

31980L0779

30.8.1980

EUROOPA ÜHENDUSTE TEATAJA

L 229/30

**NÕUKOGU DIREKTIIV,****15. juuli 1980,****õhu kvaliteedi piirtasemete ning vääveldioksiidi ja hõljuvate tahkete osakeste taseme soovituslike arvväärtuste kohta**

(80/779/EMÜ)

EUROOPA ÜHENDUSTE NÕUKOGU,

võttes arvesse Euroopa Majandusühenduse asutamislepingut, eriti selle artikleid 100 ja 235,

võttes arvesse komisjoni ettepanekut,

võttes arvesse Euroopa Parlamendi nõusolekut, <sup>(1)</sup>

võttes arvesse majandus- ja sotsiaalkomitee arvamust <sup>(2)</sup>

ning arvestades, et:

Euroopa ühenduste 1973. <sup>(3)</sup> ja 1977. <sup>(4)</sup> aasta keskkonnaalastes tegevusprogrammides on sätestatud, et eelistada tuleb vääveldioksiidi ja hõljuvate tahkete osakeste vastu suunatud meetmeid seoses nende toksilisuse ja aktuaalsete teadmistega nende mõju kohta inimese tervisele ja keskkonnale;

kuna eri liikmesriikides kohaldatavate või ettevalmistatavate vääveldioksiidi ja hõljuvate tahkete osakeste alaste õigusnormide erinevused võivad luua ebavõrdseid konkurentsitingimusi ning seega otseselt mõjutada ühisturu toimimist, tuleks selle valdkonna õigusnorme vastavalt asutamislepingu artiklile 100 ühtlustada;

Euroopa Majandusühenduse üks põhiülesandeid on edendada kogu ühenduses majanduse harmoonilist arengut ning jätkuvat ja tasakaalustatud kasvu; seda on mõeldamatu saavutada saaste vastu võitlemiseks, elu kvaliteedi parandamiseks ning keskkonna kaitsmiseks mõeldud meetmeteta; kuna asutamislepingus ei ole selles valdkonnas vajalikke volitusi ette nähtud, tuleb tugineda asutamislepingu artiklile 235;

eelkõige inimeste tervise kaitsmiseks, tuleb kõnealusele kahele saasteainele määrata piirtasemed, mida ei tohi liikmesriikide territooriumil kindlaksmääratud ajavahemikel ületada; need tasemed peaksid põhinema Maailma Tervishoiuorganisatsiooni raames saavutatud tulemustel, eriti aga nendel, mis on seotud vääveldioksiidi ja hõljuvate tahkete osakeste puhul määratud annuse-toime üldsuhetega;

võetavatest meetmetest hoolimata ei pruugi nende piirtasemete täitmine teatavates piirkondades olla võimalik; seepärast tuleb liikmesriikidele anda võimalus teha ajutisi erandeid, tingimusel et nad edastavad komisjonile plaanid õhu kvaliteedi järkjärgulise parandamise kohta nendes piirkondades;

samuti tuleks kindlaks määrata soovituslikud arvväärtused, mis kujutaksid endast pikas perspektiivis ettevaatusabinõusid tervise ja keskkonna kaitseks ning võrdlusaluseid erikavade koostamiseks liikmesriikide poolt kindlaksmääratud piirkondades;

käesoleva direktiivi kohaselt võetavad meetmed peavad olema majanduslikult teostatavad ning ühitatavad tasakaalustatud majandusarenguga;

tuleb luua kohane õhu kvaliteedi seire ja kehtestada eriti kõnealuste piirtasemete täitmise kontroll; seepärast peaksid liikmesriigid olema kohustatud rajama mõõtejaamu, mis koguksid käesoleva direktiivi kohaldamiseks vajalikke andmeid;

kuna liikmesriikides kasutatakse erinevaid proovivõtu- ja analüüsimetodeid, tuleb lubada kasutada teataval tingimustel käesolevas direktiivis sätestatud standardmeetoditest erinevaid proovivõtu- ja mõõtmismetodeid;

kuna mõned liikmesriigid kasutavad proovivõtu- ja analüüsimetodeid, mida ei ole lihtne seostada standardmeetoditega, peaks käesolev direktiiv määratlema piirtasemed, mis peavad nende meetodite kasutamise korral olema täidetud; kõnealused liikmesriigid peaksid samuti tegema reas esinduslikes jaamades paralleelseid mõõtmisi, kasutades seal peale oma meetodite ka standardmeetodeid; komisjon peaks nende paralleelsete mõõtmiste põhjal

<sup>(1)</sup> EÜT C 83, 4.4.1977, lk 44.

<sup>(2)</sup> EÜT C 204, 30.8.1976, lk 34.

<sup>(3)</sup> EÜT C 112, 20.12.1973, lk 1.

<sup>(4)</sup> EÜT C 139, 13.6.1977, lk 1.

ja arvestades vajadust vältida diskrimineerivaid sätteid tegema täiendavaid ettepanekuid;

### Artikkel 3

teaduse ja tehnika arenedes käesolevas valdkonnas võib hiljem tekkida soov arendada käesolevas direktiivis osutatud proovivõtu ja analüüsi standardmeetodeid edasi; selleks vajaliku töö hõlbustamiseks tuleks sätestada kord, mis seab teaduse ja tehnika arenguga kohandamise komitee raames sisse tiheda koostöö liikmesriikide ja komisjoni vahel,

1. Liikmesriigid võtavad asjakohaseid meetmeid, tagamaks et alates 1. aprillist 1983 ei ületa vääveldioksiidi ja hõljuvate tahkete osakeste kontsentratsioonid atmosfääris I lisas esitatud piirtasemeid, ilma et see piiraks järgmisi sätteid.

2. Kui mõni liikmesriik leiab, et hoolimata võetavatest meetmetest on tõenäoline, et vääveldioksiidi ja hõljuvate tahkete osakeste kontsentratsioonid atmosfääris ületavad pärast 1. aprilli 1983 teatavates piirkondades I lisas esitatud piirtasemeid, teatab ta sellest enne 1. oktoobrit 1982 komisjonile.

ON VASTU VÕTNUD KÄESOLEVA DIREKTIIVI:

### Artikkel 1

Käesoleva direktiivi eesmärk on määrata kindlaks atmosfäärilise vääveldioksiidi ja hõljuvate tahkete osakeste piirtasemed (I lisa) ja soovituslikud arväärtused (II lisa) ning nende kohaldamise tingimused, selleks et parandada:

— inimeste tervise kaitset,

— keskkonna kaitset.

Samal ajal edastab ta komisjonile plaanid õhu kvaliteedi parandamiseks nendes piirkondades. Nendes plaanides, mis tuleb koostada saaste laadi, päritolu ja teket arvestades, tuleb kirjeldada eriti asjaomase liikmesriigi poolt võetud või võetavaid meetmeid ning rakendatud või rakendatavaid menetlusi. Nende meetmete ja menetluste abil peavad vääveldioksiidi ja tahkete osakeste kontsentratsioonid nende piirkondade atmosfääris langema võimalikult kiiresti ja hiljemalt 1. aprilliks 1993 I lisas esitatud piirtasemetest allapoole või nendega ühele tasemele.

### Artikkel 4

### Artikkel 2

1. *Piirtasemed* on:

— vääveldioksiidi ja hõljuvate tahkete osakeste kontsentratsioonid käsitletuna koos vastavalt tabelile A I lisas ning

— hõljuvate tahkete osakeste kontsentratsioonid käsitletuna eraldi vastavalt tabelile B I lisas,

mida ei tohi eriti inimese tervise kaitseks kogu liikmesriikide territooriumil kindlaksmääratud ajavahemikel ja järgmistes artiklites sätestatud tingimustel ületada.

