



Quito – Ecuador

NORMA
TÉCNICA
ECUATORIANA

NTE INEN 2377

Primera revisión
2015-XX

DIÓXIDO DE CARBONO. REQUISITOS

CARBON DIOXIDE. REQUIREMENTS

Correspondencia:

DESCRIPTORES: Óxidos. Incluyendo dióxidos y peróxidos, etc.

ICS: 71.060.20

23 Páginas

Norma Técnica Ecuatoriana	DIÓXIDO DE CARBONO. REQUISITOS	NTE INEN 2377:2015
--	---------------------------------------	-------------------------------

1. OBJETO

Esta norma establece los requisitos del dióxido de carbono en sus tres estados físicos de presentación¹.

2. ALCANCE

Esta norma se aplica al dióxido de carbono que se utiliza con fines industriales y medicinales.

3. REFERENCIAS NORMATIVAS

Los siguientes documentos, en su totalidad o en parte, son referidos en este documento y son indispensables para su aplicación. Para referencias fechadas, solamente aplica la edición citada. Para referencias sin fecha, aplica la última edición del documento de referencia (incluyendo cualquier enmienda).

NTE INEN 2266 *Transporte, almacenamiento y manejo de materiales peligrosos. Requisitos.*

NTE INEN 2288 *Productos químicos industriales peligrosos. Etiquetado de precaución. Requisitos.*

NTE INEN 2049 *Cilindros para gases de alta presión. Revisión*

NTE INEN 441 *Identificación de cilindros que contienen gases para uso industrial*

NTE INEN 811 *Identificación de cilindros que contienen gases para uso médico.*

ISO 9809-3 *Gas cylinders — Refillable seamless steel gas cylinders — Design, construction and testing — Part 3: Normalized steel cylinders*

ISO 11114-1 *Gas cylinders -- Compatibility of cylinder and valve materials with gas contents -- Part 1: Metallic materials*

NTE INEN-ISO 2859-1: *Procedimientos de muestreo para inspección por atributos. Parte 1. Programas de muestreo clasificados por el nivel aceptable de calidad (AQL) para inspección lote a lote.*

4. DEFINICIONES

Para los efectos de esta norma, se adopta la siguiente definición: de la NTE INEN 2266

Dióxido de carbono. Es un gas que a temperaturas y presiones atmosféricas normales es incoloro, inodoro; está constituido por 27,3% de carbón y 72,7% de oxígeno; la densidad del gas es 1,833 kg/m³ a 21,1 °C a 101 kPa de presión y el punto de sublimación -78,5 °C a 101 kPa de presión. Puede existir simultáneamente en sus tres estados, sólido, líquido y gaseoso a una temperatura de -56,6°C y una presión de 416 kPa. Su fórmula química es CO₂.

5. CLASIFICACIÓN

¹ El dióxido de carbono, también es conocido como anhídrido carbónico, gas carbónico, bióxido de carbono o bióxido carbónico

El dióxido de carbono de acuerdo con su estado, calidad y pureza se clasifica en 6 grados siendo estos el E, F, G, H, I y J que se definen de acuerdo con los límites especificados en la tabla 1

6. REQUISITOS

6.1 Requisitos físico- químicos

El dióxido de carbono debe cumplir con los requisitos de la tabla 1:

TABLA 1. Requisitos Físico-Químicos del Dióxido de Carbono

Requisitos	Grados							Método de ensayo
	Unidad	E ¹⁾	F	G	H	I	J ⁵⁾	
Olor	-	Libre de olores extraños ²⁾						8.9
Color	-	-	-	-	-	-	Blanco opaco	8.9
Punto de rocío	°C	-35,6	-40	-51,1	-51,1	-55,0	-	8.10
Dióxido de carbono (CO ₂) min	%	99,0	99,5	99,5	99,8	99,8	-	8.1
Agua (H ₂ O, vapor)		200	120	32	32	20	-	8.3
Hidrocarburos totales (CH ₄ , expresado como metano)	mL/m ³³⁾	-	-	50	50	50	-	8.4
Oxígeno (O ₂)	mL/m ³	-	-	-	30	30	-	8.12
Monóxido de carbono (CO)	mL/m ³	10	-	-	10	10 (vapor)	-	8.2
Sulfuro de hidrógeno ⁴⁾ (H ₂ S)	mL/m ³	1 (vapor)	-	-	0,5 (vapor)	0,5 (vapor)	-	8.11
Óxido Nítrico (NO)	mL/m ³	2,5 (vapor)	-	-	2,5 (vapor)	2,5 (vapor)	-	8.5
Dióxido de nitrógeno (NO ₂)	mL/m ³	2,5 (líquido)	-	-	2,5	2,5	-	8.6
Amoniaco (NH ₃)	mL/m ³	25 (líquido)	-	-	-	2,5	-	8.13
Dióxido de azufre (SO ₂)	mL/m ³	5 (líquido)	-	-	5	5	-	8.7
Benceno	mL/m ³	-	-	-	-	0,021	-	8.14
Sulfuro de carbonilo (COS)	mL/m ³	-	-	-	0,5	0,5	-	8.15
Residuos no volátiles	mL/m ³	-	10	10	10	10	500	8.16

Nota 1 La indicación de guión significa valor no especificado ni exigible

Nota 2 Con excepción del CO₂ todos los valores son máximos

Nota 3 A menos que se especifique lo contrario, la muestra se obtiene del recipiente en estado gaseoso ó según lo acordado entre el proveedor y el cliente

1) Grado de dióxido de carbono con fines medicinales

2) En fase gaseosa o solución acuosa.

3) 1ppm (Fracción volumétrica expresada en porcentaje, V/V) = 1 mL/m³

4) Los sulfuros totales en el grado H no excederán los 0,5 mL/m³ como sulfuro de hidrógeno.

5) El grado J se refiere a dióxido de carbono solidificado (hielo seco)

6.2 Envasado

Para el llenado se debe utilizar equipo, tubería de alta presión, válvulas y acoples diseñados únicamente para este fin.

El dióxido de carbono en cualquiera de sus fases se debe envasar en recipientes construidos de material inerte a la acción del producto, de forma tal que no altere su composición química, ni sus características organolépticas

El dióxido de carbono en fase gaseosa se debe envasar y transportar en cilindros para gases a alta presión elaborados de acero sin costura. Los cilindros deben cumplir con lo indicado en la NTE INEN 2049.

El acero de los cilindros debe cumplir con lo que se establece en la ISO 9809-3. El grado del acero utilizado para la fabricación de los cilindros debe ser compatible con el dióxido de carbono (ver ISO 11114-1).

El dióxido de carbono en forma líquida se debe llenar en termos criogénicos o tanques criogénicos y se debe transportar en termos criogénicos o carros tanque criogénicos.

Los cilindros destinados a envasar dióxido de carbono, deben cumplir con los siguientes requisitos:

El color del cilindro debe ser el que se indica en las NTE INEN 441 y NTE INEN 811.

No se debe envasar gas carbónico en cilindros que hayan sido utilizados con otros gases, tales como amoníaco (NH_3), monóxido de carbono (CO), hidrógeno (H_2) y cualquier otro gas clasificado como tóxico, corrosivo o inflamable.

No se deben llenar cilindros que tengan evidencias de haber sido expuestos al fuego o a golpes en el cuerpo o en la válvula.

La prueba hidrostática del cilindro se debe realizar de acuerdo con la NTE INEN 2049. No se debe envasar dióxido de carbono en cilindros cuya prueba hidrostática esté vencida.

El cilindro no debe tener corrosión, golpes, grasa o aceite y su válvula debe estar en perfecto estado y funcionamiento.

Los tipos de conexiones a utilizar deben ser los siguientes:

- Conexión tipo CGA 320 y de yugo CGA 940, para presiones de hasta 20 684 kPa

Las válvulas CGA 320 y CGA 940 deben abrirse y cerrarse con suavidad. Deben poseer disco de ruptura y presentar condiciones seguras de operación; para su manipulación se debe usar las herramientas recomendadas por el proveedor.

Las válvulas de los cilindros deben ser removidas y reemplazadas únicamente por el envasador responsable del gas.

