

31980L0779

1980.8.30.

AZ EURÓPAI KÖZÖSSÉGEK HIVATALOS LAPJA

L 229/30

**TANÁCS IRÁNYELVE****(1980. július 15.)****a kén-dioxidra és a lebegő porra vonatkozó levegőtisztasági határértékekről és irányértékekről**

(80/779/EGK)

AZ EURÓPAI KÖZÖSSÉGEK TANÁCSA,

tekintettel az Európai Gazdasági Közösséget létrehozó szerződésre és különösen annak 100. és 235. cikkére,

tekintettel a Bizottság javaslatára,

tekintettel az Európai Parlament véleményére <sup>(1)</sup>,

tekintettel a Gazdasági és Szociális Bizottság véleményére <sup>(2)</sup>,

mivel az Európai Közösségek 1973-as <sup>(3)</sup> és 1977-es <sup>(4)</sup> környezetvédelmi cselekvési programjai előírják, hogy elsőbbséget kell biztosítani a kén-dioxid és a lebegő por elleni intézkedéseknek, ezen anyagok toxicitása, valamint a tudomány jelenlegi állása szerint az emberi egészségre és a környezetre gyakorolt hatásuk miatt;

mivel, tekintettel arra, hogy a kén-dioxidra és a lebegő porra vonatkozóan az egyes tagállamokban már alkalmazható vagy előkészítés alatt álló rendelkezések között bármilyen különbség egyenlőtlen versenyfeltételeket hozhat létre, és ebből következően közvetlen hatással lehet a közös piac működésére, ezért össze kell hangolni e területen a jogszabályok rendelkezéseit a Szerződés 100. cikkében előírtaknak megfelelően;

mivel az Európai Gazdasági Közösség egyik alapfeladata a Közösségben a gazdasági tevékenységek harmonikus fejlődésének, a folyamatos és kiegyensúlyozott növekedésnek az elősegítése; mivel ezen eredmény elérése elképzelhetetlen a szennyezés elleni harc, az életminőség javítása és a környezet védelme érdekében hozott intézkedések nélkül; mivel, tekintettel arra, hogy a Szerződés nem biztosította a szükséges hatáskört e területen, a Szerződés 235. cikkét kell alapul venni;

mivel, különös tekintettel az emberi egészség védelmére, határértékeket kell megállapítani erre a két szennyező anyagra, amelyeket a tagállamok területén az előírt időtartamok alatt nem léphetnek túl; mivel ezek az értékek az Egészségügyi Világszervezet keretén belül végzett vizsgálatok eredményén alapulnak, különös tekintettel a kén-dioxid és a lebegő por együttes vizsgálatával megállapított dózis/hatás összefüggésekre;

mivel a megtett intézkedések ellenére is előfordulhat, hogy bizonyos övezetekben nem tarthatók be ezek a határértékek; mivel ebből következően a tagállamok átmenetileg eltérhetnek e jogszabály alkalmazásától, azzal a feltétellel, hogy terveket nyújtanak be a Bizottságnak ezen övezetek levegőtisztaságának folyamatos javításáról;

mivel olyan irányértékeket is meg kell állapítani, amelyek az egészséggel és a környezettel kapcsolatban hosszú távú elővigyázatossággal és a tagállamok által meghatározott övezetekben belüli speciális rendszerek létrehozásához referenciapontokként szolgálnak;

mivel az ezen irányelv értelmében végrehajtott intézkedéseknek gazdaságossági szempontból megvalósíthatóknak és a kiegyensúlyozott fejlődéssel összhangban lévőnek kell lenniük;

mivel megfelelő levegőtisztaság-ellenőrzésről kell gondoskodni, különös tekintettel a határértékekre; mivel ebből következően a tagállamok kötelesek mérőállomásokat felállítani az irányelv alkalmazásához szükséges adatok szolgáltatására;

mivel, tekintettel arra, hogy a tagállamokban különböző mintavételi és elemzési módszereket alkalmaznak, bizonyos körülmények között megengedett az ezen irányelvben megállapított referenciamódszerektől eltérő mintavételi és elemzési módszerek használata;

mivel néhány tagállam olyan egyéni mintavételi és elemzési módszert használ, amely nem könnyen feleltethető meg a referenciamódszereknek, szükség van arra, hogy az irányelv meghatározzon határértékeket, amelyeket akkor is be kell tartani, ha ilyen módszereket használnak; mivel az érintett tagállamoknak reprezentatív állomásokon a saját méréseikkel párhuzamosan a

<sup>(1)</sup> HL C 83., 1977.4.4., 44. o.

<sup>(2)</sup> HL C 204., 1976.8.30., 34. o.

<sup>(3)</sup> HL C 112., 1973.12.20., 1. o.

<sup>(4)</sup> HL C 139., 1977.6.13., 1. o.

referenciamódszerek használatával is kell méréseket végezniük; mivel a Bizottság további javaslatokat tesz, e párhuzamos mérések fényében, hogy elkerülje a diszkriminatív rendelkezéseket;

mivel kívánatos lehet, hogy továbbfejlődjenek az ezen irányelvben meghatározott mintavételi és elemzési referenciamódszerek az e területen tapasztalható műszaki és tudományos fejlődés figyelembevételével; mivel az ehhez szükséges munka végrehajtásának megkönnyítése érdekében egy eljárást kell kidolgozni és végrehajtani a tagállamok és a Bizottság közötti szoros együttműködés létrehozására, a tudományos és műszaki fejlődéshez való hozzáigazítással foglalkozó bizottságon belül,

ELFOGADTA EZT AZ IRÁNYELVET:

### 1. cikk

Ezen irányelv célja a légkörben lévő kén-dioxidra és lebegő porra határértékek (I. melléklet) és irányértékek (II. melléklet) megállapítása és az alkalmazásukhoz a feltételek meghatározása, az alábbiak javítása érdekében:

- az emberi egészség védelme,
- a környezet védelme.

### 2. cikk

(1) A „határérték”

- az I. melléklet A. táblázatának megfelelően a kén-dioxid és a lebegő por együttes koncentrációja, és
- az I. melléklet B. táblázatának megfelelően a lebegő por koncentrációja egymagában,

amelyeket, különös tekintettel az emberi egészség védelmére, tilos meghaladni a tagállamok teljes területén az előírt időtartamok során, és a következő cikkekben megállapított feltételek mellett.

(2) „irányérték” meghatározott időszakokra vonatkozó, kén-dioxid- és lebegő por-koncentráció, amely a II. táblázatban található, és az a célja, hogy:

- biztosítsa hosszú távon az egészség és a környezet védelmét,
- referenciapontként szolgáljon a tagállamok által meghatározott övezetekben belüli egyedi intézkedések bevezetéséhez.

### 3. cikk

(1) A tagállamok megteszik a megfelelő intézkedéseket annak biztosítására, hogy 1983. április 1-jétől kezdve a légkörben a kén-dioxid és a lebegő por koncentrációja ne haladja meg az I. mellékletben megadott határértékeket, az alábbi rendelkezések sérelme nélkül.

(2) Amennyiben valamely tagállam úgy tekinti, hogy fennáll annak a lehetősége, hogy 1983. április 1-je után a meghozott intézkedések ellenére bizonyos övezetekben túllépheti a légkörben a kén-dioxid és a lebegő por koncentrációja az I. mellékletben megadott határértékeket, erről tájékoztatja a Bizottságot 1982. október 1-je előtt.

Ezzel egyidejűleg terveket nyújt be a Bizottságnak ezen övezetek levegőminőségének folyamatos javításáról. E tervek, amelyek a szennyezés természetével, eredetével és alakulásával kapcsolatos lényeges információk alapján készülnek, leírják különösen az érintett tagállam által meghozott vagy meghozandó intézkedéseket és a lefolytatott vagy lefolytatandó eljárásokat. Ezen intézkedéseknek és eljárásoknak az ezekben az övezetekben lévő légkörben a kén-dioxid és a lebegő por koncentrációját a lehető leghamarabb, de legkésőbb 1993. április 1-jéig az I. mellékletben megadott határértékekre vagy az alá kell csökkenteni.

