



## ANÁLISIS MULTIELEMENTAL EN MUESTRAS DE PETROLEO DE LA REGIÓN DE CD. DEL CARMEN, CAMPECHE EMPLEANDO LA TÉCNICA DE ANÁLISIS POR ACTIVACIÓN.

María del Carmen López Reyes; [mlr@nuclear.inin.mx](mailto:mlr@nuclear.inin.mx),<sup>1</sup>

Leticia Amparo Cuapio Ortiz; [aco@nuclear.inin.mx](mailto:aco@nuclear.inin.mx),<sup>1</sup> Roberto Baldomero Jiménez,<sup>1</sup> Ruperto Mazón Ramírez,<sup>1</sup> Gustavo Adolfo Miranda Rosas,<sup>2,\*</sup> (1) Depto. de Análisis Químicos, ININ, Km. 36.5 Carretera México-Toluca, Ocoyoacac, Edo. De México. [rnr@nuclear.inin.mx](mailto:rnr@nuclear.inin.mx), (2) PEMEX, Exploración y Producción, RMNE, Calle 31 s/n, Edificio Complementario 1, 3er piso, Col. Santa Isabel, Cd. Del Carmen, Camp. C.P. 24180

### 1. INTRODUCCIÓN.

La creciente necesidad de energéticos en el mundo, ha dado como resultado la urgencia de incrementar el número de fuentes de energía. Actualmente en nuestro País la mayor fuente de energéticos es el petróleo, por lo que la búsqueda de nuevos yacimientos petrolíferos se efectúa aceleradamente. Algunos elementos traza son indicadores importantes del origen geoquímico de los petróleos y otros son importantes en los procesos de refinación de los crudos (1).

Por lo anterior surgió la necesidad de contar con una técnica analítica para la caracterización inorgánica de los petróleos, (3), el contenido de elementos traza representa una huella digital, lo cual contribuye a establecer con mayor certidumbre el origen del material oleoso. Para la caracterización de estos materiales se eligió la técnica de análisis por activación, en la cual no se requiere un pretratamiento de las muestras para su análisis y los elementos mayores presentes en los petróleos como C, H, O no se activan al ser irradiados con neutrones térmicos.

### 2. MATERIALES Y MÉTODOS

La selección de las muestras de petróleo se realizó de los pozos de diferentes plataformas marinas con diferentes edades geológicas.

La parte experimental consta de dos etapas: una etapa cualitativa y otra cuantitativa, en ambas etapas se incluyó la etapa de homogeneización en la que las muestras se calentaron en sus envases originales a Baño María por 15 min., seguida por una agitación empleando un equipo mezclador marca Craft, por 25 minutos. Una vez terminada esta etapa se procedió a la preparación de las muestras para su irradiación, se pesaron aproximadamente 300 mg de cada una y se irradiaron por 2 seg., 2 min., 10 min., y 4 h. Las muestras se trabajaron en el Laboratorio de Análisis por Activación y se irradiaron en el reactor TRIGA MARK III del Centro Nuclear de México, y en este análisis se determinaron los siguientes 32 elementos, V, Br, S, Mn, Ni, I, Al, Ga, As, Zn, Ba, Co, Na, Cl, Dy, Cr, K, La, Ce, Ca y el Sb (encontrados con mayor frecuencia), mientras que el Hf, Sn, Mo, U, Au, Mg, Sc, Se, Ag, Fe y Cu se encontraron en menor frecuencia.

Una vez conocida la composición elemental de los petróleos, se eligieron los siguientes elementos para realizar la caracterización de los materiales: Al, Ti, Mg, Cu, V, Dy, Ga, Sm, I, Mn, Cl, La, Na, Br, K, Mo, Au, As, Cr, Fe, Ni, Sn, Ba, Zn, Sb, Se, Co y Sc.