No se deben remover, cambiar o alterar marcas o número de identificación en los cilindros o termos criogénicos.

Todo cilindro destinado al envasado de dióxido de carbono medicinal, deberá ser sometido a vacío para evacuar el gas remanente a una presión mínima de $-16,7$ kPa antes de proceder a ser llenado nuevamente.

Al comercio no deben salir cilindros de dióxido de carbono sin el correspondiente sello de seguridad (capuchón) en su válvula, a fin de garantizar su inviolabilidad y además no deben salir cilindros de dióxido de carbono medicinal sin el certificado de análisis correspondiente, el que deberá contemplar la siguiente información:

NTE INEN

- a. Logotipo y/o nombre de la empresa
- b. Nombre comercial del producto
- c. Porcentaje de pureza
- d. Número de lote
- e. Peso neto en kg
- f. Observaciones

El certificado de análisis debe estar respaldado por un registro, el cual deberá ser archivado por un período no menor de un año después de la fecha de vencimiento del lote y debidamente firmado por el responsable de control de calidad.

No se deben llenar cilindros en los que se compruebe escape por la válvula por pequeño que éste sea. Para ello, verificar constantemente con una solución apropiada a medida que se va llenando el cilindro.

El disco de seguridad de la válvula del cilindro debe poseer orificios de escape.

6.3 Manejo, almacenamiento y transporte

Los cilindros que contienen dióxido de nitrógeno deben cumplir con las condiciones de manejo y transporte establecido en la NTE INEN 2266 vigente además de las siguientes:

6.3.1 Manejo

6.3.1.1 Dióxido de carbono envasado en cilindros

- Los cilindros de dióxido de carbono deben ser manejados cuidadosamente para evitar daños físicos, originados por caídas o choques fuertes entre ellos.
- Los cilindros de dióxido de carbono deben ser transportados en posición vertical, con su respectiva tapa de seguridad sea fija o roscada y sujetados fuertemente para prevenir que se caigan o se golpeen.
- Las válvulas de seguridad de los cilindros de dióxido de carbono sólo deben ser manipuladas por personal calificado; las válvulas, en caso de perder su disco de ruptura, deben ser reemplazadas por un repuesto original de iguales características y condiciones de operación.
- Los cilindros de dióxido de carbono que ya han sido utilizados deben retornar a las estaciones de llenado con una presión residual mínima de 206,8 kPa.
- Una vez consumido el dióxido de carbono, se debe cerrar completamente la válvula y enroscar cuidadosamente la tapa de seguridad, en el caso de que ésta sea removible.
- No se debe calentar los cilindros de dióxido de carbono de ninguna manera para aumentar el grado de descarga del producto.
- No se debe utilizar el dióxido de carbono contenido en un cilindro sin antes disminuir su presión mediante el regulador de presión.
- La válvula del cilindro se debe abrir despacio y cuidando que no apunte al cuerpo de alguna persona.
- Los usuarios no deben reparar la válvula, pintar o alterar los cilindros; no se debe utilizar accesorios diferentes al volante o galleta para abrir la válvula.
- Para transportar los cilindros de un lugar a otro, no se deben rodar los cilindros; se debe usar un medio de transporte seguro (coche transportador).

6.3.1.2 Dióxido de carbono envasado en termos criogénicos

NTE INEN

- Los termos criogénicos se deben transportar en posición vertical, siempre que se garantice que existan separadores entre termos y estén debidamente ajustados.
- Para la carga y descarga de termos criogénicos sueltos, se debe utilizar un sistema de elevación de potencia.
- No se debe golpear, rodar o dejar caer el termo criogénico.
- No se debe utilizar grasas, ni aceites en ninguna conexión.
- Utilizar guantes, gafas protectoras y zapatos de seguridad al manipular y/o envasar el producto.
- Si alguna válvula se congela y se dificulta su movimiento, se debe utilizar agua a temperatura ambiente para descongelarla.
- En el caso de termos criogénicos de uso medicinal se debe utilizar válvulas antiretorno para prevenir reflujo hacia el termo.

6.3.1.3 Dióxido de carbono envasado en tanques criogénicos o tanques aislados térmicamente.

- Los tanques usados en el manejo y transporte de dióxido de carbono deben ser de uso exclusivo para este producto.
- Se debe evitar derrames de los tanques criogénicos o tanques aislados.
- Los tanques deben estar correctamente identificados de acuerdo con la NTE INEN 2266.
- No se debe comer o beber mientras se esté manipulando el producto.

6.3.2 Almacenamiento

Los envases que contienen dióxido de carbono líquido se deben almacenar en áreas secas, frescas y bien ventiladas, alejadas de fuentes de calor y de la luz solar directa. La temperatura de almacenamiento no debe exceder los 52°C.

Los envases no se deben almacenar en lugares donde puedan tener contacto con humedad o fuentes de ignición.

Durante el almacenamiento los envases que contienen dióxido de carbono deben ser mantenidos en posición vertical, sujetos con cadenas o fajas de seguridad y protegidos del deterioro externo. El nivel de protección puede variar desde el almacenamiento bajo techo y/o una protección individual del envase (por ejemplo, cobertores plásticos).

Las áreas de almacenamiento deben tener rótulos con señales de "No fumar".

Los envases que contienen dióxido de carbono deben contener válvulas de alivio de presión. Se debe evitar la manipulación innecesaria de las válvulas y de otros componentes.

Los envases que contienen dióxido de carbono se deben almacenar fuera de las áreas de producción y procesamiento, ascensores, salidas de edificios y habitaciones o corredores principales que lleven a salidas.

Se debe evitar el almacenamiento de envases vacíos y llenos en el mismo lugar, a fin de prevenir confusiones. Se debe usar letreros que permitan una diferenciación adecuada entre envases llenos y vacíos.

El dióxido de carbono líquido debe ser transportado y almacenado de la siguiente manera:

NTE INEN

- a. 80% del volumen del envase en fase líquida y el resto de volumen en fase gaseosa.
- b. Se debe almacenar y/o transportar grandes cantidades de dióxido de carbono líquido, en contenedores aislados y presurizados máximo a $-30\text{ }^{\circ}\text{C}$ de temperatura y 2,07 MPa de presión.
- c. Cuando se almacene pequeñas cantidades (menores o iguales a 20 kg) de dióxido de carbono se debe usar cilindros a temperatura ambiente y 6,0 MPa de presión.
- d. El dióxido de carbono se debe almacenar en cilindros que tengan válvulas de seguridad.

6.3.3 Transporte

Para transportar los cilindros de un lugar a otro se debe usar un medio de transporte seguro, sean carros, jaulas o canastillas de tamaño y tipo apropiado o un mecanismo transportador adecuado a los cilindros que se trasladan.

El transporte de cilindros que contienen dióxido de carbono debe realizarse de conformidad con la NTE INEN 2266

7. INSPECCIÓN

7.1 Muestreo

El muestreo para dióxido de carbono envasado en cilindros se debe realizar de conformidad a la NTE INEN ISO 2859-1

8. MÉTODOS DE ENSAYO

8.1 Determinación de la pureza

El contenido de dióxido de carbono, en porcentaje debe determinarse por uno de estos métodos:

- Método de adsorción caustica
- Por medio de un equipo de análisis volumétrico, del tipo Orsart
- Mediante un cromatógrafo de gas, capaz de separar y determinar los componentes que sean inertes.
- Por suma de impurezas, usando los métodos que se incluyen en esta norma, donde, el contenido de CO_2 , resulta de la diferencia de entre 100% y el porcentaje de las impurezas acumuladas.

8.1.1 Método de adsorción cáustica

8.1.1.1 Fundamento. Consiste en poner en contacto el dióxido de carbono líquido gasificado con una solución de hidróxido de sodio al 30% la cual adsorbe todo el dióxido de carbono presente en la muestra.

8.1.1.2 Equipo y reactivos

- a. Equipo analizador, de rango de medida de 99,0 % a 99,9 % y capacidad de resolución de 0,1%. Ver Anexo A, figura 2.
- b. Hidróxido de sodio (NaOH) al 30%.

8.1.1.3 Procedimiento.

- a) Conectar la manguera a la toma de la muestra y abrir la válvula; dejar purgar durante un minuto.

