

Федеральное государственное автономное
образовательное учреждение
высшего образования
«СИБИРСКИЙ ФЕДЕРАЛЬНЫЙ УНИВЕРСИТЕТ»

Институт цветных металлов и материаловедения

Кафедра органической и аналитической химии

УТВЕРЖДАЮ
Заведующий кафедрой
_____ Б.Н. Кузнецов
« ____ » _____ 2016г.

БАКАЛАВРСКАЯ РАБОТА

04.03.01 - Химия

ОЦЕНКА СПОСОБОВ ПРОБОПОДГОТОВКИ БУРОВЫХ РАСТВОРОВ И ПРОМЫВНЫХ ВОД ДЛЯ ЭЛЕМЕНТНОГО АНАЛИЗА

Руководитель _____ доцент, канд.хим.наук. Л.Г.Бондарева
Выпускник _____ Д.К.Головатая

Красноярск 2016

РЕФЕРАТ

Выпускная квалификационная работа по теме «Оценка способов пробоподготовки буровых растворов и промывных вод для элементного анализа» содержит 36 страниц текстового документа, ссылки на 30 использованных источников, 5 рисунков, 8 таблиц.

БУРОВОЙ ШЛАМ, ПРОБОПОДГОТОВКА, ФИЛЬТРОВАНИЕ, ОТГОНКА С ТОЛУОЛОМ, РАДИОНУКЛИДЫ, АТОМНО-ЭМИССИОННАЯ СПЕКТРОСКОПИЯ, МАСС – СПЕКТРОМЕТРИЯ.

Объект исследования – буровой шлам.

Эффективность применения буровых растворов напрямую зависит от их свойств и состава, поэтому необходимо точное определение элементного состава для возможности регулирования различных свойств

Цель работы – выбор способа пробоподготовки бурового шлама для дальнейшего анализа элементного состава методами атомно-эмиссионной спектроскопии и масс – спектрометрии, обнаружение и исследование сверхнизких количеств бета - активных изотопов, радионуклидов.

В результате работы был выбран способ пробоподготовки бурового шлама для определения в жидкой фазе содержания макро- и микроэлементов. Определен элементный состав различных буровых шламов, определено содержание трития, гидрокарбонатов и органического углерода в образцах буровых растворов.

СОДЕРЖАНИЕ

| | |
|---|----|
| Введение..... | 5 |
| 1 Литературная часть | 7 |
| 1.1 Объект анализа..... | 7 |
| 1.1.1 Буровые растворы..... | 7 |
| 1.1.1.1 Свойства буровых растворов и их регулирование..... | 8 |
| 1.1.1.2 Виды буровых растворов..... | 9 |
| 1.2 Методы элементного анализа жидких сред..... | 12 |
| 1.2.1 Атомно - эмиссионный анализ (АЭС)..... | 12 |
| 1.2.1.1 Индуктивно-связанная плазма | 13 |
| 1.2.1.2 Устройство атомно – эмиссионного спектрометра | 14 |
| 1.2.2 Масс-спектрометрия..... | 16 |
| 1.2.2.1 Устройство масс-спектрометра..... | 16 |
| 1.3 Пробоподготовка жидких сред..... | 17 |
| 1.3.1 Атомно-эмиссионная спектрометрия..... | 17 |
| 1.3.2 Масс-спектрометрия | 18 |
| 2 Экспериментальная часть..... | 19 |
| 2.1 Приборы, реактивы и оборудование | 19 |
| 2.2 Объекты исследования | 20 |
| 2.3 Пробоподготовка..... | 21 |
| 2.4 Методики экспериментов..... | 22 |
| 2.4.1 Определение металлов (полный элементный анализ) методом АЭС с ИСП..... | 22 |
| 2.4.1.1 Подготовка водного раствора к анализу, для определения элементного состава..... | 22 |
| 2.4.1.2 Подготовка образца, после отгонки с толуолом, к элементному анализу..... | 22 |
| 2.4.2 Определение полного элементного состава водной фракции методом масс – спектрометрии | 23 |

| | | |
|-------|---|----|
| 2.4.3 | Определение содержания трития | 24 |
| 2.5 | Обсуждение результатов | 25 |
| 2.5.1 | Подготовка жидких проб к определению трития методом жидкостно - сцинтилляционной спектрометрии | 25 |
| 2.5.2 | Результаты анализа методом АЭС с ИСП и ИСП МС | 28 |
| | Выводы | 32 |
| | Список литературы | 33 |
| | Аннотация на английском языке | 36 |

ВВЕДЕНИЕ

При бурении вращательным способом в скважине постоянно циркулирует жидкость, которая ранее рассматривалась только как средство для очищения от продуктов разрушения (шлама). В настоящее время она - один из главных факторов, обеспечивающих эффективность всего процесса бурения. При проведении буровых работ циркулирующую в скважине жидкость называют буровым раствором или промывочной жидкостью. Буровой раствор кроме удаления шлама должен выполнять другие важные функции, направленные на экономичное, эффективное и безопасное выполнение и завершение процесса бурения. По этой причине, состав буровых растворов и оценка свойств буровых растворов становились темой большого объема научно-практических исследований и анализа [1].

В настоящее время в мировой практике наблюдается рост глубин бурения скважин, а как следствие, увеличение опасности возникновения при этом различных осложнений. Кроме того, постоянно ужесточаются требования более полной и эффективной эксплуатации продуктивных пород. В этой связи буровой раствор должен иметь состав и свойства, которые обеспечивали бы возможность борьбы с большинством из возможных осложнений и не оказывали негативного воздействия на свойства проницаемости продуктивных пород [2].

Целью данной работы является выбор способа пробоподготовки бурового раствора для элементного анализа методами атомно-эмиссионной спектроскопии и масс-спектрометрии, обнаружение и исследование сверхнизких количеств бета - активных изотопов.

Для решения поставленной цели решались следующие задачи:

1. Поиск литературных источников по теме исследования.
2. Выбор объектов исследования, исследование их физических свойств.

3. Определение трития, гидрокарбонатов и органического углерода, элементный анализ.
4. Выбор оптимального метода подготовки проб к анализу: фильтрование, отгонка азеотропной смеси.
5. Обобщение результатов.

Глава 1 ЛИТЕРАТУРНАЯ ЧАСТЬ

1.1 Объект анализа

1.1.1 Буровые растворы

Буровой раствор — многокомпонентная сложная дисперсная система эмульсионных, суспензионных и аэрированных жидкостей, которые циркулируют в скважине, применяемых для промывки скважин в процессе бурения.

Промывные воды - воды, которые образуются при промывке бурового оборудования и инструмента, буровой площадки; содержат остатки бурового раствора, различного шлама, химических реагентов, нефти [3].