### 4. cikk

(1) Azokban az övezetekben, amelyekben az érintett tagállam szükségesnek tartja a kén-dioxid- és lebegő por-szennyezés, különösen a városi és az ipari fejlődés miatt várható növekedésének korlátozását vagy megelőzését, az érintett tagállam, referenciapontként a II. mellékletben megadott útmutató értékeket véve, olyan követelményeket határoz meg, amelyek nem haladhatják meg az I. mellékletben megadott határértékeket.

(2) Az érintett tagállam a területén lévő azon zónákban, ahol különleges környezetvédelmi követelményeket akar érvényesíteni, olyan értékeket határozhat meg, amelyek általában alacsonyabban, mint a II. mellékletben szereplő irányértékek.

(3) A tagállamoknak tájékoztatni kell a Bizottságot azokról az értékekről, határidőkről és ütemezésekről, amelyeket az (1) és (2) bekezdésben meghatározott övezetekre megállapítottak, és minden általuk meghozott megfelelő intézkedésről.

### 5. cikk

Amennyiben a mért koncentrációk meghaladják az irányértékeket, a tagállamoknak a 3. cikk (1) bekezdésében és a 4. cikk (1) bekezdésében említett intézkedéseken túl az egészség és a környezet védelme érdekében további elővigyázatossággal kell élni és erőfeszítéseket tenni a II. mellékletben szereplő irányértékek betartásához.

## 6. cikk

A tagállamok az ezen irányelv alkalmazásához szükséges adatok szolgáltatására tervezett mérőállomásokat létesítenek, különösen azokban az övezetekben, ahol a 3. cikk (1) bekezdésében meghatározott határértékeket valószínűleg megközelítik vagy túllépik és a 3. cikk (2) bekezdésében meghatározott övezetekben; az állomásokat olyan helyekre kell telepíteni, ahol várhatóan a legnagyobb a szennyeződés, és ahol a mért koncentrációk jellemzőek a helyi állapotokra.

## 7. cikk

(1) Ezen irányelv hatálybalépését követően a tagállamok tájékoztatják a Bizottságot az éves bázisidőszak végétől (március 31.) számított 6 hónapon belül, az I. mellékletben megállapított határértékek túllépéséről és a mért koncentrációkról.

(2) Ezenkívül tájékoztatják a Bizottságot nem később, mint az éves bázisidőszak végétől számított 1 éven belül az ilyen esetek okairól és az újbóli előfordulásuk elkerülésére általuk hozott intézkedésekről.

(3) Ezenkívül a tagállamok, a Bizottság kérésére a Bizottságnak információkat továbbítanak a kén-dioxid és a lebegő por koncentrációjáról minden olyan övezetben, amelyet a 4. cikk (1) bekezdése és (2) bekezdése értelmében jelöltek ki.

## 8. cikk

A Bizottság minden évben kiad egy összesítő jelentést ezen irányelv alkalmazásáról.

## 9. cikk

Az ezen irányelv értelmében hozott intézkedések alkalmazása nem vezethet jelentős levegőminőség-romláshoz ott, ahol ezen irányelv érvényesítésekor az I. mellékletben megállapított határértékekhez viszonyítva alacsony a kén-dioxid és a lebegő por okozta szennyezettségi szint.

## 10. cikk

(1) Az irányelv alkalmazása céljából a tagállamok vagy a III. mellékletben meghatározott referencia mintavételi és elemzési módszereket, vagy valamilyen más, olyan mintavételi és elemzési módszert használnak, mellyel kapcsolatban a Bizottság számára bemutatják, hogy:

- a referenciamódszerrel bizonyítottan egyenértékű eredményeket kapnak, vagy

- a referenciamódszerrel párhuzamosan, a 6. cikkben megállapított követelményekkel összhangban kiválasztott referencia-állomások sorában végrehajtott mérések azt mutatják, hogy elfogadhatóan stabil összefüggés van az e módszer használatával kapott eredmények és a referenciamódszer használatával kapott eredmények között.

(2) Az irányelv rendelkezéseinek sérelme nélkül valamennyi tagállam használhatja a 4. cikk szerint a Bizottság javaslata alapján hozott tanácsi határozatig a IV. mellékletben meghatározott mintavételi és elemzési módszereket csakúgy, mint az ugyancsak a IV. mellékletben meghatározott, e módszerekhez kapcsolódó értékeket az I. mellékletben megállapított határértékek helyett.

(3) Annak a tagállamnak azonban, amely úgy határoz, hogy a (2) bekezdés rendelkezései szerint jár el, párhuzamos méréseket kell végrehajtania a 6. cikk követelményeinek megfelelően kiválasztott referencia-mérőállomásokon a IV. és I. mellékletben megállapított határértékek megfelelő szigorúságának ellenőrzése érdekében. Ezeknek a párhuzamos méréseknek az eredményeit – ideértve azokat a speciális eseteket is, amikor az I. mellékletben megállapított határértékeket túllépték – és a mért koncentrációkat rendszeres időközönként, de legalább évente kétszer továbbítja a Bizottságnak a 8. cikkben előírt éves jelentésbe történő beépítésre.

(4) A Bizottság 5 év eltelte után, de legkésőbb a 15. cikk (1) bekezdésében megadott 24 hónapos határidő lejáratától számított 6 éven belül, jelentést nyújt be a Tanácsnak a (3) bekezdés értelmében végrehajtott párhuzamos mérések eredményeiről és különös tekintettel ezekre az eredményekre, valamint a megkülönböztető rendelkezések elkerülésének szükségességére, javaslatokat tesz a (2) bekezdéssel és a IV. melléklettel kapcsolatban. A 8. cikkben előírt jelentésben a Bizottság jelzi, hogy észlelt-e olyan eseteket, amikor többszöri alkalommal túllépték az I. mellékletben megállapított határértékeket.

(5) A Bizottság a tagállamokban lévő kiválasztott mérőhelyeken, a tagállamokkal együttműködve, vizsgálatokat hajt végre a kén-dioxid, a korom, és a lebegő por mintavételének és elemzésének értékelésére. Ezeket a vizsgálatokat különösen annak szem előtt tartásával tervezik, hogy a vizsgálatok elősegítsék ezeknek a szennyező anyagoknak a mintavételezéséhez és elemzéséhez alkalmazott módszerek összehangolását.

## 11. cikk

(1) Ha a tagállamok a határvidékükön határoznak meg a légkörben jelenlévő kén-dioxid és lebegő por koncentrációjára értékeket, a 4. cikk (1) és (2) bekezdésének megfelelően, erről egymással előzetesen konzultálnak. A Bizottság részt vehet az ilyen konzultációkon.

(2) Ha az I. mellékletben megadott határértékeket vagy a 4. cikk (1) és (2) bekezdésében említett értékeket, mivel ez utóbbi

értékek konzultációk tárgyát képezik az (1) bekezdéssel összhangban, túllépik vagy túlléphetik olyan jelentős mértékű szennyezést követően, mely más tagállamból származik vagy származhatott, az érintett tagállamok konzultációkat tartanak a helyzet orvoslásának céljából. A Bizottság részt vehet az ilyen konzultációkon.

#### 12. cikk

Ezen irányelvben foglaltaknak a műszaki fejlődéssel való összhangját biztosítja a 13. és 14. cikkben megállapított eljárás, amelynek hatálya alá tartozik a III. mellékletben említett referencia mintavételi és elemzési módszereknek a továbbfejlesztése. A továbbfejlesztés nem eredményezheti az I. és II. mellékletben megállapított tényleges koncentrációértékeknek semmilyen közvetett vagy közvetlen módosítását.