- b) Conectar la manguera a la entrada de la bureta del equipo de medida y mantener el flujo.
- c) Abrir las válvulas No.1 (entrada a la bureta) y No.2 (entre la bureta y el balón que contiene el hidróxido de sodio), dejar que la muestra fluya durante dos minutos.
- d) Conectar la trampa de agua (tapón de caucho) mediante una manguera de 50 cm de largo y de 0,63 cm de diámetro a un Erlenmeyer de 250 cm³ de capacidad que contenga agua.
- e) Para atrapar las muestras, cerrar las válvulas No. 2 y 1 (en ese orden); desconectar las mangueras de la muestra y quitar la trampa de agua.
- f) Verter la solución de adsorción en el balón del reservorio cáustico hasta la marca (aproximadamente 105 cm³).
- g) Abrir la válvula No. 2 para que la solución de adsorción fluya hacia la bureta.
- h) Cuando haya pasado aproximadamente 100 cm³ de hidróxido de sodio hacia la bureta, agitar suavemente la unidad para asegurar que la mezcla y la adsorción se realicen completamente. Cuando la burbuja formada se mueve lentamente, es señal de que la adsorción del gas ha terminado.
- i) Cerrar la válvula No 2.
- j) Girar el equipo 90° de manera tal que la burbuja de aire ingrese en la escala graduada de la bureta.
- k) Leer el resultado, en la escala en el cuello de la bureta y anotar el resultado obtenido.

8.1.1.4 Interpretación del resultado

a. Expresar el contenido de la pureza en porcentaje (Fracción volumétrica expresada en porcentaje, V/V).

8.1.2 Método de análisis Orsat

8.1.2.1 Fundamento. Se emplea un aparato de análisis de absorción volumétrica de gas (tipo Orsat) que contiene un reactivo adecuado para la absorción del oxígeno. Este método se basa en la reacción de oxidación que se produce entre el cobre y el oxígeno y la solubilización del producto de la reacción en solución amoniacal.

8.1.2.2 Equipos y reactivos

- a) Analizador de oxígeno tipo Orsat. Conformado de acuerdo con la figura 3. (Ver anexo B)
- b) **Solución de cobre amoniacal.** Mezclar una parte de hidróxido de amonio (NH₄OH) al 28% en fracción en volumen con dos partes de agua destilada; saturar la mezcla con cloruro de amonio (NH₄Cl). La solución es saturada por la adición de cloruro de amonio hasta que los cristales no desaparezcan en el fondo del recipiente.
- c) **Espirales de cobre.** Preparar utilizando alambre de cobre de 1 mm de diámetro. Se deben enrollar y cortar, de modo que adopten una disposición de pequeños tubos de aproximadamente 6 mm de diámetro y 10 mm de largo.

8.1.2.3 Preparación del analizador.

Llenar cuidadosamente la pipeta de absorción con los espirales de cobre y cerrar la abertura inferior. Luego llenar la pipeta de absorción (recipiente de reacción) por la abertura superior con la solución amoniacal hasta que el nivel de líquido alcance la mitad de la altura de esta y tapar.

Llenar la botella niveladora con la misma solución.

8.1.2.4 Procedimiento

- a) Abrir el tapón de vidrio de la bureta de medición para permitir el escape del aire; simultáneamente levantar el frasco nivelador hasta que la bureta de medición quede completamente llena de agua; cerrar el tapón.
- b) Manteniendo abajo el frasco nivelador y con el gas fluyendo a un ritmo uniforme, conectar la bureta con la línea de producción del oxígeno por medio de un tubo de caucho; observar como el oxígeno comienza a fluir hacia el interior de la bureta de medición desplazando al líquido de la bureta y, cuando el nivel del líquido esté ligeramente por debajo de la marca del cero (0), cerrar la válvula de paso. Igualar los niveles del frasco nivelador y de la bureta de medición en la marca del cero (0). Con esta operación se toma una muestra de 100 cm³ de muestra.
- c) Comunicar la bureta de medición con la pipeta de absorción y, levantando el frasco nivelador, hacer pasar todo el oxígeno a la pipeta que contiene la solución amoniacal de cobre. El líquido de la pipeta es desalojado por el oxígeno a la ampolla de vidrio conectada a la pipeta. Cuando se haya desalojado todo el oxígeno de la bureta, cerrar el tapón de vidrio de manera que la bureta no esté conectada con la pipeta, ni con el aire libre.
- d) Esperar durante aproximadamente 40 s para que se produzca la reacción entre el cobre y el oxígeno. La absorción de oxígeno en la pipeta se puede acelerar sacudiéndola suavemente. Una vez que ha absorbido todo el oxígeno (se manifiesta por la aparición de un color brillante), abrir nuevamente el tapón de vidrio hacia la bureta y bajar el frasco nivelador. De esta manera se obtiene que regrese el gas de residuo, el cual representa las impurezas. Cerrar la válvula de la bureta de medición y levantar el frasco nivelador para que el gas ocupe la parte superior de la bureta y leer el contenido de oxígeno en porcentaje directamente sobre la escala de la bureta. Repetir estas últimas operaciones hasta que se observe que el volumen de gas que regresa a la bureta de medición sea constante.

8.2 Determinación del contenido de monóxido de carbono

8.2.1 Método de los tubos indicadores.

8.2.1.1 Fundamento. La longitud de la decoloración obtenida suministra la medida del nivel de contaminación.

8.2.1.2 Equipo

- a. Tubo indicador de vidrio graduado en intervalos de medida que contiene un reactivo químico que cambia de color si ocurre alguna reacción química cuando el gas pasa a través de éste. Es sensible a la impureza que se determina.
- b. Bomba de aspiración. Se utiliza para impulsar una cantidad de gas a través del tubo detector. Debe tener una correcta hermeticidad y suministrar un volumen de $\pm 5\%$ del establecido por el fabricante.

8.2.1.3 Procedimiento

- a. Antes de realizar el ensayo, verificar la hermeticidad de la bomba insertando un tubo indicador sellado y ajustado en la cabeza de la bomba; evacuar ésta apretando el fuelle, el cual debe permanecer comprimido.
- b. Observar la fecha de expiración; de estar vigente, romper los extremos del tubo.
- c. Insertar el tubo en la cabeza de la bomba, verificando que la fecha que aparece en el tubo esté en la dirección correcta. Verificar que las conexiones entre tubos, bomba y punto de muestreo no presenten fugas.

d. Introducir el tubo en la corriente del gas de ensayo o de calibración; mantener el flujo entre 5 l/min y 10 l/min.

e. Efectuar el número adecuado de bombeos por cada tubo indicador en particular.

8.2.1.4 Interpretación del resultado

a. Leer sobre la escala del tubo indicador la zona coloreada más densa, la cual determina la concentración de las impurezas expresada en mL/m³.

8.3 Determinación del contenido de humedad

8.3.1 Método del analizador del punto de rocío.

8.3.1.1 Fundamento. Consiste en hacer llegar un volumen del gas por analizar contra una superficie perfectamente pulida. La temperatura de la superficie disminuye gradualmente hasta que la humedad se condense; éste es el punto de rocío que se manifiesta por la opacidad de la superficie. Con el valor de la temperatura obtenido, leer en el gráfico, la cantidad de humedad.

8.3.1.2 Equipo y reactivos. Ver Anexo C, figura 3

- a. Equipo de humedad
- b. Termómetro de rango < -67,8 °C (-90°F).
- c. Alcohol o acetona
- c. Hielo seco

8.3.1.3 Procedimiento. Circular la muestra de líquido gasificado a través de la superficie cromada C a mínima presión. Llenar la copa con acetona y sin detener el flujo del gas, disminuir gradualmente la temperatura de la copa agregando trocitos de hielo seco a la copa que contiene acetona, hasta observar empañamiento en la superficie cromada de la copa, lo que indica la iniciación del punto de rocío (la temperatura puede disminuir hasta -78°C).

8.3.1.4 Interpretación del resultado.

a. Leer la temperatura en el termómetro, con éste valor en el gráfico indicado en el Anexo D, figura 4, determinar el contenido de humedad y expresar el resultado en mL/m³.

