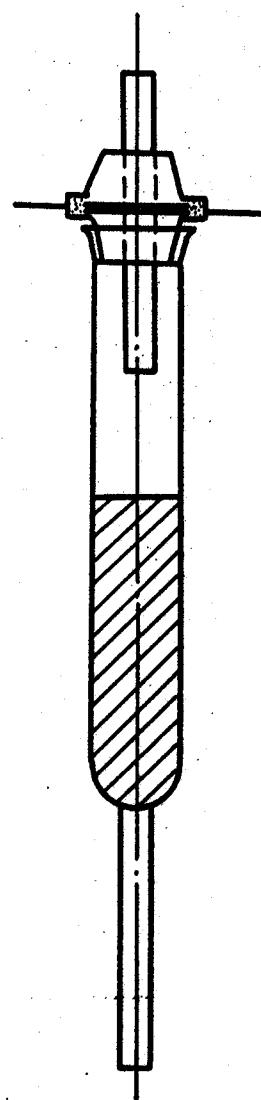


图 B3 检测管

附加说明:

本标准由中华人民共和国化学工业部技术监督司提出。
本标准由化学工业部西南化工研究院归口。
本标准由化学工业部西南化工研究院、广州气体厂负责起草。
本标准主要起草人刘锋、段淑芳、王福联、邹泳忠。

中华人民共和国
化工行业标准
医用氧化亚氮
HG 2685—95

*
编辑 化工行业标准编辑出版组
(化工部标准化研究所)

邮政编码：100011

印刷 化工部标准化研究所
版权专有 不得翻印

*
开本 880×1230 1/16 印张 11/16 字数 18 000

1995年10月第一版 1995年10月第一次印刷
印数 1—500

*
工本费 7.50 元