ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 70283— 2022

Охрана окружающей среды

ПОВЕРХНОСТНЫЕ И ПОДЗЕМНЫЕ ВОДЫ

Общие требования к методам определения нефтепродуктов в природных и сточных водах

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2022

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Индивидуальным предпринимателем Б.В. Боравским

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 409 «Охрана окружающей природной среды»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 5 октября 2022 г. № 1076-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Оформление. ФГБУ «РСТ», 2022

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Охрана окружающей среды

ПОВЕРХНОСТНЫЕ И ПОДЗЕМНЫЕ ВОДЫ

Общие требования к методам определения нефтепродуктов в природных и сточных водах

Environmental protection. Surface and underground waters. General requirements for methods of determination petroleum products content in natural and waste waters

Дата введения — 2023—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает общие требования к методам определения нефтепродуктов в природных водах (поверхностных и подземных) и в сточных водах (далее — в воде).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 26098 Нефтепродукты. Термины и определения

ГОСТ 27384 Вода. Нормы погрешности измерений показателей состава и свойств

ГОСТ 29169 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29227 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29228 (ИСО 835-2—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 2. Пипетки градуированные без установленного времени ожидания

ГОСТ 29229 (ИСО 835-3—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 3. Пипетки градуированные с временем ожидания 15 с

ГОСТ 29251 (ИСО 385/1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29252 (ИСО 385/2—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 2. Бюретки без установленного времени ожидания

ГОСТ 29253 (ИСО 385/3—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 3. Бюретки с временем ожидания 30 с

ГОСТ Р 59024 Вода. Общие требования к отбору проб

ГОСТ Р 59053 Охрана окружающей среды. Охрана и рациональное использование вод. Термины и определения

ГОСТ Р 70279 Охрана окружающей среды. Качество поверхностных и подземных вод. Термины и определения

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте федерального органа исполнительной власти в сфере стандартизации в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячно издаваемого информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если

Издание официальное

заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ 26098, ГОСТ Р 59053, ГОСТ Р 70279 и по [1].

4 Требования к отбору проб при определении в воде нефтепродуктов

4.1 Общие требования к отбору проб по ГОСТ Р 59024.

4.2 Пробы хранят в плотно закрытой стеклянной емкости не более 8 ч при комнатной температуре, не более 1 сут — при температуре не выше 10 °С, не более 4 сут — при температуре не выше 5 °С.

4.3 При невозможности проведения анализа в течение сроков хранения по 4.2 пробу консервируют путем доведения pH пробы до 2 ед. pH или менее, добавляя концентрированную соляную кислоту или разбавленную (1:1) серную кислоту. pH контролируют с помощью индикаторной бумаги.

4.4 При высоком содержании в пробе нефтепродуктов (сильный запах нефтепродуктов, появление пленки после отстаивания пробы) и необходимости хранения ее более 4 сут пробу дополнительно консервируют добавлением при интенсивном перемешивании 10 $см^3$ применяемого при анализе экстрагента. Объем добавленного экстрагента учитывают при дальнейшем анализе пробы.

4.5 Законсервированные пробы можно хранить в плотно закрытой стеклянной емкости при температуре не выше 5 °С в течение 1 мес.

5 Общие требования к методам определения в воде нефтепродуктов

5.1 Методы определения в воде нефтепродуктов должны удовлетворять следующим общим требованиям:

- обеспечивать диапазон измерений массовой концентрации нефтепродуктов в воде в диапазоне от 0,5 ПДК до 10 ПДК или более широком.

Примечание — Предельно-допустимые концентрации (ПДК) нефтепродуктов в различных типах вод приведены в [2];

- погрешность измерений массовой концентрации нефтепродуктов не должна превышать норм погрешности по ГОСТ 27384;
- при определении содержания нефтепродуктов должно быть предусмотрено отделение веществ, содержащихся в пробе воды и влияющих на результаты определения.

5.2 Применяемые реактивы должны быть «химически чистыми» (х.ч.). Допускается применять реактивы со степенью чистоты «чистые для анализа» (ч.д.а.).

5.3 Применяемая лабораторная мерная посуда должна соответствовать второму классу точности по ГОСТ 1770, ГОСТ 29169, ГОСТ 29227, ГОСТ 29228, ГОСТ 29229, ГОСТ 29251, ГОСТ 29252, ГОСТ 29253.

5.4 Применяемые методики (методы) измерений массовой концентрации нефтепродуктов должны быть аттестованы и зарегистрированы в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений в установленном порядке.

5.5 Виды методов определения содержания в воде нефтепродуктов приведены в приложении А.

Приложение А
(справочное)

Виды методов определения содержания в воде нефтепродуктов

А.1 Для определения содержания в воде нефтепродуктов применяют следующие методы, основанные на различных физических свойствах нефтепродуктов и в достаточной степени обеспеченные в методическом, метрологическом и аппаратурном плане:

- ИК-спектрофотометрии;
- гравиметрический;
- флуориметрический;
- газовой хроматографии;
- хромато-масс-спектрометрии.