8.4 Determinación de hidrocarburos totales volátiles (como metano).

8.4.1 Método del analizador de hidrocarburos.

8.4.1.1 Fundamento. La presencia de hidrocarburos volátiles se determina mediante el analizador de hidrocarburos totales que utiliza el detector de ionización de llama con un flujo constante de gas de muestra.

8.4.1.2 Equipo y reactivos

- a. Analizador de hidrocarburos totales
- b. Vaporizador de gas carbónico
- c. Regulador de presión y sistema de provisión de la muestra
- d. Gas combustible.
- e. Aire, grado ZERO.
- f. Gas estándar (muestra en blanco)
- g. Gas estándar de calibración SPAN

8.4.1.3 Procedimiento

A. Calibración.

1. Calibrar el analizador usando los estándares del gas carbónico, zero y span

B. Análisis de la fase del líquido vaporizado.

1. Orientar adecuadamente el cilindro que contiene la muestra, en posición que pueda abastecer gas carbónico líquido al vaporizador. Instalar un regulador de presión equipado con un disco de explosión de 12,4 kPa a la válvula del cilindro. Ver nota 4.
2. Conectar el vaporizador al regulador de presión. La salida del vaporizador debe estar equipada con una válvula de aguja, para el control del flujo del gas. Abrir cuidadosamente la válvula del cilindro que contiene la muestra y ajustar el regulador al valor de presión requerida (entre 34 kPa a 68 kPa).
3. Conectar el vaporizador y permitir el calentamiento, de 5 a 10 minutos.
4. Conectar la salida del vaporizador al analizador, usando una tubería de alta presión.

NOTA 4 . Si un cilindro sin un tubo de inmersión es usado, se requiere su inversión para obtener una muestra del líquido vaporizado

5. Seguir las instrucciones de operación del equipo, registrar la presión y el flujo de la muestra.
6. Una vez estabilizada la lectura en el analizador, registrar el valor de medición.
7. Cuando el ensayo haya terminado, cerrar la válvula de salida del CO₂ y purgar toda la presión remanente de la línea de entrada.

8.4.1.4 Interpretación del resultado

a. El valor de los hidrocarburos volátiles totales se obtiene de la lectura en el analizador y se expresa en mL/m³.

8.4.2 Método alternativo, Cromatografía de gases.

8.5 Determinación del óxido nítrico (NO).

8.5.1 Seguir el procedimiento de los tubos indicadores descrito en el numeral 8.2.1.

8.6 Determinación del dióxido de nitrógeno (NO₂).

8.6.1 Seguir el procedimiento de los tubos indicadores descrito en el numeral 8.2.1

8.7 Determinación de Dióxido de azufre

8.7.1 Método del analizador de azufre

8.7.1.1 Fundamento. Mediante un tubo de pirólisis, colocado en un horno calorífico con exceso de oxígeno se convierte los componentes de la muestra en gases estables. Los componentes sulfurosos son transformados en Dióxido de Azufre (SO₂) y los hidrocarburos son convertidos en CO₂ y agua; estos gases luego son expuestos a rayos ultravioleta. Cuando se expone el azufre a su propia banda de luz ultravioleta, el dióxido de azufre emite una onda específica de luz que se utiliza para determinar las concentraciones de azufre total en equivalentes de dióxido de azufre.

8.7.1.2 Equipo y reactivos

- a. Horno de Pirólisis
- b. Detector de Lámpara Ultra Violeta
- c. Oxígeno de 99,9 % de pureza.
- d. Gas de dióxido de carbono ZERO (libre de impurezas de azufre).
- e. Azufre estándar de 0,1% (Fracción volumétrica expresada en porcentaje, V/V) a 1% (Fracción volumétrica expresada en porcentaje, V/V).

8.7.1.3 Procedimiento:

- a. Encender el Horno durante 45 minutos hasta obtener una temperatura de 1000 °C.
- b. Calibrar el analizador de acuerdo con el manual de operación del equipo.
- c. Encender el detector de acuerdo con el manual de operación y verificar que la temperatura llegue a 10 °C, esperar durante 90 minutos hasta que se estabilice el sistema.
- d. Abrir las válvulas de los cilindros del gas Zero, gas Span y del Oxígeno, la presión de los reguladores debe estar a 344 kPa.
- e. Inmediatamente, regular las válvulas de consumo de cada gas hasta que la presión en la línea tenga un valor de 241 kPa.
- f. Abrir cuidadosamente la válvula del recipiente que contiene la muestra hasta que la presión en la línea tenga un valor de 241 kPa.

8.7.1.4 Interpretación del resultado.

- a. El valor total azufre se obtiene de la lectura en el analizador y se expresa en mL/m³.

8.7.2 Método alternativo.- Detección de contenido total de azufre por reducción termoquímica a gas sulfhídrico H₂S.

8.8 Determinación del olor y sabor

8.8.1 Fundamento. Se basa en la evaluación del olor y sabor extraños del CO₂, por burbujeo en una solución con agua.

A. Olor

8.9.2 Equipo

8.9.2.1 Boquilla de dispersión para fabricar nieve carbónica.

8.9.2.2 Funda especial para recoger gas carbónico (nieve).

8.9.2.3 Erlenmeyer de 500 cm³ de capacidad.

8.9.2.4 Vidrio de reloj.

8.9.2.5 Lámpara fluorescente con pantalla acrílica

8.9.2.6 Guantes criogénicos.

8.9.3 Procedimiento

1. En un Erlenmeyer de 500 cm³ de capacidad que contenga 100 cm³ de agua purificada, colocar 200 cm³ de nieve carbónica y cubrirla inmediatamente con un vidrio de reloj.
2. Agitar el líquido contenido en el Erlenmeyer y percibir el olor en el ambiente alrededor de éste. No debe presentar ningún olor.
3. Mientras la nieve se derrite percibir el olor sobre ésta superficie.

8.9.4 Interpretación del resultado. El dióxido de carbono no debe tener ningún olor extraño.

B. Sabor

8.9.5 Procedimiento

1. Conectar una manguera a la fase líquida gasificada de la muestra.
2. Verter 100 cm³ de agua purificada en un Erlenmeyer e introducir el extremo libre de la manguera dentro de este Erlenmeyer.
3. Dejar que el dióxido de carbono burbujee a través del agua durante 15 minutos.
4. Beber una pequeña cantidad del agua carbonatada y hacerla circular en el interior de la boca.

8.9.6 Interpretación del resultado. La muestra no debe presentar sabores extraños.

8.10 Determinación del punto de rocío

El punto de rocío se expresa en grados Celsius (°C) y corresponde a la presión absoluta del 101,3 kPa (1,103 bar). Ver Anexo C, figura 3

8.11 Determinación del Sulfuro de Hidrógeno

El contenido de sulfuro de hidrógeno debe determinarse por uno de estos métodos:

- Mediante un analizador colorimétrico, automático por vía húmeda, específico para H₂S.
- Mediante un analizador de celda de combustible, específico para H₂S. La sensibilidad del equipo debe ser del 10% del valor máximo especificado de H₂S.
- Mediante un cromatógrafo de gas.

8.12 Determinación del oxígeno

El contenido de oxígeno debe determinarse por uno de estos métodos:

- Por medio de un analizador del tipo electroquímico, que utilice un electrolito adecuado.
- Mediante un cromatógrafo de gas. La sensibilidad del equipo debe ser del 10% del valor máximo especificado de O₂
- Método de análisis Orsat. (ver numeral 8.1.2)
- Método paramagnético.

7.12.1 Método paramagnético

7.12.1.1 Fundamento

Los analizadores de oxígeno paramagnéticos o magnetodinámicos se basan en el principio de Faraday relativo a la determinación de la susceptibilidad magnética de un gas mediante la medida de la fuerza desarrollada por un campo magnético fuerte no uniforme sobre un cuerpo de ensayo diamagnético suspendido en la muestra gaseosa. El cuerpo de ensayo utilizado en todos los analizadores de oxígeno paramagnéticos consiste en dos esferas de cuarzo rellenas de nitrógeno que se disponen en forma de pesas.

