Изображение государственного Герба Республики Казахстан

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

**Техногенный грунт**

**КАЧЕСТВО ГРУНТА ПОСЛЕ ПЕРЕРАБОТКИ, УТИЛИЗАЦИИ И ОЧИСТКИ ОТ НЕФТИ И НЕФТЕПРОДУКТОВ**

**СТ РК \_\_\_\_– 202\_**

*Настоящий проект стандарта не подлежит*

*применению до его утверждения*

**Комитет технического регулирования и метрологии**

**Министерства торговли и интеграции Республики Казахстан**

**(Госстандарт)**

**Астана**

**Предисловие**

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** ТОО «Meridian Systems»
2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Приказом Председателя Комитета технического регулирования и метрологии Министерства торговли и интеграции Республики Казахстан от \_\_\_\_\_\_\_\_ года № \_\_\_\_\_\_
3. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

*Информация об изменениях к настоящему стандарту (рекомендациям по стандартизации) публикуется в ежегодно издаваемом информационном каталоге «Документы по стандартизации», а текст изменений и поправок – в периодически издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в периодически издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты»*

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Комитета технического регулирования и метрологии Министерства торговли и интеграции Республики Казахстан

**Содержание**

[1 Область применения 1](#_Toc121680096)

[2 Нормативные ссылки 1](#_Toc121680097)

[3 Термины и определения 2](#_Toc121680098)

[4 Сокращения 2](#_Toc121680099)

[5 Общие требования по обращению нефтезагрязненными грунтами и нефтешламами 2](#_Toc121680100)

[6 Этапы обращения с отходами, загрязненными НП 4](#_Toc121680101)

[7 Требования к сбору, транспортировке и хранению отходов, содержащих НП 4](#_Toc121680102)

[7.1 Сбор отходов, загрязненных НП 4](#_Toc121680103)

[7.2 Транспортировка отходов, содержащих НП 4](#_Toc121680104)

[7.3 Хранение отходов, загрязненных НП 5](#_Toc121680105)

[8 Переработка и утилизация нефтезагрязненных грунтов 5](#_Toc121680106)

[9 Требования безопасности 6](#_Toc121680107)

[Приложение А *(обязательное)* Методы определения нефтепродуктов в почве 7](#_Toc121680108)

[Библиография 16](#_Toc121680118)

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

**Техногенный грунт**

**КАЧЕСТВО ГРУНТА ПОСЛЕ ПЕРЕРАБОТКИ, УТИЛИЗАЦИИ И ОЧИСТКИ ОТ НЕФТИ И НЕФТЕПРОДУКТОВ**

**Дата введения \_\_\_\_\_\_\_**

# Область применения

Настоящий стандарт распространяется на почву, грунты загрязненные нефтью и нефтепродуктами и устанавливает требования к качеству грунта после переработки, утилизации и очистки от нефти и нефтепродуктов.

Настоящий стандарт используется для установления руководящих принципов и общих положений по ремедиации (очистки) почв и грунтов, загрязненных нефтью и нефтепродуктами (далее – отходы НП).

Настоящий стандарт предназначен для повышения уровня безопасности жизни и здоровья людей, охраны окружающей среды, охраны объектов животного, растительного мира и других природных ресурсов, имущества юридических и физических лиц.

# Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные документы по стандартизации. Для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного нормативного документа (включая все его изменения):

СТ РК 1497–2006 Ресурсосбережение. Термины и определения

СТ РК ГОСТ Р ИСО 14050–2002 Управление окружающей средой. Словарь

ГОСТ 12.1.005–88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

[ГОСТ 12.1.007–76](https://meganorm.ru/Data2/1/4294852/4294852044.htm) Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

[ГОСТ 12.1.019–](https://meganorm.ru/Data2/1/4294852/4294852038.htm)2017 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 17.4.4.02–2017 Охрана природы. Почвы. Методы отбора и подготовки проб для химического, бактериологического, гельминтологического анализа

ГОСТ 1770–74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 4204–77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

[ГОСТ 5180](https://files.stroyinf.ru/Data2/1/4294853/4294853441.htm)–2015 Грунты. Методы лабораторного определения физических характеристик

ГОСТ 6709–72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 8136–85 Оксид алюминия активный. Технические условия

ГОСТ 20288–74 Реактивы. Углерод четыреххлористый. Технические условия

ГОСТ 24104–2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

*Проект, 1 редакция*

ГОСТ 25336–82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 30772–2001 Ресурсосбережение. Обращение с отходами. Термины и определения

Примечание – При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов по каталогу «Документы по стандартизации» по состоянию на текущий год и соответствующим периодически издаваемом информационном указателе, опубликованном в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться замененным (измененным) документом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

# Термины и определения

В настоящем стандарте применяются термины по СТ РК 1497, ГОСТ 30772, СТ РК ГОСТ Р ИСО 14050, а также следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **Нефтезамазученный грунт (НЗГ):** Почвы и грунты, загрязненные нефтью и нефтепродуктами.

3.2 **Нефтешлам (НШ):** Сложные физико-химические смеси, которые состоят из [нефтепродуктов](https://ru.wikipedia.org/wiki/%D0%9D%D0%B5%D1%84%D1%82%D0%B5%D0%BF%D1%80%D0%BE%D0%B4%D1%83%D0%BA%D1%82%D1%8B" \o "Нефтепродукты), механических примесей (глины, окислов металлов, песка) и воды.