При циркуляции в скважине буровой раствор:

- создает противодействие давлению в порах водонасыщенных грунтов;
- очищает забой от выбуренной породы;
- формирует фильтрационную корку на стенках скважины, укрепляет таким образом неустойчивые отложения;
- транспортирует выбуренную породу из скважины и удерживает её во взвешенном состоянии после прекращения циркуляции;
- передает гидравлическую энергию на забойный двигатель и долото;
- предупреждает осыпи, обвалы и др.;
- обеспечивает качественное вскрытие продуктивных пластов;
- обеспечивает смазывающее и антикоррозионное действие на буровой инструмент и долото;
- обеспечивает охрану окружающей среды;
- предотвращает возникновение осложнений при бурении (дифференциальный прихват, поглощения, нефтегазопроявления и т.п.);
- обеспечивает информацией о геологическом разрезе [4].

1.1.1.1 Свойства буровых растворов и их регулирование

Эффективность применения буровых растворов зависит от их свойств, таких как плотность, вязкость, водоотдача, статическое напряжение сдвига, структурная однородность, содержание газов, песка, минерализация (содержание ионов Na, K, Mg) [4].

Водоотдача характеризуется объемом фильтрата (от 2 до 10 см³), отделившегося от раствора через стандартную фильтровальную поверхность при перепаде давления ~ 100 кПа в течение 30 мин. Толщина осадка на фильтре (фильтрационная корка), которая образуется при определении водоотдачи, изменяется в пределах 1-5 мм [4].

Содержание твердой фазы характеризует содержание глины (3-15 %) и утяжелителя (20-60 %). Для обеспечения эффективности бурения (в зависимости от конкретных технических и геологических условий) свойства бурового раствора регулируют изменением соотношения содержания дисперсной фазы и дисперсионной среды и введением в них специальных материалов и химических реагентов. Для предупреждения водонефтегазопроявлений при высоких пластовых давлениях увеличивают плотность бурового раствора введением специальных утяжелителей (например, мелом до 1500 кг/м³, баритомигематитом до 2500 кг/м³ и более) или уменьшают её до 1000 кг/м³ за счет аэрирования бурового раствора или добавления к нему пенообразователей (сульфанола, лигносульфоната). Содержание твердой фазы бурового раствора регулируют трехступенчатой системой очистки на вибрационных ситах; газообразные агенты отделяют в дегазаторе. Также, для регулирования содержания твердой фазы в раствор вводят селективные флокулянты [5].

При регулировании свойств растворов на углеводородной основе применяют особый класс реагентов. К ним относятся эмульгаторы (мыла жирных кислот, эмультал и другие), гидрофобизаторы (сульфанола,

четвертичные амины, кремнийорганические соединения), понизитель фильтрации (органогуматы).

Готовят буровые растворы перед бурением и в его процессе [5]. Для приготовления используются пластические глины с минимальным содержанием песка, которые способны образовать с водой долго не оседающую суспензию.

1.1.1.2 Виды буровых растворов

На практике применяют буровые растворы на водной (техническая вода, растворы солей и гидрогеля, полимерные, полимер - глинистые и глинистые растворы); углеводородной (известково - битумный раствор, инвертная эмульсия) и аэрированных основах [5].

- Техническая вода - самая доступная и дешевая промывочная жидкость. Имеет малую вязкость, легко прокачивается, хорошо удаляет шлам с забоя скважины и лучше, чем другие жидкости, охлаждает долото. Однако она плохо удерживает частицы выбуренной породы (особенно при прекращении циркуляции), не образует защитной корки на стенке скважины, хорошо поглощается низконапорными пластами, вызывает набухание глинистых пород, уменьшает проницаемость породой нефти и газа.

- Естественный буровой раствор - водная суспензия, которая образуется в скважине в результате измельчения шлама горных пород, разбуриваемых на воде [6].

Главным достоинством применения естественных буровых растворов - является сокращение потребности в привозных материалах на их приготовление и обработку, что ведет к снижению стоимости растворов. Однако их качество и свойства зависят от минералогического состава и природы разбуриваемых глин, типа породоразрушающего инструмента, способа и режима бурения. Часто в них велико содержание абразивных частиц. Поэтому естественные буровые растворы применяют, когда по

геолого - стратиграфическим условиям не требуется промывочная жидкость высокого качества.

- Глинистые буровые растворы наиболее распространены при бурении скважин. Для бурового дела наибольший интерес представляют три группы глинистых минералов: бентонитовые (монтмориллонит, бейделлит, нонтроит, сапонит и др.), каолиновые (каолинит, галлуазит, накрит и др.) и гидрослюдистые (иллит, бравиазит и др.). Глинистые растворы глинизируют стенки скважины, образуя тонкую плотную корку, которая не дает проникнуть фильтрату в пласты. Их плотность и вязкость такие, что растворы удерживают шлам разбуренной породы даже в покое, предотвращая его оседание на забой при перерывах в промывке. Утяжеленные глинистые растворы, создавая большое противодействие на пласты, предупреждают проникновение пластовых вод, нефти и газа в скважину и открытое фонтанирование при бурении. Однако по этим же причинам затруднено отделение частиц породы в циркуляционной системе бурового раствора [7].

- К неглинистым относятся буровые растворы, приготовленные без использования глины. Безглинистый буровой раствор с уплотненной твердой фазой готовится на водной основе. Дисперсная фаза в нем создается химическим путем, в результате взаимодействия находящихся в растворе ионов магния с щелочью NaOH или Ca(OH)_2 . Химическая реакция приводит к образованию в растворе микроскопических частиц гидроксида магния Mg(OH)_2 . Раствор приобретает консистенцию геля и после химической обработки переходит в седиментационно - устойчивое состояние. Такой раствор сохраняет свои структурно - механические свойства при любой минерализации. Поэтому его применяют, когда требуется обеспечить высокую устойчивость стенок скважины, но обеспечить контроль и регулирование минерализации раствора сложно [8].

- Буровые растворы на углеводородной основе - многокомпонентная система, в которой дисперсионной (несущей) средой

является нефть или жидкие нефтепродукты (обычно дизельное топливо), а дисперсной (взвешенной) фазой – асфальт, окисленный битум или обработанная глина (гидрофобизированный бентонит).

Буровые растворы на углеводородной основе не оказывают негативного влияния на свойства коллекторов нефти и газа, обладают смазывающей способностью: при их использовании уменьшается расход мощности на холостое вращение бурильной колонны в стволе скважины и снижается износ долот и бурильных труб. Однако стоимость приготовления таких буровых растворов высока, они пожароопасны, трудно удаляются с инструмента и оборудования.

Применяют буровые растворы на углеводородной основе для повышения эффективности бурения в породах и сохранения их нефтегазоотдачи на исходном уровне, а также для прокладки скважин в сложных условиях при разбурировании мощных пачек набухающих глин и растворимых солей [9].