2. *Soovituslikud arväärtused* on vääveldioksiidi ja hõljuvate tahkete osakeste kontsentratsioonid kindlaksmääratud ajavahemikel, mis on esitatud II lisas ja kujutavad endast:

— pikaajalisi ettevaatusabinõusid tervise ja keskkonna kaitseks,

— erikavade loomise võrdlusaluseid liikmesriikide poolt kindlaksmääratud piirkondades.

1. Piirkondades, milles asjaomane liikmesriik peab vajalikuks piirata või vältida vääveldioksiidi ja hõljuvate tahkete osakeste saaste ettenähtavat kasvu seoses arengu, eriti aga linnade või tööstuse arenguga, määrab see liikmesriik II lisas esitatud soovituslikele arväärtustele tuginedes kindlaks tasemed, mis peavad olema I lisas esitatud piirtasemetest madalamad.

2. Piirkondades oma territooriumil, mille puhul asjaomane liikmesriik leiab, et neile tuleb tagada eriline keskkonnakaitse, määrab liikmesriik kindlaks tasemed, mis on üldiselt madalamad kui II lisas esitatud soovituslikud arväärtused.

3. Liikmesriigid teatavad komisjonile tasemed, tähtajad ja ajakavad, mille nad on sätestanud lõigetes 1 ja 2 osutatud piirkondade kohta, ning mis tahes asjakohaselt võetud meetmed.

### Artikkel 5

Peale artikli 3 lõike 1 ja artikli 4 lõike 1 sätete püüavad liikmesriigid selleks, et rakendada tervise ja keskkonna kaitseks täiendavaid ettevaatusabinõusid, liikuda II lisas esitatud soovituslike arväärtuste suunas, kui mõõtmised näitavad nendest kõrgemaid kontsentratsioone.

### Artikkel 6

Liikmesriigid rajavad käesoleva direktiivi kohaldamiseks vajalike andmete kogumiseks mõõtejaamad, eelkõige piirkondades, kus võidakse mõõta artikli 3 lõikes 1 osutatud piirtasemetele lähedasi või neid ületavaid kontsentratsioone, ning artikli 3 lõikes 2 osutatud piirkondades; jaamad peavad asuma kõige saastunumaks peetavates kohtades, kus mõõdetavad kontsentratsioonid esindavad kohalikke olusid.

### Artikkel 7

1. Pärast käesoleva direktiivi jõustumist teatavad liikmesriigid komisjonile hiljemalt kuus kuud pärast iga-aastase vaatlusajavahemiku lõppu (31. märts) juhtumid, kui ületati I lisas esitatud piirtasemed, ja dokumenteeritud kontsentratsioonid.

2. Samuti teavitavad nad komisjoni hiljemalt üks aasta pärast iga-aastase vaatlusajavahemiku lõppu selliste juhtumite põhjustest ning nende kordumise vältimiseks võetud meetmetest.

3. Peale selle saadavad liikmesriigid komisjonile selle palvel vääveldioksiidi ja hõljuvate tahkete osakeste kontsentratsioonid mis tahes piirkondades, mille nad on kindlaks määranud vastavalt artikli 4 lõigetele 1 ja 2.

### Artikkel 8

Komisjon avaldab igal aastal käesoleva direktiivi kohaldamise kohta koondaruande.

### Artikkel 9

Käesoleva direktiivi kohaselt võetavad meetmed ei tohi oluliselt halvendada õhu kvaliteeti, kui vääveldioksiidi ja hõljuvate tahkete osakeste tase on I lisas sätestatud piirtasemetega võrreldes madal.

### Artikkel 10

1. Käesoleva direktiivi kohaldamisel kasutavad liikmesriigid kas III lisas osutatud proovivõtu- ja analüüsimeetodeid või mis tahes muud proovivõtu- ja analüüsimeetodit, mille kohta nad tõestavad komisjonile korrapäraselt:

— et see kas tagab tulemuste rahuldava vastavuse tulemustele, mis saadakse standardmeetodi abil,

— või et artiklis 6 sätestatud nõuete kohaselt valitud esinduslikes jaamades standardmeetodiga paralleelselt läbiviidud mõõtmiste tulemused näitavad, et sellel meetodil saadud tulemused on standardmeetodi abil saadud tulemustega mõistlikult stabiilses seoses.

2. Ilma et see piiraks käesoleva direktiivi sätteid, võib liikmesriik ajal, kuni nõukogu teeb komisjoni lõikes 4 osutatud ettepanekute kohta otsuse, samuti kasutada IV lisas sätestatud proovivõtu- ja analüüsimeetodeid ning I lisas sätestatud piirtasemete asemel kõnealuste meetoditega seotud tasemeid, mis on samuti sätestatud IV lisas.

3. Liikmesriik, mis otsustab kasutada lõike 2 sätteid, peab aga siiski tegema paralleelseid mõõtmisi reas esinduslikes mõõtejaamades, mis tuleb valida vastavalt artikli 6 nõuetele, et kontrollida IV lisas ja I lisas sätestatud piirtasemete vastavat rangust. Nende paralleelsete mõõtmiste tulemused, sealhulgas juhtumid, mil I lisas sätestatud piirtasemed ületati ja vastavad kontsentratsioonid dokumenteeriti, edastatakse korrapärase ajavahemike järel ja vähemalt kaks korda aastas komisjonile, et see saaks need võtta artiklis 8 ettenähtud aastaaruandesse.

4. Komisjon esitab viie aasta möödudes, kuid kuue aasta jooksul pärast artikli 15 lõikes 1 osutatud 24kuulise tähtaja möödumist nõukogule aruande lõike 3 kohaselt tehtud mõõtmiste tulemuste kohta ning teeb ettepanekud lõike 2 ja IV lisa kohta, lähtudes eelkõige mõõtmiste tulemustest ja vajadusest vältida diskrimineerivaid sätteid. Artiklis 8 ettenähtud aruandes osutab komisjon, kas ta on märganud juhtumeid, mil I lisas sätestatud piirtasemeid on olulisel määral ületatud korduvalt.

5. Komisjon viib valitud kohtades liikmesriikides ja koostöös nendega läbi vääveldioksiidi ning tahma ja hõljuvate tahkete osakeste proovide võtmise ja analüüsimise uuringuid. Need uuringuid on eelkõige mõeldud edendama nende saasteainete proovivõtu- ja analüüsimeetodite ühtlustamist.

### Artikkel 11

1. Kui liikmesriigid määravad vääveldioksiidi ja hõljuvate tahkete osakeste kontsentratsioonide tasemeid atmosfääris kindlaks piirialadel vastavalt artikli 4 lõigetele 1 ja 2, konsulteerivad nad enne seda üksteisega. Komisjon võib nendel konsultatsioonidel osaleda.

2. Kui I lisas esitatud piirtasemed või artikli 4 lõigetes 1 ja 2 osutatud tasemed, kui nende üle vastavalt lõikele 1 konsulteeritud, on

või võivad olla pärast teises liikmesriigis alguse saanud või tõenäoliselt alguse saanud suurt saadet ületatud, peavad asjaomased liikmesriigid olukorra lahendamiseks konsultatsioone. Komisjon võib nendel konsultatsioonidel osaleda.

#### Artikkel 12

Artiklites 13 ja 14 sätestatud menetlus käesoleva direktiivi kohandamiseks teaduse ja tehnika arenguga hõlmab III lisas osutatud proovivõtu ja analüüsi standardmeetodite edasiarendamist. Kohandamise tulemusel ei tohi I ja II lisas esitatud kehtivad tase- med ei otseselt ega kaudselt muutuda.