3.3 **Нефтезагрязненные отходы (НЗО):** Отходы, загрязненные нефтью и нефтепродуктами.

3.5 **Нефтепродукты: С**меси углеводородов и некоторых их производных, а также индивидуальные химические соединения, получаемые при переработке нефти.

3.6 **Ремедиация (очистка):** Восстановление изначальных показателей объекта – почв, грунтов, придонных отложений, поверхностей зданий и сооружений путем устранения опасных последствий загрязнения нефтью и нефепродуктами в результате биологической обработки.

3.7 **Техногенный грунт:** Грунт, измененный, перемещенный или образованный в результате инженерно-хозяйственной деятельности человека

# Сокращения

В настоящем стандарте применяются следующие сокращения с соответствующими обозначениями:

НЗГ – нефтезамазученный грунт;

НЗО – нефтезагрязненные отходы;

НП – нефтепродукты;

НШ – нефтешлам;

ПДК – предельно-допустимые концентрации;

ПРП – почвенно-растительный покров.

# Общие требования по обращению нефтезагрязненными грунтами и нефтешламами

5.1 Основными этапами обращения с НЗГ и НШ, подлежащим ремедиации (очистке), являются:

* выявление отходов, загрязненных нефтью и НП;
* при необходимости, сбор отходов, загрязненных нефтью и НП, в виде почв и грунтов;
* при необходимости, транспортировка загрязненных нефтью и НП почв и грунтов;
* хранение отходов, загрязненных нефтью и НП;
* восстановление и удаление отходов, загрязненных нефтью и НП, ремедиация (очистка) нефтезагрязненных участков (территорий) методами, установленными в разделе 8.

Владельцам отходов, загрязненных нефтью и НП, необходимо устанавливливать дополнительные требования в течение их технологического цикла по:

* выбору места хранения и обращения;
* разработке плана действий на случай чрезвычайных ситуаций и мероприятий, осуществляемых в случае аварии, включая процедуры восстановления и удаления, очистки загрязненной территории до предельно допустимых уровней концентрации НП в в образованных в результате восстановления отходов веществах или материалах.
* выводу из эксплуатации объектов по обращению с отходами, в том числе проведение инспекционных проверок перед выводом и в процессе вывода объекта из эксплуатации, разработке плана по сведению к минимуму образования отходов, содержащих НП.

5.2 При обращении с отходами, загрязненными нефтью и НП, необходимо обеспечивать принцип иерархии управления отходами.

При удалении применять микроорганизмы-деструкторы, прошедшие всестороннюю проверку на лабораторных животных (белых мышах и крысах) на безопасность в специальных токсикологических центрах, аттестованных на соответствие требованиям GLP. Указанные микроорганизмы должны быть паспортизированы (сертифицированы) и депонированы в Национальной коллекции промышленных микроорганизмов. На них должно быть получено токсиколого-гигиеническое Заключение о безопасности, в соответствии с [1].

5.3 Предприятия и организации независимо от их организационно-правовой формы и подчиненности в чьей собственности находятся отходы НЗГ и НШ должны обеспечивать неукоснительное соблюдение требований настоящего стандарта [2].

5.4 Нарушение требований настоящего стандарта влечет ответственность, установленную действующим законодательством Республики Казахстан [2].

5.5 Предупреждение образования отходов, загрязненных нефтью и НП, и сведение их появления к минимуму

5.5.1 В целях предупреждения образования отходов, загрязненных нефтью и НП, и сведение их появления к минимуму следует:

* выявлять технологии, в рамках которых образуются отходы, загрязненные нефтью и НП;
* предупреждать образование отходов, загрязненных нефтью и НП, путем модернизации оборудования, или внедоения альтернативных технологий, не связанных с образованием токсичных отходов;
* сводить к минимуму образование отходов, путем предотвращения разливов и утечек, оперативной локализации разливов и утечек, очистке контейнеров и емкостей, в которых содержатся нефтяные отходы, изоляции отходов, во избежание загрязнения других материалов.

5.6 Технологии обращения с отходами, избыточно загрязненными НП, НЗГ и НШ, на всех этапах технологического цикла должны предусматривать мероприятия противопожарной безопасности.

# Этапы обращения с отходами, загрязненными НП

6.1 Выявление отходов, загрязненных нефтью и НП

6.1.1 Отходы, загрязненные НП, могут находиться в твердом или полужидком состоянии.

6.1.2 Отходы (НЗГ и НШ), обычно образуются в результате хозяйственной деятельности:

6.2 Загрязнением почв нефтью и нефтепродуктами считается увеличение концентраций этих веществ до уровня, при котором:

* нарушается экологическое равновесие в почвенной системе;
* происходит изменение морфологических и физико-химических характеристик почвенных горизонтов;
* изменяются водно-физические свойства почв;
* нарушается соотношение между отдельными фракциями органического вещества почвы;
* снижается продуктивная способность земель.

6.3 Потенциальными источниками загрязнения природной среды нефтью и НП являются буровые площадки, буровые и промысловые амбары, нефтепромыслы, нефтепроводы, наземный транспорт.

# Требования к сбору, транспортировке и хранению отходов, содержащих НП

* 1. Сбор отходов, загрязненных НП

7.1.1 Для временного хранения отходов, загрязненных нефтью и НП в виде почв и грунтов, могут предусматриваться специальные хранилища (полигоны или шламонакопители). Такие хранилища в связи с необходимостью создаются на постоянной или временной основе в соответствии с [3].