#### 13. cikk

(1) A 12. cikk alkalmazásában ezen irányelv tudományos és műszaki fejlődéshez való hozzáigazítására létrejön egy testület, a továbbiakban a „testület” amely a tagállamok képviselőiből áll, és elnöke a Bizottság képviselője.

(2) A testület saját eljárási szabályzata alapján működik.

#### 14. cikk

(1) Amennyiben az e cikkben meghatározott eljárást kívánja alkalmazni, a testületet az elnök hívja össze vagy a saját kezdeményezésére, vagy valamely tagállam képviselőjének kérésére.

(2) A Bizottság képviselője tervezetet nyújt be a testület számára a meghozandó intézkedésekről. A testület, az elnöke által az ügy sürgősségére tekintettel megállapított határidőn belül, véleményt nyilvánít a tervezetről. A határozatot 41 szavazatos többséggel

kell meghozni, a tagállamok szavazatait a Szerződés 148. cikkének (2) bekezdésében meghatározott módon kell súlyozni. Az elnök nem szavazhat.

(3) A Bizottság a tervezett intézkedéseket elfogadja, ha azok összhangban vannak a testület véleményével.

Ha a tervezett intézkedések nincsenek összhangban a testület véleményével, vagy a testület nem nyilvánított véleményt, a Bizottság a meghozandó intézkedésekről haladéktalanul javaslatot terjeszt a Tanács elé. A Tanács minősített többséggel határoz.

Ha a javaslatnak a Tanács elé terjesztésétől számított három hónapon belül a Tanács nem határozott, a javaslatot a Bizottság fogadja el.

#### 15. cikk

(1) A tagállamok hatályba léptetik azokat a törvényi, rendeleti és közigazgatási rendelkezéseket, amelyek szükségesek ahhoz, hogy ezen irányelv kihirdetésétől számított 24 hónapon belül megfeleljenek, és erről haladéktalanul tájékoztatniuk kell a Bizottságot.

(2) A tagállamoknak közölniük kell a Bizottsággal nemzeti joguknak azon rendelkezéseit, amelyeket az ezen irányelv által szabályozott területre fogadtak el.

#### 16. cikk

Ennek az irányelvnek a tagállamok a címzettjei.

Kelt Brüsszelben, 1980. július 15-én.

a Tanács részéről

az elnök

J. SANTER

## I. MELLÉKLET

## KÉN-DIOXIDRA ÉS LEBEGŐ PORRA VONATKOZÓ HATÁRÉRTÉKEK

(Az ún. korom-módszerrel mérve)

## A. TÁBLÁZAT

**Kén-dioxidra és a lebegő porra vonatkozó együttes határértékek  $\mu\text{g}/\text{m}^3$  – ben kifejezve, (az ún. korom-módszerrel mérve <sup>(1)</sup>)  $\mu\text{g}/\text{m}^3$  – ben kifejezve**

Referencia időszak	Kén-dioxidra vonatkozó határérték	Hozzá tartozó, lebegő porra vonatkozó határérték
Év	80 (a napi középértékekből képzett éves átlag)	> 40 (a napi középértékekből képzett éves átlag)
	120 (a napi középértékekből képzett éves átlag)	≤ 40 (a napi középértékekből képzett éves átlag)
Tél (október 1-jétől március 31-ig)	130 (a téli félév átlaga a napi középértékek alapján)	> 60 (a téli félév átlaga a napi középértékek alapján)
	180 (a téli félév átlaga a napi középértékek alapján)	≤ 60 (a téli félév átlaga a napi középértékek alapján)
Év (24 órás mérési időszakok alapján)	250 <sup>(2)</sup> (98 %-os tartósság a napi átlagok alapján)	> 150 (98 %-os tartósság a napi átlagok alapján)
	350 <sup>(2)</sup> (98 %-os tartósság a napi átlagok alapján)	≤ 150 (98 %-os tartósság a napi átlagok alapján)

<sup>(1)</sup> Az OECD módszerrel végrehajtott korom mérések eredményei gravimetrikus mértékegységekre átszámítva az OECD előírásainak megfelelően (lásd a III. mellékletet).

<sup>(2)</sup> A tagállamoknak minden megfelelő lépést megtesznek annak biztosítására, hogy ne lépjék túl ezt az értéket háromnál több egymást követő napon. Ezenkívül a tagállamoknak törekedniük kell arra, hogy megakadályozzanak minden olyan esetet, és csökkentsék minden olyan eset számát, melyben ezen értékeket túllépik.

## B. TÁBLÁZAT

**Lebegő porra vonatkozó határértékek (az úgynevezett korom-módszerrel mérve <sup>(1)</sup>),  $\mu\text{g}/\text{m}^3$  – ben kifejezve**

Referencia időszak	Lebegő porra vonatkozó határérték
Év	80 (éves átlag a napi átlagok alapján)
Tél (október 1-jétől március 31-ig)	130 (téli féléves átlag a napi átlagok alapján)
Év (24 órás mérési időszakokból álló egységekből összeállítva)	250 <sup>(2)</sup> (98 %-os tartósság a napi átlagok alapján)

<sup>(1)</sup> Az OECD módszerrel végrehajtott korom mérések eredményei gravimetrikus mértékegységekre átszámítva az OECD előírásainak megfelelően (lásd a III. mellékletet).

<sup>(2)</sup> A tagállamoknak minden megfelelő lépést megtesznek annak biztosítására, hogy ne lépjk túl ezt az értéket háromnál több egymást követő napon. Ezenkívül a tagállamoknak törekedniük kell arra, hogy megakadályozzanak minden olyan esetet, és csökkentsék minden olyan eset számát, melyben ezen értéket túllépik.

## II. MELLÉKLET

**KÉN-DIOXIDRA ÉS LEBEGŐ PORRA VONATKOZÓ IRÁNYÉRTÉKEK**

(az ún. korom-módszerrel mérve)

## A. TÁBLÁZAT

**(Kén-dioxidra vonatkozó irányértékek,  $\mu\text{g}/\text{m}^3$  – ben kifejezve)**

Referencia időszak	Kén-dioxidra vonatkozó irányértékek
Év	40-től 60-ig (éves átlag a napi átlagok alapján)
24 óra	100-tól 150-ig (napi középérték)

## B. TÁBLÁZAT

**Lebegő porra vonatkozó irányértékek (az ún. korom-módszerrel mérve <sup>(1)</sup>),  $\mu\text{g}/\text{m}^3$  – ben kifejezve**

Referencia időszak	Lebegő porra vonatkozó irányértékek
Év	40-től 60-ig (Éves átlag a napi átlagok alapján)
24 óra	100-tól 150-ig (napi középérték)

<sup>(1)</sup> Az OECD módszerrel végrehajtott fekete korom mérések eredményei gravimetrikus mértékegységekre átszámítva az OECD előírásainak megfelelően (lásd a III. mellékletet).

## III. MELLÉKLET

**AZ EZEN IRÁNYELV ÖSSZEFÜGGÉSÉBEN ALKALMAZANDÓ MINTAVÉTELI ÉS ELEMZÉSI REFERENCIAMÓDSZEREK**

## A. KÉN-DIOXID

A kén-dioxid meghatározására szolgáló referencia mintavételi módszer az ISO-4219-es nemzetközi szabvány 1979/09/15-ös első kiadásában leírt berendezést használja. A mintavételi időszak általában 24 óra.

Az elemzés referenciamódszere a V. mellékletben részletesen leírt módszer; ez az 1979 februárjában módosított „levegőminőség – a kén-dioxid tömegkoncentrációjának meghatározása környezeti levegőben – tetraklórhigany (TCM)/pararozanilin” című ISO DP-6767-es nemzetközi szabványtervezeten alapul. Ez az elemzési módszer a pararozanilinnel való kolorimetriás reakció elvén alapul.