#### Artikkel 13

1. Artikli 12 kohaldamiseks moodustatakse käesoleva direktiivi teaduse ja tehnika arenguga kohandamise komitee, edaspidi "komitee"; see koosneb liikmesriikide esindajatest ning komitee eesistujaks on komisjoni esindaja.

2. Komitee võtab vastu oma töökorra.

#### Artikkel 14

1. Kui tuleb järgida käesolevas artiklis sätestatud korda, kutsub komitee kokku eesistuja kas omal algatusel või liikmesriigi esindaja taotlusel.

2. Võetavate meetmete eelnõu esitab komiteele komisjoni esindaja. Tähtaja jooksul, mille määrab eesistuja lähtuvalt küsimuse kiireloomulisusest, esitab komitee eelnõu kohta oma arvamuse. Otsused tehakse 41häälelise enamusega, liikmesriikide hääli arvestatakse asutamislepingu artikli 148 lõike 2 kohaselt. Eesistuja ei hääleta.

3. Kui kavandatavad meetmed on komitee arvamusega kooskõlas, võtab komisjon need vastu.

Kui kavandatavad meetmed ei ole komitee arvamusega kooskõlas või kui komitee ei esita oma arvamust, esitab komisjon võetavate meetmete kohta viivitamata ettepaneku nõukogule. Nõukogu teeb otsuse kvalifitseeritud häälteenamusega.

Kui nõukogu ei ole otsust teinud kolme kuu jooksul alates nõukogu poole pöördumisest, võtab komisjon ettepanud meetmed vastu.

#### Artikkel 15

1. Liikmesriigid jõustavad käesoleva direktiivi järgimiseks vajalikud õigus- ja haldusnormid 24 kuu jooksul alates käesoleva direktiivi teatavakstegemisest ning teatavad sellest viivitamata komisjonile.

2. Liikmesriigid edastavad komisjonile käesoleva direktiiviga reguleeritavas valdkonnas nende poolt vastuvõetud siseriiklike õigusnormide teksti.

#### Artikkel 16

Käesolev direktiiv on adresseeritud liikmesriikidele.

Brüssel, 15. juuli 1980

*Nõukogu nimel*

*eesistuja*

J. SANTER

## I LISA

## VÄÄVELDIOKSIIDI JA HÕLJUVATE TAHKETE OSAKESTE PIIRTASEMED

(mõõdetuna tahma meetodil)

TABEL A

**Vääveldioksiidi piirtasemed ( $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ) koos nendega seotud hõljuvate tahkete osakeste tasemetega (mõõdetuna tahma meetodil <sup>(1)</sup>,  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ )**

Vaatlusajavahemik	Vääveldioksiidi piirtase	Sellega seotud tahkete osakeste tasemed
Aasta	80 (kogu aasta jooksul saadud päeva keskmiste tasemete keskmine)	> 40 (kogu aasta jooksul saadud päeva keskmiste tasemete keskmine)
	120 (kogu aasta jooksul saadud päeva keskmiste tasemete keskmine)	≤ 40 (kogu aasta jooksul saadud päeva keskmiste tasemete keskmine)
Talv (1. oktoobrist 31. märtsini)	130 (kogu talve jooksul saadud päeva keskmiste tasemete keskmine)	> 60 (kogu talve jooksul saadud päeva keskmiste tasemete keskmine)
	180 (kogu talve jooksul saadud päeva keskmiste tasemete keskmine)	≤ 60 (kogu talve jooksul saadud päeva keskmiste tasemete keskmine)
Aasta (mis koosneb 24 tunnistest vaatlusajavahemikest)	250 <sup>(2)</sup> (kõikide kogu aasta jooksul saadud päeva keskmiste tasemete 98. protsentiil)	≥ 150 (kõikide kogu aasta jooksul saadud päeva keskmiste tasemete 98. protsentiil)
	350 <sup>(2)</sup> (kõikide kogu aasta jooksul saadud päeva keskmiste tasemete 98. protsentiil)	≤ 150 (kõikide kogu aasta jooksul saadud päeva keskmiste tasemete 98. protsentiil)

<sup>(1)</sup> Tahma meetodil tehtud mõõtmiste tulemused on teisendatud OECD poolt kirjeldatud gravimeetrilisteks ühikuteks (vt III lisa).<sup>(2)</sup> Liikmesriigid peavad võtma kõik meetmed tagamaks, et seda taset ei ületata rohkem kui kolm päeva järjest. Peale selle peavad liikmesriigid püüdma vältida ja vähendada kõiki juhtumeid, kus seda taset ületati.

TABEL B

**Hõljuvate tahkete osakeste piirtasemed (mõõdetuna tahma meetodil <sup>(1)</sup>, µg/m<sup>3</sup>)**

Vaatlusajavahemik	Hõljuvate tahkete osakeste piirtase
Aasta	80 (kogu aasta jooksul saadud päeva keskmiste tasemete keskmine)
Talv (1. oktoobrist 31. märtsini)	130 (kogu talve jooksul saadud päeva keskmiste tasemete keskmine)
Aasta (mis koosneb 24 tunnistest vaatlusajavahemikest)	250 <sup>(2)</sup> (kõikide kogu aasta jooksul saadud päeva keskmiste tasemete 98. protsentiil)II

<sup>(1)</sup> Tahma meetodil tehtud mõõtmiste tulemused on teisendatud OECD poolt kirjeldatud gravimeetristeks ühikuteks (vt III lisa).

<sup>(2)</sup> Liikmesriigid peavad võtma kõik meetmed tagamaks, et seda taset ei ületata rohkem kui kolm päeva järjest. Peale selle peavad liikmesriigid püüdma vältida ja vähendada kõiki juhtumeid, kus seda taset ületati.

## II LISA

## VÄÄVELDIOKSIIDI JA HÖLJUVATE TAHKETE OSAKESTE SOOVITUSLIKUD ARVVÄÄRTUSED

(mõõdetuna tahma meetodil)

TABEL A

Vääveldioksiidi soovituslikud arväärtused ( $\mu\text{g}/\text{m}^3$ )

Vaatlusajavahemik	Vääveldioksiidi soovituslik arväärtus
Aasta	40—60 (kogu aasta jooksul saadud päeva keskmiste tasemete aritmeetiline keskmine)
24 tundi	100—150 (päeva keskmine tase)

TABEL B

Hõljuvate tahkete osakeste soovituslikud arväärtused (mõõdetuna tahma meetodil, <sup>(1)</sup>  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ )

Vaatlusajavahemik	Hõljuvate tahkete osakeste soovituslik arväärtus
Aasta	40—60 (kogu aasta jooksul saadud päeva keskmiste tasemete aritmeetiline keskmine)
24 tundi	100—150 (päeva keskmine tase)

<sup>(1)</sup> Tahma meetodil tehtud mõõtmiste tulemused on teisendatud OECD poolt kirjeldatud gravimeetrilisteks ühikuteks (vt III lisa).

## III LISA

**KÄESOLEVA DIREKTIIVIGA SEoses KASUTATAVAD PROOVIVÕTU JA ANALÜÜSI  
STANDARDMEETODID****A. VÄÄVELDIOKSIID**

Proovivõtu standardmeetodis vääveldioksiidi määramiseks kasutatakse rahvusvahelises standardi ISO-4219 esimeses, 15. septembri 1979. aasta trükis kirjeldatud seadmeid. Proovivõtu ajavahemik on harilikult 24 tundi.