7.1.2 Необходимо обеспечить применение экологически безопасных методов ремедиации (очистки) отходов, загрязненных НП.

7.1.3 НЗГ и НШ должны подвергаться ремедиации (очистке) по месту нахождения или с транспортировкой на специальные площадки илипредприятия для переработки.

* 1. Транспортировка отходов, содержащих НП

Отходы, загрязненные нефтью и НП, в виде почв или грунтов следует транспортировать экологически безопасным образом, чтобы можно было соответствующим образом проследить за их транспортировкой и установить конечный пункт назначения. До начала перевозки следует подготовить планы действий в чрезвычайной ситуации для сведения к минимуму экологических последствий, которые могут возникнуть в ходе транспортировки.

Транспортировка загрязненных грунтов на полигоны производится в соответствии с [4].

Транспортировку нефтяных отходов следует производить в специально оборудованном транспорте, исключающего возможность потерь по пути следования и загрязнения окружающей среды, а также обеспечивающего удобства при перегрузке:

* 1. транспорт для перевозки полужидких (пастообразных) НШ снабжается шланговым приспособлением для слива;
  2. при перевозке твердых и пылевидных НЗГ и НШ необходимо самостоятельное устройство или тара с захватными приспособлениями для разгрузки автокранами полигона;
  3. Хранение отходов, загрязненных НП

7.3.1 В соответствии с [5] НЗГ и НШ относятся к опасным отходам.

7.3.2 Складирование и хранение НЗГ и НШ следует производить на полигонах, промышленных отходов, шламонакопителях в соответствии с [3].

7.3.3 В соответствии с перечнем отходов для размещения на полигонах различных классов полигоны, расположенные на контрактной территории недропользователей, относятся к полигонам первого класса – для размещения опасных отходов в соответствии с [2].

7.3.4 На объекте для хранения отходов, загрязненных нефтью и НП, следует регулярно проводить инспекционные проверки для выявления возможных нарушений условий хранения, надежности систем пожарной сигнализации и пожаротушения, общего технического состояния хранилища.

# Переработка и утилизация нефтезагрязненных грунтов

8.1 Технология, применяемая для обезвреживания отходов НП, НЗГ и НШ определяется в зависимости от процентного загрязнения.

8.2 При загрязнении почв, грунтов отходами НП, НЗГ и НШ до 10 % применяется ремедиация (очистка) микроорганизмами в соответствии с требованиями настоящего стандарта.

8.3 При загрязнении почв, грунтов отходами НП, НЗГ и НШ свыше 10 % применяется совокупность физических, химических и при необходимости биологических технологических процессов направленных на:

* выделение из отходов почв, грунтов НП, НЗГ и НШ нефтяной составляющей;
* дополнительную очистку нефтяной составляющей и направление для производства товарного НП;
* почву (грунт) после извлечения от НП и нефти с оставшимся загрязнением менее 10% подвергают дополнительно очистке микроорганизмами в соответствии с требованиями настоящего стандарта.

8.4 Нормативы допустимого содержания нефтепродуктов в грунтах после проведения рекультивации и очистки

8.4.1 Допускается установление предельно допустимой концентрации содержания нефтепродуктов в грунтах и почвах отдельно для территории (месторождения) на основании научно-исследовательских работ в соответствии [6].

8.4.2 В случае отсутствия научно-исследовательских работ по конкретной территории (месторождению), предельно допустимая концентрация нефтепродуктов в почве, грунтах устанавливается в соответствии [7].

**Таблица 1 – Показатели уровня загрязнения земель химическими веществами**

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| Содержание (мг/кг), соответствующее уровню загрязнения | | | | |
| 1 уровень  допустимый | 2 уровень  низкий | 3 уровень  средний | 4 уровень  высокий | 5 уровень  очень высокий |
| < ПДК | от 1000 до 2000 | от 2000 до 3000 | от 3000 до 5000 | > 5000 |

8.4.3 Согласно 8.5.1 для территории промышленной зоны месторождения Каражанбас и промышленной зоны месторождения Жанаозен, в соответствии с [8] и [9], на основании интегральной оценки полученных экспериментальных данных, с учетом свойств нефти и почвы месторождения, гигиенической значимости обнаруженных изменений в качестве ПДК нефти в почве по минимальному общесанитарному (биологическому) показателю вредности, предельно допустимая концентрация НП в почве и грунтах устанавливается величина 3000 мг/кг.

8.5 Методы определения нефтепродуктов в почве

8.5.1 Определение нефтепродуктов в минеральных, органогенных, органоминеральных почвах и донных отложениях методом ИК-спектрометрии производится в соответствии с [10].

8.5.2 Определение нефтепродуктов в пробах почв и грунтов флуориметрическим методом производится в соответствии с [11].

8.5.3 Определение нефтепродуктов в почвах гравиметрическим методом производится соответствии с [12].

8.5.4 Определение нефтепродуктов (алифатических, ароматических) в почве методом газовой хроматографии производится соответствии с [13].

8.5.5 Определение нефтепродуктов (алифатических, ароматических) в почве методом газовой хроматографии производится соответствии с [14].

8.5.6 Определение нефтепродуктов в почве с помощью ИК-спектрофотометрии в соответствии с приложением А.

# Требования безопасности

9.1 В целях обеспечения охраны труда и техники безопасности следует обеспечивать надлежащую маркировку отходов, и использовать экологически безопасные методы восстановления и/или удаления этих отходов [14].