Un alambre fino de platino (espiral de retroacción) se fija mediante una sola vuelta alrededor de las pesas. Una cinta de platino robusta, tensa y en suspensión, que se fija al centro del eje de las pesas, sitúa las pesas en la posición adecuada con respecto al campo magnético fuerte no uniforme existente entre las piezas polares especialmente diseñadas de la estructura magnética permanente

7.12.1.2 Equipos

a) Analizador de oxígeno paramagnético

Existen diversos suministradores de instrumentación analítica que disponen de unidades portátiles simples, listas para su uso, válidas para este fin. Estas unidades pueden funcionar con alimentación a la red eléctrica o con baterías.

7.12.1.3 Procedimiento

Calibrar el analizador (cero y valor máximo). La calibración de este tipo de analizadores debe llevarse a cabo conforme a las instrucciones del fabricante, utilizando un gas de calibración con una fracción en volumen superior al 99,95% de oxígeno. Se debe desviar el flujo del gas, o una parte del mismo, para introducirlo en el analizador; el flujo de entrada al analizador puede requerir un control preciso, regulando la presión, siempre que no exista un dispositivo de control de flujo como parte integrada del sistema de medida. Se toman algunos litros de muestra con una pipeta volumétrica, con una presión positiva de 150 kPa a 200 kPa o con un muestreador automático.

Cuando se toma una muestra de oxígeno gaseoso, se debe tener en cuenta los siguientes puntos:

- Todos los conductos de muestra y equipamiento auxiliar utilizados deben ser compatibles con el uso de oxígeno, estar limpios, ser estancos y estar sometidos a la presión apropiada para conducir la muestra al analizador de forma segura;
- La muestra introducida en el analizador debe ser representativa y los aparatos deben ser manejados de acuerdo con los procedimientos de operación recomendados por el fabricante.

Una vez calibrado el analizador, se introduce la muestra del oxígeno a analizar, de manera semejante al gas de calibración.

Se registra el contenido de oxígeno leído en el analizador.

NOTA. El método paramagnético permite una precisión de $\pm 0,01\%$ en fracción en volumen.

8.13 Determinación del amoníaco

El contenido de amoníaco debe determinarse por uno de estos métodos:

- Mediante un analizador colorimétrico, automático por vía húmeda, específico para amoníaco.
- Mediante un analizador en el cual reaccione el amoníaco para formar un compuesto que pueda ser determinado posteriormente. La sensibilidad del equipo debe ser del 10% del valor máximo especificado para amoníaco.
- Mediante un cromatógrafo de gas.

8.14 Determinación de benceno

El contenido de benceno debe determinarse mediante un cromatógrafo de gas.

8.15 Determinación de Sulfuro de carbonilo

El contenido de amoníaco debe determinarse por uno de estos métodos:

- Mediante un analizador colorimétrico, automático por vía húmeda, específico para sulfuro de carbonilo.

Nota. La presencia de otros compuestos de azufre puede interferir con este método.

- Mediante un cromatógrafo de gas.

8.16 Determinación de Residuos no volátiles

El contenido de residuo no volátil para los tipos y grados que se indican debe ser determinado por uno de los siguientes procedimientos:

8.16.1 Dióxido de carbono en fase gaseosa, de grados F, G y H

- Pesar el recipiente para la muestra, con la muestra de gas; registrar la masa m_1 . Dejar escapar el gas por un orificio pequeño.
- Permitir que el recipiente para la muestra alcance la temperatura del ambiente, dejando escapar todo el gas que hubiera podido quedar. Pesar nuevamente el recipiente para la muestra, vacío, registra la masa m_2 , y determinar el tamaño de la muestra por diferencia $m_1 - m_2$.
- Retirar la válvula del recipiente para la muestra.
- Lavar el interior del recipiente para la muestra mediante un solvente adecuado, libre de residuos, agitando bien para recoger los residuos no volátiles
- Filtrar el solvente de lavado, con un filtro tarado; evaporar el solvente nuevamente y luego secar en estufa a 104°C, hasta masa constante, c

Nota. Se recomienda utilizar un filtro que tenga poros de tamaño 20 μm o menor.

8.16.2 Dióxido de carbono en fase líquida

- Hacer pasar una cantidad de CO_2 líquido a través de un cono para formar nieve carbónica, hacia un recipiente limpio, abierto. Recoger la nieve carbónica producida, en este recipiente.
- Pesar 500 g de esta muestra en un frasco limpio, tarado previamente y registrar la masa m_1 .
- Permitir que el CO_2 sólido se sublime completamente, manteniendo un vidrio reloj sobre el frasco, para prevenir una posible contaminación desde el ambiente.
- Una vez terminada la sublimación, lavar el interior del frasco con un solvente adecuado, libre de residuos, agitando bien para recoger los residuos no volátiles; luego, transferir el líquido de lavado a un vidrio reloj previamente tarado. Enjuagar dos veces el frasco con solvente y agregarlo al vidrio reloj.
- Permitir que el solvente se evapore suavemente y secar en estufa a 104°C, hasta masa constante. Registrar la masa m_2 y determinar el residuo por la diferencia $m_1 - m_2$.

8.16.3 Dióxido de carbono en fase sólida, grado J

- Pesar una muestra de masa mayor que 500 g, obtenidas desde el interior de un bloque de dióxido de carbono sólido o desde el interior de un lote de gránulos de CO_2 sólido o preparado a partir de CO_2 líquido, en forma de nieve carbónica. Registrar la masa m_1
- Colocar esta muestra en un frasco limpio y permitir que se sublime completamente manteniendo un vidrio reloj sobre el frasco de la muestra.
- Continuar la determinación según se indica en el literal d) y e) del numeral 8.16.2. determinar el residuo por la diferencia $m_1 - m_2$.

9 MARCADO Y ETIQUETADO

Los cilindros y tanques de dióxido de carbono deben contar rótulos o etiquetas de acuerdo con la NTE INEN 2266. Las principales precauciones de seguridad deben cumplir con lo establecido con la NTE INEN 2288 vigente.

NTE INEN

La etiqueta de identificación que se debe colocar en el casquete de los cilindros o en la sección superior del cuerpo de los termos criogénicos y debe incluir la información descrita a continuación, cumpliendo con las normas NTE INEN 2049 y NTE INEN 2266:

- Marca comercial
- Nombre del producto
- Nombre y dirección del fabricante.
- Símbolo o fórmula química
- Nombre del Técnico responsable, solo en el caso de dióxido de carbono medicinal.
- Composición química, en el caso de dióxido carbono medicinal
- Indicaciones y precauciones para su uso
- Advertencia y almacenamiento
- Naturaleza del gas
- Número internacional de las Naciones Unidas para identificación del producto
- Identificación del uso, medicinal e industrial
- Proceso de elaboración

La etiqueta debe ser elaborada de material resistente e indeleble que pueda ser adherida al cilindro y sus dimensiones deben ser las que se indican en la NTE INEN 2266.

Para el caso de cilindros, ver Anexo D, ver figura 5

Para el caso de termos criogénicos, ver Anexo E, ver figura 6.

Para el caso del dióxido de carbono en estado sólido se debe colocar una etiqueta con las precauciones de seguridad que se especifica en el Anexo F, ver figura 7.