## B. LEBEGŐ POR

A korom-meghatározásához és ezek gravimetrikus mértékegységekre való átszámításához a légszennyezés mérési módszereivel és a felmérési módszerekkel foglalkozó OECD munkacsoport által egységesített módszer (1964) tekintendő referencia módszernek.

A fent említett módszerek esetében, amelyeket az ISO, illetve az OECD szabványosított, azok a nyelvi változatok tekinthetők hitelesnek (autentikusnak), amelyeket ezek a szervezetek hoztak nyilvánosságra, más olyan változatokkal együtt, amelyek a Bizottság igazolása alapján összhangban vannak ezekkel.

---



## IV. MELLÉKLET

**A 10. CIKK (2) BEKEZDÉSÉVEL ÖSSZEFÜGGÉSSEN ALKALMAZHATÓ, KÉN-DIOXIDRA ÉS LEBEGŐ PORRA VONATKOZÓ HATÁRÉRTÉKEK (GRAVIMETRIAI MÓDSZERREL MÉRVE)**

## A. TÁBLÁZAT

**Kén-dioxidra vonatkozó határértékek,  $\mu\text{g}/\text{m}^3$  – ben kifejezve**

Referencia időszak	Kén-dioxidra vonatkozó határérték
Év	140 (éves átlag a 30 perces átlagok alapján)
Év (30 perces mérési időszakokból áll)	400 (az éves 95 %-os tartósság a 30 perces átlagok alapján)B.

## B. TÁBLÁZAT

**Lebegő por határértékei (az alábbi ii. pontban leírt gravimetriai módszerrel mérve)  $\mu\text{g}/\text{m}^3$  – ben kifejezve**

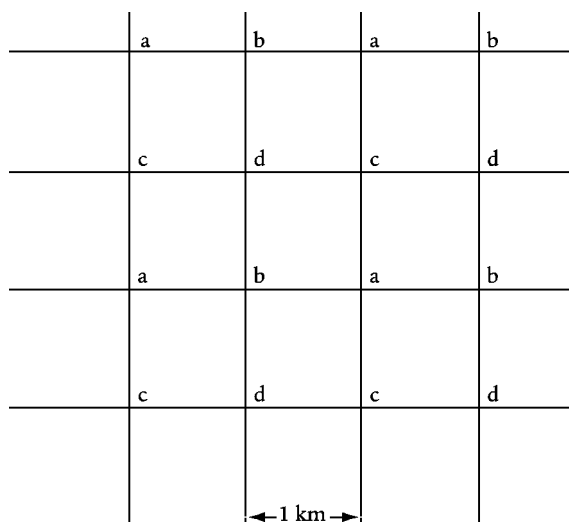
Referencia időszak	Lebegő por határértékei
Év	150 (éves átlag a napi átlagok alapján)
Év (24 órás mérési időszakokból áll)	300 (éves 95 %-os tartósság a napi átlagok alapján)

**A 10. cikk (2) bekezdésével összefüggésben alkalmazható mintavételi és elemzési módszerek az alábbiak:****i. Kén-dioxid esetében**

- *Mintavétel módszere:* „véletlenszerű” mintavételt lehetővé tevő mérőállomásokat alkalmaznak az 1. ábrán ábrázolt típusú rácshálózat. A hálózat minden egyes pontjában évente legalább 13 mintát vesznek munkanapokon délelőtt 8 óra és délután 4 óra között. A mintavétel az egész év folyamán rendszeres időközönként 30 perces időtartamban zajlik.

Az első napon mintákat vesznek az 1. ábrában „a” jelű pontokban, a második napon a „b” jelű pontokban, a harmadik napon a „c” jelű pontokban és a negyedik napon a „d” jelű pontokban. Ezen mintavételeket 4 hetes intervallumonként ismétlik meg minden egyes ponthoz „véletlenszerűen”, „kiválasztott különböző, 30 perces időtartamokban,”

- értékelés időtartama: egy év,
- pontok száma: 16 egy rácshálózatban,
- mintavétel időtartama: 30 perc folyamatos, munkanapokon délelőtt 8 óra és délután 4 óra között,
- minták száma pontonként: legalább 13,
- minták száma összesen: legalább 208.



1 ábra.

**Mintavételi helyek vázlatos ábrázolása**

- *Elemzési módszer:* a III. mellékletben ismertetett referencia módszer. A 10. cikk (1) bekezdésében megállapított eljárás érvényes;

**ii. Lebegő por esetében**

- Mintavétel módszere:
  1. A lebegő port vagy membránból álló, vagy üvegszálból készített szűrőn gyűjtik össze.
  2. A mintavevő rendszer az alábbiakból áll:
    - egy szűrő,
    - egy szűrőtartó,
    - egy szivattyú,
    - egy volumetrikus gázmérő.
  3. A mintavevő rendszer nem tartalmaz frakcionáló készüléket.
  4. A mintavétel időtartama 24 óra.
  5. A szűrő védve van a részecskéknek ülepedéssel történő közvetlen lerakódása és a légköri állapotok közvetlen hatása ellen.
  6. A felhasznált szűrőknek több mint 99 %-nál nagyobb hatásfokúaknak kell lenniük 0,3 µm aerodinamikai átmérőjű részecskék esetében.
  7. A légsebesség a szűrő felületén 33 és 55 cm/sec között van. A teljes mintavételi időtartam során a sebességcsökkenésnek nem szabad 5 %-nál nagyobbak lennie üvegszál szűrők, vagy 25 %-nál nagyobbak lennie membránszűrők használatakor.
  8. Az év során vett minták számának legalább 100-nak kell lennie, ez alatt az időtartam alatti egyenletes eloszlás mellett.
- *Elemzési módszer:*
  - a) Elemzés súlyméréssel.
    1. A membránszűrőket kondicionálni kell mintavétel előtt és után, 2 órán át 90 és 100 °C fölötti állandó hőmérsékleten tartással és ezt követően 2 órán át egy szárítókamrában való tárolással, a súlymérés előtt.
    2. Az üvegszálból készült szűrőket kondicionálni kell mintavétel előtt és után, 24 órán át 20 °C hőmérsékletű és 50 % relatív nedvességtartalmú légkörben való tartással, súlymérés előtt.

## V. MELLÉKLET

## KÉN-DIOXID REFERENCIA ELEMZÉSI MÓDSZERE

**Levegőminőség – környezeti levegőben lévő kén-dioxid tömegkoncentrációjának meghatározása – tetraklór-higany (TCM)/paraozanilin módszer**

## 1. TÁRGY

Ez a nemzetközi szabványtervezet egy spektrofotometriai módszert határoz meg környezeti levegőben lévő kén-dioxid tömegkoncentrációjának megállapítására. A szabvány módszereket tartalmaz mind a mintavételezéshez, mind az elemzéshez.

## 2. ALKALMAZÁSI TERÜLET

Az ebben a szabványban leírt eljárással 7 és 1 150  $\mu\text{g}/\text{m}^3$  közötti légköri kén-dioxid koncentrációk határozhatók meg.

## Megjegyzés

Ha ennél nagyobb koncentrációkat kell meghatározni, a mintaoldat aliquot részei vagy az ebben a szabványban előírtnál kisebb levegőminták vehetők. Ebben az esetben a koncentrációk abszorpciók hatásfoka vizsgálandó.

A nehézfémek, nitrogén-oxidok, ózon és redukált kénvegyületek (például hidrogén-szulfid és merkaptánok) hatásait kiküszöbölik vagy minimalizálják. A kénsav és szulfonát nem okoz zavaró hatást. Kísérletileg megállapításra került, hogy a kén-dioxid semmilyen zavart nem okoz, mivel ez feltételezhetően kénsavvá hidratálódik az abszorbeáló oldatban.

## 3. ALAPELV

Mért levegőmintát szívznak keresztül nátrium-tetraklór-higany (TCM) oldaton, és a levegőben jelenlévő kén-dioxidot abszorbeálja a diklór-szulfid-higany komplex vegyület képződése.

