Fylgiskjal.

Umhverfismörk fyrir hámarksmengun andrúmslofts.

Efni	Viðmiðunartími	Mörk
Kolmónoxíð (CO)	Ein klst.	20 mg/m^3
	Átta klst.	6 mg/m^3
Fallryk, ekki vatnsleysanlegt	Mánuður	10 g/m^2

Mörk fyrir mánuð eru meðaltöl sem mengun má ekki fara yfir. Styrkur CO fyrir sólarhring eða skemmri tíma skal vera undir umhverfismörkum í 98% tilvika á ári.

29. október 1999 Nr. 790

REGLUGERÐ

um brennisteinsdíoxíð og svifryk í andrúmslofti.

I. KAFLI
Markmið, gildissvið o.fl.

Markmið.

1. gr.

1.1 Markmið reglugerðar þessarar er að draga úr mengun af völdum brennisteinsdíoxíðs og svifryks, einkum í andrúmsloftinu, og ákvarða umhverfismörk og gæðamarkmið, m.a. í þeim tilgangi að vernda og bæta heilsu manna og umhverfið.

Gildissvið.

2. gr.

2.1 Reglugerð þessi gildir um umhverfismörk og gæðamarkmið fyrir brennisteinsdíoxíð og svifryk í andrúmsloftinu. Reglugerðin gildir einnig um viðkomandi atvinnurekstur hér á landi og í mengunarlögsögunni. Reglugerðin gildir um athafnir einstaklinga eftir því sem við á.

2.2 Reglugerðin gildir ekki á vinnustöðum eða um eftirlit með þeim, sbr. lög nr. 46/1980 um aðbúnað, hollustuhætti og öryggi á vinnustöðum.

Skilgreiningar.

3. gr.

3.1 *Atvinnurekstur* er hvers konar starfsemi og framkvæmdir.

3.2 *Besta fáanlega tækni* er framleiðsluaðferð og tækjakostur sem beitt er til að lágmarka mengun og myndun úrgangs. *Tækni* nær til framleiðsluaðferðar, tækjakosts, hönnunar mannvirkja, eftirlits og viðhalds búnaðarins og starfrækslu hans. Með *fáanlegri* tækni er átt við aðgengilega framleiðsluaðferð og tækjakost (tækni) sem þróaður hefur verið til að beita í viðkomandi atvinnurekstri og skal tekið mið af tæknilegum og efnahagslegum aðstæðum. Með *bestu* er átt við virkustu aðferðina til að vernda alla þætti umhverfisins.

3.3 *Gæðamarkmið* er mörk tiltekinnar mengunar í umhverfi (lofti, vatni, jarðvegi, seti eða lífverum) og/eða lýsing á ástandi, sem ákveðið er að gilda eigi fyrir svæði til þess að enn minni hætta sé á að áhrifa mengunar gæti en stefnt er að með umhverfismörkum og til að styðja tiltekna notkun umhverfisins og/eða viðhalda henni til lengri tíma.

3.4 *Mengun* er þegar örverur, efni og efnasambönd og eðlisfræðilegir þættir valda óæskilegum og skaðlegum áhrifum á heilsufar almennings, röskun lífríkis eða óhreinkun lofts, láðs eða lagar. Mengun tekur einnig til ólyktar, hávaða, titrings, geislunar og varmaflæðis og ýmissa óæskilegra eðlisfræðilegra þátta.

3.5 *Mæling á umhverfisgæðum* er mæling og skráning á einstökum þáttum í umhverfinu, óháð atvinnurekstri og starfsleyfum, venjulega framkvæmd í stuttan tíma.

3.6 *Umhverfismörk* eru leyfilegt hámarksgildi mengunar í tilteknum viðtaka byggð á grundvelli vísindalegrar þekkingar í því skyni að koma í veg fyrir eða draga úr skaðlegum áhrifum á heilsu manna og/eða umhverfið. Umhverfismörk geta verið sett til að vernda umhverfið í heild eða tiltekna þætti þess (svo sem heilsuverndarmörk og gróðurverndarmörk).

II. KAFLI
Umsjón.

Hlutverk Hollustuverndar ríkisins og heilbrigðisnefnda.

4. gr.

4.1 Heilbrigðisnefndum, undir yfirumsjón Hollustuverndar ríkisins, og Hollustuvernd ríkisins ber að sjá um að ákvæðum reglugerðarinnar sé framfylgt.

III. KAFLI
Varnir gegn loftmengun.

Meginreglur.

5. gr.

5.1 Halda skal loftmengun af völdum brennisteinsdíoxíðs og svifryks í lágmarki og viðhalda þeim gæðum sem felast í hreinu og ómenguðu lofti.

5.2 Í ákvæðum starfsleyfa fyrir atvinnurekstur sem kann að valda mengun af völdum brennisteinsdíoxíðs og svifryks í andrúmslofti skulu viðeigandi ráðstafanir gerðar til þess að hamla gegn loftmengun af völdum brennisteinsdíoxíðs og svifryks og beita til þess bestu fáanlegu tækni.

5.3 Hollustuvernd ríkisins eða heilbrigðisnefnd eftir því sem við á er heimilt að gera strangari kröfur en reglugerð þessi segir til um ef loftmengun á tilteknu svæði er sérstaklega mikil eða ef svæðið á að njóta sérstakrar verndar.

Styrkur brennisteinsdíoxíðs og svifryks í andrúmslofti.

6. gr.

6.1 Styrkur brennisteinsdíoxíðs og svifryks í andrúmslofti skal ekki vera yfir umhverfismörkum í fylgiskjali með reglugerðinni.

Sýnataka og greining.

7. gr.

7.1 Við sýnatöku og greiningu skal nota tilvísunaraðferðirnar í III. viðauka fyrir brennisteinsdíoxíð og svifryk mælt með greiningu á svertustigi eða þá aðferð sem er í IV. viðauka fyrir svifryk mælt með þyngdargreiningu.

7.2 Heimilt er að nota aðrar aðferðir en þær sem greint er frá í 1. mgr. enda hafi Hollustuvernd ríkisins samþykkt þær.

Mælistöðvar.