- В эмульсионных буровых растворах дисперсионной средой является эмульсия типа «вода в нефти», а дисперсной фазой - глина. Буровой раствор, приготовленный на основе эмульсии типа «вода в нефти», называется обращенным эмульсионным или инвертной эмульсией. Жидкая фаза такого раствора на 60 - 70 % состоит из нефти или нефтепродуктов, остальное - вода. Содержание воды в инвертной эмульсии может быть доведено до 80 % и выше, если в нее ввести специальные эмульгаторы (ПАВ) [10].

Эмульсионные буровые растворы используются при бурении в глинистых отложениях и солевых толщах. Способствуют предупреждению прихвата инструмента в скважине и обладают хорошими смазочными свойствами [11].

- Аэрированные буровые растворы - это смеси пузырьков воздуха с промывочными жидкостями (водой, нефтэмульсиями и др.). Для повышения

стабильности аэрированных растворов в их состав вводят специальные реагенты - ПАВ и пенообразователи [12].

Аэрированные буровые растворы обладают теми же свойствами, что и жидкости, из которых они приготовлены (для глинистых растворов - образуют глинистую корку, обладают вязкостью и напряжением сдвига, сохраняют естественные свойства проницаемости призабойной зоны пласта при его вскрытии). Также, преимуществом аэрированных жидкостей является возможность их применения в сложных условиях бурения, вскрытии продуктивных пластов с низким давлением, при больших поглощениях промывочных жидкостей [13].

1.2 Методы элементного анализа жидких сред

1.2.1 Атомно - эмиссионный анализ (АЭС)

Атомно-эмиссионная спектроскопия (АЭС) — оптический метод определения элементного состава вещества по линейчатым спектрам излучения атомов и ионов анализируемой пробы, которые возбуждаются в источниках излучения. Широко применяется в различных областях науки и техники для контроля промышленного производства, при поисках и переработке полезных ископаемых, в медицинских, биологических и экологических исследованиях и т.д. Главными достоинствами АЭС по сравнению с другими спектральными оптическими, а также многими химическими и физико-химическими методами анализа, являются возможности бесконтактного, экспрессного, одновременного количественного определения большого числа элементов в широком диапазоне концентраций с хорошей точностью при использовании маленькой массы пробы [14,17], возможности качественного спектрального анализа.

1.2.1.1 Индуктивно-связанная плазма

Плазма – это состояние вещества, в котором в замкнутом пространстве одновременно существуют положительно заряженные ионы, электроны и нейтральные частицы инертного газа (обычно аргона или гелия). Наиболее часто используемыми в атомно-эмиссионной спектроскопии типами плазмы является индуктивно-связанная плазма (чаще аргоновая) [16].

Индуктивно-связанная плазма (ИСП) создаётся внутри трех концентрических стеклянных трубок плазменной горелки (рисунок 1).

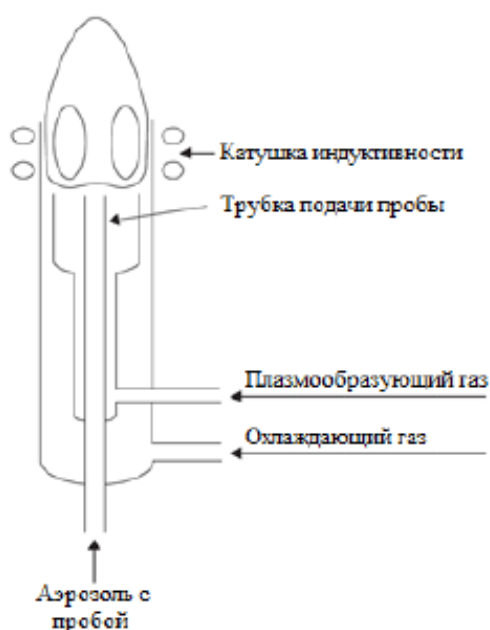


Рисунок 1 – Плазменная горелка с ИСП

По внутренней трубке - капилляру в плазму подаётся аэрозоль, который содержит исследуемое вещество. По средней трубке в систему подаётся аргон, служащий средой для создания плазмы; аргон, подаваемый по внешней трубке, предназначен для охлаждения системы. Вокруг внешней трубки намотана катушка из медной трубки, по которой циркулирует охладитель (чаще вода) [17]. Одновременно эта медная катушка является проводником переменного тока, который подается для создания плазмы. Переменный ток, проходя по указанной катушке, создаёт осциллирующее

магнитное поле с силовыми линиями, направленными внутрь плазменной горелки.

В начальный момент времени плазменная горелка заполнена газообразным аргоном. Для создания плазмы в системе отключается поток газа - носителя и в тот же момент создается искровой пробой аргона с помощью катушки Тесла. Искра вызывает ионизацию аргона (благодаря наличию магнитного поля, процесс самоподдерживающийся). После стабилизации для введения пробы в горячую плазму (7000–10000 К) включается поток газа – носителя [18].

1.2.1.2 Устройство атомно – эмиссионного спектрометра

На рисунке 2 представлен внешний вид ИСП-АЭС спектрометра “iCAP 6500 Duo” (ThermoScientificCorp., USA-Великобритания, 2007).



Рисунок 2 – Внешний вид атомно-эмиссионного спектрометра с индуктивно-связанной плазмой “iCAP 6500 Duo”

Основными частями спектрального прибора (рисунок 3) являются: входная щель S, которая освещается исследуемым излучением; объектив коллиматора O_1 , у которого в фокальной плоскости расположена входная щель S; диспергирующее устройство D, которое работает в параллельных

пучках лучей; фокусирующий объектив O_2 , который создает в своей фокальной поверхности P монохроматические изображения входной щели, совокупность которых и образует спектр. В качестве диспергирующего элемента используют либо призмы, либо дифракционные решетки.

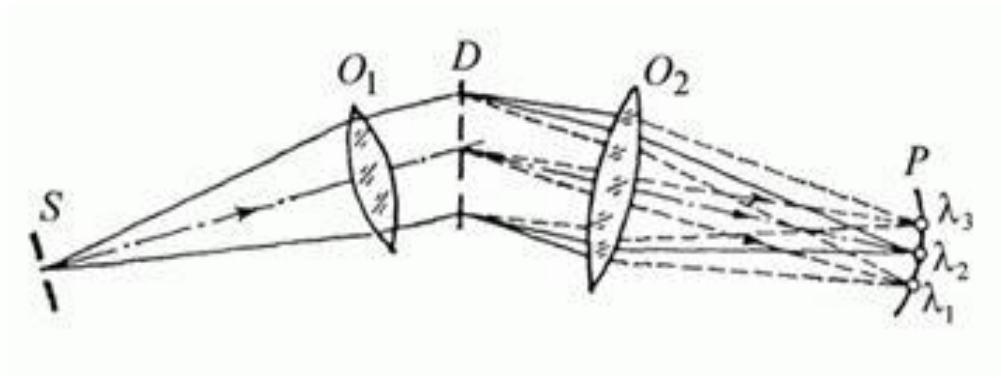


Рисунок 3 -Принципиальная оптическая схема спектрального прибора с индуктивно-связанной плазмой

В качестве источников излучения используют пламя горелки или различные виды плазмы, включая плазму электрической искры или дуги, индуктивно - связанную плазму, плазму лазерной искры, тлеющий разряд и др [19].