A mintaoldatot szulfomidsav-oldattal kezelik a levegőben lévő nitrogén-oxidok által létrehozott nitrit-anion megsemmisítésére. Az oldatot ezután formaldehid és foszforsavat tartalmazó, savval derített paraozanilin oldattal kezelik  $1,6 \pm 0,1$ -es pH elérése érdekében.

A paraozanilin, formaldehid és a biszulfid-anion reakcióba lép, az élénk színű paraozanilin-metil-szulfonsav létrehozására, mely kétszínű indikátorként viselkedik ( $\lambda_{\text{max}} = 548 \text{ nm}$ ,  $1,6 \pm 0,1$  pH-nál).

A kén-dioxid koncentráció a hitelesítési gázkeverékek (6. 3. 1.) alapján elkészített hitelesítési grafikonból állapítható meg. A laboratóriumban rendelkezésre álló berendezésből adódóan, bizonyos esetekben megfelelőnek bizonyulhat a rutinszerű ellenőrzések végrehajtásához a hitelesítő gázkeverékek helyettesítése ismert koncentrációjú nátrium-hidrogénszulfid oldatokkal. Azonban ezt az eljárást csak permeációs készülékkel végrehajtott megfelelő hitelesítés után szabad használni.

## 4. REAGENSEK

## 4.1. Valamennyi reagensnek analitikai minőségűnek kell lennie (pro analysi).

Ha másképpen nem jelzik, a víz desztillált vizet jelent. A víznek oxidálószerektől mentesnek kell lennie, és lehetőleg teljes egészében üvegből készült készülékből vett, kétszer desztillált legyen.

## 4.2. Abszorbeáló oldat: 0-0,4 mol/liter nátrium tetraklór-higany (TCM).

10,9 g higany (II) kloridot, 4,7 g nátrium-kloridot és 0,07 g etilén-diamin tetraecetsav dinátrium só (EDTA) fel kell oldani vízben, és 1 literre kell hígítani.

Ez az oldat több hónapig stabil, és ki kell dobni, ha csapadék képződik.

#### Megjegyzések

1. A hozzáadott mennyiségű EDTA kiküszöböli a nehézfémek okozta esetleges zavaró hatásokat egészen 10 ml abszorbeáló oldatban lévő 60 µg vasig (III), 10 µg mangánig (II), 10 µg krómig (III), 10 µg rézig (II) és 22 µg vanádiumig (V).
2. Az oldat rendkívül mérgező, és ennek megfelelően kell kezelni. Az elemzés után a higany visszanyerésének módszerét a C. melléklet ismerteti. Ha bármennyi abszorbeáló oldat kerül a bőrre, azonnal le kell öblíteni vízzel.

#### 4.3. Sósav, 1 mol/l

Fel kell hígítani 86 ml tömény sósavat HCl ( $p = 0,19$  g/mol) 1 literrel.

#### 4.4. Pararozanilin hidroklorid, 0,2 %-os törzsoldat

Fel kell oldani 0,7 g para-roz-anilin hidrokloridot  $C_{19}H_{17}N_3HCl$ , 100 ml sósavban (4.3).

#### Megjegyzés

A törzsoldat elkészítésében használt pararozanilin hidrokloridnak 95 %-nál nagyobb tisztaságúnak kell lennie (lásd a D. mellékletet), és 540 nm-nél kell mutatnia a maximális abszorpciót, az ecetsav-nátriumacetát pufferben (0,1 mol/l). Ezenkívül, a reagens blank abszorpció képességének nem szabad 0,10-nél nagyobbak lennie, amikor a blank elkészítése a 6.2. szakaszban leírt eljárásnak megfelelően történik.

Az ezeket a követelményeket nem kielégítő reagenseket ki kell selejtezni, vagy tisztítani kell. A tisztítás kristályosítással vagy extrahálással érhető el (lásd a D. mellékletet).

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

Fel kell hígítani 205 ml tömény foszforsavat  $H_3PO_4$ , ( $p = 1,69$  g/ml) vízzel 1 literre.

#### 4.6. Pararozanilin reagens oldat

20 ml pararozanilin sósav törzsoldatot (4.4.) és 25 ml foszforsavat (4.5.) 250 ml-es mérőlombikba kell pipettázni, és vízzel a jelig ki kell egészíteni.

Ez a reagens több hónapig stabil, ha sötét helyen van tárolva.

#### 4.7. Formaldehid, munkaoldat

5 ml 40 %-os formaldehid oldatot, HCHO, egy 1 literes mérőlombikba kell pipettázni, és a lombikot a jelig vízzel fel kell tölteni. Naponta el kell készíteni.

#### 4.8. Szulfamidsav, 0,6 %-os munkaoldat

0,6 g szulfamidsavat,  $NH_2SO_3H$ , 100 ml vízben fel kell oldani. Ez az oldat néhány napig stabil, ha védve van levegőtől.

#### 4.9. Nátrium-hidrogénszulfid oldat. Törzsoldat

0,3 g nátrium metabiszulfidot,  $Na_2S_2O_5$ , 500 ml frissen forralt és hűtött desztillált vízben fel kell oldani (lehetőleg gázmentesített, kétszer desztillált vizet kell használni). Az oldat ml-enként 320-400 µg kén-dioxid egyenértéket tartalmaz. A tényleges koncentráció a többlet jódnak az oldat aliquot részéhez való hozzáadásával és hiteles nátrium-tioszulfát oldattal való visszatitrálással határozható meg (lásd a B. mellékletet).

Az oldat instabil.

#### 4.10. Nátrium-biszulfid normál oldat

A nátrium-biszulfid normál oldat hitelesítése (4. 9.) után azonnal pipettázni kell 2,0 ml oldatot egy 100 ml-es mérőlombikba, és fel kell tölteni a lombikot a jelig nátrium-tetraklór-higany oldattal (4.2.).

Ez az oldat 30 napig stabil, ha 5 °C hőmérsékleten van tárolva. Szobahőmérsékleten való tároláskor csak 1 napig lesz stabil.

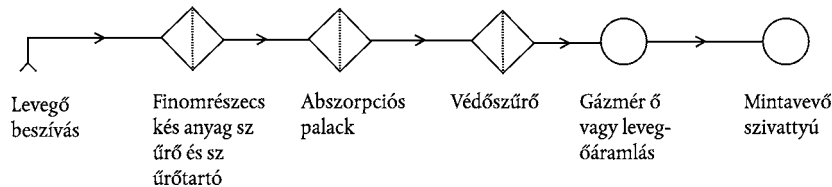
## 5. FELSZERELÉS

## 5.1. Mintavevő berendezés

A mintavételhez használandó berendezést a „levegőminőség – környezeti levegőben lévő, gáz halmazállapotú vegyületek meghatározása” című ISO/DIS 4219-es szabvány határozza meg. A mintavevő berendezés az 1. ábrában látható.

1. ábra

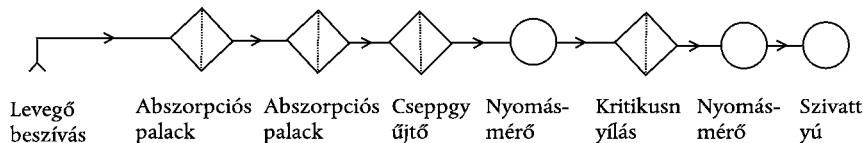
## Mintavevő berendezés blokkdiagramja



A gázmérő helyett egy injekciós tű használható szabályozott hőmérsékletű dobozban kritikus átfolyó-nyílásként. Ebben az esetben a szivattyúnak képesnek kell lennie  $p_d/p_u \leq 0,5$  elérésére, ahol  $p_d$  és  $p_u$  a tű előtti, illetve utáni nyomás (lásd az 5.5. szakaszt).

2. ábra

A berendezés a 2. ábrában látható.