8. gr.

8.1 Hollustuvernd ríkisins skal sjá um að mælistöðvar (sýnatökustöðvar) séu settar upp til þess að afla þeirra upplýsinga sem nauðsynlegar eru til að uppfylla skilyrði þessarar reglugerðar, sérstaklega á svæðum þar sem líklegt er að loftmengun af völdum brennisteinsdíoxíðs eða svifryks nái umhverfismörkum eða fari yfir þau. Stöðvarnar skulu vera þar sem mengun er álitin vera mest og þar sem mældur styrkur gefur rétta mynd af aðstæðum á staðnum.

Ráðstafanir til þess að draga úr loftmengun.

9. gr.

9.1 Fari loftmengun af völdum brennisteinsdíoxíðs eða svifryks yfir umhverfismörk, samkvæmt reglugerð þessari, eða ef hætta er á slíku skal Hollustuvernd ríkisins eða viðkomandi heilbrigðisnefnd, eftir því sem við á, gera ráðstafanir til að dregið verði úr loftmengun og umhverfismörkin virt.

9.2 Ráðstafanir sem gripið er til, sbr. 1. mgr., mega ekki hafa í för með sér að loftgæði spillist annars staðar þar sem loftmengun af völdum brennisteinsdíoxíðs og svifryks er lítil miðað við umhverfismörkin samkvæmt I. viðauka.

Áætlanir.

10. gr.

10.1 Heilbrigðisnefndir skulu semja áætlanir sem miða að því að loftgæði fari stigbatnandi á þeim svæðum þar sem farið hefur verið yfir umhverfismörk. Þessar áætlanir eiga að byggjast á upplýsingum um eðli, uppruna og þróun mengunarinnar og skulu einkum lýsa þeim ráðstöfunum sem gerðar voru eða verða gerðar og reglum sem hafa verið eða verða settar. Ráðstafanirnar skulu miða að því að draga úr styrk brennisteinsdíoxíðs og svifryks í andrúmslofti svo að hann verði innan umhverfismarka.

Upplýsingagjöf.

11. gr.

11.1 Heilbrigðisnefndum ber að skila upplýsingum um niðurstöður mengunarvarnaeftirlits og mælinga á umhverfisgæðum til Hollustuverndar ríkisins í samræmi við leiðbeiningar stofnunarinnar.

11.2 Á sama hátt ber Hollustuvernd ríkisins að skila viðkomandi heilbrigðisnefndum mælingarniðurstöðum stofnunarinnar um mengun af völdum brennisteinsdíoxíðs og svifryks í andrúmslofti.

IV. KAFLI
Aðgangur að upplýsingum, þvingunarúrræði, viðurlög o.fl.

Aðgangur að upplýsingum.

12. gr.

12.1 Um aðgang að upplýsingum fer samkvæmt lögum um upplýsingamiðlun og aðgang að upplýsingum um umhverfismál nr. 21/1993, upplýsingalögum nr. 50/1996 og lögum um hollustuhætti og mengunarvarnir nr. 7/1998.

Þagnarskylda eftirlitsaðila.

13. gr.

13.1 Eftirlitsaðilar og aðrir sem starfa samkvæmt ákvæðum reglugerðar þessarar eru bundnir þagnarskyldu um atriði sem varða framleiðslu- og verslunarleynd. Sama gildir um atriði sem þeir fá vitneskju um og leynt skulu fara samkvæmt lögum eða eðli máls. Þagnarskyldan helst þótt látið sé af starfi.

13.2 Upplýsingar og tilkynningar eftirlitsaðila til fjölmiðla skulu vera efnislega rökstuddar og þess gætt að einstakar atvinnugreinar, stofnanir eða fyrirtæki bíði ekki tjón og álitshnekki að óþörfu.

Valdsvið og þvingunarúrræði.

14. gr.

14.1 Til að knýja á um ráðstafanir samkvæmt reglugerð þessari skal fylgja þeim þvingunarúrræðum sem mælt er fyrir um í IX. kafla reglugerðar um mengunarvarnaeftirlit

þegar við á. Annars gilda ákvæði VI. kafla laga um hollustuhætti og mengunarvarnir nr. 7/1998 um valdsvið og þvingunarúrræði.

Viðurlög.

15. gr.

15.1 Brot gegn ákvæðum reglugerðar þessarar varða sektum hvort sem þau eru framin af ásetningi eða stórfelldu gáleysi. Sé um stórfelld eða ítrekuð ásetningsbrot að ræða skulu þau að auki varða fangelsi allt að fjórum árum.

15.2 Sektir má ákvarða lögaðila þó að sök verði ekki sönnuð á fyrirsvarsmenn eða starfsmenn hans eða aðra þá einstaklinga sem í þágu hans starfa, enda hafi brotið orðið eða getað orðið til hagsbóta fyrir lögaðilann.

V. KAFLI
Lagastoð, gildistaka o.fl.

16. gr.

16.1 Reglugerð þessi er sett samkvæmt ákvæðum laga nr. 7/1998, um hollustuhætti og mengunarvarnir, einkum 5. gr. laganna.

16.2 Reglugerðin er sett með hliðsjón af XX. viðauka EES-samningsins, tölul. 2ab og 14 (tilskipun 80/779/EBE, sbr. 81/857/EBE og 89/427/EBE, og ákvörðun 96/511/EB).

16.3 Reglugerðin öðlast gildi við birtingu.

Umhverfisráðuneytinu, 29. október 1999.

Siv Friðleifsdóttir.

Magnús Jóhannesson.

Fylgiskjal.

Umhverfismörk (gæðamarkmið) fyrir hámarksmengun andrúmslofts.

Umhverfismörk fyrir SO_2 og svifryk eru sett þau sömu og gæðamarkmið.