Cada envase de dióxido de carbono medicinal debe llevar una etiqueta adicional con su número de lote, la que debe contener por lo menos la siguiente información:

Nombre del producto

Número de lote

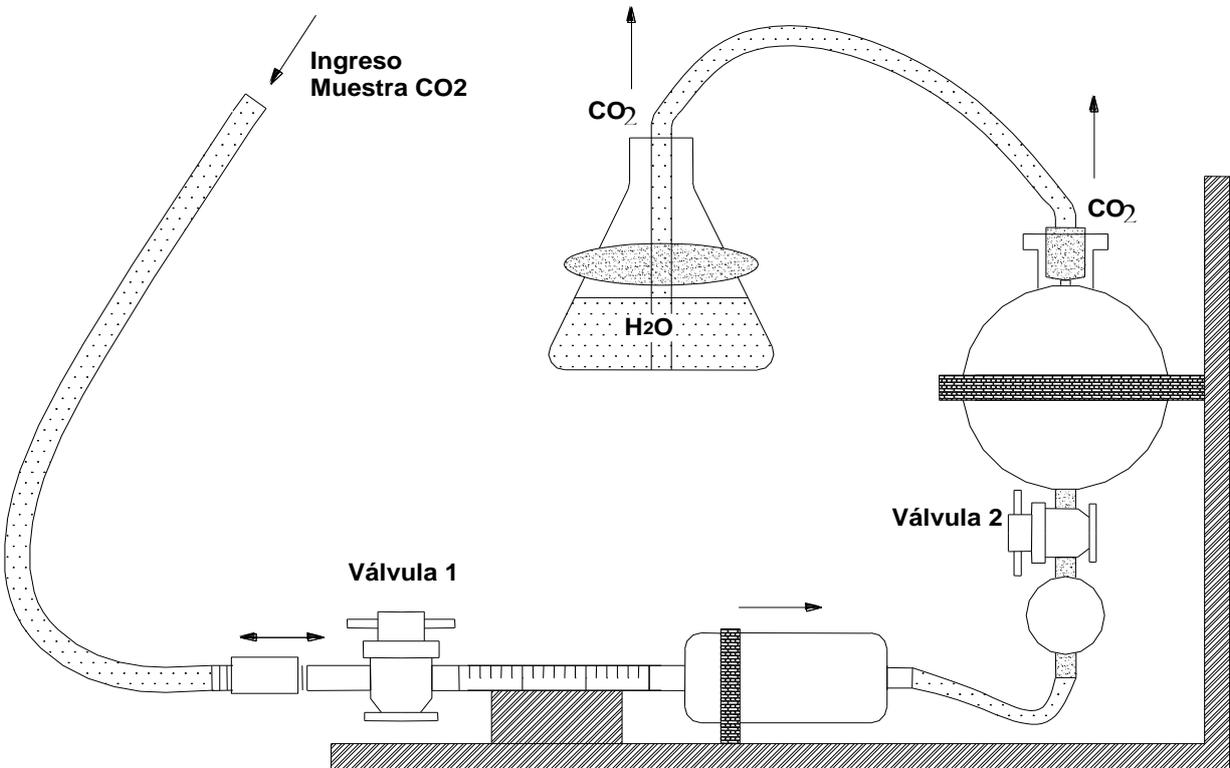
Fecha de elaboración

Fecha de caducidad

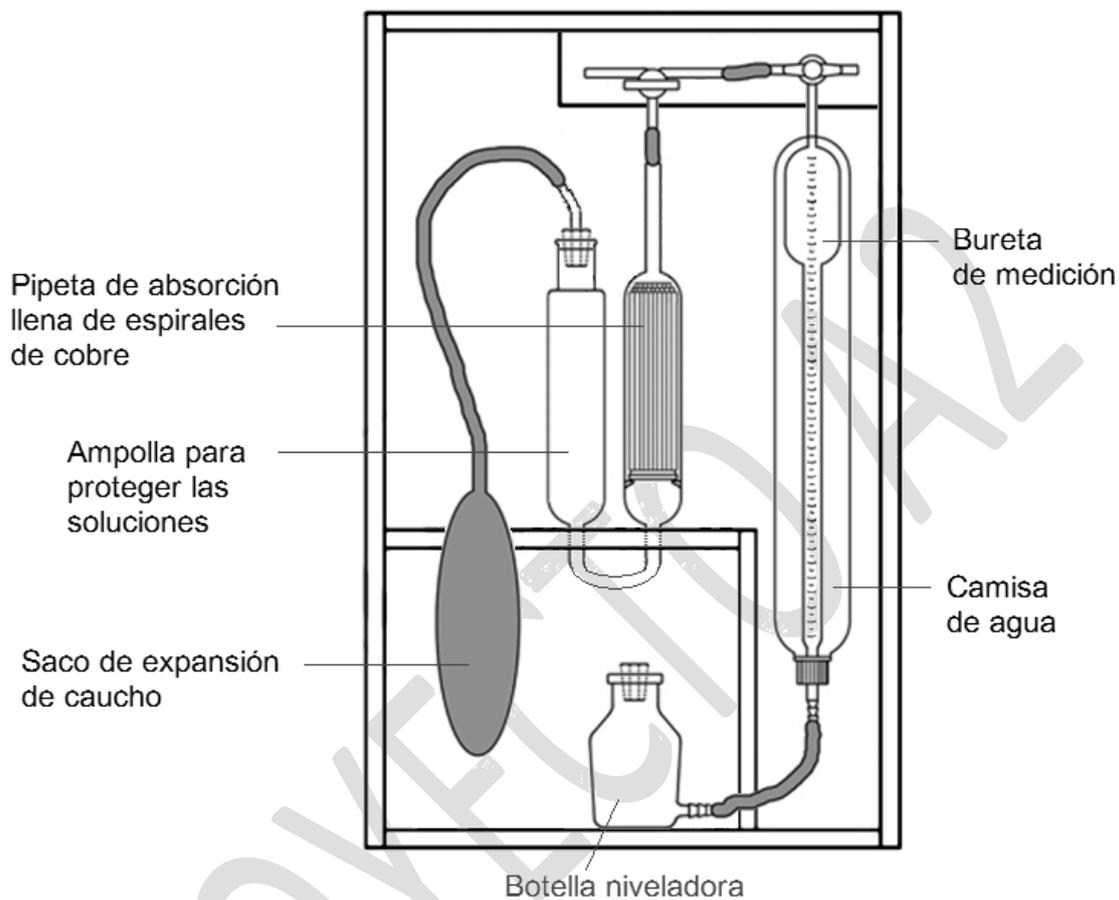
Número de envase (dentro del lote correspondiente).

ANEXO A

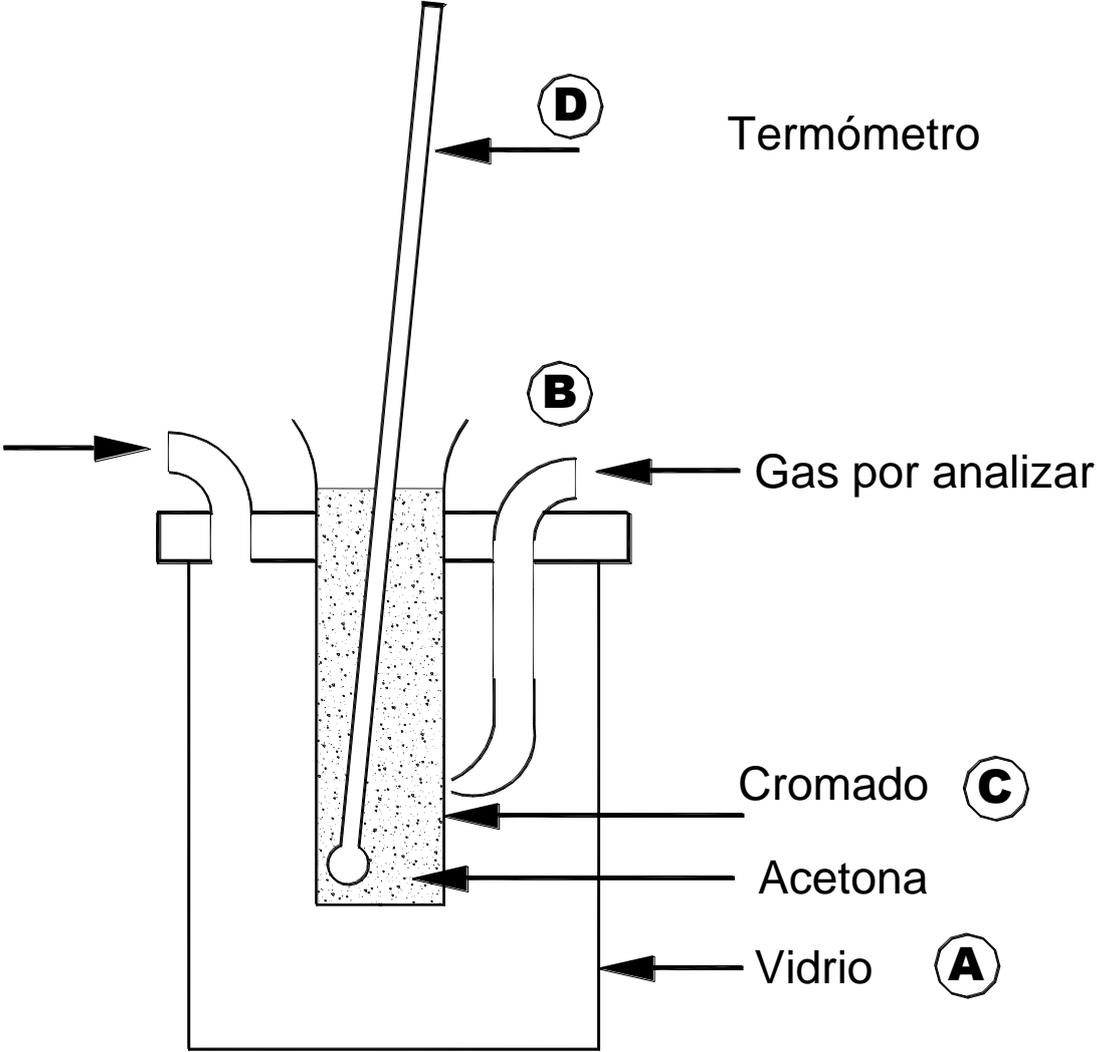
FIGURA 2. Equipo para determinar pureza de CO₂