Процесс атомно - эмиссионного спектрального анализа состоит из следующих звеньев:

1. Пробоподготовка;
2. Испарение анализируемой пробы;
3. Диссоциация — атомизация её молекул;
4. Возбуждение излучения атомов и ионов элементов пробы;
5. Разложение возбужденного излучения в спектр;
6. Регистрация спектра;
7. Идентификация спектральных линий — установление элементного состава пробы (качественный анализ);
8. Измерение интенсивности аналитических линий элементов пробы (количественное определение);
9. Нахождение количественного содержания элементов с помощью установленных предварительно градуировочных зависимостей [15].

1.2.2 Масс-спектрометрия

Масс – спектрометрия (масс - спектроскопия, масс - спектрография, масс - спектральный анализ, масс - спектрометрический анализ) — метод исследования вещества, который основан на определении отношения массы к заряду ионов, образующихся при ионизации исследуемых компонентов пробы. Один из лучших способов качественного определения веществ, допускает также и количественное определение. Масс-спектрометрия — это «взвешивание» молекул, находящихся в пробе [20].

1.2.2.1 Устройство масс-спектрометра

Чтобы получить масс-спектр, нужно ввести образец в ионный источник масс-спектрометра, ионизировать молекулы, разделить эти ионы по величинам m/z (отношение их массы к заряду) и установить число ионов с каждым m/z . Компьютер управляет всеми узлами процессами и проводит обработку данных [21].

Принципиальная схема масс-спектрометра представлена на рисунке 4 [22].



Рисунок 4- Принципиальная схема масс-спектрометра

Ионы, полученные при ионизации с помощью электрического поля, переносятся в масс - анализатор. Там начинается второй этап масс - спектрометрического анализа — сортировка ионов по массам (точнее по отношению массы к заряду, или m/z).

Существуют следующие типы масс-анализаторов:

1. Непрерывные масс - анализаторы:
 - Магнитный и электростатический секторный масс - анализатор;
 - Квадрупольный масс - анализатор.
2. Импульсные масс - анализаторы:
 - Времяпролётный масс - анализатор;
 - Ионная ловушка;
 - Квадрупольная линейная ловушка;
 - Масс - анализатор ионно-циклотронного резонанса с Фурье-

преобразованием [21, 23].

Последний элемент схемы упрощённого масс-спектрометра - детектор заряженных частиц. Первые масс - спектрометры использовали в качестве детектора фотопластинку. Сейчас используются диодные вторично - электронные умножители, в которых ион, попадая на первый диод, выбивает из него пучок электронов, которые в свою очередь, попадая на следующий диод, выбивают из него ещё большее количество электронов и т. д. Или — фотоумножители, регистрирующие свечение, возникающее при бомбардировке ионами люминофора. Также используются микроканальные умножители, системы типа диодных матриц и коллекторы, собирающие все ионы, попавшие в данную точку пространства (коллекторы Фарадея) [24].

1.3 Пробоподготовка жидких сред

1.3.1 Атомно-эмиссионная спектрометрия

Предварительная подготовка пробы для исследования методом атомно – эмиссионной спектрометрии с индуктивно - связанной плазмой основана на «мокрой» окислительно - кислотной минерализации проб исследуемых субстратов в процессе пробоподготовки и на последующем анализе ее на требуемые химические элементы методом атомно - эмиссионной

спектрометрии с использованием в качестве источника возбуждения индуктивно связанной аргоновой плазмы[25].

Дополнительные узлы могут добавляться для решения более сложных задач.

1.3.2 Масс-спектрометрия

На стадии подготовки образца к анализу, к исследуемым соединениям в качестве внутренних стандартов добавляют вещества, дающие фрагменты с точно установленной массой и составом. При этом преследуются две цели: во-первых, заполнить большие пробелы между пиками, которые могут возникать в спектре исследуемого соединения, чтобы облегчить правильный отсчет масс; во-вторых, сопоставить положения близких пиков в масс - спектрометрии высокого разрешения, что позволяет определять точные значения масс и молекулярные формулы, соответствующие отдельным пикам [26].

Глава 2 ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

2.1 Приборы, реактивы и оборудование

Масс-спектрометр Agilent7500a (AgilentTechnologies, США);

Атомно-эмиссионный спектрометр с индуктивно-связанной плазмой
“iCAP 6500 Duo”;

Жидкостно-сцинтилляционный спектрометр - низкофоновый альфа-
бета радиометр QUANTULUS 1220;

Весы аналитические «MetlerTolledo»;

Плита;

Круглодонные колбы (500 мл);

Колбы конические (250 мл);

Обратный холодильник;

Термостойкие стаканы (100 мл);

Делительная воронка ВД-1 ХС;

Бумажный фильтр «Синяя лента»;

Ацетат-целлюлозный фильтр;

Сцинтиллятор UltimaGoldLLT;

Угольный фильтр «Барьер»;

Обратноосмотический фильтр ТиМ 1.00С;

Толуол чда;

HNO_3 осч;

H_2O_2 осч;

HCl осч;

HF хч;

KMnO_4 осч;

Метилоранж;

Шкаф сушильный лабораторный СНОЛ 67 / 350;

Дозатор механический BionitProline, 1-5 мл;

Воронка Шотта.

Деионизованная вода;

ГСО фторид-, хлорид- ; фосфат-; нитрат-; сульфат-ионов.

2.2 Объекты исследования

Места отбора исследуемых образцов приведены в таблице 1. Отбор образцов №1-4 производили в 2014-2015 годах. Образцы № 5-9 были отобраны на Ванкорском месторождении в ноябре 2013 года.

Таблица 1-Объекты исследования

| № образца | Вид объекта исследования, место отбора |
|-----------|---|
| 1 | Буровой промывочный раствор, жидкая дисперсная фаза, Томская область, г. Северск |
| 2 | Буровой промывочный раствор Боретакс, Республика САХА (Якутия), г. Якутск |
| 3 | Грунтовая вода, Республика САХА(Якутия), г. Якутск |
| 4 | Полимер-глинистый буровой раствор, Красноярский край, Тагульское месторождение |
| 5 | Буровой раствор Polyplus, Ванкорское месторождение |
| 6 | Буровой раствор биополимерный хлоркалиевый SBGN, Ванкорское месторождение |
| 7 | Полимер глинистый буровой раствор, Ванкорское месторождение |
| 8 | Буровой раствор Фло-Тру, Ванкорское месторождение |

Образцы имели разную консистенцию. Образцы № 2,3, 4, 6 - взвесь мелкодисперсной твердой фракции, образец № 1 и №5 –жидкость, образцы №7, 8, 9- взвесь мелкодисперсного песка и глины.