Efni	Viðmiðunartími	Mörk
Brennisteinsdíoxíð (SO_2)	Sólarhringur	50 µg/m^3
	Ár og vetur	30 µg/m^3
Svifryk (Þ < 10 µm)	Sólarhringur	130 µg/m^3
	Ár og vetur	40 µg/m^3

Mörk fyrir vetur og ár eru meðaltöl sem mengun má ekki fara yfir. Vetur er skilgreindur frá 1.10. til 31.3. ár hvert. Mörk fyrir sólarhring eða skemmri tíma skulu vera undir umhverfismörkum í 98% tilvika á ári. Svifryksmælingar eru miðaðar við þyngdarmælingar, sbr. IV. viðauka.

I. VIÐAUKI

Sjá umhverfismörk í fylgiskjali.

II. VIÐAUKI

Sjá gæðamarkmið í fylgiskjali.

III. VIÐAUKI

Tilvísunaraðferðir við sýnatöku og greiningu.

A. Brennisteinsdíoxíð.

Við beitingu tilvísunaraðferðarinnar við sýnatöku og greiningu til að ákvarða brennisteinsdíoxíð er notaður búnaður sem lýst er í alþjóðlega staðlinum ISO–4219, 1. útgáfu 1979/09/15. Sýnatökutíminn er venjulega 24 stundir.

Tilvísunaraðferð við greiningu er lýst nákvæmlega í V. viðauka; hún er byggð á tillögu að alþjóðlegum staðli ISO DP–6767, endurskoðaðri útgáfu frá febrúar 1979: „loftgæði – ákvörðun massastyrks brennisteinsdíoxíðs í andrúmslofti – tetraklórmerkúrat (TCM)/pararósanilín–aðferð". Þessi greiningaraðferð byggist á reglunni um litefnahvarf við pararósanilín.

B. Svifryk.

Við greiningu á svertustigi og umreikning í þyngdarmælieiningar er litið svo á að sú aðferð, sem stöðluð er af vinnuhópi OECD er fjallar um aðferðir til að mæla mengun og mælingartækni (1964), sé tilvísunaraðferðin.

IV. VIÐAUKI

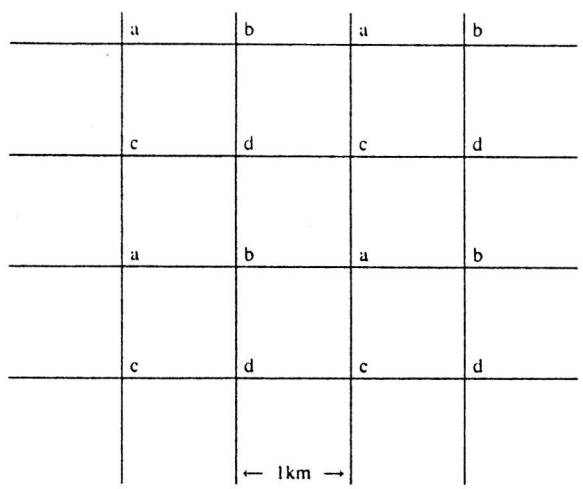
Um brennisteinsdíoxíð og svifryk (mælt með þyngdarmælingu).

Viðmiðunarmörk. Sjá fylgiskjal.

Sýnatöku- og greiningaraðferðir fyrir:

i) Brennisteinsdíoxíð

– *Sýnatökuaðferð:* Sjá viðauka III.



Mynd 1
Tilhögun sýnatöku.

– *Greiningaraðferð:* Sjá viðauka III.

ii) Svifryk

– *Sýnatökuaðferð:*

1. Svifrykinu er safnað í síu sem er annaðhvort gerð úr himnu eða trefjagleri.
2. Sýnatökukerfið samanstendur af:
   – síu,
   – síuhaldara,
   – dælu,
   – loftrúmmálsmæli.
3. Sýnatökukerfi felur ekki í sér búnað til að sundurgreina rykagnirnar.
4. Mælitími er 24 stundir.
5. Sían er varin gegn beinni útfellingu agna og gegn beinum áhrifum aðstæðna í andrúmsloftinu.
6. Síurnar sem notaðar eru skulu að minnsta kosti geta síað 99% þeirra agna sem eru 0,3 µm að loftfræðilegu þvermáli.
7. Hraði loftsins við yfirborð síunnar er milli 33 og 55 sm/sek að báðum stærðum meðtöldum. Ef trefjaglersíur eru notaðar má hraðaminnkunin meðan á sýnatöku stendur ekki fara yfir 5% en 25% ef síur með himnu eru notaðar.
8. Að minnsta kosti 100 sýnatökur skulu fara fram á árinu og skal þeim dreift jafnt á allt árið.
   – *Greiningaraðferð:*
   a) Greining fer fram með vigtun.
   b) 1. Himnusíurnar skulu stilltar af fyrir og eftir sýnatöku, með því að halda þeim við jafnan hita milli 90 og 100°C í tvær stundir og hafa þær síðan í þurrkara í tvær stundir áður en þær eru vigtaðar.
   b) 2. Glertrefjasíurnar skulu stilltar af fyrir og eftir sýnatöku, með því að láta þær vera í 24 stundir í andrúmslofti við 20°C og 50% rakastig áður en þær eru vigtaðar.

V. VIÐAUKI

Tilvísunaraðferðin við greiningu brennisteinsdíoxíðs

Loftgæði – ákvörðun massastyrks brennisteinsdíoxíðs í andrúmslofti – tetraklórmerkúrat (TCM)/pararósanilín-aðferð.

1. *Umfang.*
   Hér er mælt fyrir um litrófsmælingaraðferð til ákvörðunar á massastyrk brennisteinsdíoxíðs í andrúmslofti. Staðallinn felur bæði í sér sýnatöku- og greiningaraðferðir.
2. *Gildissvið.*
   Hægt er að ákvarða massastyrk brennisteinsdíoxíðs milli 7 og 1150 µg/m^3 með sýnatökuaðferðinni sem lýst er í þessum staðli.