Analüüsi standardmeetodit on üksikasjalikult kirjeldatud V lisas; see põhineb rahvusvahelise standardi eelnõu ISO DP-6767 redaktsioonil 1979. aasta veebruarist: "Õhu kvaliteet – vääveldioksiidi massikontsentratsiooni määramine välisõhus – tetrakloormerkuraat (TCM)/pararosaniliin". See analüüsimeetod põhineb pararosaniliiniga tekkiva klorimeetrilise reaktsiooni põhimõttel.

**B. HÕLJUVAD TAHKED OSAKESED**

Tahma määramise ja selle gravimeetristeks ühikuteks teisendamise standardmeetodiks on OECD õhusaaste mõõtmise meetodite ja vaatlemise võtete töörühma poolt standarditud (1964) meetod.

Eespool osutatud meetodite puhul, mille on standarditud vastavalt ISO ja OECD, peetakse nende organisatsioonide poolt avaldatud keeleversioone autentseks koos muude versioonidega, mille kohta komisjon tõendab, et nad on nendega vastavuses.

---



## IV LISA

**VÄÄVELDIOKSIIDI JA HÕLJUVATE TAHKETE OSAKESTE PIIRTASEMED (MÕÕDETUNA GRAVIMEETRILISEL MEETODIL), MIDA KOHALDATAKSE ARTIKLI 10 LÕIKE 2 RAAMES**

TABEL A

**Vääveldioksiidi piirtasemed ( $\mu\text{g}/\text{m}^3$ )**

Vaatlusajavahemik	Vääveldioksiidi piirtase
Aasta	140 (kogu aasta jooksul saadud 30 minuti tasemete aritmeetiline keskmine)
Aasta (mis koosneb 30 minutilistest vaatlusajavahemikest)	400 (kõikide kogu aasta jooksul saadud 30 minuti keskmiste tasemete 95. protsentiil)

TABEL B

**Hõljuvate tahkete osakeste piirtasemed (mõõdetuna gravimeetrilisel meetodil, mida on kirjeldatud punktis ii;  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ )**

Vaatlusajavahemik	Hõljuvate tahkete osakeste piirtase
Aasta	150 (kogu aasta jooksul saadud päeva keskmiste tasemete aritmeetiline keskmine)
Aasta (mis koosneb 24 tunnistest vaatlusajavahemikest)	300 (kõikide kogu aasta jooksul saadud päeva keskmiste tasemete 95. protsentiil)

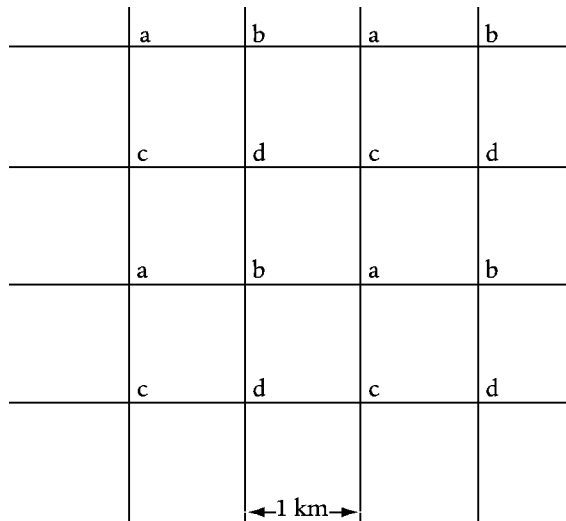
**Artikli 10 lõike 2 raames kohaldatavaid proovivõtu- ja analüüsimeetodeid kasutatakse järgmiselt:**

i) **vääveldioksiid**

- *Proovivõtumetod:* kasutatakse joonisel 1 kujutatud võrgu moodi paigutatud mõõtejaamu, mis võimaldavad "pistelisi" proovide võtmist. Võrgu igas punktis võetakse aasta jooksul tööpäeviti kl 8 ja 16 vahel vähemalt 13 proovi. Proove võetakse kogu aasta peale ühtlaselt jaotatud korrapäraste ajavahemike järel järjest 30 minuti jooksul, näiteks järgmiselt:

esimesel päeval võetakse proove joonisel 1 tähega a märgitud kohtades, teisel päeval tähega b märgitud kohtades, kolmandal päeval tähega c märgitud kohtades ning neljandal päeval tähega d märgitud kohtades. Sellist proovivõttu korratakse igas kohas neljanädalaste ajavahemike järel erinevate 30 minutiliste ajavahemike jooksul, mis valitakse juhuslikult

- Vaatlusajavahemik: üks aasta;
- punktide arv: 16 võrgus;
- proovivõtu kestus: 30 minutit järjest tööpäeviti kl 8 ja 16 vahel;
- proovide arv punkti kohta: vähemalt 13;
- proovide üldarv: vähemalt 208.



Joonis 1

**Proovide võtmise skeem**

— *Analüüsimetod:* III lisas kirjeldatud standardmeetod. Kohaldatakse artikli 10 lõikes 1 sätestatud korda.

**ii) Hõljuvad tahked osakesed**

— *Proovivõtumeetod:*

1. Hõljuvaid tahkeid osakesi kogutakse kas membraan- või klaaskiudfiltril abil.
2. Proovivõtusüsteem koosneb järgmisest:
  - filter,
  - filtri tugi,
  - pump,
  - gaasimahuarvesti.
3. Proovivõtusüsteemis ei ole fraktsioneerimisseadet.
4. Proovivõtu kestus on 24 tundi.
5. Filtrit kaitstakse selle eest, et osakesed ei sadestuks otse sellele, ning atmosfääritingimuste vahetu mõju eest.
6. Kasutatavad filtrid peaksid laskma läbi üle 99 % osakekestest, mille aerodünaamiline läbimõõt on 0,3 µm.
7. Õhu liikumiskiirus filtri pinnal on 33 kuni 55 (k.a) cm/sek. See kiirus ei tohi proovide võtmise ajal väheneda rohkem kui 5 % klaaskiudfiltrite puhul või 25 % membraanfiltrite puhul.
8. Kogu aasta jooksul tuleb ühtlaste ajavahemike järel läbi viia vähemalt 100 proovivõttu.

— *Analüüsimetod:*

- a) Kaalumine.
  - b) 1. Membraanfiltrid tuleb nii enne kui ka pärast proovivõttu konditsioneerida, hoides neid selleks enne kaalumist kaks tundi temperatuuril 90–100 °C ning pärast seda kaks tundi kuivatis.
  - b) 2. Klaaskiudfiltrid tuleb nii enne kui ka pärast proovivõttu konditsioneerida, hoides neid enne kaalumist 24 tundi õhu käes, mille temperatuur on 20 °C ja suhteline niiskus 50 %.

## V LISA

## VÄÄVELDIOKSIIDI ANALÜÜSI STANDARDMEETOD

**Õhu kvaliteet — vääveldioksiidi massikontsentratsiooni määramine välisõhus — tetrakloormerkuraat (TCM)/pararosaniliin**

## 1. RAKENDUSALA

Käesolev rahvusvahelise standardi eelnõu määratleb spektrofotomeetrilise meetodi vääveldioksiidi massikontsentratsiooni määramiseks välisõhus. Standard hõlmab nii proovivõtu- kui ka analüüsimeetodeid.

## 2. KOHALDAMISALA

Käesolevas standardis kirjeldatud menetluse abil on võimalik määrata atmosfäärilise vääveldioksiidi kontsentratsioone 7 ja 1 150 µg/m<sup>3</sup> vahel.

*Märkus*

Kui on vaja määrata suuremaid kontsentratsioone, võib võtta lahjendatud proovi alikvoote või käesolevas standardis määratletud proovidest väiksemaid õhuproove. Sellisel juhul tuleb määrata kindlaks konkreetse süsteemi absorbeerimisvõime mõõdetavate mahtude ja kontsentratsioonide puhul.