Para su determinación cuantitativa los elementos se agruparon dependiendo de la vida media de los isótopos que se formarían al ser irradiados con neutrones térmicos, de la siguiente manera:

Número de Muestras	Tiempo de irradiación	Instalación usada	Tiempo de decaimiento	Elementos determinados
65	2 seg.	SINCA	3 min.	Al, Ti, Mg, Cu, V
	2 min.	SINCA	1 h	Dy, Ga, Sm, I, Mn, Cl
	10 min	SIFCA, S.R.	1d	Br, La, Au, K, As, Na, Ba, Mo
	4 h.	SIFCA	6-15 d	Cr, Co, Fe, Sn, Ba, Zn, Sb, Ag, Sc, Se, Sr, Ni

Tabla 1.- Esquema de análisis de las muestras de petróleo.

Los patrones se prepararon a partir de diluciones de estándares oleosos elementales (Conostan Oil Co.) éstos se diluyeron con xileno de alta pureza hasta una concentración adecuada y se irradiaron junto con las muestras los tiempos señalados en la tabla I, el análisis se realizó por duplicado.

Las actividades inducidas fueron medidas en un sistema de espectrometría gamma integrado por: un detector de germanio hiperpuro acoplado a una tarjeta ORTEC de 8192 canales, calibrado a 0.45 KeV/canal. Las mediciones se realizaron con tiempos muertos menores al 15%, la determinación de las concentraciones se realizó empleando un programa de computo desarrollado en el ININ por el Departamento de soporte técnico y Mantenimiento electrónico, basado en el método de Covell, para la determinación de las áreas.

### 3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

El análisis por activación con neutrones térmicos es una técnica adecuada para el análisis de este tipo de materiales, (4). Como se observa en la figura 1, las determinaciones son multielementales, ya que con el mismo espectro de la muestra y el patrón se pueden evaluar varios elementos. En los casos de las muestras irradiadas por 4 h se determinaron 12 elementos.

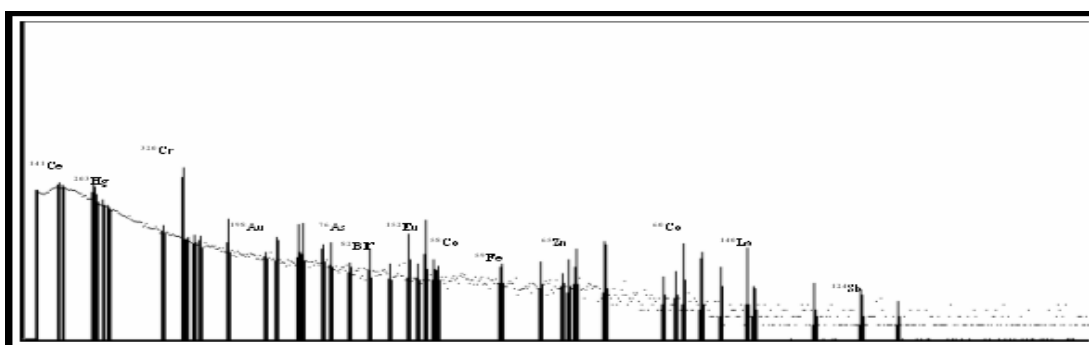
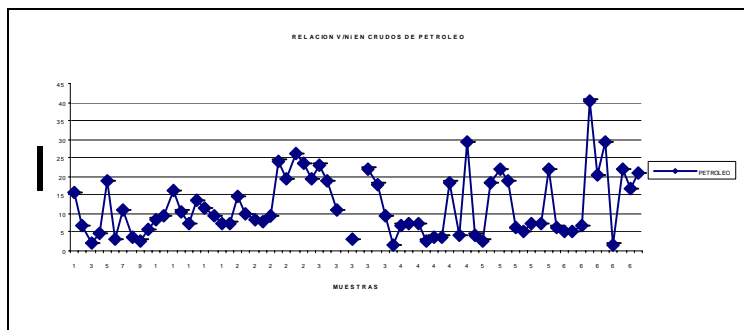