   Athugasemd.
   Sé nauðsynlegt að ákvarða meiri styrk má nota til þess ákveðinn hluta af sýnatökulausn smærri loftsýni en staðallinn tilgreinir. Í slíkum tilvikum verður að ákvarða gleypni miðað við það rúmmál og styrk þann sem rannsaka skal.
   Truflunum vegna þungmálma, köfnunarefnisoxíða, ósons og afoxaðra brennisteinssambanda (t.d. vetnissúlfíðs og þíóla) er eytt eða dregið úr þeim. Brennisteinssýra og súlföt hafa ekki áhrif. Ekki hefur verið staðfest með tilraunum að brennisteinstríoxíð hafi áhrif þar sem allar líkur eru á því að það gangi í samband við vatn og verði að brennisteinssýru í gleypnilausninni.
3. *Helstu aðferðir.*
   Tilteknu loftmagni er dælt gegnum natríumtetraklórmerkúratlausn (TCM – lausn) sem

gleypir brennisteinsdíoxíðið í loftsýninu með myndun díklórsúlfítmerkúratsambands. Sýnatökulausnin er meðhöndluð með súlfamíðsýrulausn til að eyða nítratjónum sem myndast úr köfnunarefnisoxíðum í loftinu. Hún er síðan meðhöndluð með formaldehýðlausn og sýrubleiktu pararósanilíni sem inniheldur fosfórsýru til að ná pH-gildi 1,6 ± 0,1.

Pararósanilín, formaldehýð og bísúlfítjón hvarfast og mynda hina litsterku pararósanilínmetýlsúlfónsýru, er hegðar sér sem tveggja lita indíkator (l_max = 548 nm við pH 1,6 ± 0,1).

Brennisteinsdíoxíðstyrkur er lesinn af kvörðunarlínuriti sem gert er á grundvelli staðlaðra loftblandna (6.3.1). Í sumum tilvikum kann að vera heppilegt, eftir því hvaða búnaði rannsóknarstofan hefur yfir að ráða, að nota til reglubundins eftirlits natríumbísúlfítlausnir af þekktum styrk í stað hinna stöðluðu loftblandna. Þá aðferð ætti einungis að nota eftir nákvæma stöðlun.

4. *Hvarfefni.*

4.1. Öll hvarfefni skulu vera af þeim gæðum að henti til greiningar (pro analysi).
Sé ekki annað tekið fram er með vatni átt við eimað vatn. Það skal vera án oxunarefna og helst tvíeimað úr eimingartæki sem er úr gleri eingöngu.

4.2. Gleypnilausn: Natríumtetraklórmerkúrat (TCM), 0,04 mól/l.
10,9 g af kvikasilfurs(II)klóríði, 4,7 g af natríumklóríði og 0,07 g af dínatríumetýlendíamíntetraasetati (EDTA) eru leyst upp í vatni og þynnt í 1 lítra.
Lausnin endist mánuðum saman en er ónýt ef botnfall myndast.

Athugasemdir.

1. Það magn af EDTA sem er sett út í kemur í veg fyrir hugsanleg áhrif frá þungmálmum fyrir allt að 60 µg af járni(III), 10 µg af mangani(II), 10 µg af krómi(III), 10 µg af kopar(II) og 22 µg af vanadíum(V) í 10 ml af gleypnilausn.
2. Lausnin er baneitruð og þarf að fara með hana samkvæmt því. Aðferð til að endurvinna kvikasilfrið eftir greininguna er lýst í viðauka C. Ef gleypnilausn slettist á húð þarf að skola hana tafarlaust af með vatni.

4.3. Saltsýra, 1 mól/l.
86 ml af óþynntri saltsýru, HCl, (p = 1,19 g/ml) eru þynntir í 1 lítra.

4.4. Pararósanilínhýdróklóríðstofnlausn, 0,2%.
Leysið 0,2 g af pararósanilínhýdróklóríði, $C_{19}H_{17}N_3HCl$, upp í 100 ml af saltsýru (4.3).

Athugasemd.
Pararósanilínhýdróklóríð sem notað er við gerð stofnlausnarinnar skal vera hreinna en 95% (sjá viðauka D), og sýna hámarksgleypni við 540 nm í stuðpúðalausn úr ediksýru og natríumasetati (0,1 mól/l). Ennfremur skal gleypni blindsýnis ekki fara yfir 0,10 þegar það er búið til samkvæmt lýsingu í 6.2.
Hvarfefni sem ekki uppfylla þessar kröfur eru ónýt nema þau séu hreinsuð. Hreinsun getur farið fram með kristöllun eða útskiljun (sjá viðauka D).

4.5. Fosfórsýra, 3 mól/l.
205 ml af óblandaðri fosfórsýru, H_3PO_4 (p = 1,69 g/ml) eru þynntir með vatni í 1 lítra.

4.6. Pararósanilínhvarfefnalausn.
20 ml af pararósanilínhýdróklóríðstofnlausn (4.4) og 25 ml af fosfórsýru (4.5) eru fluttir með pípettu í 250 ml mælikolbu, sem síðan er fyllt með vatni upp að merkinu. Þetta hvarfefni endist mánuðum saman sé það geymt í myrkri.

4.7. Formaldehýð – vinnulausn.
5 ml af 40% formaldehýðlausn, HCHO, eru fluttir með pípettu í 1 lítra mælikolbu, sem síðan er fyllt með vatni upp að merkinu. Búin til daglega.

4.8. Súlfamíðsýra, 0,6% vinnulausn.
0,6 g af súlfamíðsýru, NH_2SO_3H, eru leyst upp í 100 ml af vatni.
Lausn þessi endist nokkra daga ef hún kemst ekki í snertingu við loft.

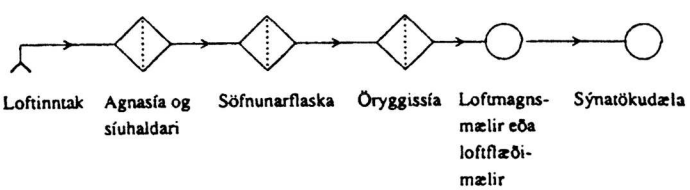
4.9. Stofnlausn af natríumbísúlfíti.
0,3 g af natríummetabísúlfíti, $Na_2S_2O_5$, eru leyst upp í 500 ml af nýsoðnu en kældu eimuðu vatni (æskilegt er að nota vatn sem er tvíeimað og hreinsað af lofti). Lausnin inniheldur milli 320 og 400 µg af jafngildum brennisteinsdíoxíðs á ml. Raunverulegur styrkur er ákvarðaður með því að bæta umframmagni af joði í hluta af lausninni og títra til baka með staðlaðri natríumþíósúlfatlausn (sjá viðauka B).
Lausnin endist skammt.