2.3 Пробоподготовка

Для дальнейшего анализа использовали только жидкую фазу. Для отделения жидкой фазы от твердых частиц применяли два способа:

1 Способ - Фильтрация через бумажный фильтр:

Раствор фильтровали через бумажный фильтр «Синяя лента». После фильтрования измеряли полученную массу водной фракции, для последующего расчета содержания определяемых компонентов. В таблице 2 представлены результаты измерения образцов до и после фильтрации в диапазоне энергии 0—12 кэВ.

Таблица 2 – Результаты фильтрации через бумажный фильтр

| № образца | $m_{\text{исходной смеси}}, \text{Г}$ | $m_{\text{воды}}, \text{Г}$ |
|-----------|---------------------------------------|-----------------------------|
| 1 | 69,933 | 69,140 |
| 2 | 43,693 | 39,453 |
| 3 | 55,978 | 54,517 |
| 4 | 69,074 | 68,058 |
| 5 | 229,133 | 187,012 |
| 6 | 456,215 | 52,214 |
| 7 | 551,440 | 188,291 |
| 8 | 244,519 | 51,008 |

2 Способ – Отгонка с толуолом:

В термостойкую коническую колбу объемом 500 мл наливали анализируемый раствор, взвешивали, добавили 30 мл толуола. Ставили колбу на плиту и подсоединяли к разработанному Бондаревой Л.Г. устройству для выделения жидких фракций из сложных систем[28]. Отгонка проводилась в течение 4 часов до полного выделения растворов. Отделяли воду при помощи делительной воронки ВД-1 ХС. Результаты отгонки представлены в таблице 3.

Таблица 3 – Результаты отгонки с толуолом

| № образца | $m_{\text{исходной смеси, Г}}$ | $m_{\text{после отгонки, Г}}$ | $m_{\text{воды, Г}}$ |
|-----------|--------------------------------|-------------------------------|----------------------|
| 1 | 70,369 | 11,508 | 58,861 |
| 2 | 44,276 | 6,062 | 38,214 |
| 3 | 54,452 | 19,947 | 34,505 |
| 4 | 70,170 | 40,226 | 29,944 |
| 5 | 88,975 | 18,638 | 70,337 |
| 6 | 121,883 | 89,327 | 32,556 |
| 7 | 61,852 | 30,743 | 31,109 |
| 8 | 91,842 | 58,524 | 33,320 |

2.4 Методики экспериментов

2.4.1 Определение металлов (полный элементный анализ) методом АЭС с ИСП

2.4.1.1 Подготовка водного раствора к анализу, для определения элементного состава

Для анализа брали по 30 мл каждого раствора, отфильтрованного через бумажный фильтр «Синяя лента», после чего добавляли к пробам 5 мл HNO_3 , 5 мл HCl , 5 мл HF . Ставили на плиту и выпаривали до половины раствора. Далее остужали, фильтровали и разбавляли до 100 мл деионизованной водой. Так же был подготовлен холостой раствор. Анализ проводили на атомно - эмиссионном спектрометре с индуктивно-связанной плазмой iCAP 6500.

2.4.1.2 Подготовка образца, после отгонки с толуолом, к элементному анализу

Для определения элементного состава брали 20 мл водной пробы и 20мл деионизованной воды для холостой пробы. В термостойкий стакан к

пробе приливали 0,5 мл HCl, 0,5 мл HNO₃, 1 мл HF. Выпаривали на бытовой плите до половины раствора. Остужали раствор при комнатной температуре, отфильтровывали через бумажный фильтр «Синяя лента» диаметром 7 см, разбавляли до 100 мл деионизованной водой. Анализ проводили на атомно - эмиссионном спектрометре с индуктивно-связанной плазмой iCAP 6500.

2.4.2 Определение полного элементного состава водной фракции методом масс – спектрометрии

Для проведения полного элементного анализа жидкие пробы фильтровали через ацетат - целлюлозный фильтр с диаметром пор 0,45 мкм.

Пробы разбавлялись в 125 раз раствором HNO₃ (0,3 масс. %), в деионизированной воде. Определение элементов в подготовленных фильтратах проводили в Институте химии и химической технологии СО РАН в лаборатории рентгено - спектрального анализа методом масс - спектрометрии с индуктивно - связанной плазмой (ИСП МС) на квадрупольном масс – спектрометре Agilent 7500a (AgilentTechnologies, США), изображенном на рисунке 4. Погрешность метода 0,3%.



Рисунок 4 - Масс-спектрометр Agilent 7500a

2.4.3 Определение содержания трития

Для определения содержания трития в буровых растворах и грунтовых водах использовали - жидкостно-сцинтилляционный спектрометр.

Определение содержания трития проводили в Центре коллективного пользования Красноярского научного центра СО РАН на низкофоновом альфа-бета-радиометре QUANTULUS 1220 (США).



Рисунок 5 - Низкофоновый альфа - бета радиометр QUANTULUS 1220
С точки зрения подавления фона, *Quantulus* производства PerkinElmer (США) обладает наилучшими характеристиками по сравнению с любым жидко - сцинтилляционным радиометром в мире.

Сменщик образцов *Quantulus* обеспечивает свободный доступ к 60 образцам в трех штативах. Образцы помещаются в пробирки любого объема (стандартно – 20 мл, для пробирок других размеров используют адаптеры). С помощью лифта осуществляется поднятие образцов в счетную камеру. Доступ к образцам позволяет организовать алгоритм управления радиометром, в любом порядке, с возможностью быстро его изменить.

Связь *Quantulus* с компьютером осуществляется через последовательный порт. Можно использовать любой ПК, с установленной на нем операционной системой Windows™. Система включает программное обеспечение с реализацией полной обработки данных и построением до трех

спектров на экране одновременно. Сбор информации осуществляется программой *WinQ*, с привязкой результатов работы к разным пользователям. Программа обеспечивает неограниченное число групп параметров.

Программа *EasyView* используется для автономного анализа, отображения и обработки спектральных данных. Доступ к исходным данным позволяет осуществлять собственную обработку данных и проводить контроль качества. Данный пакет программ имеет большое преимущество при проведении радиохимических измерений - детальная обработка спектров приводит к лучшему пониманию всех процессов, которые влияют на получаемый результат. Обе программы снабжены интуитивно понятным интерфейсом и окнами помощи.

Минимально детектируемая активность по тритию составляет 1 Бк/л. Средний фон для России по тритию составляет 1—3 Бк/л [10].

Использовали сцинтиллятор UltimaGold LLT в соотношении 10 мл образца и 10 мл сцинтиллятора. Время измерений 100 мин и более [28].