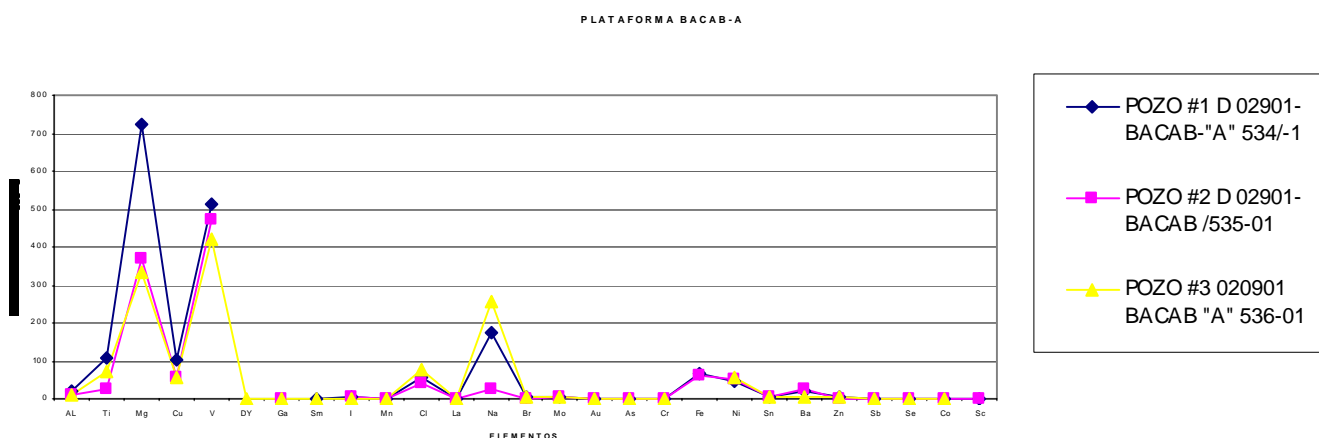
Fig. 1. Espectro de radiación gamma del petróleo irradiado por 4 horas.

En cuanto a la gran diversidad de composición de los petróleos es necesario comentar que las muestras provienen de diferentes orígenes geológicos y de diferentes pozos. Los elementos que presentaron concentraciones menores fueron Fe, Sc, Dy, Sm, La y Se, y su determinación sería un trabajo interesante de realizar posteriormente y determinar si sus concentraciones representan una huella útil para su identificación.



Gráfica 1.- Relación en las concentraciones de V/Ni obtenidos en los crudos de petróleo.

En la gráfica 1, se muestran los valores obtenidos de la relación V/Ni. Se puede observar que los valores se encuentran en un amplio intervalo, que va desde 1.6 hasta 41. Esta relación según Musa, (2), disminuye con un incremento en la madurez del crudo. Una consideración importante es el de realizar un estudio parecido empleando las muestras temperizadas artificialmente u obtenidas de derrames reales, para conocer que elementos mantienen sus concentraciones y cuales se ven seriamente afectados por las condiciones ambientales.



Gráfica 2.- Resultados parciales del análisis de muestras de petróleos.

En la gráfica 2, se muestran parte de los resultados obtenidos de los análisis de los petróleos. En este caso se agruparon los resultados de muestras provenientes de diferentes pozos pero de la misma plataforma, se puede observar cierto comportamiento, es necesario realizar este tipo de estudios en petróleos de otras regiones para elegir los elementos claves para las identificaciones de los diferentes pozos y regiones.

#### 4. REFERENCIAS.

Buenafama H.D., Lubkowitz J.A., (1977), The stability of trace metals suspensions in heavy crudes as determined by neutron activation analysis, J. Radioanal. Chem., Vol. 39, 293-300.

Musa M.M., Markus W.M., Elghondi, R.H. Etwir, Hannan A.H., Arafa E.A., "Neutron Activation Analysis of major and Trace Elements in crude Petroleum", J. Radioanal. and Nuclear Chem. Vol. 198 No. 1, 1995.

Guinn, V.P., "Application of Nuclear Science in crime Investigation", Ann. Rev. Nucl., Sci., 24(1974) 561-591.



Oluwole, A.F., Asubiojo O.I., Nwachukwu J.I., Ojo J. O., Ogunsola O. J., Adejumo J. A., "Neutron Activation Analysis of Nigerian Crude Oil", Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry, Articles, Vol. 168, No. 1(1993)14.