4.10. Stöðluð natríumbísúlfítlausn.
Strax eftir að natríumbísúlfítstofnlausnin (4.9) hefur verið gerð eru 2,0 ml af henni fluttir með pípettu í 100 ml mælikolbu sem síðan er fyllt upp að merkinu með natríumtetraklórmerkúratlausn (4.2).
Lausn þessi endist í 30 daga ef hún er geymd við 5°C. Við stofuhita endist hún aðeins í einn dag.

5. *Tæki.*

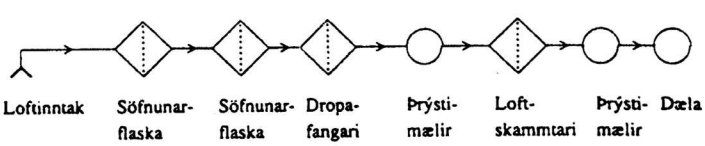
5.1. Sýnatökubúnaður.
Búnaður sá sem nota skal við sýnatöku er tilgreindur í ISO/DIS 4219, loftgæði – mæling á loftkenndum efnasamböndum í andrúmslofti – sýnatökubúnaður eins og sýndur er á mynd 1.

Mynd 1
Skýringarmynd af sýnatökubúnaði.



Í stað loftmagnsmælis má nota sprautunál í hitastilltum kassa sem loftskammtara. Sé það gert verður dælan að geta náð þrýstingshlutfalli p_d/p_u= 0,5, þar sem p_d táknar þrýsting á undan nálinni, p_u á eftir henni (sjá 5.5).
Búnaðurinn er sýndur á mynd 2.

Mynd 2



5.2. Söfnunarflöskur.
Söfnunarflöskur verða að hafa a.m.k. 95% brennisteinsdíoxíðgleypni svo fullnægjandi sé. Dæmi um hentugar söfnunarflöskur eru sýnd í viðauka A.
Gleypni er háð lögun flösku, stærð loftbóla og því hve lengi þær eru í snertingu við lausnina. Hægt er að ákvarða hana með því að raðtengja aðra söfnunarflösku við hina fyrri og finna hlutfallið milli brennisteinsdíoxíðmagns í fyrri flöskunni og brennisteinsdíoxíðmagns beggja flaskna samanlagt. Séu notaðar litlar gasþvottaflöskur við þær aðstæður sem lýst er í 6.1 kemur í ljós að gleypni er yfir 98%.
Sé blanda af brennisteinsdíoxíði og lofti eins og greinir í 6.3.1 notuð til stillingar er gleypni búnaðarins gefin upp sjálfkrafa.

5.3 Vetnissúlfíðsafnari.
Glerrör fyllt kvartsull, sem gegndreypt hefur verið með lausn er inniheldur 0,5% silfursúlfat, Ag_2SO_4, og 2,5% kalíumhýdrógensúlfat, $KHSO_4$. Kvartsullin er gegndreypt með því að leiða lausnina tvisvar gegnum rörið og þurrka hana síðan með upphitun í köfnunarefnisstraumi.

5.4 Sýnaflöskur.
Pólýetýlenflöskur, 100 ml, til að flytja gleypnilausnirnar til rannsóknarstofu að aflokinni sýnatöku.

5.5 Þrýstimælir.
Tveir þrýstimælar, nákvæmir upp að 1000 Pa, til þrýstingsmælinga þegar notaður er loftskammtari í stað loftmagnsmælis.

5.6. Litrófsmælir eða litmælir.
Litrófsmælir eða litmælir sem hentar til mælingar á gleypni við um það bil 550 nm. Þegar notaður er litrófsmælir skal nota bylgjulengd 548 nm. Sé litmælir notaður ætti sían að hafa hámarksgegnhleypni við um það bil 550 nm. Ef litrófsborði mælisins er breiðari en 20 nm kunna að koma upp vandamál með núlllausn.
Þegar gleypni er mæld skal nota sömu sellu fyrir sýni og staðallausnir. Ef fleiri en ein sella er notuð verður að samstilla þær fyrir litrófsmælingu.

6. *Aðferð.*

6.1 Sýnataka.
10 ml af TCM–lausninni (4.2) er hellt í söfnunarflösku, og hún síðan sett í sýnatökubúnaðinn (mynd 1). Meðan taka sýna fer fram skal gleypnilausninni hlíft við sólarljósi með því að hylja söfnunarflöskuna með viðeigandi vörn, svo sem álpappír, til að koma í veg fyrir niðurbrot hvarfefna. Tími og hraði loftflæðis við innsogið fara eftir magni brennisteinsdíoxíðs í loftinu.
Við notkun lítilla gasþvottaflaskna ætti hraði loftflæðis að vera milli 0,5 og 1 l/mín. Lágmarksmagn af lofti sem sogað er inn ætti að vera 25 lítrar.
Til þess að ná sem bestum árangri ætti að velja hraða loftflæðis og sýnatökutíma þannig að gleypnin verði 0,5 – 3,0 µg (0,2 – 1,2 µl við 25°C og 101,325 kPa) af brennisteinsdíoxíði á ml af gleypnilausn.
Leiki grunur á að loftið innihaldi vetnissúlfíð verður að fjarlægja það með vetnissúlfíðsafnara (5.3).
Safnarinn er settur á milli ryksíunnar og söfnunarflöskunnar.
Að lokinni sýnatökunni er rúmmál loftsýnisins ákvarðað og skráður hiti og þrýstingur andrúmsloftsins (7.1, athugasemd). Þurfi að geyma sýnið lengur en 24 stundir fyrir greiningu skal halda því við 5°C.