## 5.2. Abszorpciós palackok

A kielégítő abszorpciós palackoknak legalább 95 %-os abszorpciós hatásfokkal kell rendelkezniük kén-dioxid esetében. Az alkalmas abszorpciós palackokra az A. mellékletben találhatók példák.

Az abszorpció hatásfoka a palack geometriájától, a gázbuborékok méretétől és ezeknek az oldattal való érintkezési idejétől függően változik. Ez a hatásfok úgy határozható meg, hogy egy második abszorpciós palackot, az első palackkal sorosan a mintavevő rendszerbe be kell helyezni, és az első palackban talált kén-dioxid mennyiséget arányba kell állítani a két palackban talált kén-dioxid mennyiség összegével. A 6.1. szakaszban leírt feltételek mellett kisméretű ütköztetővel való munkavégéskor a megállapított abszorpciós hatásfok jobb, mint 98 %.

Kén-dioxid és levegő keverékek hitelesítéshez való használata, a 6.3.1. bekezdésben leírtaknak megfelelően, automatikusan megadja a rendszer abszorpciós hatásfokát.

## 5.3. Hidrogén-szulfid abszorber

Ez egy 0,5 % ezüstszulfátot,  $Ag_2SO_4$ , és 2,5 % kálium-hidrogén-szulfátot,  $KHSO_4$ , tartalmazó oldattal impregnált, kvarcgyapottal töltött üvegcső. Az impregnálás végrehajtása úgy történik, hogy kétszer keresztül vezetnek az oldatot a csövön, majd megszáritják a kvarcgyapotot nitrogénáramban melegítve.

## 5.4. Mintapalackok

100 ml-es polietilén palackok, amelyek a hatásnak kitett abszorpciós oldatoknak a laboratóriumban való áthelyezésére szolgálnak.

## 5.5. Nyomásmérő

Két 1 000 Pa-ig pontos nyomásmérő, nyomások mérésére, a gázmérő helyett a kritikus átfolyó-nyílás használatakor.

### 5.6. Spektrofotométer vagy koloriméter

Körülbelül 550 nm-nél az abszorpcióképesség mérésére alkalmas spektrofotométer, vagy koloriméter. Spektrofotométer esetében 548 nm hullámhosszúságot kell használni. Koloriméter használatakor a szűrő átérésztési tényezője maximumának körülbelül 550 nm-nél kell jelentkeznie. Reagens blank problémák fordulhatnak elő 20 nm-nél nagyobb spektrumsávszélességű készülékekkel.

Az abszorpcióképesség mérésekor ugyanazt a cellát kell használni a mintákhoz, mint a normál oldatokhoz. Ha egnél több cellát használunk, a celláknak spektrofotometriailag illesztetteknek kell lenniük.

## 6. ELJÁRÁS

### 6.1. Mintavétel

10 ml TCM oldatot (4.2.) egy abszorpciós palackba kell önteni, és ezt a mintavevő rendszerbe kell behelyezni (1. ábra). Az abszorbeáló oldatot úgy kell befedni, hogy ne érje közvetlen napfény a mintavételezés során, az abszorbeáló palack beborítására alkalmas burkolattal, ilyen például az alumíniumfólia, a bomlás megakadályozására. A szívás időtartama és áramlási sebessége a levegőben lévő kén-dioxid koncentrációjától függ.

Kisméretű ütköztető használatakor a térfogatáramnak 0,5 liter/perc és 1 liter/perc között kell lennie. A beszívott minimális levegőmennyiségnek 25 liternek kell lennie.

A legjobb eredmények elérése érdekében a térfogatáramot és a mintavétel időtartamát úgy kell kiválasztani, hogy 0,5 és 3,0 µg (0,2 és 1,2 µl 25 °C hőmérsékleten és 101 és 325 kPa közötti nyomáson) kén-dioxid abszorpciót érjünk el, abszorbeáló oldat milliliterenként.

Ha a levegő tartalmaz hidrogén-szulfidot, ezt el kell távolítani hidrogén-szulfid abszorberrel (5.3.). Az abszorbert a finomrézecske-szűrő és az abszorpciós palack közé kell helyezni.

Mintavétel után meg kell határozni a vett levegőminta térfogatát, és fel kell jegyezni a légköri hőmérsékletet és nyomást (7.1., megjegyzés). Ha a mintát több mint 24 órán át kell tárolni elemzés előtt, 5 °C hőmérsékleten kell tartani.

#### Megjegyzés

Ha a mintaoldatban csapadék látható, ez valószínűleg a Hg (II)-nek a redukált szénvegyülettel való reakciója miatt van. A csapadékot szűrővel vagy centrifugálással el kell távolítani elemzés előtt.

### 6.2. Elemzés

A mintákat legalább 20 percig nyugalomban kell hagyni mintavétel után, hogy a befogódott ózon felbomlását lehetővé tegyék. Ezután a mintaoldatot egy 25 ml-es mérőlombikba kell átvinni, kiöblítéshez körülbelül 5 ml vizet használva.

Üres oldatot (blankot) kell készíteni 10 ml, hatásnak nem kitett abszorbeáló oldat (4.2.) beöntésével egy 25 ml-es mérőlombikba, a reagenseket az alábbi leírásnak megfelelően és le kell olvasni az abszorpcióképességet desztillált vízzel összehasonlítva 10 ml-es cellákat használva. Ezt az értéket össze kell hasonlítani a hitelesítési görbe elkészítésekor kapott, a blankhoz feljegyzett értékkel. Ha a két érték közötti eltérés több mint 10 %, ez a desztillált víz vagy a reagens szennyezettségét, vagy a reagens bomlását jelzi. Ebben az utóbbi esetben friss reagenst kell készíteni.

1 ml szulfonid-sav oldatot (4.8.) minden egyes mérőlombikba be kell önteni, és a reakciót 10 percen át hagyni a nitrogén oxidjaiból a nitrát megsemmisítésére. Ezután pontosan 2 ml formaldehid oldatot (4.7.) és 5 ml pararozanilin reagenst (4.6.) kell a mérőlombikokba pipettázni. A lombikokat a jelleg frissen forrált és hűtött desztillált vízzel fel kell tölteni, és termosztátban 20 °C hőmérsékleten kell tárolni. 30-60 perc eltelte után meg kell mérni a minta és a blank abszorpcióképességét a referencia cellában lévő desztillált vízzel összehasonlítva.

A színes oldat a cellában ne maradjon, mivel ebben az esetben festőanyag-film rakódik le a falakra.

#### Megjegyzés

Az egyes reagens hozzáadásai közötti meghatározott időközök, például 1 perc, a szín kialakulásának nagyobb mértékű reprodukálhatóságát biztosítja.

A hitelesítéshez használt legnagyobb koncentrációjú oldatok abszorpcióképességét túllépő abszorpcióképességű oldatok akár 6-szorosára is hígíthatók a reagens blankkal, annak érdekében, hogy a skálának megfelelő legyen az eredmény. Az így kapott érték azonban csak a valódi abszorpcióképesség érték  $\pm 10$  %-án belül lévő jelző érték.

### 6.3. Hitelesítés

#### 6.3.1. Hitelesítés kén-dioxid és levegő keverékkel

A kén-dioxid és levegő keverékek elkészítése az ISO/DIS 6349-es szabvány szerint történik.

A hitelesítő grafikon, amely az abszorpcióképesség görbéje a kén-dioxid koncentrációk függvényében, elkészítése érdekében legalább négy különböző kén-dioxid koncentrációsint szükséges a második szakaszban előírt tartományon belül.

A 6.1., illetve 6.2. szakaszban leírt mintavételi és analitikai eljárás a hitelesítő gázkeverékek mindegyikéhez alkalmazandó. Az abszorpcióképesség értékeket fel kell rajzolni az adott kén-dioxid koncentráció függvényében, és el kell készíteni egy hitelesítési görbét.