9.2 Следует обеспечивать профессиональную подготовку персонала всех уровней, занятых в сфере обращения НЗГ и НШ. К работам не допускаются сотрудники моложе 18 лет или имеющие медицинские противопоказания [14].

9.3 Персонал должен быть обучен надлежащим методам обращения с отходами, загрязненными НП, и допущен к работам после проведения аттестации [14].

9.4 Обеспечить мероприятия по технике безопасности персонала, занятого в сфере обращения с нефтяными отходами.

9.5 В целях защиты персонала и населения от химической и токсической опасности используют три основных способа, которые перечислены в порядке предпочтительности:

* недопущение какого-либо контакта персонала и населения со всеми потенциальными источниками загрязнения, содержащими НП;
* контроль загрязняющих веществ с целью сведения к минимуму возможности их воздействия на человека;
* обеспечение персонала индивидуальными средствами защиты.

# Приложение А

# *(обязательное)*

**Методы определения нефтепродуктов в почве**

# А.1 Область применения

Настоящий метод распространяется на выполнение измерений нефти и устанавливает количественный химический анализ почвы с помощью ИК-спектрофотометрии для определения в ней нефти в диапазоне концентраций от 20 до 7000 мг/кг.

# А.2 Сущность метода

Измерение концентраций нефти (*Н*) в почве основано на экстракции нефтяных углеводородов четыреххлористым углеродом, хроматографическом отделении от полярных соединений на оксиде алюминия и количественном определении на ИК-спектрофотометре.

# А.3 Требования безопасности и охраны окружающей среды

А.3.1 При работе с концентратомером КН-2 или другим аналогичным прибором следует соблюдать правила электробезопасности в соответствии с [ГОСТ 12.1.019](https://files.stroyinf.ru/Data2/1/4294852/4294852038.htm" \o "ГОСТ 12.1.019-79* ССБТ. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты) и инструкцией по эксплуатации прибора.

А.3.2 При выполнении анализов необходимо соблюдать технику безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007.

А.3.3 При работе с реактивами следует соблюдать необходимые меры безопасности, установленные для работы с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами по [ГОСТ 12.1.005](https://files.stroyinf.ru/Data2/1/4294852/4294852045.htm" \o "ГОСТ 12.1.005-88* ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны).

А.3.4 Все работы с четыреххлористым углеродом проводить под тягой и в перчатках, избегая попадание его на кожу. Следует помнить, что он отнесен к группе веществ, для которых в экспериментах на животных доказано канцерогенное действие.

А.3.5 Отработанные растворы утилизируют в установленном на предприятии порядке.

# А.4 Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений и обработке их результатов допускаются лица с квалификацией инженера-химика, знающие устройство и правила эксплуатации прибора.

# А.5 Требования к условиям измерений

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

А.5.1 Приготовление проб к анализу проводят в нормальных условиях при температуре воздуха (20 ± 5) °С, атмосферном давлении от 630 до 800 мм рт. ст. и влажности воздуха не более 80 %.

А.5.2 Выполнение измерений на концентратомере проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору и настоящими методическими указаниями.

# А.6 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

А.6.1 При выполнении измерений применяют следующие средства измерений (СИ):

* концентратомер КН-2 с диапазоном измерения нефти в углероде четыреххлористом от 0,02 до 250 мг/дм3;
* весы лабораторные специального или высокого класса точности с ценой деления не более 0,1 мг по ГОСТ 24104;
* меры массы по ГОСТ 1770;
* посуда стеклянная лабораторная по ГОСТ 25336;
* ГСО нефтепродукты в четыреххлористом углероде по ГСО 7424.

А.6.2 При выполнении измерений применяют следующие вспомогательные устройства и материалы:

* установка для очистки четыреххлористого углерода (колба круглодонная, дефлегматор, холодильник, аллонж) по ГОСТ 25336;
* аппарат для встряхивания АВУ-6с с диапазоном частот колебаний платформ 100-150/ ± 10 % колебаний/мин;
* колонка хроматографическая, с внутренним диаметром 7 мм, длиной 200 мм;
* штатив для хроматографических колонок;
* шкаф сушильный с регулируемой температурой в пределах от 50 °С до 160 °с
* муфельная печь типа ПМ-8;
* баня водяная;
* набор сит лабораторных;
* эксикатор;
* ступка фарфоровая с пестиком;
* стекловата или стекловолокно;
* фильтровальная бумага.

Примечание – Допускается использование других типов средств измерений и вспомогательного оборудования, посуды и материалов с метрологическими и техническими характеристиками не хуже указанных.

А.6.3 При выполнении измерений применяют следующие реактивы:

* четыреххлористый углерод, х.ч. по ГОСТ 20288;
* оксид алюминия для хроматографии, ч.д.а. для ГОСТ 8136;
* кислота серная, х.ч. по ГОСТ 4204;
* бихромат калия, ч.д.а.;
* вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Примечание – Допускается использование реактивов, изготовленных по другой нормативно-технической документации, в том числе импортных с классом чистоты не ниже указанных в настоящем стандарте.

**А.7 Подготовка к выполнению измерений**

Перед выполнением измерений проводят следующие работы:

* очистку четыреххлористого углерода;
* подготовку оксида алюминия;
* подготовку стекловаты;
* подготовку стеклянной посуды;
* приготовление образцов почвы;
* подготовку хроматографической колонки;
* установление нулевого значения шкалы концентратомера и установление градуировочной характеристики.