Raskmetallidest, lämmastikoksiididest, osoonist ja vähendatud väävlisisaldusega ühenditest (näiteks vesiniksulfiidist ja merkaptaanidest) tulenevad määramist segavad mõjud tuleb elimineerida või minimeerida. Väävelhape ja sulfaadid määramist ei sega. Vääveltrioksiidi puhul ei ole õnnestunud määramist segavat mõju katseliselt tõestada, kuna see hüdraatub absorbeerivas lahuses oletatavasti väävelhappeks.

## 3. PÕHIMÕTE

Mõõdetava õhu proov juhitakse läbi naatrium-tetrakloormerkuraadi (TCM) ning õhus esinev vääveldioksiid absorbeeritakse diklorosulfitomerkuraadikompleksi moodustumisel.

Õhus esineva lämmastiku oksiidide tõttu tekkinud nitriti anioonide hävitamiseks töödeldakse proovi lahust sulfamiinhappega. Seejärel töödeldakse teda formaldehüüdi ja happes pleegitatud pararosaliniini fosforhapet sisaldavate lahustega, et saavutada pH-tase 1,6 ± 0,1.

Pararosaniliin, formaldehüüd ning bisulfiitanioon reageerivad omavahel ning moodustavad tugevärvilise pararosaniliinmetüülsulfoonhappe, mis käitub kahevärvilise indikaatorina ( $\lambda_{\max} = 548$  nm pH-taseme 1,6 ± 0,1 juures).

Vääveldioksiidi kontsentratsioon võetakse kalibreerimisgraafikust, mis on koostatud kalibreerimisgaaside segude põhjal (6.3.1). Olenevalt laboris kasutatavatest seadmetest võib teataval juhtudel olla parem kasutada tavakontrolliks kalibreerimisgaaside segude asemel määratud kontsentratsiooniga naatriumbisulfiidi lahuseid. Seda tohiks aga teha ainult pärast nõuetekohast kalibreerimist permeatsiooniseadmega.

## 4. REAKTIIVID

4.1. Kõik reaktiivid peavad olema analüütiliselt puhtad (*pro analysi*).

Kui teisiti osutatud ei ole, tähendavad viited veele viiteid destilleeritud veele. Vees ei tohi olla oksüdante ning vesi peaks eelistatavalt olema täisklaasist aparatuuri abil bidestilleeritud.

## 4.2. Absorbeeriv lahus: 0,04 mooli/l naatrium-tetrakloormerkuraati (TCM).

Lahustada 10,9 g elavhõbe(II)kloriidi, 4,7 g naatriumkloriidi ning 0,07 g etüleendiamiintetraäädikhappe (EDTA) dinaatriumsoola vees ja suurendada lahuse mahtu 1 liitrini.

Lahus püsib kuid stabiilsena ning tuleks kõrvaldada siis, kui hakkab tekkima sade.

#### Viited

1. Antud kogus lisatud EDTA-d kõrvaldab 10 milliliitris absorbeerivas lahuses järgmiste koguste raskmetallide võimaliku mõõtmist segava mõju: kuni 60 µg rauda(III), 10 µg manganee(II), 10 µg kroomi(III), 10 µg vaske(II) ja 22 µg vanaadiumi(V).
2. Lahus on väga mürgine ja teda tuleks käidelda vastavalt sellele. Lisas C on kirjeldatud üht meetodit elavhõbeda taaskasutamiseks pärast analüüsi. Kui absorbeerivat lahust satub nahale, tuleb see sealt kohe veega maha loputada.

#### 4.3. Soolhape, 1 mol/l.

Lahjendada 86 ml kontsenteeritud soolhapet HCl ( $\rho = 1,19$  g/ml) 1 liitrini.

#### 4.4. Pararosaniliinvesinikkloriid, 0,2 % põhilahus

Lahustada 0,2 g pararosaniliinvesinikkloriidi ( $C_{19}H_{17}N_3 \cdot HCl$ ) 100 milliliitris soolhappes (4.3).

#### Märkus

Põhilahuse valmistamiseks kasutatava pararosaniliinvesinikkloriidi puhtus peab olema üle 95 % (vt lisa D) ning tema absorptsioon äädikhappe-naatriumatsetaadi puhverlahuses peab olema kõige rohkem 540 nm (0,1 mol/l). Peale selle ei tohiks nullreaktiivi absorbeeruvus olla üle 0,10, kui nullreaktiiv on valmistatud punktis 6.2 kirjeldatud menetluse teel.

Reaktiivid, mis ei vasta nendele nõuetele, tuleb välja praakida või puhastada. Puhastamiseks võib kasutada kristallimist või ekstraheerimist (vt lisa D).

#### 4.5. Fosforhape, 3 mol/l.

Lahjendada 205 ml kontsenteeritud fosforhapet ( $H_3PO_4$ ,  $\rho = 1,69$  g/ml) veega 1 liitrini.

#### 4.6. Pararosaniliinreaktiivi lahus

Tilgutage pipeti abil 20 ml pararosaniliinvesinikkloriidi põhilahust (4.4) ja 25 ml fosforhapet (4.5) 250 ml suurusesse mõõtekolbi ning lisage mahumärgini vett.

See reaktiiv püsib pimedas hoidmise korral kuid stabiilsena.

#### 4.7. Formaldehüüd, töölahus

Tilgutage pipeti abil 5 ml 40protsendilist formaldehüüdi lahust (HCHO) üheliitrisesse mõõtekolbi ning lisage mahumärgini vett. Lahus tuleb iga päev uuesti valmistada.

#### 4.8. Sulfamiinhape, 0,6 % töölahus

Lahustage 0,6 g sulfamiinhapet ( $NH_2SO_3H$ ) 100 ml vees. Hermeetiliselt hoides püsib see lahus stabiilsena paar päeva.

#### 4.9. Naatriumbisulfiidi lahus. Põhilahus

Lahustage 0,3 g naatriummetabisulfiiti ( $Na_2S_2O_5$ ) in 500 ml äsja keedetud ja jahutatud destilleeritud vees (eelistatud on desaereeritud bidestillieritud vesi). Lahus sisaldab 320–400 µg vääveldioksiidi ekvivalente milliliitri kohta. Täpse kontsentratsiooni määramiseks lisatakse lahuse alikvoodile liigset joodi ning tiitritakse standarditud naatriumtiosulfaadi lahusega tagasi (vt lisa B).

Lahus on ebastabiilne.

#### 4.10. Naatriumbisulfiidi standardlahus

Kohe pärast naatriumbisulfiidi põhilahuse standardimist (4.9) tilgutage pipeti abil 2,0 ml lahust 100 ml suurusesse mõõtekolbi ning lisage mahumärgini naatriumtetraalkloormerkuraadi lahust (4.2).

Lahus püsib 5 °C juures stabiilsena 30 päeva. Toatemperatuuril püsib ta stabiilsena üksnes ühe päeva.

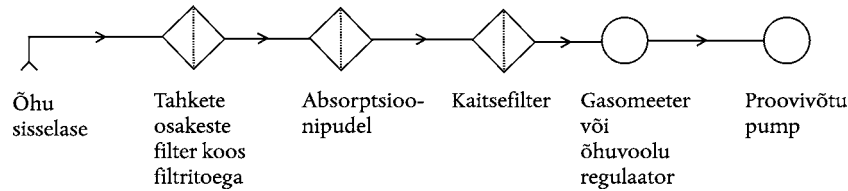
## 5. SEADMED

## 5.1. Proovivõtmise vahendid

Proovide võtmise vahendid on määratletud ISO/DIS standardis nr 4219 (õhu kvaliteet – välisõhu gaasiliste osade määramine – proovide võtmise vahendid) ja kujutatud joonisel 1.

