

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ АЗОТА В НЕФТИ
С ПОМОЩЬЮ ГАММА-АКТИВАЦИОННОГО МЕТОДА****Р. П. МЕЩЕРЯКОВ, Б. М. ЯКОВЛЕВ, Г. И. ТРОНОВ**

Определение азота, а также кислорода, в нефти представляет определенный интерес как для предприятий нефтеперерабатывающей промышленности, так и для изотопной геологии, на результаты анализов которой вклад от этих двух элементов может оказывать значительное влияние. Кроме того имеются основания предполагать, что оба эти элемента входят в состав нефтей непосредственно еще с момента образования последних. В этом случае, исходя из содержания азота и кислорода, можно было бы получить сведения о генезисе месторождения нефти.

Содержание азота в нефтях различных месторождений обычно невелико и составляет несколько десятых долей процента. Азот в нефти может быть определен стандартными методами аналитической химии, причем время, необходимое для проведения одного анализа, составляет несколько часов, а точность определения не превышает $\pm 10\%$. Указаний в литературе на надежные прямые методы определения кислорода в нефти мы не нашли, но обычно о его содержании судят по разностным данным. За исключением водорода и углерода, составляющих основу, содержание других элементов в нефти обычно не превышает порядка $10^{-4} \div 10^{-5}\%$. Это обстоятельство создает благоприятные условия для определения содержания азота и кислорода с помощью активационных методов, поскольку при правильном выборе вида излучения (γ -кванты, нейтроны, заряженные частицы) и энергии излучения вкладом интерферирующих активностей можно пренебречь.

Эксперименты по определению азота и кислорода в нефти были поставлены нами, используя гамма-активационный метод анализа. В качестве источника тормозного излучения высокой энергии использовался сильноточный бетатрон НИИ ЯФ при ТПИ. В этом бетатроне при максимальной энергии излучения 25 Мэв ускоряется до $\sim 10^{12}$ электронов за импульс. Питание ускорительной установки осуществляется от источника тока промышленной частоты.

В проводимых нами экспериментах анализировалось содержание азота, а также кислорода как в самой нефти, так и в ее фракциях. Перед анализом образцы сырой нефти очищались от механических примесей и эмульсированной воды с помощью центрифугирования. Кассеты, в которые была помещена нефть, были изготовлены из полиэтилена. Они имели форму плоских цилиндров с размерами: диаметр 50 мм, высота — 15 мм. Во избежание испарения легких фракций нефти толщина стенок

кассет была взята равной 1 мм. После заполнения нефтью кассеты заваривались, чтобы избежать утечки.

Облучение образцов при определении азота проводилось при энергии тормозного излучения 18,5 Мэв в течение одного периода полураспада. Так как интенсивность тормозного излучения ускорителя может изменяться во времени, метод внутреннего стандарта мог дать нам недостаточно корректные результаты. Поэтому мониторинг дозы тормозного излучения, получаемой образцом в течение определенного времени облучения, проводилось с помощью метода наведенной активности, причем в качестве мониторов были использованы медные диски, толщиной 0,3 мм, диаметр которых был равен диаметру кассет. Во время облучения образца медные диски размещались впереди и сзади кассеты, в непосредственной близости от последней. После окончания облучения и счета активности азота (по радиоактивному изотопу азота N^{13} , образующемуся в результатах (γ, n) — реакции при энергии тормозного излучения выше пороговой для данного элемента) в нефти на специальной измерительной установке, проводилось измерение суммарной наведенной активности в обоих медных дисках. Таким образом, после введения поправок на время, прошедшее после окончания облучения, и на вклад долгоживущих компонент, активность изотопа меди Cu^{62} определяла дозу излучения, полученную образцом нефти. Как показали контрольные эксперименты и проведенные нами расчеты, применение такого рода монитора излучения обеспечивало воспроизводимость результатов в пределах 2% при изменении положения облучаемой кассеты относительно оси пучка тормозного излучения ускорителя в широких пределах.

Периоды полураспада радиоактивных изотопов меди Cu^{62} и азота N^{13} практически совпадают и равны ~ 10 мин. (эта величина является средневзвешенной величиной из результатов измерений, проведенных многими авторами) с точностью до нескольких процентов, что практически исключает влияние колебаний интенсивности излучения на результаты экспериментов.

К сожалению, отношение активностей в необходимом для измерений диапазоне энергии тормозного излучения является нелинейной функцией энергии, и для стабилизации последней использовалась специальная схема [1]. Позитронная активность образующихся радиоактивных изотопов Cu^{62} и N^{13} измерялась с помощью двух кристаллов $NaI(Tl)$, выделяя импульсы по амплитуде и с помощью схемы совпадений. Статистическая ошибка измерений не превышала 2,5%.

Распределение содержания азота по фракциям нефти характеризуется в среднем следующими данными:

- а) фракции нефти с температурой разгонки до 100°C содержат примерно 0,15% азота;
- б) фракции нефти с температурой разгонки от 100 до 300°C содержат примерно 0,08 ÷ 0,10% азота (постепенным повышением содержания азота);
- в) битумы — 0,4 ÷ 1,0% азота.

Так как поперечное сечение (γ, n) — реакции на углероде вблизи порога имеет дискретный характер и выход радиоактивных ядер до первого излома кривой мал, максимальная энергия тормозного излучения при определении кислорода в образцах нефти была взята равной 19 Мэв. Время облучения образцов было выбрано равным 2 мин., регистрация активности облученных образцов проводилась в течение последующих 8 мин в интервалы времени по 2 мин, с расшифровкой полученных данных.

Из-за вклада мешающих активностей точность определения кислорода в образцах нефти не превышала $5 \div 6\%$.

С дальнейшим повышением энергии тормозного излучения активность образцов нефти определяется преимущественно углеродом, что дает возможность определять содержание и этого элемента с точностью до нескольких относительных процентов в течение $10 \div 15$ минут.

ЛИТЕРАТУРА

1. Р. П. Мещеряков, Б. М. Яковлев. Стабильность энергии тормозного излучения бетатрона, Сб. «Электронные ускорители» (Труды V конференции по электронным ускорителям). М., Госатомиздат, 1966, стр. 177.