ANEXO B
FIGURA 3. Analizador de oxígeno tipo Orsat

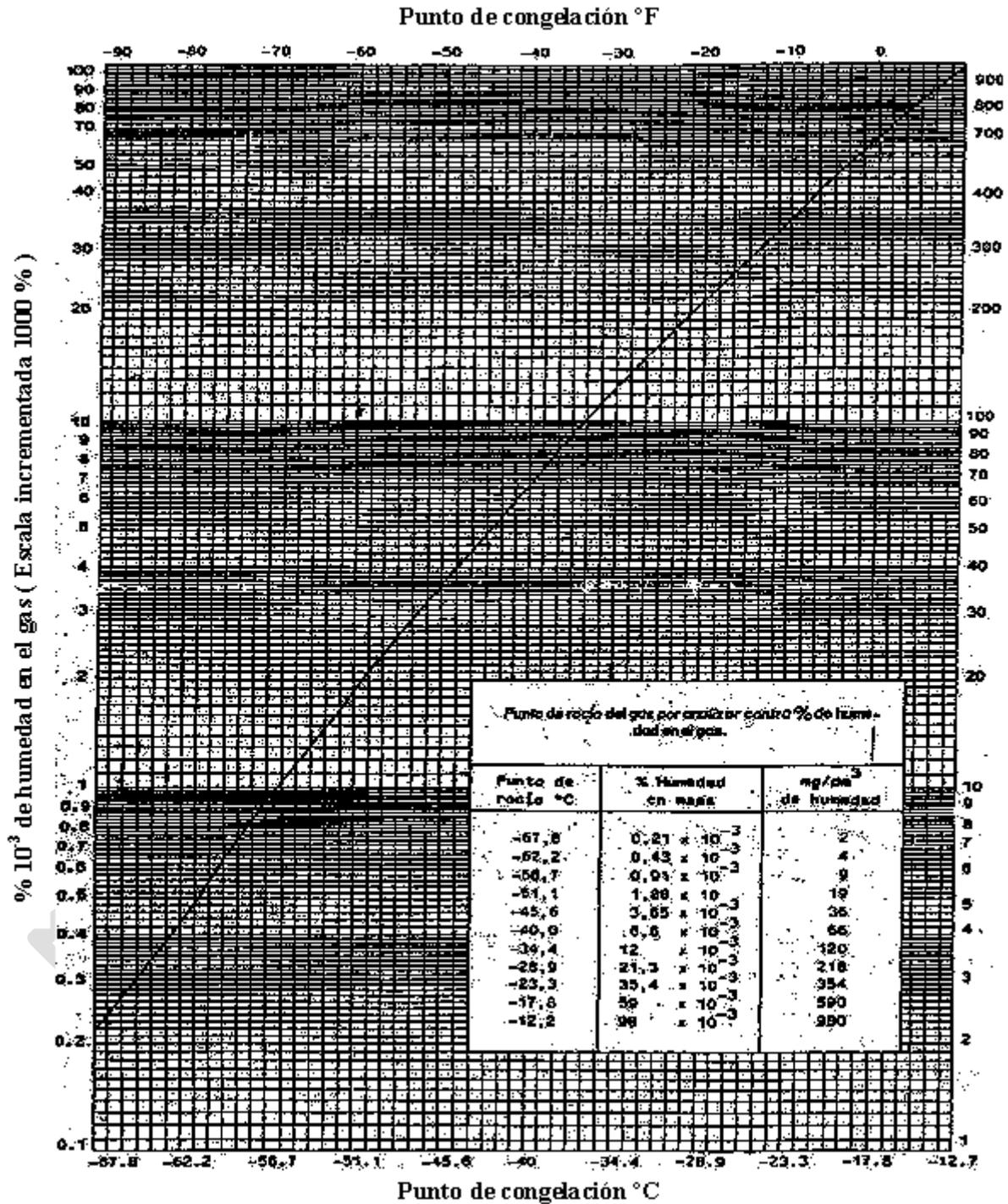


ANEXO B
FIGURA 3. Equipo para determinar el contenido de humedad



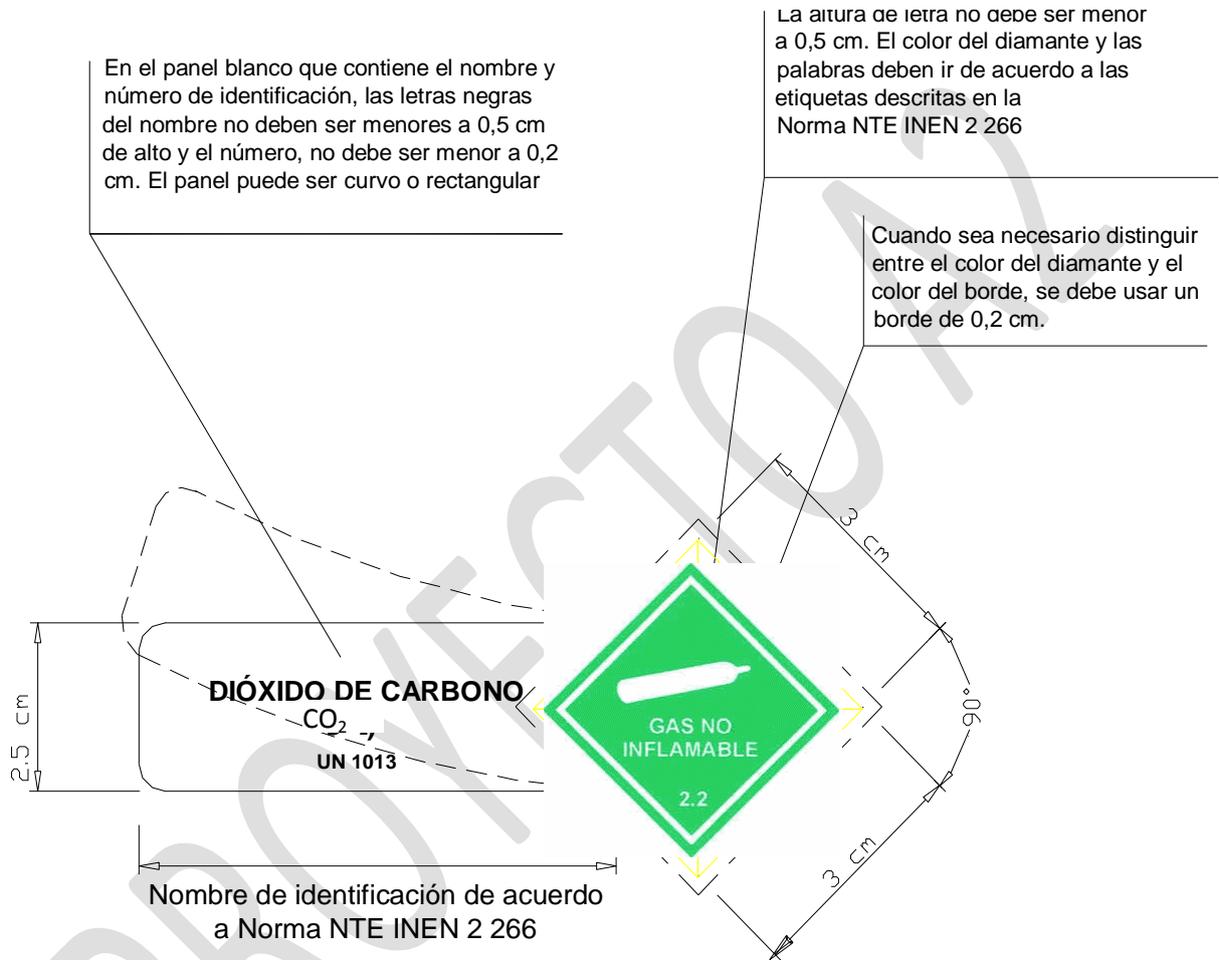
ANEXO C

FIGURA 4. Determinación de la humedad



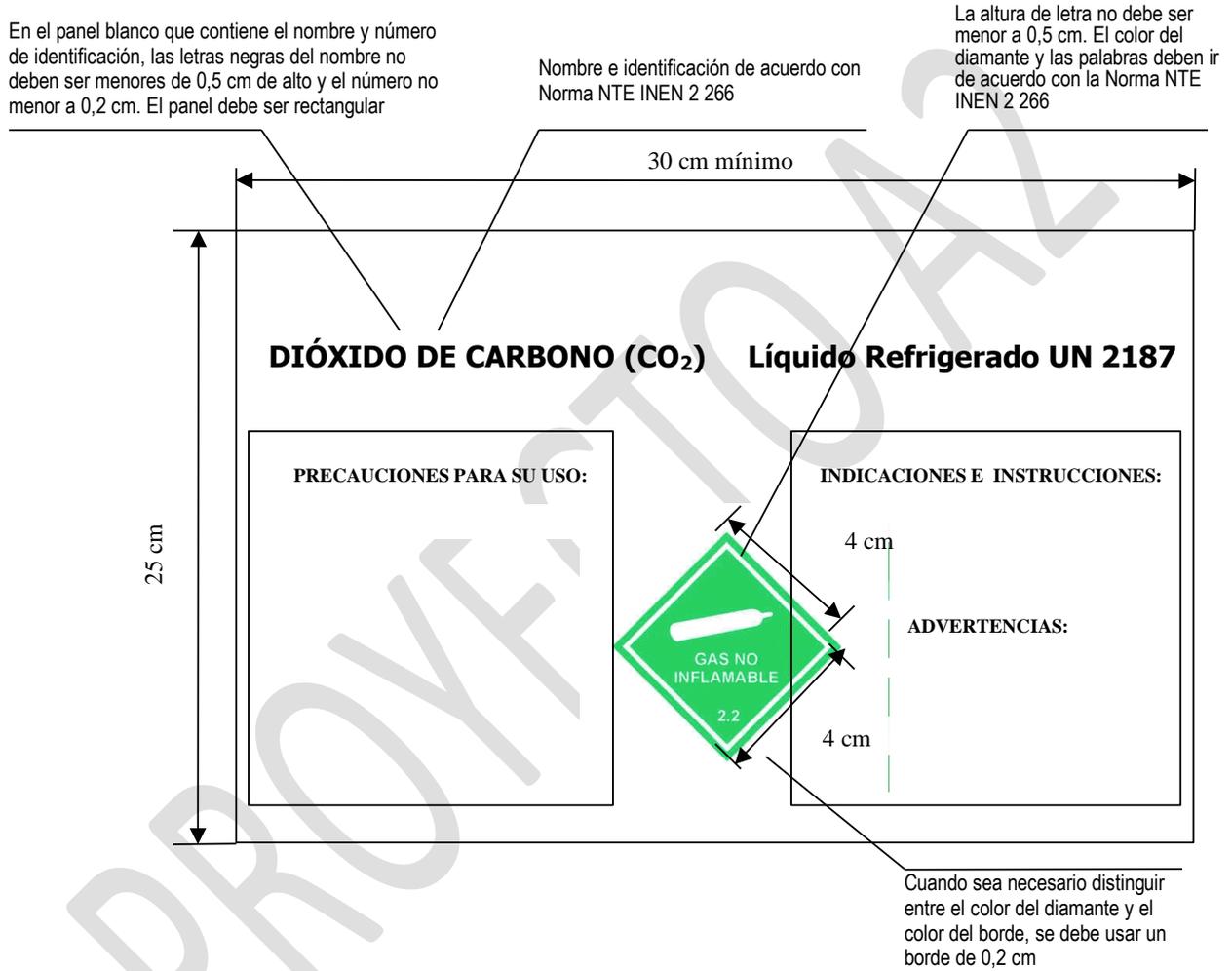
ANEXO D

FIGURA 5. Etiqueta adhesiva colocada en el cilindro



ANEXO E

FIGURA 6. Etiqueta adhesiva colocada en el termo



ANEXO F

FIGURA 7. Rotulado para el dióxido de carbono en estado sólido (hielo seco)

DIÓXIDO DE CARBONO EN FASE SÓLIDA (HIELO SECO)	
ADVERTENCIA DE RIESGOS:	PRODUCTO MANTENIDO A BAJA TEMPERATURA EL CONTACTO CON EL HIELO SECO PUEDE PROVOCAR DAÑOS EN LA PIEL
RECOMENDACIONES:	<ul style="list-style-type: none">– Almacenar y usar en lugares con ventilación abundante– Manipular solamente usando elementos de protección de la piel
RESPETE LAS NORMAS DE SEGURIDAD VIGENTES PROPIAS DE SU LUGAR DE TRABAJO	
NO RETIRAR NI DAÑAR ESTA ETIQUETA	

PROYECTO

BIBLIOGRAFIA

HANDBOOK OF COMPRESSED GASES, Fourth Edition. Compressed Gas Association, Inc. Chapman & Hall, New York, NY 1999

USP37 NF20, Carbon dioxide, U.S Pharmacopoeia Convention, USA 2014

NCh 2179 Gases comprimidos - Dióxido de carbono - Clasificación, requisitos de calidad y métodos de muestreo y análisis.

PROYECTO A2

INFORMACIÓN COMPLEMENTARIA