Athugasemd.
Ef botnfall kemur fram í sýnatökulausninni er ástæðan sennilega sú að Hg II hvarfast við afoxað brennisteinssamband. Botnfallið er fjarlægt með síun eða skiljun í skilvindu fyrir greiningu.

6.2. Greining.

Sýni eiga að standa í að minnsta kosti 20 mínútur eftir sýnatökuna til að gefa innilokuðu ósoni færi á að brotna niður. Síðan er sýnatökulausnin flutt yfir í 25 ml mælikolbu og notaðir um það bil 5 ml af vatni til hreinsunar.

Núlllausn er búin til með því að hella 10 ml af ónotaðri gleypnilausn (4.2) í 25 ml mælikolbu, bæta við hvarfefnum eins og lýst er hér á eftir og lesa af gleypnina miðað við eimað vatn með því að nota 10 mm sellur. Þetta gildi er borið saman við það gildi sem skráð var fyrir núlllausnina þegar kvörðunarferillinn var gerður. Mismunur sem nemur meira en 10% á þessum tveimur gildum er til marks um óhreinindi í eimaða vatninu eða hvarfefnunum eða niðurbrot þeirra og verður þá að búa til ný hvarfefni.

Einum ml af súlfamíðsýrulausn (4.8) er hellt í hverja kolbu og látið hvarfast í 10 mínútur til að eyða nítrati frá köfnunarefnisoxíðum. Síðan er með pípettu bætt út í kolburnar nákvæmlega 2 ml af formaldehýðlausninni (4.7) og 5 ml af pararósanilín-hvarfefninu (4.6). Fyllt er upp að merkinu með nýsoðnu og kældu eimuðu vatni og látið standa í hitastilltum kassa við 20°C. Eftir 30–60 mínútur er mæld gleypni sýnisins og núlllausnarinnar með eimuðu vatni í viðmiðunarsellunni.

Litlausnin má ekki verða eftir í sellunni því að þá sest litalag innan á hliðarnar.

Athugasemd

Það tryggir betri niðurstöðu í litaþróuninni ef hvarfefnin eru sett út í með jöfnu millibili, t.d. einnar mínútu.

Lausnir með meiri gleypni en er í staðallausnum með mesta styrknum skal þynna allt að sexfalt með núlllausninni til að aflestur verði innan kvarðans. Þessi aflestur er þó aðeins vísbending innan ± 10% til eða frá réttu gildi á gleypninni.

6.3. Kvörðun.

6.3.1. Kvörðun með blöndu af brennisteinsdíoxíði og lofti.

Blöndur af brennisteinsdíoxíði og lofti eru búnar til samkvæmt staðlinum ISO/DIS 6349.

Til þess að geta teiknað kvörðunarferilinn sem sýnir tengslin milli gleypninnar og brennisteinsdíoxíðstyrks þarf að minnsta kosti fjögur mismunandi styrkstig fyrir brennisteinsdíoxíð á bilinu sem mælt er fyrir um í 2. lið.

Sýnatökuaðferðinni og greiningaraðferðinni sem lýst er annars vegar í 6.1 og hins vegar í 6.2 er beitt á hverja staðalblöndu. Gleypnigildin eru merkt inn sem fall af brennisteinsdíoxíðstyrknum og kvörðunarferillinn teiknaður.

6.3.2. Kvörðun með natríumbísúlfítlausn.

Með pípettu eru fluttir 0, 1,0, 2,0, 3,0, 4,0 og 5,0 ml skammtar af staðallausn natríumbísúlfíts (4.10) yfir í röð af 25 ml mælikolbum. Bætt er í hverja kolbu nógu miklu af natríumtetraklórmerkúratlausn (4.2) til að magnið verði um það bil 10 ml. Síðan er bætt við hvarfefnunum eins og lýst er í 6.2. Gleypnin í kolbunum er mæld með eimuðu vatni í viðmiðunarsellunni. Til þess að ná meiri nákvæmni er nauðsynlegt að nota jafnhitabað. Hitanum við kvörðunina má ekki skakka meira en ± 1°C frá hitanum við greininguna.

Gleypnin í lausnunum (lóðhnit) er teiknuð sem fall af míkrógrömmum af brennisteinsdíoxíði, reiknuðum eins og lýst er í viðauka B. Þá fást línuleg tengsl. Skurðpunktur milli lóðrétta ássins og þeirrar línu sem liggur næst punktunum er venjuleg innan 0,02 gleypnieininga frá aflestrinum fyrir núlllausnina (staðalnúllpunktur) ef notuð er 10 mm sella. Kvörðunarþátturinn (andstæða gildið við hallatölu línunnar) er reiknaður út. Þennan kvörðunarþátt má nota við útreikning á niðurstöðunum að því

tilskildu að veruleg breyting verði hvorki á hita né pH-gildi. Mælt er með að minnsta kosti einu staðfestingarsýni fyrir hverja röð til þess að tryggja áreiðanleika þessa þáttar.

7. *Framsetning niðurstaðna.*

7.1. Útreikningar.

Massastyrkur brennisteinsdíoxíðs í sýninu er reiknaður þannig:

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

SO_2 = massastyrkur brennisteinsdíoxíðs í $\mu g/m^3$,
f = kvörðunarþátturinn (sjá 6.3.2),
a_s = gleypni í sýnatökulausninni,
a_b = gleypni í núlllausn,
V = magn loftsýnis í rúmmetrum.

Athugasemd.

Ef þörf er á að vita um brennisteinsdíoxíðstyrkinn við viðmiðunarskilyrðin (25°C, 1 bar) verður í stað rúmmálsins V af uppsafnaða loftinu að setja samsvarandi rúmmálsgildi við viðmiðunarskilyrðin, V_R:

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

p = loftþrýstingurinn í börum,
T = hiti loftsýnisins í °C.