#### 6.3.2. Hitelesítés nátrium-hidrogénszulfid oldattal

0, 1,0, 2,0, 3,0, 4,0 és 5,0 ml kimért nátrium-hidrogénszulfid, normál oldat (4.10.) mennyiségeket 25 ml-es mérőlombikokba kell pipettázni. Minden egyes lombikba be kell önteni elegendő nátrium-tetraklór-higany oldatot (4.2.) úgy, hogy a térfogat körülbelül 10 ml legyen. Ezután hozzá kell adni a reagenseket a 6.2. szakaszban leírtaknak megfelelően. Meg kell mérni az abszorpcióképeket a referenciacellában lévő desztillált vízzel. Nagyobb pontosság eléréséhez konstans hőmérsékletű fürdőt kell használni. A hitelesítéskor a hőmérsékletnek nem szabad  $\pm 1$  °C-nál nagyobb mértékben eltérnie az elemzési hőmérséklettől.

Az oldatok abszorpcióképességeit (koordinátákként) a B. mellékletnek megfelelően kiszámított,  $\mu\text{g}$ -ban meghatározott kén-dioxid függvényében kell felvinni. A pontokra legjobban illeszkedő vonalnak a függőleges tengellyel való metszéspontja rendszerint 0-0,2 abszorpcióképesség egységre van a blankhoz (üres vagy „vak” oldathoz) kapott értékhez, ha 10 mm-es cellákat használunk. Ki kell számítani a hitelesítési tényezőt (a vonal meredekségének reciproka). Ez a hitelesítési tényező használható az eredmények kiszámításához, feltéve, hogy nincsenek jelentős változások a hőmérsékletben vagy a pH-ban. Legalább egy ellenőrző minta meghatározása ajánlatos sorozatonként, hogy megalapozott legyen e tényező megbízhatósága.

## 7. EREDMÉNYEK KIFEJEZÉSE

### 7.1. Számítás

A kén-dioxid tömegkoncentrációját az alábbi módon kell kiszámítani:

$$\text{SO}_2 = \frac{f(a_s - a_b)}{V}$$

ahol

$\text{SO}_2$  = kén-dioxid tömegkoncentrációja

f = hitelesítési tényező (lásd a 6.3.2. szakaszt)

$a_s$  = a mintaoldat abszorpcióképessége

$a_b$  = a blank abszorpcióképessége

V = a mintavételezett levegő térfogata  $\text{m}^3$  - ben

#### Megjegyzés

Ha szükség van a kén-dioxid tömegkoncentrációra referenciafeltételek mellett, a mintául vett levegő térfogatot, V, helyettesíteni kell a referencia feltételek melletti megfelelő térfogat értékkel, vagyis  $V_R$  - rel:

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

ahol

p = légköri nyomás, bar-ban

T = levegőminták hőmérséklete, °C-ban

**7.2. Észlelési határ**

A 10 ml-es TCM mintaoldatban a kén-dioxid észlelési határa 0,2 és 1,0 µg között van (a mérvado eltérés kétszerese alapján). Ez 7 és 33 µg/m<sup>3</sup> (0,02-0,011 ppm) közötti kén-dioxid tömegkoncentrációknak felel meg 30 literes levegőmintában (például 1 órán át történő mintavétel 0,5 l/perc mellett).

**7.3. Szabatosság és pontosság**

A módszer szabatosságát és pontosságát még nem határozták meg semmilyen mértékű bizonyosságig különböző kén-dioxid koncentrációk mellett, és ugyancsak nem ismert a lehetséges mintavevő és vizsgáló rendszerek széles választékának abszolút mintagyűjtési hatékonysága.

Ismételt kísérlethez használt hasonló TCM-módszer relatív mérvado eltérésére azt találták, hogy az értéke 17 µg/m<sup>3</sup> 1 000 µg/m<sup>3</sup> koncentráció mellett.

**8. SZAKIRODALOM**

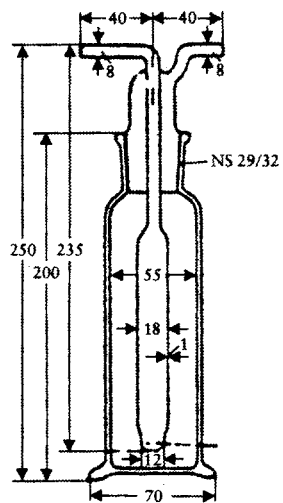
(<sup>1</sup>) H. C. McKee, R. E. Childers, O. Saenz: Collaborative Study of Reference Method for Determination of Sulphur Dioxide in the Atmosphere (Pararosaniline Method) [a légkörben lévő kén-dioxid meghatározásához alkalmazott referencia módszer (pararozanilin módszer) együttes vizsgálata]. Szerződés száma: CPA 70-40, SwRI, projekt száma: 21-2811. Environmental Protection Agency, Research Triangle Park, N. C., 1971. szeptember.

---



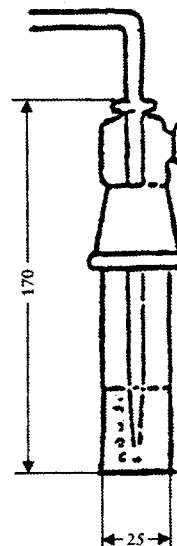
## A. MELLÉKLET

## ABSZORBER MODELEK



Muenke-lombik

75 ml-es 4 furat, egy alul, egyenként  
1,5 mm átmérőjűek



Kisméretű ütköztető

## B. MELLÉKLET

## A NÁTRIUM HIDROGÉN-SZULFIT TÖRZSOLDAT (4.9.) NORMALIZÁLÁSA

## B.1. Reagensek

## B.1.1. Jód oldat, 0,05 mol/liter

## Törzsoldat

12,7 g jódot, I<sub>2</sub> egy 250 ml-es főzőpohárba ki kell mérni, majd hozzá kell adni 40 g kálium-jodidot, KI, és 25 ml vizet. Addig kell keverni, amíg minden fel nem oldódik, és át kell önteni az oldatot egy 1 literes mérőlombikba. A jelig vízzel hígítandó.

## B.1.2. Jód munkaoldat, körülbelül 0,005 mol/liter

Fel kell hígítani 50 ml jód törzsoldatot (B.1.1.) 500 ml-re vízzel.

## B.1.3. Keményítő indikátor oldat, 0,2 %-os

Porrá kell zúzni 0,4 g oldható keményítőt és 0,002 g higany (II) jodidot, HgI<sub>2</sub> (konzerválószer) kevés vízzel, és lassan hozzá kell adni a pasztához 200 ml forrásban lévő vizet. A forralást addig folytatandó, amíg az oldat tiszta nem lesz, majd le kell hűteni és át kell önteni egy üvegdugóval lezárható palackba.

## B.1.4. Nátrium-tioszulfát oldat, körülbelül 0,1 mol/l

25 g nátrium-tioszulfátot, Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> \* 5H<sub>2</sub>O, 1 liter frissen forralt és desztillált vízben fel kell oldani, és hozzá kell adni 0,1 g nátrium-karbonátot az oldathoz. Az oldatnak 1 napig állnia kell normalizálás előtt.

A normalizáláshoz le kell mérni 1,5 g, 180 °C hőmérsékleten szárított, elsődleges standard minőségű káliumjodidot, KIO<sub>3</sub>, egy 500 ml-es mérőlombikba és fel kell hígítani a jelig vízzel. 50 ml-t a jódát oldatból, egy 500 ml-es jódot tartalmazó lombikba kell pipettázni. Hozzá kell adni 2 g kálium-jodidot és 10 ml 1:10-es hígítású tömény sósavat. A lombikot be kell dugaszolni. Néhány perc eltelte után nátrium-tioszulfát oldattal halványsárga színre kell titrálni. 5 ml keményítő indikátort kell hozzáadni, és be kell fejezni a titrálást. Ki kell számítani a nátrium-tioszulfát oldat moláris koncentrációját, M, a következőképpen:

$$M = \frac{\text{g KIO}_3 \times 10^3 \times 0,1}{\text{ml nátrium - tioszulfát oldat} \times 35,67}$$

## B.1.5. Nátrium-tioszulfát oldat, körülbelül 0,01 mol/l

50,0 ml nátrium-tioszulfát oldatot (B.1.4.) 500 ml-re kell vízzel hígítani, és el kell keverni. Az oldat nem stabil, és frissen kell elkészíteni a használat napján a normalizált nátrium-tioszulfát oldat (B.1.4.) hígításával.