**А.7.1 Очистка четыреххлористого углерода**

Проверяют чистоту каждой партии в соответствии с инструкцией к прибору. В случае непригодности четыреххлористого углерода к работе выполняют его очистку. С этой целью его перегоняют, собирая фракцию с температурой кипения от 76 °С до 78 °С.

**А.7.2 Подготовка оксида алюминия**

Оксид алюминия с размером зерен от 0,10 до 0,25 мм (от 40 до 100 меш) промывают четыреххлористым углеродом, высушивают на воздухе в вытяжном шкафу, прокаливают в фарфоровой чашке в муфельной печи при температуре от 500 °С до 600 °С от 3 до 4 ч. После чего добавляют 3 % (по массе) дистиллированной воды и тщательно перемешивают, плотно закрывают и используют не ранее чем через 24 ч. Оксид алюминия хранят в эксикаторе. Срок хранения оксида алюминия 1 месяц. Использованный ранее для очистки оксид алюминия можно регенерировать промыванием его четыреххлористым углеродом, испарением растворителя и последующим прокаливанием при температуре от 300 °С до 400 °С от 3 до 4 ч.

**А.7.3 Подготовка стекловаты и стеклянной посуды**

Стекловату или стеклоткань промывают разбавленной (1:1) серной кислотой, дистиллированной водой и высушивают в сушильном шкафу при 105 °С.

Химическую посуду тщательно моют хромпиком, промывают дистиллированной водой и высушивают в сушильном шкафу.

**А.7.4 Подготовка проб**

Отбор проб почвы и их подготовка к анализу проводится в соответствии с ГОСТ 17.4.4.02. Образцы дерново-подзолистой среднесуглинистой почвы, высушивают до воздушно-сухого состояния по [ГОСТ 5180](https://files.stroyinf.ru/Data2/1/4294853/4294853441.htm" \o "ГОСТ 5180-84 Грунты. Методы лабораторного определения физических характеристик). Воздушно-сухие пробы хранят в матерчатых мешочках, в картонных коробках или в стеклянной таре в холодильнике при температуре от 4 °С до 5 °С не более 24 ч. Сухую пробу почвы рассыпают на бумаге или кальке и разминают пестиком крупные комки, затем выбирают включения – корни растений, насекомых, камни, стекло, уголь, кости животных, а также новообразования – друзы гипса, известковые журавчики. Почву растирают в ступке пестиком и просеивают через сито с диаметром отверстий 1 мм. Берут нужную навеску почвы.

**А.7.5 Подготовка хроматографических колонок**

В нижнюю часть вымытой и высушенной колонки помещают комочек стеклоткани или стекловаты. Затем в колонку засыпают 3 г оксида алюминия и вновь помещают слой стеклоткани или стекловаты (0,5 см).

**А.7.6 Экстракция**

Для экстракции нефти (*Н*) из почвы используют колбу вместимостью 0,25 дм3 (колба № 1). Навеску почвы всыпают в колбу № 1, туда же приливают 60 % требуемого объема четыреххлористого углерода. Рекомендуемые навески почвы (*Р*) и объемы четыреххлористого углерода (*V0*) при различном содержании нефти (*СН*) (отношение *V0/Р* должно быть не менее 1,5 см3/г) представлены в таблице А.1.

**Таблица А.1**

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| *СН*, мг/кг почвы | P, г | *V0*, см3 | Предполагаемая концентрация *Н* в элюате, мг/дм3 |
| 20 - 100 | 25 - 50 | 40 - 80 | 6 - 67 |
| 100 - 1000 | 10 - 50 | 15 - 80 | 13 - 667 |
| 1000 - 4000 | 5 - 50 | 15 - 80 | 63 - 2667 |
| 4000 - 7000 | 2 - 50 | 15 - 80 | 100 - 4666 |

Колбу закрепляют на стойке аппарата для встряхивания (вибратора). Включают вибратор и в течение 15 мин интенсивно перемешивают почву с четыреххлористым углеродом. Затем в течение 10 мин содержимое колбы отстаивают, жидкость через бумажный фильтр сливают в колбу с притертой пробкой (колба № 2). В колбу № 1 приливают оставшиеся 40 % от требуемого объема четыреххлористого углерода. Затем полностью повторяют операции по экстракции нефти из почвы. После отстаивания экстракт сливают в ту же колбу № 2 через бумажный фильтр.

**А.7.7 Очистка экстракта**

В подготовленную по А.7.5 хроматографическую колонку наливают 3 см3 четыреххлористого углерода для смачивания. Как только четыреххлористый углерод впитается в оксид алюминия, небольшими порциями вливают экстракт. При этом внимательно следят, чтобы уровень жидкости не опускался ниже слоя оксида алюминия. Полученный элюат собирают в мерный цилиндр. Первые 3 см3 элюата отбрасывают.

**А.7.8 Установление градуировочной зависимости показаний прибора  
от содержания углеводородов в четыреххлористом углероде**

Зависимость химического состава нефти от ее месторождения создает трудности при установлении градуировочной характеристики. Поэтому при определении загрязненности почвы нефтью неизвестного происхождения целесообразно пользоваться ГСО раствора нефти (углеводородов), в котором сбалансировано содержание основных классов углеводородов нефти: алканов, нафтенов и ароматических углеводородов.