Примечание — Первые три метода позволяют определить только суммарное содержание нефтепродуктов, последние — идентифицировать качественный и количественный состав веществ.

А.2 Определение содержания в воде нефтепродуктов включает, как правило, стадии их концентрирования и отделения мешающих веществ.

К методам концентрирования нефтепродуктов относят жидкофазную, твердофазную, сверхкритическую флюидную и газовую экстракцию, различные хроматографические методы (адсорбционная, распределительная, осадочная и газовая хроматография).

Мешающие определению нефтепродуктов вещества чаще всего отделяют методом колоночной хроматографии на оксиде алюминия, силикагеле или фторосиле.

А.3 В основе всех методов, перечисленных в А.1, лежит экстракция компонентов нефти из исследуемой пробы с помощью различных веществ, а затем определение количества углеводородных соединений.

А.4 Применяемые технологии лабораторных исследований могут давать отличающиеся друг от друга результаты, поэтому выбор метода зависит от целей анализа.

А.5 Метод ИК-спектрофотометрии заключается в выделении эмульгированных и растворенных нефтяных компонентов из воды экстракцией четыреххлористым углеродом, хроматографическом отделении нефтепродуктов от сопутствующих органических соединений других классов на колонке, заполненной сорбентом (оксидом алюминия), и количественном их определении по интенсивности поглощения С-Н связей в инфракрасной области спектра. Диапазон измеряемых концентраций нефтепродуктов в воде находится выше уровня ПДК.

Метод ИК-спектрофотометрии требует обязательной градуировки средств измерений с использованием стандартных образцов состава.

А.6 Гравиметрический метод основан на экстракции нефтепродуктов из анализируемой пробы малополярными растворителями (хлороформ, гексан, четыреххлористый углерод, пентан, петролейный эфир, фреон (хладон) — (1,1,2-трихлор-1,2,2-трифторэтан); очистке экстракта от полярных веществ пропусканием его через колонку с сорбентом (оксид алюминия II степени активности (содержащий 3 % H_2O), силикагель, флоросил (основной силикат магния), удалении экстрагента путем его выпаривания и количественном определении гравиметрическим методом. Диапазон измеряемых концентраций нефтепродуктов в воде находится выше уровня ПДК.

Основное достоинство гравиметрического метода заключается в том, что исключается необходимость использования стандартных образцов такого же качественного и количественного состава, как и исследуемая проба. Также не требуется предварительная градуировка средств измерений.

А.7 Флуориметрический метод основан на экстракции нефтепродуктов гексаном из пробы воды, очистке при необходимости экстракта с последующим измерением интенсивности его флуоресценции, возникающей в результате оптического возбуждения

Преимуществами этого метода определения нефтепродуктов являются высокая чувствительность и экспрессность анализа. Аналитический сигнал в данном методе формируют ароматические углеводороды; поэтому для градуировки анализаторов используют стандартные образцы состава на основе нефтепродуктов, в частности минеральных масел. Спектральный диапазон возбуждения должен быть от 260 до 290 нм, а регистрации — от 310 до 340 нм.

А.8 Методом газовой хроматографии определяют массовую концентрацию нефтепродуктов в природной (поверхностной и подземной) воде, в том числе воде источников питьевого водоснабжения, а также в сточной воде с массовой концентрацией нефтепродуктов не менее 0,02 мг/дм^3. Метод основан на экстракционном извлечении

нефтепродуктов из пробы воды экстрагентом, очистке экстракта от полярных соединений сорбентом, анализе полученного элюата на газовом хроматографе, суммировании площадей хроматографических пиков углеводородов в диапазоне времен удерживания равным и (или) более н-октана (C_8H_{18}) и расчете содержания нефтепродуктов в воде по установленной градуировочной зависимости. Этот метод позволяет определить не только общее содержание нефтепродуктов, но и проводить идентификацию состава нефтепродуктов.

А.9 Метод хромато-масс-спектрометрии основан на комбинации двух самостоятельных методов — метода хроматографии, посредством которого проводят разделение смеси на компоненты, и метода масс-спектрометрии, с помощью которого осуществляют идентификацию и установление строения веществ, количественный анализ. Используется для численного и качественного выявления содержания отдельных элементов в нефтепродуктах.

Библиография

[1] Водный кодекс Российской Федерации от 3 июня 2006 г. № 74-ФЗ

[2] СанПиН 1.2.3685-21 Гигиенические нормативы и требования к обеспечению безопасности и (или) безвредности для человека факторов среды обитания, утверждены постановлением Главного государственного санитарного врача РФ от 28 января 2021 г. № 2 (зарегистрированы в Минюсте России 29 января 2021 г. № 62296)

УДК 502.51:006.354 ОКС 13.020.40

Ключевые слова: охрана окружающей среды, поверхностные воды, сточные воды, определение нефтепродуктов

Редактор *Г.Н. Симонова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.В. Бучная*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 06.10.2022. Подписано в печать 13.10.2022. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,70.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «РСТ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru