



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК
B09C 1/00 (2022.08)

(21)(22) Заявка: 2022112341, 04.05.2022

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
04.05.2022

Дата регистрации:
26.01.2023

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 04.05.2022

(45) Опубликовано: 26.01.2023 Бюл. № 3

Адрес для переписки:

400002, г. Волгоград, пр. Университетский, 26,
ФГБОУ ВО Волгоградский ГАУ, Долговой
А.И.

(72) Автор(ы):

Мещеряков Максим Павлович (RU),
Мещерякова Елена Геннадьевна (RU),
Хавронина Вера Николаевна (RU),
Якубов Виктор Вадимович (RU),
Зотов Вячеслав Геннадьевич (RU),
Мещеряков Илья Максимович (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Федеральное государственное бюджетное
образовательное учреждение высшего
образования "Волгоградский
государственный аграрный университет"
(ФГБОУ ВО Волгоградский ГАУ) (RU)

(56) Список документов, цитированных в отчете
о поиске: RU 2754448 C1, 02.09.2021. RU
2681120 C2, 04.03.2019. RU 2124397 C1,
10.01.1999. US 6143692 A, 07.11.2000. JP
2005048147 A, 24.02.2005.

(54) Способ очистки и рекультивации нефтезагрязненных почв

(57) Реферат:

Изобретение относится к области сельского хозяйства, а именно к способу очистки и рекультивации нефтезагрязненной почвы. Способ очистки и рекультивации нефтезагрязненных почв с использованием сорбента на основе природного цеолита с содержанием клиноптилолита 65-70% с размером фракций 1-3 мм и препарата гуминовой кислоты заключается в том, что природный цеолит предварительно насыщают 30-35% раствором гуминовой кислоты в течение 5-10 минут, после чего равномерно вносят дозой 100-150 г/кг загрязненной почвы и одновременно производят ее рыхление. Влажность почвы

поддерживают на уровне 70-80% наименьшей влагоемкости. Рекультивацию осуществляют в течение 4-5 месяцев, при этом температура воздуха окружающей среды может варьироваться от -2°C до максимальных положительных климатических значений. Технический результат - равномерное внесение препарата на основе цеолита в загрязненную почву в процессе рекультивации, снижение содержания нефтезагрязнений ниже 1 г/кг в течение 4-5 месяцев при температуре воздуха окружающей среды от -2°C до максимальных положительных климатических значений. 2 табл.

RU 2 789 008 C1

RU 2 789 008 C1

Таблица 1

| | Степень нефтезагрязнения почвы, г/кг | | |
|---|--------------------------------------|-------|-------|
| | 1-20 | 20-40 | 40-70 |
| Дозы внесения препарата при рекультивации, г/кг | 100 | 120 | 150 |

Таблица 2

| № п/п | Уровень содержания гуминовой кислот в растворе, % | Дозы внесения мелиоранта, г/кг | Исходное загрязнение до рекультивации, г/кг | Среднее значение остаточного загрязнения после рекультивации, г/кг | | | | |
|-------|---|--------------------------------|---|--|---------------|---------------|---------------|---------------|
| | | | | Через 1 месяц | Через 2 месяц | Через 3 месяц | Через 4 месяц | Через 5 месяц |
| 1 | 30 | 100 | 1-20 | 12,14 | 7,81 | 3,59 | 0,96 | - |
| 2 | 32 | 120 | 20-40 | 23,08 | 10,77 | 5,03 | 0,99 | - |
| 3 | 35 | 150 | 40-70 | 35,58 | 23,71 | 11,24 | 4,63 | 0,99 |

RU 2789008 C1

RU 2789008 C1



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(52) CPC
B09C 1/00 (2022.08)

(21)(22) Application: **2022112341, 04.05.2022**

(24) Effective date for property rights:
04.05.2022

Registration date:
26.01.2023

Priority:

(22) Date of filing: **04.05.2022**

(45) Date of publication: **26.01.2023** Bull. № 3

Mail address:

**400002, g. Volgograd, pr. Universitetskij, 26,
FGBOU VO Volgogradskij GAU, Dolgovoj A.I.**

(72) Inventor(s):

**Meshcheryakov Maksim Pavlovich (RU),
Meshcheryakova Elena Gennadevna (RU),
Khavronina Vera Nikolaevna (RU),
Yakubov Viktor Vadimovich (RU),
Zotov Vyacheslav Gennadevich (RU),
Meshcheryakov Ilya Maksimovich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Federalnoe gosudarstvennoe byudzhethnoe
obrazovatelnoe uchrezhdenie vysshego
obrazovaniya "Volgogradskij gosudarstvennyj
agrarnyj universitet" (FGBOU VO Volgogradskij
GAU) (RU)**

(54) **METHOD FOR CLEANING AND RECLAMATION OF OIL-CONTAMINATED SOILS**

(57) Abstract:

FIELD: agriculture.

SUBSTANCE: invention relates to the field of agriculture, and in particular to a method for cleaning and recultivating oil-contaminated soil. A method for cleaning and reclamation of oil-contaminated soils using a sorbent based on natural zeolite with a clinoptilolite content of 65-70% with a fraction size of 1-3 mm and a humic acid preparation consists in that the natural zeolite is preliminarily saturated with a 30-35% solution of humic acid for 5 -10 minutes, after which they evenly apply a dose of 100-150 g/kg of contaminated soil and

simultaneously loosen it. Soil moisture is maintained at the level of 70-80% of the lowest moisture capacity. Reclamation is carried out within 4-5 months, while the ambient air temperature can vary from -2°C to maximum positive climatic values.

EFFECT: uniform introduction of the drug based on zeolite into the contaminated soil in the process of reclamation, reducing the content of oil pollution below 1 g/kg for 4-5 months at ambient air temperature from -2°C to maximum positive climatic values.

1 cl, 2 tbl

Таблица 1

| | Степень нефтезагрязнения почвы, г/кг | | |
|---|--------------------------------------|-------|-------|
| | 1-20 | 20-40 | 40-70 |
| Дозы внесения препарата при рекультивации, г/кг | 100 | 120 | 150 |

Таблица 2

| № п/п | Уровень содержания гуминовой кислот в растворе, % | Дозы внесения мелиоранта, г/кг | Исходное загрязнение до рекультивации, г/кг | Среднее значение остаточного загрязнения после рекультивации, г/кг | | | | |
|-------|---|--------------------------------|---|--|---------------|---------------|---------------|---------------|
| | | | | Через 1 месяц | Через 2 месяц | Через 3 месяц | Через 4 месяц | Через 5 месяц |
| 1 | 30 | 100 | 1-20 | 12,14 | 7,81 | 3,59 | 0,96 | - |
| 2 | 32 | 120 | 20-40 | 23,08 | 10,77 | 5,03 | 0,99 | - |
| 3 | 35 | 150 | 40-70 | 35,58 | 23,71 | 11,24 | 4,63 | 0,99 |

RU 2789008 C1

RU 2789008 C1

Изобретение относится к области сельского хозяйства, а именно к способу очистки и рекультивации нефтезагрязненной почвы.

Известен способ рекультивации и очистки земель сельскохозяйственного назначения от токсичных загрязнителей путем внесения в почву гуминового сорбента, полученного в процессе гидратации деионизированной водой природного бурого угля, измельченного в результате тонкого помола до размера частиц не более 0,1 мм. Используемый сорбент увеличивает гигроскопичность почвы, препятствует поглощению растениями органических поллютантов и ионов металлов, увеличивает плодородие почвы (Патент RU №2205165, опубл. 27.05.2003).

К недостаткам описанного технического решения относится недостаточная изученность влияния гуминового сорбента на нефтяные углеводороды при очистке и восстановлении почв, так как в патенте приведены результаты оценки действия сорбента на засоленные почвы, почвы, загрязненные металлами, в том числе тяжелыми и органическими поллютантами полихлорбифенилами.

Известен способ очистки почвы от нефти и нефтепродуктов, по которому в почву поэтапно вносят многокомпонентный сорбент, сначала цеолит (64,5-73,2 вес. %) и шунгит (24,4-32,3 вес. %), а через неделю гумат калия (2,4-3,2 вес. %), при этом обработанную почву перекапывают в течение двух недель. (Патент RU №2681120, опубл. 04.03.2019).

К недостаткам известного технического решения, препятствующего достижению заявленного технического результата, можно отнести недостаточную степень очистки почвы от нефти и нефтепродуктов, в течение двух лет (двух сезонов) не более 88%.

За прототип выбран способ очистки и рекультивации нефтезагрязненных почв с использованием сорбента на основе цеолита, отличающийся тем, что в очищаемую почву вносят последовательно природный цеолит с содержанием клиноптилолита 65-70%, с размером фракций 1-3 мм, дозой внесения 150 г/кг почвы, и гуминовый порошокобразный препарат на основе бурового угля с содержанием гуминовых кислот не менее 73-82%, дозой внесения 15 г/м² почвы, осуществляют рыхление на глубину загрязнения, влажность почвы поддерживают на уровне 60%, рекультивацию осуществляют в течение 4-6 месяцев, температура воздуха окружающей среды должна быть выше +3°C. (Патент RU №2754448, опубл. 02.09.2021, Бюл. №25).

К недостаткам известного технического решения, препятствующего достижению заявленного технического результата, можно отнести сложность равномерного распределения по поверхности почвы порошокобразного препарата гуминовой кислоты на больших площадях, недостаточную скорость очистки почв, ограниченный диапазон температурного режима при воздействии препарата.

Задача - разработка эффективного способа рекультивации и очистки почв от нефтезагрязнений, основанного на применении комплексного природного мелиорирующего сорбента.

Технический результат - равномерное внесение препарата на основе цеолита в загрязненную почву в процессе рекультивации, снижение содержания нефтезагрязнений ниже 1 г/кг в течение 4-5 месяцев при температуре воздуха окружающей среды от -2°C до максимальных положительных климатических значений.

Технический результат достигается способом очистки и рекультивации нефтезагрязненных почв с использованием сорбента на основе природного цеолита с содержанием клиноптилолита 65-70%, с размером фракций 1-3 мм и препарата гуминовой кислоты, включающим рыхление на глубину загрязнения почвы, природный цеолит предварительно насыщают 30-35% раствором гуминовой кислоты в течение 5-

10 минут после чего равномерно вносят дозой 120-150 г/кг загрязненной почвы и одновременно производят ее рыхление, влажность почвы поддерживают на уровне 70-80% наименьшей влагоемкости, рекультивацию осуществляют в течение 4-5 месяцев, при этом температура воздуха окружающей среды варьируется от -А°С до

5 максимальных положительных климатических значений.

К существенным признакам, влияющим на достижение заявленного технического результата, относятся:

- доза внесения природного цеолита 100-150 г/кг очищаемой почвы;
- насыщение природного цеолита 30-35% раствором гуминовой кислоты в течение

10 5-10 минут;

- равномерное внесение препарата с одновременным рыхлением почвы;
- поддержание влажности почвы на уровне 70-80% наименьшей влагоемкости;
- период очистки и восстановления 4-5 месяцев;

15 - температура воздуха окружающей среды варьируется от -2°С до максимальных положительных климатических значений.

Гуминовые препараты и цеолиты - это сорбенты мелиоранты природного происхождения. Их использование увеличивает деструктивное влияние мелиоранта на нефтяные поллютанты, структурирует почву, повышает ее влагоемкость, воздухопроницаемость, порозность, стимулирует развитие почвенных микроорганизмов

20 деструкторов нефтяных углеводородов. За счет уникальных свойств природных цеолитов они могут насыщаться жидкими гуминовыми препаратами. Гуминовые кислоты обладают положительной биологической активностью и способны не только поддерживать развитие почвенной микробиоты, но и нейтрализовать действие различных почвенных загрязнителей. В результате применения природного цеолита с содержанием

25 клиноптилолита 65-70%, которые имеют кристаллическую структуру и обладают ионообменными свойствами.

Доза внесения природного цеолита составляет 100-150 г/ кг почвы в зависимости от степени ее загрязнения (Таблица 1) подтверждена опытно-экспериментальным путем и является оптимальной, что позволяет сократить норму внесения мелиоранта по

30 сравнению с прототипом. При уменьшении дозы, с учетом степени загрязнения почвы, снижается качество очистки от нефти и нефтепродуктов, а увеличение дозы при степени загрязнения 1-20 г/кг и 20-40 г/кг является экономически необоснованным, а в случае 40-70 г/кг отрицательно сказывается на физико-химических характеристиках почвы.

Опытным путем установлено, что для достижения заявленного технического

35 результата необходимо применение 30-35% раствора гуминовой кислоты, снижение процентного содержания гуминовых кислот в растворе для насыщения снижает степень очистки почвы от нефтяных загрязнителей и увеличивает срок ее рекультивации.

Насыщение природного цеолита путем полного погружения материала в раствор осуществляется в течение 5-10 минут. Данный временной интервал, установленный

40 опытным путем, является достаточным и необходимым для заполнения адсорбционных полостей природного цеолита. При сокращении времени замачивания насыщение является недостаточным, что в дальнейшем увеличивает время очистки, загрязненной нефтепродуктами почвы. Увеличение времени замачивания экономически нецелесообразно, т.к. не оказывает влияния на показатели качества очистки

45 загрязненной почвы, но увеличивает время производственного процесса.

Рыхление (перемешивание, вспашка грунта) на глубину загрязнения или на глубину пахотного слоя осуществляется одновременно с внесением препарата с целью сокращения времени производственного процесса может производиться

механизированно с использованием технических средств для внутрипочвенного внесения гранулированных удобрений, например, культиваторов, с возможностью автоматического регулирования дозы внесения.