**Раствор А** готовят из ГСО 7822-2000, представляющего собой раствор нефти (углеводородов – УВ) в четыреххлористом углероде, следующим образом. Ампулу вскрывают, раствор из ампулы аккуратно, без потерь переносят в мерную колбу вместимостью 50 см3 через воронку. Затем ампулу пятикратно промывают четыреххлори-стым углеродом, сливая четыреххлористый углерод в мерную колбу, тщательно обмывая поверхность воронки, и доводят объем раствора до метки четыреххлористым углеродом. Массовая концентрация полученного раствора 1000 мг/дм3.

Готовят **раствор Б** концентрацией углеводородов *Сув* в четыреххлористом углероде 100 мг/дм3. Для этого в мерную колбу емкостью 50 см3 приливают от 20 до 25 см3 четыреххлористого углерода, затем пипеткой в ту же колбу вводят 5 см3 раствора А и доводят объем до метки четыреххлористым углеродом.

**Градуировочные растворы № 1 - 8** готовят непосредственно перед использованием путем разбавления растворов А и Б (см. [таблицу](https://files.stroyinf.ru/Data2/1/4293847/4293847944.htm#i251736) А.2).

**Таблица А.2**

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| № раствора | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 |
| Объем А, см3 | - | - | - | - | - | 10,0 | 15,0 | 20,0 |
| Объем Б, см3 | 2,5 | 5,0 | 10,0 | 25,0 | 37,5 | - | - | - |
| Объем CCl4, см3 | 47,5 | 45,0 | 40,0 | 25,0 | 12,5 | 40,0 | 35,0 | 30,0 |
| *СУВ*, мг/дм3 | 5,0 | 10,0 | 20,0 | 50,0 | 75,0 | 200 | 300 | 400 |

Исходный четыреххлористый углерод по А.7.1 заливают в кювету и выставляют нулевое показание. Затем заливают в кювету раствор Б с концентрацией 100 мг/дм3 и выставляют показание 100. После этого последовательно заливают в кювету растворы № 1 - 6, Б, 6 - 8. Строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс концентрацию растворов (мг/дм3), а на оси ординат показания прибора. При *СУВ* > 400 мг/дм3 показания прибора указывают на то, что он находится в состоянии переполнения. В этом случае необходимо разбавление раствора углеводородов четыреххлористым углеродом, и истинная концентрация углеводородов в растворе CCl4 может быть определена расчетным путем.

**А.7.9 Установление градуировочной зависимости показаний прибора от содержания нефти в четыреххлористом углероде**

Если нефть, являющаяся источником загрязнения почвы, известного происхождения и может быть доступна, то градуировочную характеристику строят по этой нефти.

Готовят **раствор А** с концентрацией нефти в четыреххлористом углероде (*CH*) 1000 мг/дм3. Для этого в мерную колбу емкостью 50 см3 приливают от 20 до 25 см3 четыреххлористого углерода, затем пипеткой вводят 50 мг нефти, объем которой рассчитывают, как частное от деления массы нефти на ее плотность (например, при плотности нефти 0,840 г/см3 это будет 0,06 см3) и доводят объем раствора до метки четыреххлористым углеродом.

Готовят **раствор Б** с концентрацией *CH* в четыреххлористом углероде 100 мг/дм3. Для этого в мерную колбу емкостью 50 см3 приливают от 20 до 25 см3 четыреххлористого углерода, затем пипеткой в ту же колбу вводят 5 см3 раствора А и доводят объем раствора до метки четыреххлористым углеродом.

Готовят градуировочные растворы по А.7.8 с концентрацией *CH* 5,0; 10,0; 20,0; 50,0; 75,0; 200; 300; 400 мг/дм3. Далее все градуировочные растворы, а также раствор Б чистят, пропуская растворы по 8.7 через хроматографические колонки с оксидом алюминия. Получаемый в процессе очистки элюат собирают в колбочки. Исходный четыреххлористый углерод заливают в кювету и выставляют нулевое показание прибора. Затем заливают в кювету раствор Б и выставляют показание 100. Далее последовательно анализируют растворы 1 - 8. Строят градуировочный график аналогично А.7.8. При *CH* 5: 400 мг/дм3 показания прибора указывают на то, что прибор находится в состоянии переполнения. Необходимо разбавление полученного после очистки элюата четыреххлористым углеродом с последующим учетом этого разбавления при расчете концентрации нефти в элюате.

**А.7.10 Установление градуировочной зависимости показаний прибора КН-2  
от содержания нефти в сухой почве**

Устанавливают градуировочную зависимость содержания нефти в почве для определенного вида почвы.

Образцы почвы готовят по А.7.4. Масса каждого образца - 50 г. Для градуировки используют 5 навесок почвы с концентрациями *CH* = 0 (№ 0), 1000 (№ 1), 3000 (№ 2), 5000 (№ 3), 7000 (№ 4) мг/кгпочвы. Для этого в навески почвы №№ 1 - 4 пипеткой вносят 50, 150, 250 и 350 мг нефти, объем которой рассчитывают, как частное от деления массы нефти на ее плотность (например, при плотности нефти 0,84 г/см3 это будет 0,06, 0,18, 0,30 и 0,42 см3).