7.2. Greiningarmörk.

Greiningarmörkin fyrir brennisteinsdíoxíð í 10 ml af TCM-sýnatökulausn liggja á milli 0,2 og 1,0 $\mu g/m^3$ (grundvallað á tvöföldu staðalfráviki). Þetta samsvarar massastyrk brennisteinsdíoxíðs milli 7 og 33 $\mu g/m^3$ (0,002 – 0,011 ppm) í loftsýni sem er 30 l (t.d. einnar klukkustundar sýnataka með 0,5 l/mín).

7.3. Nákvæmni og hittni.

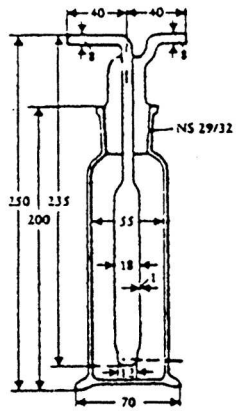
Nákvæmni og hittni aðferðarinnar hafa ekki ennþá verið ákvörðuð með neinni vissu með tilliti til mismikils massastyrks brennisteinsdíoxíðs og söfnunargetan er ekki heldur þekkt fyrir hið fjölbreytta úrval sýnatöku- og prófunarkerfa.

Hlutfallslegt staðalfrávik í sambærilegri TCM-aðferð fyrir endurtekningu tilraunarinnar hefur reynst vera 17 $\mu g/m^3$ við styrkinn $\mu g/m^3$ [1)].

8. *Heimildarit.*

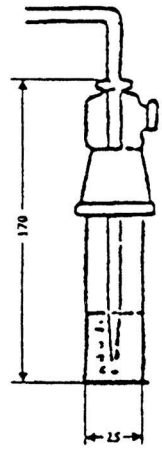
[1)] H.C. McKee, R. E. Childers, O. Saenz: Collaborative Study of Reference Method for Determination of Sulphur Dioxide in the Atmosphere (Pararosaniline Method). Contract CPA 70–40, SwRI Project 21–2811. Environmental Protection Agency, Research Triangle Park, N.C., Sept. 1971.

VIÐAUKI A
Söfnunarílát.



Muenke-flaska

75 ml
4 op, 1 á botninum,
hvert 1,5 Ø



Lítil gasþvottaflaska

VIÐAUKI B
Stöðlun natríumbísúlfítstofnlausnarinnar (4.9).

B1. *Hvarfefni.*

B.1.1. Joðlausn, 0,05 mól/l.
Stofnlausn.
Vigtuð eru 12,7 g af joði, I_2, í 250 ml bikarglas og bætt út í 40 g af kalíumjoðíði, KI, og 25 ml af vatni. Hrært er í þangað til allt er leyst upp og lausninni síðan hellt magnbundið yfir í eins lítra mælikolbu. Fyllt er upp að merkinu með vatni.

B.1.2. Joð-vinnulausn, um það bil 0,005 mól/l.
50 ml af stofnlausninni af joði (B.1.1) eru þynntir í 500 ml með vatni.

B.1.3. Mjölvaindíkatorlausn, 0,2%.
0,4 g af leysanlegum mjölva og 0,002 g af kvikasilfurs(II)-joðíði, HgI_2 (rotvarnarefni) eru mulin sundur með smávegis af vatni og deigið smám saman sett út í 200 ml af sjóðandi vatni. Suðunni er haldið áfram uns lausnin er tær en síðan er hún kæld og flutt yfir í flösku með glertappa.

B.1.4. Natríumþíósúlfatlausn, um það bil 0,1 mól/l.
25 g af natríumþíósúlfati, $Na_2S_2O_3.5H_2O$, eru leyst upp í 1 lítra af nýsoðnu og eimuðu vatni og bætt út í 0,1 g af natríumkarbónati. Lausnin er látin standa í einn dag áður en hún er stöðluð.
Fyrir stöðlunina eru vigtuð 1,5 g af kalíumjoðati, KIO_3, af hæsta gæðaflokki, þurrkuð við 180°C í 500 ml mælikolbu og þynnt með vatni upp að merkinu. Með pípettu eru fluttir 50 ml af joðatlausninni yfir í 500 ml joðflösku. Bætt er við 2 g af kalíumjoðíði og 10 ml af saltsýru, óblandaðri sýru þynntri í hlutfallinu 1:10. Tappi

er settur í flöskuna. Eftir 5 mín. er títað með natríumþíósúlfatlausn þangað til liturinn er orðinn fölgulur. Bætt er út í 5 ml af mjölvaindíkatorum og títrað til loka. Mólstyrkur natríumþíósúlfatlausnarinnar, M, er reiknaður þannig:

$$M = \frac{g\ KIO_3 \times 10^3 \times 0{,}1}{ml\ natríumþíósúlfatlausn \times 35{,}67}$$

B.1.5. Natríumþíósúlfatlausn, um það bil 0,01 mól/l.
50,0 ml af natríumþíósúlfatlausninni (B.1.4) er þynnt í 500 ml með vatni og blandað saman. Lausnin endist skammt og verður að búa hana til daginn sem á að nota hana með því að þynna stöðluðu natríumþíósúlfatlausnina (B.1.4).

B.2. *Aðferð.*
25 ml af vatni er hellt í 500 ml kolbu og með pípettu eru fluttir 50 ml af joðlausninni (B.1.2) í kolbuna (hér táknuð sem kolba A/núlllausn). Með pípettu eru fluttir 25 ml af natríumbísúlfítstofnlausninni (4.9) í aðra 500 ml kolbu og með pípettu eru fluttir 50 ml af joðlausninni (B.1.2) í þá kolbu (hér táknuð sem kolba B/sýni). Kolbunum er lokað með tappa og efnin látin hvarfast í 5 mínútur. Með býrettu sem inniheldur natríumþíósúlfatlausn (B.1.5) er títrað í kolbunum hvorri á eftir annarri þangað til liturinn er fölgulur. Þá er bætt út í 5 ml af mjölvalausninni (B.1.3) og títrun haldið áfram þangað til blái liturinn hverfur. Brennisteinsdíoxíðstyrkurinn í natríumbísúlfatstofnlausninni (4.9) er reiknaður þannig:

þar sem $$SO_2\ (\mu g/ml = \frac{(A - B) \times M \times K}{V}$$

A = rúmmál natríumþíósúlfatlausnar (B.1.5) sem þarf til að títra núlllausn, í milli lítrum
B = rúmmál natríumþíósúlfatlausnar (B.1.5) sem þarf til að títra sýnið, í millilítrum
M = mólstyrkur natríumþíósúlfatlausnarinnar (=0,01)
K = jafngildismólmassi brennisteinsdíoxíðs í míkrógrömmum = 32,030
V = natríumbísúlfítstofnlausn notuð, í millilítrum
Styrkur brennisteinsdíoxíðs í bísúlfítstaðallausninni (4.10) fæst með því að deila í niðurstöðuna með 50.