Joonis 1

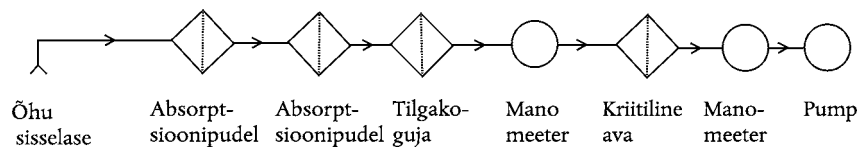
## Proovide võtmise vahendite skeem



Gasomeetri asemel võib termostateeritavas kastis kriitilise avana kasutada hüpodermilist nõela. Sellisel juhul peab pump saavutama suhte  $p_d/p_u \leq 0,5$ , kus  $p_d$  ja  $p_u$  on nõelast vastavalt allavoolu ja ülesvoolu jääv rõhk (vt 5.5).

Joonis 2

Vahendite skeem on kujutatud joonisel 2.



## 5.2. Absorptsioonipudelid

Sobivate absorptsioonipudelite absorptsioonivõime peaks väveldioksiidi puhul olema vähemalt 95 %. Sobivate absorptsioonipudelite näited on esitatud lisas A.

Absorptsioonivõime sõltub pudeli kujust, gaasimullide suurusest ning nende lahuses viibimise ajast. Selle määramiseks võib panna teise absorptsioonipudeli proovivõtusüsteemi esimese juurde ning võrrelda esimeses pudelis määratud väveldioksiidi kogust mõlemas pudelis määratud väveldioksiidi üldkogusega. Kui töötada punktis 6.1 kirjeldatud tingimustel minitsükloniga, on absorptsioonivõime üle 98 %.

Kui kasutada väveldioksiidi lahuseid ja kalibreerimisõhku, nagu on kirjeldatud punktis 6.3.1, teeb see süsteemi automaatselt absorptsioonivõimeliseks.

## 5.3. Vesiniksulfiidi absorbeerimisanum

Klaastoru, mis on täidetud kvartsilillaga, mida on immutatud 0,5 % hõbesulfaati ( $Ag_2SO_4$ ) ja 2,5 % kaaliumvesiniksulfaati ( $KHSO_4$ ) sisaldava lahusega. Immutamiseks lastakse lahus kaks korda torust läbi ning seejärel kuivatatakse kvartsilill lämmastikuaurus.

## 5.4. Proovide katseklaasid

Polüetüleenklaasid mahuga 100 ml kasutatud absorptsioonilahuste transportimiseks laborisse.

## 5.5. Manomeeter

Kaks 1 000paskalise täpsusega manomeetrit juhuks, kui gasomeetri asemel kasutatakse kriitilist ava.

## 5.6. Spektrofotomeeter või kolorimeeter

Spektrofotomeeter või kolorimeeter, mis sobib absorptsiooni mõõtmiseks lainepikkuse 550 nm juures. Spektrofotomeetri puhul peaks kasutatavaks lainepikkuseks olema 548 nm. Kolorimeetri korral peaks filter kõige rohkem valgust läbi laskma 550 nm juures. Kui kasutatakse seadmeid, mille spektri ribalaius on üle 20 nm, võib tekkida probleeme nullreaktiividega.

Absorbeeruvuse mõõtmisel kasutage sama anumad nii proovide kui ka standardlahuste jaoks. Mitme anuma korral tuleb anumad omavahel spektrofotomeetriliselt sobitada.

## 6. TÖÖ KÄIK

### 6.1. Proovi võtmine

Pange 10 ml TCM lahust (4.2) absorptsioonipudelisse ning see proovivõtusüsteemi (joonis 1). Kaitske absorbeerivat lahust otsese päikesevalguse eest, kattes absorptsioonipudeli mõne asjakohase materjaliga, näiteks alumiiniumfooliumiga, kinni, et lahus ei laguneks. Imavuse kestus ja voolukiirus sõltuvad vääveldioksiidi kontsentratsioonist õhus.

Minitükloni puhul peaks voolu mahtkiirus olema 0,5—1 l/min. Imatava õhu maht peaks olema vähemalt 25 liitrit.

Parimate tulemuste saamiseks tuleks valida selline voolukiirus ja proovivõtuaeg, et vääveldioksiidi absorptsiooniks saavutatakse 0,5—3,0 µg (0,2—1,2 µl 25 °C ja 101,325 kPa juures) absorbeeriva lahuse ühe milliliitri kohta.

Kui on alust arvata, et õhus on vesiniksulfiidi, tuleb see vesiniksulfiidi absorbeerimisanuma abil eemaldada (5.3). Paigutage absorbeerimisanum tahkete osakeste filtri ja absorptsioonipudeli vahele.

Kui proovid on võetud, määrake kogutud prooviõhu maht ning märkige üles õhu temperatuur ja rõhk (7.1, märkus). Kui proovi analüüsimiseni jääb üle 24 h aega, hoidke teda 5 °C juures.

#### Märkus

Kui proovi lahuses on sadet, tuleneb see tõenäoliselt sellest, et hõbe(II) reageerib taandatud väävlühendiga. Eemaldage sade enne analüüsi filtreerimise või tsentrifuugimise teel.

### 6.2. Analüüs

Proovidel tuleb enne analüüsimist lasta vähemalt 20 min seista, et võimalik osoon neis saaks laguneda. Seejärel kandke proovi lahus kvantitatiivselt 25 ml suurusesse mõõtekolbi ja kasutage loputamiseks umbes 5 ml vett.

Nullreaktiivi valmistamiseks lisage 25 ml suurusesse mõõtekolbi 10 ml reageerimata absorbeerivat lahust (4.2), lisage edaspidi kirjeldatud reaktiivid ning määrake 10 mm suuruste anumate abil absorbeeruvus destilleeritud vee suhtes. Võrrelge tulemust nullreaktiivi kohta märgitud absorbeeruvusega, mis on saadud kalibreerimiskõvera koostamisel. Kui vahe on üle 10 %, tähendab see, et destilleeritud vesi või reaktiivid on saastunud või viimased on lagunened, millisel juhul tuleb valmistada värsked reaktiivid.

Lisage igasse kolbi 1 ml sulfamiinhappe lahust (4.8) ning laske 10 min reageerida, et kaotada lämmastiku oksiididest nitraat. Seejärel pange igasse kolbi pipeti abil täpselt 2 ml formaldehüüdi lahust (4.7) ja 5 ml pararosaniliini reaktiivi (4.6). Lisage mahumärgini äsja keedetud ja jahutatud destilleeritud vett ning hoidke termostaadis 20 °C juures. 30—60 min pärast määrake destilleeritud vee abil võrdlusanumas proovi ja nullreaktiivi absorbeeruvus.

Ärge jätke värvunud lahust anumasse, kuna selle seintele tekib värvikiht.

#### Märkus

Kui lisada reaktiivid ühesuguste ajavahemike, näiteks ühe minuti järel, tagab see värvuse tekke parema korratavuse.

Lahuseid, mille absorbeeruvus on kalibreerimiseks kasutatud kontsentratsioonist suurem, võib skaala piiresse jääva tulemuse saamiseks nullreaktiivi abil kuni kuuekordseks lahjendada. See tulemus aga on kõigest ± 10protsendiline lähendus tegelikule absorbeeruvusele.

### 6.3. Kalibreerimine

#### 6.3.1. Kalibreerimine vääveldioksiidi ja õhu seguga

Vääveldioksiidi ja õhu segusid valmistatakse vastavalt ISO/DIS standardile nr 6349.

Kaliibrimisgraafiku jaoks, mis kujutab endast absorbeeruvuse skeemi vääveldioksiidi suhtes, on vaja vähemalt nelja erinevat vääveldioksiidi kontsentratsiooni, mis jäävad punktis 2 kirjeldatud vahemikku.

Iga kalibreerimisgaasi segu proovid võetakse ja analüüsitakse vastavalt punktidele 6.1 ja 6.2. Absorbeeruvused kantakse koos antud vääveldioksiidi kontsentratsioonidega graafikusse ja nii saadakse kaliibrimisgraafik.

#### 6.3.2. Kalibreerimine naatriumbisulfiidi lahusega

Pange pipeti abil 25 ml suurustesse mõõtekolbidesse jadamisi suurenevad kogused – 0, 1,0, 2,0, 3,0, 4,0 ja 5,0 ml – naatriumbisulfiidi standardlahust (4.10). Suurendage iga kolvi mahtu vajaliku koguse naatriumtetrakloormerkuraadi lahuse (4.2) abil umbes 10 milliliitri. Seejärel lisage reaktiivid, nagu on kirjeldatud punktis 6.2. Määrake võrdlusanumas destilleeritud vee abil absorbeeruvused. Suurema täpsuse jaoks on vaja kasutada ühtlase temperatuuriga vanni. Kalibreerimise temperatuur ei tohi analüüsi temperatuurist erineda rohkem kui  $\pm 1$  °C.

Kandke määratud absorbeeruvused y-teljele, vääveldioksiidi kogused mikrogrammides (arvutatuna vastavalt lisale B) x-teljele. Teljestikule tekib lineaar. See koht, kus kõige paremini kokkubivate punktide joon lõikub y-teljega, jääb harilikult 0,02 nullreaktiivi (nullstandard) absorbeeruvusühiku piirsesse, kui kasutatakse 10 mm suuruseid anumaid. Määrake kalibreerimistegur (sirge kaldest vastupidises suunas). Kalibreerimistegurit võib kasutada tulemuste arvutamisel, kui temperatuuri või pH-taseme muutused ei ole väga suured. Teguri usaldusväärse tagamiseks on soovitatav ühes määramisjadas kasutada üht proovi kontrollproovina.

## 7. TULEMUSTE VÄLJENDAMINE

### 7.1. Arvutamine

Vääveldioksiidi massikontsentratsioon arvutatakse järgmise valemi abil:

$$SO_2 = \frac{f(a_s - a_b)}{V}$$

kus:

$SO_2$  = on vääveldioksiidi massikontsentratsioon  $\mu\text{g}/\text{m}^3$

f = kalibreerimistegur (vt 6.3.2)

$a_s$  = proovi lahuse absorbeeruvus

$a_b$  = nullreaktiivi absorbeeruvus

V = prooviks võetud õhu maht ( $\text{m}^3$ )

#### Märkus

Vääveldioksiidi massikontsentratsiooni arvutamiseks võrdlustingimustel (25 °C, 1 bar) tuleb prooviks võetud maht õhku (V) asendada vastava võrdlustingimustega õhu mahuga ( $V_R$ ):

$$V_R = \frac{298 V p}{273 + T}$$

kus:

P = õhurõhk (bar)

T = õhuproovi temperatuur (°C).

**7.2. Avastamiskünnis**

Vääveldioksiidi tuvastuslävi 10 ml TCM proovivõtulahuses on 0,2–1,0 µg (mis põhineb kahekordsel standardhälvel). See vastab 30 liitrise mahuga õhuproovis (näiteks proovide võtmine ühe tunni jooksul voolukiiruse 0,5 l/min juures) vääveldioksiidi massikontsentratsioonile 7–33 µg/m<sup>3</sup> (0,02–0,011 ppm).

**7.3. Tulemuste lähedusaste ja mõõtetäpsus**

Meetodi tulemuste lähedusastet ja mõõtetäpsust ei ole veel erinevate vääveldioksiidi kontsentratsioonide puhul kindlalt kindlaks määratud, samuti ei ole teada mitmesuguste proovivõtu- ja katsesüsteemide absoluutne kogumiseefektiivsus.

Ühe sarnase TCM-meetodi standardhälve kordamisel on 17 µg/m<sup>3</sup> kontsentratsiooni 1 000 µg/m<sup>3</sup> juures.<sup>(1)</sup>

**8. BIBLIOGRAAFIA**

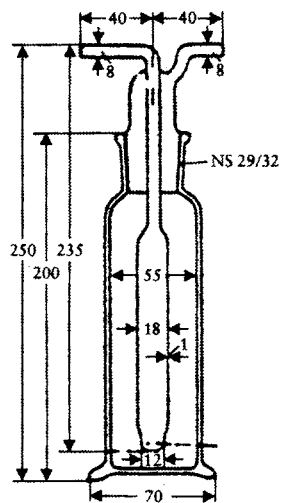
<sup>(1)</sup> H. C. McKee, R. E. Childers, O. Saenz: Collaborative Study of Reference Method for Determination of Sulphur Dioxide in the Atmosphere (Pararosaniline Method). Contract CPA 70-40, SwRI Project 21-2811. Environmental Protection Agency, Research Triangle Park, N.C., September 1971.

---



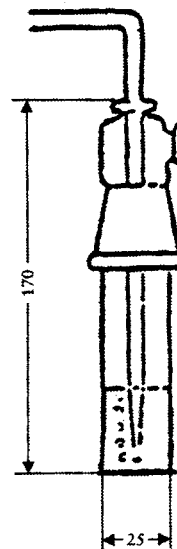
A LISA

## ABSORBEERIMISANUMAD



Muenke kolb

75 ml, neli ava, üks põhjas, iga Ø 1,5



Minitsüklon

## LISA B

## NAATRIUMBISULFIIDI PÕHILAHUSE STANDARDIMINE (4.9)

## B.1. Reaktiivid

## B.1.1. Joodilahus, 0,05 mol/l

## Põhilahus

Mõõtke 12,7 g joodi (I<sub>2</sub>) 250 ml suurusesse keeduklaasi, lisage 40 g kaaliumjodiidi (KI) ning 25 ml vett. Segage, kuni kõik ained on lahustunud ning mõõtke lahus kvantitatiivselt 1 liitrisse mõõtekolbi. Lahjendage vee abil mahumärgini.

## B.1.2. Joodi töolahus, u 0,005 mol/l

Lahjendage 50 ml joodi põhilahust (B.1.1) veega 500 milliliitriini.

## B.1.3. Tärglise indikaatorlahus, 0,2 %

Tiitriige 0,4 g lahustuvat tärglist ja 0,002 g elavhõbe(II)jodiidi (HgI<sub>2</sub>, konservant) vähese veega ning laske segu aeglaselt 200 ml keevasse vette. Keetke, kuni lahus on selge, jahutage ning valage klaaskorgiga pudelisse.

## B.1.4. Naatriumtiosulfaadi lahus, umbes 0,1 mol/l

Lahustage 25 g naatriumtiosulfaati (Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>·5 H<sub>2</sub>O) 1 liitris äsja keedetud ja destilleeritud vees ning lisage 0,1 g naatriumkarbonaati. Laske lahusel enne standardimist üks päev seista.