, (А.1)

или

, (А.2)

Почву тщательно перемешивают и перетирают ступкой в фарфоровой чашке. Далее каждый образец почвы помещают в колбу вместимостью 0,25 дм3 и экстрагируют по А.7.6 четыреххлористым углеродом (*Vo* = 75 см3). Экстракт очищают по А.7.7. Элюат собирают в пробирки с притертой пробкой. Далее готовят растворы для анализа. Для этого по 1 см3 растворов № 1 - 4 переносят в колбу емкостью 25 см3 и туда же добавляют 9 см3 четыреххлористого углерода, тем самым десятикратно уменьшая концентрацию нефти. Получают растворы № 110, № 210, № 310 и № 410. Элюат, полученный из экстракта № 0, непосредственно заливают в кювету и снимают показания концентратомера. По градуировочной зависимости, полученной по А.7.9, находят *CHo* в холостой пробе почвы. Последовательно заливают в кювету растворы 110, 210, 310 и 410. Снимают показания прибора и по градуировочной зависимости, полученной по 8.9, находят *CHк* в каждом растворе. В случае раствора № 410 (а возможно для некоторых типов почв, и в случае раствора № 310) прибор указывает на то, что он находится в состоянии переполнения. Поэтому элюат, собранный после очистки экстракта из образца почвы № 4, анализируют следующим образом. Для этого 1 см3 элюата переносят в колбу емкостью 25 - 50 см3, туда же добавляют 19 см3 четыреххлористого углерода, тем самым уменьшая *CH* в 20 раз, получают раствор № 420.

Заливают раствор в кювету, снимают показания прибора и по градуировочной зависимости по 8.9 находят *CHк* в растворе № 420. Концентрацию нефти в элюате для растворов № 1 - 4 находят по формуле:

(А.3)

*СНэ* – концентрация нефти в элюате, мг/дм3;

*СНк* – концентрация нефти, найденная по градуировочной зависимости по А.7.9, мг/дм3;

*К* – коэффициент разбавления элюата четыреххлористым углеродом.

, (А.4)

где *Va* – объем разбавленного элюата, см3 (по № 1 - 3 *Va* = 10 см3, по №4 *Vа* = 20 см3),

(А.5)

где *Vэ* – объем элюата, взятого для анализа, см3 (по № 1 - 4 *Vэ* = 1 см3);

– объем четыреххлористого углерода, добавленный к элюату для разбавления, см3 (по № 1 - 3   = 9 см3, по № 4   = 19 см3).

*СНо* - концентрация в элюате неспецифических составляющих почвенного гумуса, а также остаточных нефтепродуктов, которые могут быть в почве, взятой в качестве контрольной, найденная по градуировочной зависимости по А.7.9 для образца почвы с *СН* = 0 мг/кг (образец № 0).

Зная количество экстрагента – четыреххлористого углерода – *Vo* и массу образца почвы – *Р*, можно рассчитать концентрацию в почве нефти, экстрагированной четыреххлористым углеродом:

(А.6)

*СНр* - концентрация нефти в почве, полученная расчетным путем, исходя из показаний концентратомера, мг/кг.

Строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс расчетную концентрацию нефти *СНр*, а на оси ординат – *СН* – истинную концентрацию нефти в почве (в образцах почвы, приготовленных путем внесения заданных объемов нефти в навески почвы). Зависимость имеет линейный характер:

, (А.7)

где *D* – коэффициент пропорциональности, устанавливающий зависимость степени экстракции нефти из почвы четыреххлористым углеродом для данного вида почвы.

Устанавливают *D* для данного вида почвы как *tg*(*СН/СНр*).

**А.7.11 Контроль стабильности градуировочной характеристики**

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят после смены стандартных образцов и реактивов, но не реже одного раза в квартал. Образцами для контроля являют образцы массовой концентрации нефти, приготовленные согласно А.7.7- А.7.9.

Измеряют концентрацию нефти в образцах для контроля стабильности градуировочной характеристики. Градуировочная характеристика признается стабильной, если расхождение между заданным и измеренным значениями концентрации нефти не превышает 10 %.

Если расхождение превышает указанное значение, градуировку необходимо повторить.

Примечание – Лаборатория вправе устанавливать собственные значения нормативов, используемых при проведении контроля при условии, что они не превышают значений, приведенных в настоящем пункте.

**А.8 Проведение анализа почвы**

Анализируемый образец почвы готовят по А.7.4 Отвешивают нужную навеску и экстрагируют по  [А.7.6](https://files.stroyinf.ru/Data2/1/4293847/4293847944.htm#i218592). Экстракт подвергают очистке по А.7.7. Элюат собирают в колбу с притертой пробкой. Для предварительного анализа полученного элюата на содержание в нем нефти переносят 1 см3 элюата в колбу емкостью 25 см3 и приливают в эту же колбу 9 см3 четыреххлористого углерода, тем самым уменьшая концентрацию нефти в 10 раз. Заливают разбавленный элюат в кювету и снимают показания концентратомера. В случае показаний прибора в интервале от 0 до 400 мг/дм3 разбавление полученного в результате очистки элюата достаточно. В случае показаний прибора более чем 400 мг/дм3 элюат необходимо разбавлять более, чем в 10 раз. Если имело место загрязнение почвы *нефтью известного состава*, то концентрацию нефти в разбавленном элюате находят по градуировочной зависимости, полученной по А.7.9. Если же нефть недоступна, то ее концентрацию в разбавленном элюате находят по градуировочной зависимости, полученной по А.7.8.