VIÐAUKI C
Kvikasilfur fjarlægt úr afgangslausnum.

Í þessum viðauka er lýst aðferð til að fjarlægja úr afgangslausnum það kvikasilfur sem safnast hefur upp við notkun gleypnilausnarinnar (4.2).

C.1. *Hvarfefni.*

C.1.1. Natríumhýdroxíðlausn, um það bil 400 g af NaOH á lítra.

C.1.2. Vetnisperoxíð H_2O_2, um það bil 30%, iðnaðargæði.

C.1.3. Natríumsúlfíð, $Na_2S.9H_2O$ iðnaðargæði.

C.2. *Aðferð.*
Í pólýetýlenílát með rúmmál um það bil 50 lítra er safnað þeim afgangslausnum þar sem kvikasilfursmagn er of mikið til að hella megi þeim í vaskinn. Þegar safnast hafa um það bil 40 lítrar er bætt út í lausnina í eftirfarandi röð, um leið og hrært er í með loftbólustreymi gegnum lausnina, nægilegu magni af natríumhýdroxíðlausn (C.1.1) til hlutleysingar ásamt 400 ml til viðbótar. Síðan er bætt út í 100 g af natríumsúlfíði (C.1.3) og eftir 10 mín. með hægð 400 ml af vetnisperoxíðlausn (C.1.2).

Blandan er látin standa í 24 stundir en síðan er tæri vökvinn fjarlægður og honum fleygt. Botnfallið er flutt yfir í annað ílát.

VIÐAUKI D

Eiginleikar og hreinsun pararósanilíhýdroklóríðs.

D.1. *Prófun á hreinleika hvarfefnisins.*

1 ml af PRA-lausninni (4.4) er þynntur í 100 ml með eimuðu vatni. 5 ml af því eru fluttir yfir í 50 ml mælikolbu og út í bætt 5 ml af 0,1 M ediksýru-natríumasetati bufferlausn. Fyllt er upp að merkinu með vatni og blandað saman.

Beðið er í 1 klst. og síðan er gleypni lausnarinnar mæld í litrófsmæli við 540 nm í 10 mm sellu.

Styrkur pararósanilíns (PRA) er reiknaður þannig:

þar sem $$\% \text{ PRA} = \frac{\text{gleypni} \times K}{100 \text{ mg}}$$

K = 21 300

Ef hreinleiki pararósanilínsins er undir 95% verður að hreinsa hvarfefni með einni þeirra aðferða sem lýst er í D.2 og D.3.

D.2. *Hreinsun með útskiljun.*

Í 250 ml skiljutrekt er haft í jafnvægi 100 ml annars vegar af 1-bútanóli og hins vegar af 1 M HCI. 0,1 g af pararósanilínhýdróklóríði (PRA) er vigtað í bikarglas. Í það er bætt 50 ml af sýrunni og látið standa í nokkrar mínútur. 50 ml af 1-bútanólinu er hellt í 125 ml skiljutrekt. Sýrulausnin, sem inniheldur litarefnið, er flutt yfir í trektina og hreinsuð með útskiljun. Fjólublá óhreinindin færast yfir í lífræna fasann. Neðri (vatns-) fasinn er fluttur yfir í aðra skiljutrekt og bætt út í 20 ml skömmtum af 1-bútanóli. Þetta nægir venjulega til að fjarlægja næstum öll fjólublá óhreinindin sem hafa áhrif á núlllausnina. Ef enn eru fjólublá óhreinindi í 1-bútanólfasanum eftir fimm útskiljanir er þessum sendingum litarefna fleygt.

Eftir lokaútskiljunina er vatnsfasinn síaður gegnum bómullartappa yfir 50 ml mælikolbu og síðan er fyllt upp að merkinu með 1 M HCI. Þessi hvarfefnastofnlausn er rauðgul.

Athugasemd.

Vissar sendingar af 1-bútanóli innihalda oxunarefni sem skapa þörf fyrir brennisteinsdíoxíð. Þetta er kannað með því að hrista saman 20 ml af 1-bútanóli og 5 ml af 15% kalíumjoðíðlausn. Ef gulur litur kemur fram í alkóhólhlutanum er 1-bútanólið endureimað frá silfuroxíði.

D.3. *Hreinsun með umkristöllun.*

1 g af pararósanlilínhýdróklóríði er leyst upp í 250 ml af 2,5 M saltsýru. Lausnin er látin standa í tvær stundir við stofuhita. Eftir síun er pararósanilín fellt út að nýju með því að bæta út í smávegis umframmagni af 2,5 M natríumhýdroxíðlausn.

Botnfallið er sett á síutrekt (gljúpleiki 3). Síuvökvinn ætti að vera litlaus. Botnfallið er skolað með eimuðu vatni til að fjarlægja umframmagn af natríumhýdroxíði og það natríumklóríð sem hefur myndast.

Botnfallið er leyst upp í 70 ml af metanóli sem er hitað upp að suðumarki og að lokum er bætt við 300 ml af vatni við 80°C . Lausnin er látin standa við stofuhita. Pararósanilín fellur út aftur smám saman. Afrakstur umkristöllunar er um það bil 64%. Pararósanilín verður dökkleitt milli 200 og 205°C og sundrast við 285°C.

Heimildarit

H.G.C. King and U.G. Pruden: The determination of sulphur dioxide with rosaniline dyes. Analyst 94, 43–48 (1969).