2.5 Обсуждение результатов

2.5.1 Подготовка жидких проб к определению трития методом жидкостно-сцинтилляционной спектрометрии

Перед измерением каждой пробы предварительно определили концентрацию гидрокарбоната (HCO_3^-) с применением титрования соляной кислотой с добавлением метилоранжа, а также концентрацию органических веществ $C_{\text{орг}}$ по методике окисления [28] с использованием KMnO_4 . При этом 1 мг окислителя O_2 соответствует 4 мг KMnO_4 и 21 мг окисленной органики. Для постоянного контроля $C_{\text{орг}}$ в воде используют спектрофотометр.

Далее проводили последовательную двухкаскадную фильтрацию проб. Сначала угольным фильтром «Барьер», потом обратноосмотическим фильтром ТиМ 1.00С с промежуточным измерением концентрации гидрокарбонатов, концентрации органических веществ и активности проб с

целью разделения различных видов трития. Через два фильтра проходит только вода, которая содержит тритий (НТО) с размером молекул менее 0,1 нм. Из литературных данных следует, что угольные фильтры задерживают частицы размером более 1 мкм. Они используются как защита полимерного мембранного, обратноосмотического фильтра ТиМ 1.ООС, задерживающего частицы размером более 0,1 нм.

Угольный фильтр разделяет сложную органику (бактерии) с размером частиц более 1 мкм и органику (вирусы, гидрокарбонаты) с размером частиц более 0,1 нм, содержащих тритий.

Обратноосмотический фильтр используется для разделения простых органических соединений — гидрокарбонатов, содержащих тритий от оксида трития НТО. Затем фильтры промывали до фона водопроводной водой г. Красноярска.

Измерение активности трития проводили на анализаторе Quantulus 1220-жидкостно-сцинтилляционном люминесцентном анализаторе для обнаружения и исследования сверхнизких количеств бета - активных изотопов. Минимально детектируемая активность по тритию составляет 1 Бк/л [10].

В соответствии с методом исследования пробы подвергались химическому анализу (определение концентрации гидрокарбонатов и органических веществ). Далее в соответствии с методом исследования пробы последовательно фильтровали, сначала угольным фильтром типа «Барьер», а затем мембранным фильтром ТиМ 1.ООС. Полученные результаты позволяют предполагать, что такой метод очистки от органически связанного трития достаточно эффективен [29].

Данные таблицы 4 свидетельствуют о том, что органические вещества задерживаются фильтрами и степень задержания определяется размером частиц (или молекул органических веществ).

Таблица 4 - Результаты химического анализа проб

| № образца | Концентрация гидрокарбоната, мг/л | | | Концентрация органических веществ, С _{орг} , мг/л | |
|-----------|-----------------------------------|-----------------|-------------------|--|------------------|
| | До фильтрации | Фильтр «Барьер» | Мембранный фильтр | До фильтрации | После фильтрации |
| 1 | 910 | 350 | 0 | 16,0 | 0 |
| 2 | 850 | 400 | 0 | 23,0 | 0 |
| 3 | 580 | 240 | 0 | 20,0 | 0 |
| 4 | 610 | 152 | 0 | 45,0 | 0 |
| 5 | 620 | 150 | 0 | 26,0 | 0 |
| 6 | 366 | 152 | 0 | 10,5 | 0 |
| 7 | 780 | 200 | 0 | 78,0 | 0 |
| 8 | 690 | 200 | 0 | 51,0 | 0 |

Из данных таблицы 5 следует, что 95% активности трития остаётся на фильтре «Барьер» для пробы № 2, 37% — для пробы № 3, отобранных в Якутии, в районе проведенных в 70-х годах подземных ядерных взрывов «Кратон» и «Кристалл».

Таблица 5 - Результаты фильтрации проб. Измерение трития

| № Образца | Измерение | | Объемная активность трития в задержанных фильтром веществах, Бк/л |
|-----------|----------------------------------|-----------------|---|
| | Объемная активность трития, Бк/л | Погрешность, ±% | |
| 1 | 24 | 4,7 | - |
| 2 | 120 | 5,6 | 114 |
| 3 | 72 | 3,9 | 25,2 |
| 4 | 2,0 | 0,9 | <ПрО |
| 5 | 1,7 | 0,7 | <ПрО |
| 6 | 2,5 | 0,8 | <ПрО |

Продолжение таблицы 5

| | | | |
|---|------|------|------|
| 7 | <PrO | <PrO | <PrO |
| 8 | <PrO | <PrO | <PrO |

Обобщение данных по содержанию органических веществ в водных пробах основано на выводах органической гидрогеохимии [28]:

1) воды наиболее молодых геологических систем являются более обогащёнными органическими веществами: для неогена $C_{орг} = 14$ мг/л, для палеогена $C_{орг} = 8$ мг/л, для мела $C_{орг} = 4$ мг/л;

2) в менее водопроницаемых и более богатых органическим веществом песчано-глинистых породах наблюдается большее содержание органических веществ, а в трещиноватых (хорошо водопроницаемых) и менее богатых органическим веществом гранитах и базальтах - меньшее; пески, песчаники и известняки занимают промежуточное положение;

3) районы, связанные с повышенным содержанием гидрокарбоната, наиболее обогащены органическим веществом.

Увеличение количества ступеней фильтрации приведёт к выявлению отдельных ролей гуминовых кислот, бактерий, вирусов, органических коллоидов, мицелл и др. [28, 30].

2.5.2 Результаты анализа методом АЭС с ИСП и ИСП МС

Результаты определения содержания металлов в образцах методами атомной эмиссии и масс-спектрометрии представлены в таблицах 6-7.

В таблице 6 представлены результаты анализа на элементный состав проб, отогнанных с толуолом, в таблице 7 - значения содержания элементного состава бурового шлама, отфильтрованного через бумажный фильтр.

Таблица 6- Результаты определения концентрации элементов в пробах после отгонки с толуолом (n=3; p=0,95)