5 Опытно-экспериментальным путем было установлено, что влажность почвы после внесения мелиоранта, насыщенного раствором гуминовой кислоты на протяжении
10 всего периода рекультивации необходимо поддерживать на уровне 70-80% наименьшей влагоемкости, при ее изменении как в одну, так и в другую сторону, происходит замедление ремедиационной работы компонентов мелиоранта в почве и в заданный период не удается достигнуть снижения содержания нефти и нефтепродуктов в
10 очищаемой почве ниже 1 г/кг.

15 Температура воздуха окружающей среды варьируется от -2°C до максимальных положительных климатических значений. Коэффициент корреляции температуры воздуха и почвы находится в прямой зависимости, но изменяется не пропорционально, на глубине 5-10 см значения температуры почвы и воздуха практически одинаковые,
15 а на глубине 15 см и более зависимость ослабевает, следовательно, при отрицательных значениях воздуха до -2°C в почвенных слоях ниже 15 см сохраняются положительные значения температур. При этом опытным путем было установлено, что сорбционные свойства вносимого мелиоранта и его стимулирующее воздействие на естественную почвенную микробиоту сохраняются, степень очистки почвы от нефтяных
20 углеводородов при загрязнении более глубоких почвенных слоев не снижается.

Оптимальный период очистки и восстановления почвы 4-5 месяцев установлен в ходе экспериментов, так как именно в течении этого периода достигается заявленный технический результат.

Данные по снижению нефтезагрязнений ниже 1 г/кг приведены в таблице 2.

25 Каждый эксперимент приводили в трехкратной повторности, параллельно, измерения проводили каждые 10 дней, по результатам трех параллельных измерений в каждом опыте находили среднеарифметическое значение, которое учитывали, как результат. Измерение содержания нефти и нефтепродуктов в почве осуществляли методом колориметрии.

30 Согласно ГОСТ Р 57447-2017 при оценке степени загрязнения земель и земельных участков нефтью и нефтепродуктами в качестве допустимого уровня принято использовать значение, равное 1,0 г/кг, но фоновые концентрации углеводородов в почвах значительно варьируются в зависимости от типа почв и могут быть выше 1,0 г/кг. Поэтому рекультивацию проводят до условного предела - допустимого остаточного
35 содержания нефти в почве (ДОСНП), - который разрабатывают с учетом природно-климатических, ландшафтных, почвенных и иных особенностей регионов, состава и свойств нефти, в ряде случаев - с учетом конечного прогнозируемого результата очистки почвы после технического и биологического этапов и потенциала (скорость, направленность процессов дальнейшего очищения и восстановления почв) после
40 завершения рекультивации.

Следовательно, заявленный способ очистки нефтезагрязненных почв позволяет повысить качество очистки в процессе рекультивации, сократить сроки восстановления почв, увеличить температурный диапазон допустимый при использовании вносимого мелиоранта. Снижение содержания нефтезагрязнений в почве ниже 1 г/кг, позволяет в
45 дальнейшем использовать их для выращивания сельскохозяйственных культур.

(57) Формула изобретения

Способ очистки и рекультивации нефтезагрязненных почв с использованием сорбента

на основе природного цеолита с содержанием клиноптилолита 65-70% с размером фракций 1-3 мм и препарата гуминовой кислоты, включающий рыхление на глубину загрязнения почвы, отличающийся тем, что природный цеолит предварительно насыщают 30-35% раствором гуминовой кислоты в течение 5-10 минут, после чего
5 равномерно вносят дозой 100-150 г/кг загрязненной почвы и одновременно производят ее рыхление, влажность почвы поддерживают на уровне 70-80% наименьшей влагоемкости, рекультивацию осуществляют в течение 4-5 месяцев, при этом температура воздуха окружающей среды может варьироваться от -2°C до максимальных положительных климатических значений.

10

15

20

25

30

35

40

45

Таблица 1

| | Степень нефтезагрязнения почвы, г/кг | | |
|---|--------------------------------------|-------|-------|
| | 1-20 | 20-40 | 40-70 |
| Дозы внесения препарата при рекультивации, г/кг | 100 | 120 | 150 |

Таблица 2

| № п/п | Уровень содержания гуминовой кислот в растворе, % | Дозы внесения мелиоранта, г/кг | Исходное загрязнение до рекультивации, г/кг | Среднее значение остаточного загрязнения после рекультивации, г/кг | | | | |
|-------|---|--------------------------------|---|--|---------------|---------------|---------------|---------------|
| | | | | Через 1 месяц | Через 2 месяц | Через 3 месяц | Через 4 месяц | Через 5 месяц |
| 1 | 30 | 100 | 1-20 | 12,14 | 7,81 | 3,59 | 0,96 | - |
| 2 | 32 | 120 | 20-40 | 23,08 | 10,77 | 5,03 | 0,99 | - |
| 3 | 35 | 150 | 40-70 | 35,58 | 23,71 | 11,24 | 4,63 | 0,99 |