## B.2. Eljárás

25 ml vizet egy 500 ml-es lombikba kell beönteni, és 50 ml jód-oldatot (B.1.2.) kell a lombikba pipettázni (ennek a neve itt A. lombik/blank). 25 ml nátrium hidrogén-szulfit törzsoldatot (4.9.) egy második 500 ml-es lombikba kell pipettázni, és 50 ml jód-oldatot (B.1.2.) ebbe a lombikba kell pipettázni (itt ennek a neve B./minta). A mérőlombikokat le kell dugaszolni, és engedjük, hogy 5 percen át végbemehessen a reakció. A nátrium-tioszulfát oldatot (B.1.5) tartalmazó buretta segítségével egymás után mind a két lombikot halványsárga színig kell titrálni. Ezután hozzá kell adni 5 ml keményítőoldatot (B.1.3) és folytatni kell a titrálást, amíg el nem tűnik a kék szín. Ki kell számítani a kén-dioxid-koncentrációt a nátrium hidrogén-szulfit törzsoldatban (7.9.):

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

A = a blank titrálásához szükséges nátrium-tioszulfát oldat (B.1.5.) térfogata, ml-ben

B = a minta titrálásához szükséges nátrium-tioszulfát oldat (B.1.5.) térfogata, ml-ben

M = a nátrium-tioszulfát oldat moláris koncentrációja (= 0,01)

K = a kén-dioxid mikro-egyenértékű súlya = 32,030

V = a felhasznált nátrium hidrogén-szulfid törzsoldat, ml-ben

A hidrogén-szulfid törzsoldatban (4.10.) a kén-dioxid koncentrációja az eredmény ötvennel osztott hányadosa.

---

## C. MELLÉKLET

## HIGANY ELTÁVOLÍTÁSA A MARADÉK OLDATOKBÓL

Ez a melléklet leír egy módszert a higany eltávolítására az abszorbeáló oldat (4.2.) használatakor kapott maradék oldatokból.

**C.1. Reagensok**

- C.1.1. Nátrium-hidroxid oldat, körülbelül 400 g NaOH literenként.
- C.1.2. Hidrogén-peroxid, H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, körülbelül 30 %, technikai minőségű.
- C.1.3. Nátrium-szulfid, Na<sub>2</sub>S · 9 H<sub>2</sub>O, technikai minőségű.

**C.2. Eljárás**

Össze kell gyűjteni egy körülbelül 50 l űrtartalmú polietilén tartályba azokat a maradék oldatokat, amelyeknek a higanytartalma túl nagy ahhoz, hogy a szennyvízlefolyón keresztül meg lehessen tőlük szabadulni. J Amikor az összegyűjtött térfogat már körülbelül 40 l lesz, hozzá kell adni a következő sorrendben, az oldaton keresztül levegő buborékolatás segítségével végrehajtott keverés során, a semlegesítéshez elegendő nátrium-hidroxid oldatot (C.1.1.), majd további 400 ml-t, 100 g nátrium-szulfidot (C.1.3.), és 10 perc eltelte után lassan hozzá kell adni 400 ml hidrogén-peroxid oldatot (C.1.2.).

A keveréket 24 órán át hagyni kell állni, majd le kell engedni a tiszta folyadékot. A maradékot át kell vinni egy másik tartályba.

---

## D. MELLÉKLET

## A PARAROZANILIN HIDROKLORID TULAJDONSÁGAI ÉS TISZTÍTÁSA

## D.1. A reagens tisztaságának vizsgálata

1 ml PRA oldatot (4.4.) 100 ml-re kell hígítani, desztillált vízzel. Át kell vinni 5 ml-t egy 50 ml-es lombikba, és hozzá kell adni 5 ml 0,1 M-es ecetsav-nátrium-acetát puffer oldatot. A jelig vízzel kell hígítani, és meg kell keverni.

1 órát kell várni, majd meg kell mérni az oldat abszorpcióképességét egy spektrofotométerben 540 nm-nél egy 10 mm-es cellában.

Ki kell számítani a pararozanilin (PRA) koncentrációját a következőképpen:

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

ha

$K = 21.300$

Ha a pararozanilin tisztasága 95 % alatt van, meg kell tisztítani a reagenst a D.2.-ben és D.3.-ban leírt eljárások közül valamelyik segítségével.

## D.2. Tisztítás kivonással

Egy 250 ml-es választótölcsérben egyensúlyba kell hozni 100 ml 1-butanolt és 1 M HCl-t. 0,1 g pararozanilin hidrokloridot (PRA) be kell mérni egy főzőpohárba. Hozzá kell adni 50 ml-t az egyensúlyba hozott savból, és néhány percig állni kell hagyni. 50 ml-t az egyensúlyba hozott 1-butanolból be kell vinni egy 125 ml-es választótölcsérbe. A festéket tartalmazó savoldatot a tölcsérbe át kell önteni, majd extrahálni. Az ibolyaszínű szennyezettség átkerül a szerves fázisba. Át kell vinni az alsó (vizes) fázist egy másik választótölcsérbe, és hozzá kell adni az 1-butanolt 20 ml-es részletekben. Ez rendszerint elegendő majdnem minden olyan ibolyaszínű szennyezettség eltávolítására, mely hozzájárul az üres reagens oldat (reagens blank) szennyeződéséhez. Ha még mindig megjelenik ibolyaszínű szennyezettség az 1-butanol fázisban 5 extrahálás után, ezt a festékadagot ki kell dobni.

Az utolsó extrahálás után keresztül kell szűrni a vizes fázist egy pamutdugón egy 50 ml-es mérőlombikba, és fel kell tölteni a névleges térfogatáig 1 M HCl-lel. Ez a törzsreagens sárgás-vörös színű lesz.

## Megjegyzés

Az 1-butanol bizonyos adagjai tartalmaznak kén-dioxid igényt létrehozó oxidálószerkeket. Ezt 20 ml 1-butanol rázásával 5 ml 15 %-os nátrium-jodid oldattal ellenőrizni kell. Ha sárga szín jelenik meg az alkohol fázisban, újra kell desztillálni az 1-butanolt ezüstoxidból.

## D.3. Tisztítás átkristályosítással

1 g pararozanilin-hidrokloridot 250 ml 2,5 M sósavban fel kell oldani. Az oldatot 2 órán át hagyni kell szobahőmérsékleten állni. Szűrés után a pararozanilin újra kicsapódik, kevés további 2,5 M nátrium-hidroxid oldat hozzáadásával.

A csapadékot egy szűrőtölcséren (3-as porozitású) össze kell gyűjteni. A szűrletnek színtelennek kell lennie. A csapadékot desztillált vízzel kell mosni a többlet nátrium-hidroxid és a képződött nátrium-klorid eltávolítására.

A csapadékot 70 ml forrásig felmelegített metanolban fel kell oldani, és végül hozzá kell adni 300 ml 80 °C hőmérsékletű vizet. Hagyjuk állni az oldatot szobahőmérsékleten. A pararozanilin lassan csapódik ki. Az átkristályosodás mértéke körülbelül 64 %. A pararozanilin sötétté válik 200 és 205 °C között, és felbomlik 285 °C-on.

## Szakirodalom

H. G. C. King és U. G. Pruden: The Determination of sulphur dioxide with rosoline dyes (kén-dioxid meghatározása rozalin festékekkel) *Analyst* 94, 43-48 (1969).