**А.9 Обработка результатов измерений**

Концентрацию нефти в пробе почвы рассчитывают по формуле:

, мг/кгпочвы (А.8)

где *D* – коэффициент пропорциональности, полученный в результате обработки градуировочной зависимости действительной и измеренной концентрации нефти в почве, устанавливается для данного вида почвы;

*К* – коэффициент разбавления элюата четыреххлористым углеродом, см3/см3;

*СНк* – концентрация нефти в разбавленном элюате, определенная по градуировочной зависимости по А.7.9 (в случае доступности нефти, поступившей в почву), либо по А.7.8 (в случае недоступности нефти), мг/дм3;

*СНо* – концентрация в элюате неспецифических составляющих почвенного гумуса, а также остаточных нефтепродуктов, которые могут быть в почве, взятой в качестве контрольной, определенная либо по градуировочной зависимости по А.7.8, либо по А.7.9, мг/дм3;

*Vo* – объем исходного четыреххлористого углерода, взятый для экстракции нефти из образца почвы, дм3;

*Р* – навеска почвы, кг.

## А.10 Оформление результатов измерений

Результат измерения оформляют по форме, принятой в лаборатории предприятия в документах, предусматривающих его использование. Результат измерений представляют согласно формуле (А.9):

мг/кг (Р = 0,95),                                                     (А.9)

где  – результат измерений концентрация нефти в почве;

±Δ – абсолютное значение показателя точности методики.

Значение Δ рассчитывают по формуле:

*,* мг/кг  (А.10)

где – относительное значение показателя точности методики, которое приведено в таблице [А.2](http://gostrf.com/normadata/1/4293824/4293824651.htm#i58620).

Допустимо представлять результат в виде:

 ± л (Р = 0,95) при условии л < ,                              (А.11)

где ±л – абсолютное значение характеристики погрешности результатов измерений, установленное при реализации методики в лаборатории и обеспечиваемое контролем стабильности результатов измерений.

## А.11 Требования к показателям точности измерений

Приписанные характеристики показателей точности результатов измерений нефти в почве соответствуют характеристикам, приведенным в таблице А.2.

Таблица А.2 – Показатели точности измерений

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| Диапазон измерений, мг/кг | Показатель повторяемости,  σ*r,* % | Показатель внутрилабораторной прецизионности,  σ*R,* % | Показатель точности, ±δ, % |
| От 20 до 7000 | 0,3 | 4,4 | 9,4 |

Значения показателей прецизионности, повторяемости метода измерений используют при оценке приемлемости результатов измерений.

Значения показателя точности используют при:

* оформлении результатов измерений, выдаваемых лабораторией;
* оценке качества проведения испытаний в лаборатории;
* оценке возможности использования результатов измерений.

# Библиография

[1] Единые санитарно-эпидемиологические и гигиенические требования к товарам, подлежащим санитарно-эпидемиологическому надзору (контролю) (раздел 15 главы II), ​​​утвержденные Решением Комиссии​ таможенного союза​ от 28 мая 2010 года ​ № 299.

[2] Экологический Кодекс Республики Казахстан Кодекс Республики Казахстан от 9 января 2007 года № 212.

[3] СН РК 1.04-21-2013 Полигоны по обезвреживанию и захоронению токсичных промышленных отходов. Основные положения по проектированию.

[4] Правила перевозки опасных грузов автомобильным транспортом и перечня опасных грузов, допускаемых к перевозке автотранспортными средствами на территории Республики Казахстан, утвержденные приказом и.о. Министра по инвестициям и развитию Республики Казахстан от 17 апреля 2015 года № 460.

[5] Классификатор отходов, утвержденный приказом и.о. Министра экологии, геологии и природных ресурсов Республики Казахстан от 6 августа 2021 года № 314.

[6] Методические рекомендации по гигиеническому обоснованию ПДК химических веществ.

[7] РНД «Экологические требования в области охраны и использования земельных ресурсов.

[8] «Научное обоснование предельно допустимой концентрации нефти в почве для территории промышленной зоны месторождения Каражанбас» АО «Институт химических наук имени А.Б. Бектурова» 2019 год.

[9] «Научное обоснование предельно допустимой концентрации нефти в почве для территории промышленной зоны месторождения Жанаозен» АО «Институт химических наук имени А.Б. Бектурова» 2019 год.

[10] ПНДФ 16.1:2.2.22-98 Методика выполнения измерений массовой доли нефтепродуктов в минеральных, органогенных, органоминеральных почвах и донных отложениях методом ИК-спектрометрии.

[11] ПНД Ф 16.1:2.21-98 "КХАП. Методика измерений массовой доли нефтепродуктов в пробах почв и грунтов флуориметрическим методом на анализаторе жидкости "Флюорат-02" (М 03-03-2012).

[12] Методика выполнения измерений массовой доли нефтепродуктов в почвах гравиметрическим методом.

[13] Методика выполнения измерений нефтепродуктов (алифатических, ароматических) в почве методом газовой хроматографии.

[14] Приказ Министра по инвестициям и развитию Республики Казахстан от 30 апреля 2015 года № 540«Об утверждении Правил перевозки пассажиров, багажа и грузов на воздушном транспорте».

**МКС 13.060**

**Ключевые слова:** техногенный грунт, нефть, нефтепродукты, переработка, утилизация, очистка, нефтезамазученный грунт, нефтешлам, нефтезагрязненные отходы, ремедиация

**МКС 13.060**

**Ключевые слова:** техногенный грунт, нефть, нефтепродукты, переработка, утилизация, очистка, нефтезамазученный грунт, нефтешлам, нефтезагрязненные отходы, ремедиация

РАЗРАБОТЧИК:

Товарищество с ограниченной ответственностью «Meridian Systems»

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Директор  ТОО «Meridian Systems» |  | А. Мырзашов |
| Эксперт  ТОО «Meridian Systems» |  | Д. Акимжанова |