Documento: TÍTULO: DIÓXIDO DE CARBONO. REQUISITOS **Código ICS:**
NTE INEN 2377 71.060.20

ORIGINAL: Fecha de iniciación del estudio: 2015-04-01	REVISIÓN: La Subsecretaría de la Calidad del Ministerio de Industrias y Productividad aprobó este proyecto de norma Oficialización con el Carácter de por Resolución No. publicado en el Registro Oficial No. Fecha de iniciación del estudio: 2015-04-05
--	--

Fechas de consulta pública: Desde 2015-XX-XX hasta 2015-xx-xx

Comité Técnico de: Carne y Productos Cárnicos
Fecha de iniciación: 2015-04-07
Integrantes del Comité:

Fecha de aprobación:

NOMBRES:

INSTITUCIÓN REPRESENTADA:

Otros trámites:

La Subsecretaría de la Calidad del Ministerio de Industrias y Productividad aprobó este proyecto de norma

Oficializada como:
No.

Por Resolución No.

Registro Oficial

Servicio Ecuatoriano de Normalización, INEN - Baquerizo Moreno E8-29 y Av. 6 de Diciembre
Casilla 17-01-3999 - Telfs: (593 2)2 501885 al 2 501891
Dirección Ejecutiva: E-Mail: direccion@normalizacion.gob.ec
Dirección de Normalización: E-Mail: consultanormalizacion@normalizacion.gob.ec
Dirección Zonal Guayas: E-Mail: inenguayas@normalizacion.gob.ec
Dirección Zonal Azuay: E-Mail: inencuenca@normalizacion.gob.ec
Dirección Zonal Chimborazo: E-Mail: inenriobamba@normalizacion.gob.ec
[URL:www.normalizacion.gob.ec](http://www.normalizacion.gob.ec)