Standardimiseks mõõtke 1,5 g 180 °C juures kuivatatud esimest standardjärku kaaliumjodaati (KIO<sub>3</sub>) 500 ml suurusesse mõõtekolbi ning lahjendage vee abil mahumärgini. Lisage pipeti abil 50 ml jodaadilahust 500 ml suurusesse joodikolbi. Lisage 2 g kaaliumjodiidi ning 10 ml vahekorras 1:10 lahjendatud soolhappe kontsentrati. Sulgege kolb korgiga. Viie minuti pärast tiitriige naatriumtiosulfaadi lahuse abil helekollaseks. Lisage 5 ml tärglise indikaatorit ning lõpetage tiitrimine. Arvutage naatriumtiosulfaadi lahuse molaarsus M järgmise valemi järgi:

$$M = \frac{\text{g KIO}_3 \times 10^3 \times 0,1}{\text{ml naatriumtiosulfaadi lahus} \times 35,67}$$

## B.1.5. Naatriumtiosulfaadi lahus, umbes 0,01 mol/l

Lahjendage 50,0 ml naatriumtiosulfaadi lahust (B.1.4) veega 500 milliliitriini ning segage. Lahus ei ole stabiilne ning tuleb päeval, mil seda kasutada kavatsetakse, värskest valmistada, lahjendades selleks standarditud naatriumtiosulfaadi lahust (B.1.4).

## B.2. Analüüsi käik

Lisage 500 ml suurusesse kolbi 25 ml vett ning pipeti abil 50 ml joodilahust (B.1.2) (siin kolb A/nullreaktiiv). Lisage teise 500 ml suurusesse kolbi pipeti abil 25 ml naatriumbisulfiidi põhilahust (4.9) ning 50 ml joodilahust (B.1.2) (kolb B/proov). Sulgege kolvid korgiga ning laske viis minutit reageerida. Tiitriige naatriumtiosulfaadi lahust (B.1.5) sisaldava büreti abil kummagi kolvi sisu teineteise järel helekollaseks. Seejärel lisage 5 ml tärglise lahust (B.1.3) ja jätkake tiitrimist kuni sinise värvuse kadumiseni. Arvutage vääveldioksiidi kontsentratsioon naatriumbisulfiidi põhilahuses (4.9) järgmise valemi järgi:

$$\text{SO}_2(\mu\text{g/ml}) = \frac{(A - B) \times M \times K}{V}$$

A = nullreaktiivi tiitrimiseks vajaliku naatriumtiosulfaadi lahuse (B.1.5) maht (ml).

A = proovi tiitrimiseks vajaliku naatriumtiosulfaadi lahuse (B.1.5) maht (ml).

M = naatriumtiosulfaadi lahuse molaarsus (= 0,01).

K = vääveldioksiidi mikroekvivalentmass = 32,030.

V = võetud naatriumbisulfiidi põhilahus (ml).

Vääveldioksiidi kontsentratsiooni arvutamiseks bisulfiidi standardlahuses (4.10) tuleb tulemus jagada 50 ga.

---

## LISA C

## ELAVHÕBEDA EEMALDAMINE JÄÄKLAHUSTEST

Käesolevas lisas kirjeldatakse, kuidas eemaldada absorbeeriva lahuse (4.2) kasutamisel saadud jääklahustest elavhõbe.

**C.1. Reaktiivid**

- C.1.1. Naatriumhüdroksiidi lahus, umbes 400 g NaOH/l
- C.1.2. Vesinikperoksiid ( $H_2O_2$ ), umbes 30 %, tehnovaliteet
- C.1.3. Naatriumsulfiid ( $Na_2S \cdot 9 H_2O$ ), tehnovaliteet

**C.2. Analüüsi käik**

Koguge jääklahused, mille elavhõbedasisaldus on nende valamise kaudu kõrvaldamiseks liiga suur, polüetüleenmahutisse mahuga umbes 50 liitrit. Kui kogutud on umbes 40 liitrit, lisage neutraliseerimiseks vajalik kogus naatriumhüdroksiidi lahust (C.1.1), segades lahust samal ajal õhumullide abil, ning seejärel veel 400 ml naatriumhüdroksiidi lahust. Lisage 100 g naatriumsulfiidi (C.1.3) ja 10 min pärast aeglaselt 400 ml vesinikperoksiidi lahust (C.1.2).

Jätke segu 24 tunniks seisma ning seejärel eemaldage selge vedelik. Jääk pange mõnda teise mahutisse.

---

## LISA D

## PARAROSANILIINVESINIKKLORIIDI OMADUSED JA PUHASTAMINE

## D.1. Reaktiivi puhtusekatse

Lahjendage 1 ml PRA lahust (4.4) destilleeritud veega 100 milliliitri. Valage 5 ml 50 ml suurusesse mõõtekolbi ning lisage 5 ml 0,1moolilist äädikhappe-naatriumatsetaadi puhverlahust. Lahjendage veega mahumärgini ja segage.

Laske lahusel üks tund seista ning seejärel määrake 10 mm anumal lahuse absorbeeruvus spektrofotomeetri abil 540 nm lainepikkuse juures.

Arvutage pararosaniliini (PRA) kontsentratsioon järgmise valemi järgi:

$$\% \text{ PRA} = \frac{\text{absorbeeruvus} \times K}{100 \text{ mg}}$$

kus

$K = 21\,300$ .

Kui pararosaniliini puhtus on alla 95 %, tuleb reaktiiv kas punkti D.2 või D.3 järgi puhastada.

## D.2. Puhastamine ekstraheerimise teel

Tasakaalustage 250 ml jaotuslehtis 100 ml 1-butanooli ja 100 ml ühemoolist vesinikkloriidi. Mõõtku keeduklaasi 0,1 g pararosaniliinvesinikkloriidi (PRA). Lisage 50 ml tasakaalustatud hapet ning laske mitu minutit seista. Laske 50 ml tasakaalustatud 1-butanooli 125 ml jaotuslehtisse. Valage värvainet sisaldav happelahus lehtisse ning ekstraheerige. Lilla saasteaine läheb orgaanilisse faasi. Valage alumine (veega) faas teise jaotuslehtisse ning lisage 20 ml osasid 1-butanooli. Sellest piisab harilikult, et eemaldada peaaegu kogu lilla saasteaine nullreaktiivis. Kui lilla saasteaine on 1-butanooli faasis ka pärast viit ekstraheerimist, loobuge sellest värvainepartsjonist.

Pärast viimast ekstraheerimist filtreerige veega faas läbi vati 50 ml suurusesse mõõtekolbi ning täitke kolb ühemoolise vesinikkloriidiga. See põhireaktiiv on kollakaspunane.

*Märkus*

Teatavad 1-butanooli partsjonid sisaldavad oksüdante, mis vajavad vääveldioksiidi. Selle kontrollimiseks segage 20 ml 1-butanooli raputades 5 ml 15 % naatriumjodiidi lahusega. Kui alkoholifaasis esineb kollast värvust, eraldage 1-butanool uuesti destilleerimise teel hõbedaoksiidist.

## D.3. Puhastamine ümberkristallimise teel

Lahustage 1 g pararosaniliinvesinikkloriidi 250 ml 2,5moolises soolhappes. Jätke lahus kaheks tunniks toatemperatuuril seisma. Pärast filtreerimist sadestage pararosaniliin ümber, lisades selleks natuke liigset 2,5moolist naatriumhüdrosiidi lahust.

Koguge sade filterlehtisse (poorsus 3). Filtraat peaks olema värvitu. Utke sadet destilleeritud veega, et eemaldada liigne naatriumhüdrosiid ning tekkinud naatriumkloriid.

Lahustage sade 70 ml keema aetud metanoolis ning lisage viimaks 300 ml 80 °C vett. Laske lahusel toatemperatuuril seista. Pararosaniliin sadestub ümber aeglaselt. Ümber kristalliseerub umbes 64 %. Pararosaniliin muutub 200—205 °C juures mustaks ning laguneb 285 °C juures.

*Bibliograafia*

H. G.C. King ja U. G. Pruden: The determination of sulphur dioxide with rosaline dyes. Analyst 94, 43—48 (1969).