| Элемент | Содержание элементов, мкг/л | | | | | | | |
|---------|-----------------------------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| | № образца | | | | | | | |
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 |
| Al | 0,0163 | 0,1317 | 0,0800 | 0,0537 | 0,0189 | 0,1486 | 0,1830 | 0,0172 |
| Ca | 0,9186 | 4,250 | 11,50 | 15,50 | 7,03 | 10,55 | 6,46 | 4,16 |
| Cd | 0,0002 | 0,0001 | 0,0002 | 0,0004 | 0,0003 | 0,0001 | 0,0004 | 0,0002 |
| Co | 0,0001 | 0,0020 | 0,0002 | 0,0006 | 0,0001 | 0,0003 | 0,0005 | 0,0004 |
| Cr | 0,0017 | 0,0000 | 0,0019 | 0,0011 | 0,0013 | 0,0010 | 0,0016 | 0,010 |
| Cu | 0,0034 | 0,0065 | 0,0045 | 0,0048 | 0,0056 | 0,0039 | 0,0050 | 0,0052 |
| Fe | 0,0466 | 0,1979 | 0,3721 | 0,1312 | 0,2538 | 0,0892 | 0,2273 | 0,3461 |
| K | 0,1120 | 0,2886 | 1,150 | 1,916 | 0,8965 | 1,2071 | 1,3729 | 0,85 |
| Mg | 0,1318 | 0,9821 | 2,081 | 2,866 | 0,8356 | 1,7392 | 0,9730 | 0,89 |
| Mn | 0,0635 | 0,0155 | 0,0038 | 0,0030 | 0,0043 | 0,0732 | 0,200 | 0,0172 |
| Na | 0,1048 | 4,592 | 2,607 | 3,651 | 2,872 | 1,336 | 0,983 | 4,326 |
| Ni | 0,0000 | 0,0026 | 0,0018 | 0,0010 | 0,0033 | 0,0029 | 0,0021 | 0,0003 |
| Pb | 0,0021 | 0,0062 | 0,0071 | 0,0065 | 0,0057 | 0,0069 | 0,0022 | 0,0070 |
| Si | 0,2479 | 0,2040 | 0,1473 | 0,0548 | 0,1819 | 0,0914 | 0,2118 | 0,1763 |
| Zn | 0,0028 | 0,0374 | 0,0135 | 0,0132 | 0,0276 | 0,0331 | 0,0179 | 0,0316 |

Таблица 7 – Результаты определения концентрации элементов в пробах после фильтрования через бумажный фильтр

| Элемент | Содержание элементов, мкг/л | | | | | | | |
|---------|-----------------------------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| | № образца | | | | | | | |
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 |
| Al | 0,0222 | 0,0074 | 0,0077 | 0,0057 | 0,0356 | 0,0248 | 0,0079 | 0,0062 |
| Ca | 339,3 | 305,3 | 269,6 | 341,5 | 366,7 | 297,2 | 386,6 | 419,3 |
| Cd | 0,0000 | 0,0001 | 0,0007 | 0,0003 | 0,0008 | 0,04 | 0,02 | 0,003 |

Продолжение таблицы 7

| | | | | | | | | |
|----|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| Co | 0,0005 | 0,0039 | 0,0011 | 0,0011 | 0,0011 | 0,003 | 0,001 | 0,0017 |
| Cr | 0,0033 | 0,0032 | 0,0036 | 0,0036 | 0,0208 | 0,0219 | 0,0033 | 0,035 |
| Cu | 0,0102 | 0,0037 | 0,0031 | 0,0006 | 0,550 | 0,3601 | 0,003 | 0,008 |
| Fe | 0,0786 | 0,1736 | 1,980 | 0,3723 | 0,0442 | 0,402 | 1,024 | 1,683 |
| K | 25,41 | 89,77 | 194,3 | 102,4 | 53,4 | 42,13 | 154,6 | 30,4 |
| Mg | 39,25 | 51,45 | 56,94 | 50,73 | 62,83 | 25,56 | 63,24 | 13,78 |
| Mn | 0,0739 | 0,6635 | 0,1820 | 0,0191 | 0,215 | 0,880 | 0,6611 | 0,0236 |
| Na | 6517,3 | 2205,9 | 671,9 | 160,4 | 725,6 | 15,4 | 383,6 | 1099,7 |
| Ni | 0,0009 | 0,0165 | 0,0027 | 0,0002 | 0,013 | 0,028 | 0,006 | 0,016 |
| Pb | 0,0052 | 0,0083 | 0,0101 | 0,0108 | 0,0392 | 0,036 | 0,141 | 0,0078 |
| Si | 7,026 | 0,6000 | 0,0123 | 0,0117 | 0,185 | 0,2106 | 0,5700 | 0,0429 |
| Zn | 4,562 | 0,0223 | 0,0747 | 0,0019 | 0,0362 | 0,28 | 0,131 | 0,004 |

В таблице 8 приведены данные по определению содержания природных радионуклидов урана и тория в исследуемых растворах, полученных после фильтрования и после отгонки с толуолом. Определение проведено методом масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой.

Таблица 8 – Результаты определения содержания урана и тория в образцах, мкг/л (n=3, P=0,95)

| № образца | Радионуклид | Содержание радионуклида, мкг/л | |
|-----------|-------------|--------------------------------|--------------------------|
| | | После фильтрации | После отгонки с толуолом |
| 1 | U | Н/о | 0,987 |
| | Th | н/о | 0,645 |
| 2 | U | Н/о | 1,234 |
| | Th | н/о | 0,745 |
| 3 | U | Н/о | 1,3467 |
| | Th | Н/о | 0,236 |

Продолжение таблицы 8

| | | | |
|---|----|-----|-------|
| 4 | U | H/o | 1,16 |
| | Th | n/o | 0,467 |
| 5 | U | H/o | 3,0 |
| | Th | H/o | 0,6 |
| 6 | U | H/o | 2,1 |
| | Th | H/o | 0,8 |
| 7 | U | H/o | 3,6 |
| | Th | H/o | 0,7 |
| 8 | U | H/o | 5,0 |
| | Th | H/o | 1,6 |

Как видно из представленных результатов, после отгонки с толуолом стало возможно определение субмикро - количеств естественных радионуклидов, таких как уран и торий, которые в случае использования только фильтрации определить было невозможно из-за подавляюще больших концентраций макрокомпонентов, так как кальций, калий, магний, натрий и др.

ВЫВОДЫ

1 Исследовали два способа пробоподготовки буровых растворов для элементного анализа.

2 Отделили макрокомпоненты из 8 образцов буровых растворов двумя методами: перегонкой азеотропной смеси с толуолом и фильтрованием через бумажный фильтр.

3 Предварительно определили содержание трития, гидрокарбонатов и органического углерода в образцах. Органические вещества, гидрокарбонаты и тритий задерживаются фильтрами и степень задержания определяется размером частиц.

4 Перед анализом жидкой фазы бурового шлама для определения субмикрочисел естественных радионуклидов в качестве пробоподготовки можно рекомендовать использование отгонки с толуолом, для определения микро и макрокомпонентов – фильтрацию.

5 Определили содержание 15 макрокомпонентов в очищенных образцах методом АЭС с ИСП и масс – спектрометрии.

6 Установлено, что буровой шлам содержит высокие концентрации: К (25 – 194 мкг/л), Са (270 – 420 мкг/л), Na (15 мкг/л – 6,6 мг/л), Mg (14 – 63 мкг/л), что указывает на сильную минерализацию раствора, которая способствует устойчивости стенок скважин при бурении.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Яров, А.Н. / Буровые растворы с улучшенными смазочными свойствами / А.Н. Яров, Н.А. Жидовцев, К.М. Гильман. - М.: Недра, 1975. - 143 с.
2. Паус, К.Ф. / Буровые растворы / К.Ф. Паус. - М.: Недра, 1973 – 303 с.
3. Рязанов, Я.А./ Энциклопедия по буровым растворам / Я.А. Рязанов. - Оренбург: изд. "Летопись", 2005. - 664 с.
4. Грей, Дж. Р./ Состав и свойства буровых агентов (промывочных жидкостей): пер. с англ./ Дж. Р. Грей, Г.С.Г. Дарли. – М.: Недра, 1985 – 509 с.
5. Википедия/ Буровые растворы. - Режим доступа:
https://ru.wikipedia.org/wiki/%D0%91%D1%83%D1%80%D0%BE%D0%B2%D0%BE%D0%B9_%D1%80%D0%B0%D1%81%D1%82%D0%B2%D0%BE%D1%80 (Дата обращения 27.05.16 Г.).
6. Remillard, S. C. Applications of Nanotechnology within the Oil and Gas Industry/S.C. Remillard//Oil and Gas Review.- Vol. 8.- 2010.- P. 1-108.
7. Дедусенко, Г.Я. / Буровые растворы с малым содержанием твердой фазы/ Г.Я. Дедусенко, В.И. Иванников, М.И. Липкес. - М.: Недра, 1985. - 160 с.
8. Петров, Н.А. / Эмульсионные растворы в нефтегазовых процессах/ Н.А. Петров, А.Я. Соловьев, В.Г. Султанов.– М: Химия, 2008. - 440с.
9. Попов, С.Г. Новый тип эмульсионных буровых растворов реверсивно-инвертируемый буровой раствор/С.Г. Попов, А.М. Нацепинская //Геология, геофизика и разработка нефтяных и газовых месторождений. – 2012. – Т. 5. - № 4 – С 15-20.
10. Городнов, В. Д./ Буровые растворы / В.Д. Городонов. - М.: Недра, 1985. - 206 с.

11. Ятров, С.Н./ Промывочные жидкости в бурении скважин/ С.Н. Ятров. – М.: Гостоптехиздат, 1960. – 310 с.
12. Михеев, В.Л. / Технологические свойства буровых растворов / В.Л. Михеев. – М.: Недра, 1979. – 301 с.
13. Резниченко, И.Н. / Приготовление, обработка и очистка буровых растворов / И.Н. Резниченко. - М.: Недра, 1962. - 230 с.
14. Золотов, Ю.А. / Основы аналитической химии. В. 2 кн. Кн. 1. Общие вопросы. Методы разделения: Учебное пособие для вузов / Ю.А. Золотов, Е.Н. Дорохова, В.И. Фадеева. – М: Высшая школа, 2002. – 351 с.
15. Pharmcontractgroupofcompanies/ Atomnaya-spektroskopiya. - Режим доступа: <http://phct.ru/atomnaya-spektroskopiya/> (Дата обращения 24.05.16 Г.).
16. Пискарева, С.К. / Аналитическая химия: учебник для средних специальных учебных заведений / С.К. Пискарева. – М: Высшая школа, 1994. - 192 с.
17. Ананьева, Е.А./ Атомно-эмиссионная спектрометрия с индуктивно-связанной плазмой. Количественный анализ проб воды и водных растворов при изучении ионного обмена на синтетических смолах / Е.А. Ананьева. – М.: МИФИ, 2008. – 68 с.
18. Ищенко, А.А. / Аналитическая химия и физико-химические методы анализа: учебник для студентов вузов по химико-технологическим специальностям и направлениям: в 2-томах/ ред. А.А. Ищенко. – М.: Академия, 2010. – 246 с.
19. Бейзель, Н. Ф./ Атомно-абсорбционная спектрометрия: Учеб. пособие / Н.Ф. Бейзель.-Новосибирск: Новосиб. гос. ун-т.- 2008.- 72 с.
20. Энциклопедии и словари/Масс- спектрометрия.- Режим доступа: http://enc-dic.com/enc_chemistry/Mass-spektrometrija-1621/ (Дата обращения 17.05.16 Г.).
21. Юинг, Г./ Инструментальные методы химического анализа/ Г. Юинг - М.:Мир, 1989.- 608 с.

22. Кузяков, Ю.Я. /Методы спектрального анализа./ Ю.Я. Кузяков, К.А. Семенов, Н.Б. Зоров.- М.:МГУ, 1990.- 213 с.
- 23.Джонстон, Р. / Руководство по масс-спектрометрии для химиков-органиков/ Р. Джонстон.- М.: Мир, 1975.- 236 с.
24. Лебедев, А.Т./ Масс-спектрометрия для анализа объектов окружающей среды/ А.Т.Лебедев.- Москва: Техносфера, 2013. – 632с.
25. ФГБУ «Центральная научно- производственная ветеринарная лаборатория» /Преимущества метода атомно - эмиссионной спектрометрии с индуктивно – связанной плазмой.- Режим доступа: <http://www.fgu-radiovetlab.ru/preimuschestva-metoda-atomno-emissionnoy-spektrometrii-s-induktivno-svyazannoy-plazmoy.html> (Дата обращения 1.06.16 Г.).
26. Bondareva, L.G. Development of methods for the preparation of process solutions for the determination of natural radionuclides and tritium/ L.G. Bondareva, I.G. Tananaev//Journal of Siberian Federal University.- 2015, №8(1).- P.129 - 136.
27. Аверко - Антонович, И.Ю./Методы исследования структуры и свойств полимеров/ И.Ю. Аверко - Антонович, Р.Т. Бикмуллин. - Казань, КГТУ.-2002.-604с.
28. Ляпницкий С.А. Каскадная ультрафильтрация как метод изучения комплексообразования микроэлементов с наномолекулами растворенных органических веществ природных вод/ С.А. Ляпницкий, Ю.В. Алехин, С.М. Ильина// Вестник отделения наук о Земле РАН.- 2009.- №1(27).- С. 224-227.
29. Boyer, C. Variations of conversion rate from tissue free water tritium to organically – bound tritium in lettuces continuously exposed to atmospheric HT and HTO/ C. Boyer, L. Vichot, T. Boissieux Y. Losset, C. Mavon, F. Tatin – Froux, P.M. Badot //Radio – protection.- 2009.-Vol.44, №5, P. 671.
30. Швец, В.М. / Основные закономерности распределения органического вещества в подземных водах/ В.М. Швец//Органическая геохимия подземных вод и поисковая геохимия. - М.: Наука, 1982.- С. 47-52.

SUMMARY

This work is devoted to the choice of a way of sample preparation of drilling fluids for the analysis of methods of atomic emission spectroscopy and masses - spectrometry.

2 methods of preparation of tests were used: it is filtration through a paper filter and distillation with a toluene. The method of atomic-emission spectrometry with the inductively constrained plasma and masses – spectrometry is set 15 elements in standards filtration through a paper filter and 15 elements in solutions with the use of toluene. Content of tritium, hydrocarbonate and organic carbon in samples has been determined.