

(19)



**Евразийское
патентное
ведомство**

(11) **039341**(13) **B1**(12) **ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОМУ ПАТЕНТУ**

(45) Дата публикации и выдачи патента
2022.01.14

(51) Int. Cl. **G01N 23/223 (2006.01)**

(21) Номер заявки
202092715

(22) Дата подачи заявки
2020.11.11

(54) СПОСОБ РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНОГО АНАЛИЗА УГЛЯ

(43) **2022.01.13**

(56) KZ-A4-27186
RU-C1-2419087
SU-A2-1242785
US-A-6130931
US-A1-20080285714

(96) **KZ2020/083 (KZ) 2020.11.11**
(71)(73) Заявитель и патентовладелец:
ПАК ЮРИЙ (KZ)

(72) Изобретатель:
**Пак Юрий, Пак Дмитрий Юрьевич,
Исатаева Фарида Муратовна,
Тогайбаева Люсия Исламовна,
Шаихова Гульназира Сериковна,
Мадиева Рима Копбосынкызы,
Мустафин Жанибек Муратович,
Ибрагимова Диана Андреевна (KZ)**

(57) Изобретение относится к физическим способам анализа веществ. Способ рентгенорадиометрического анализа угля, основанный на измерении спектрального отношения Ψ интенсивности флуоресцентного измерения железа к интенсивности рассеянного гамма-излучения, отличающийся тем, что дополнительно облучают уголь гамма-излучением с энергией ниже К-края поглощения железа, а на стандартных образцах с известным содержанием пирита находят энергетические интервалы ΔE_1 в области рентгеновской флуоресценции серы и ΔE_2 в области рассеянного гамма-излучения, при которых обеспечивается, соответственно, максимальная чувствительность интенсивности флуоресцентного излучения серы к пириту и максимальная чувствительность отношения f интенсивности флуоресцентного излучения серы при ΔE_1 к интенсивности рассеянного гамма-излучения при ΔE_2 , а содержание пирита определяют по спектральному отношению Ψ совместно с измеренным отношением f интенсивности флуоресцентного излучения серы при ΔE_1 к интенсивности рассеянного гамма-излучения при ΔE_2 . Технический результат изобретения состоит в повышении точности и расширении сферы применения способа за счет нахождения ΔE_1 и ΔE_2 , при которых измеряется отношение интенсивностей f .

B1**039341****039341****B1**

Изобретение относится к области анализа различных сложных веществ ядерно-физическими методами и может быть применено для определения пирита в угле в процессе его добычи и переработки в угледобывающей и топливно-энергетической отраслях промышленности.

Известен способ определения содержания пирита (FeS_2), основанный на облучении угля гамма-излучением и регистрации рентгеновского флуоресцентного излучения железа (Рентгенорадиометрический метод при поисках и разведке рудных месторождений. Под ред. А.П. Очкура. Л.: Недра, 1985, с. 256).

Недостатком способа является сравнительно низкая точность, обусловленная дестабилизирующим действием матричного эффекта, вызванного перераспределением элементарно-вещественного состава угля.

Наиболее близким по технической сущности и достигаемому результату является способ, заключающийся в регистрации наряду с рентгеновским флуоресцентным излучением железа и рассеянного гамма-излучения. Способ, известный как способ спектральных отношений, предусматривает измерение отношения интенсивности флуоресцентного излучения железа к интенсивности рассеянного гамма-излучения (Леман Е.П. Рентгенорадиометрический метод опробования месторождений цветных и редких металлов. Л.: Недра, 1978. с. 232). Данный способ характеризуется несколько повышенной чувствительностью к железу. При этом сохраняется возмущающее действие непостоянства элементарно-вещественного состава угля на результаты анализа и недостаточная информативность способа, обусловленная отсутствием инструментальных сигналов о сере, массовая доля которой в пирите составляет чуть более 53%.

Задачей изобретения является повышение точности определения пирита за счет использования информативного сигнала о сере и учета изменчивости элементарно-вещественного состава угля.

Технический результат изобретения состоит в расширении сферы применения способа.

Поставленная задача решается следующим образом. При облучении анализируемого угля гамма-излучением и измерении спектрального отношения Ψ интенсивности рентгеновского флуоресцентного излучения железа к интенсивности рассеянного углем гамма-излучения дополнительно облучают уголь гамма-излучением с энергией менее энергии К-края поглощения железа ($\sim 7,1$ кэВ), а на стандартных образцах угля с известным содержанием пирита устанавливают зависимости интенсивности вторичного излучения от его энергии, находят ширину энергетического интервала ΔE_1 в области флуоресцентного излучения серы ($\sim 2,3$ кэВ), при которой достигается максимальная чувствительность интенсивности флуоресцентного излучения при единичном изменении концентрации пирита, а оптимальную ширину энергетического интервала ΔE_2 в области рассеянного гамма-излучения выбирают такой, чтобы при единичном изменении концентрации пирита в угле обеспечивалась максимальная чувствительность величины отношения f интенсивности флуоресцентного излучения серы, измеренной при найденной ширине интервала ΔE_1 , к интенсивности рассеянного гамма-излучения, измеренной при выбранной ширине интервала ΔE_2 , а содержание пирита в угле определяют по спектральному отношению интенсивностей Ψ совместно с измеренным отношением f интенсивности флуоресцентного излучения серы, измеренной при найденной ширине интервала ΔE_1 к интенсивности рассеянного гамма-излучения, измеренной при выбранной ширине интервала ΔE_2 .

Дополнительное облучение угля гамма-излучением с энергией ниже К-края поглощения железа (7,2 кэВ) вызвано необходимостью эффективного возбуждения рентгеновской флуоресценции серы и измерения интенсивности ее флуоресцентного излучения (2,3 кэВ). Находят ширину энергетического интервала ΔE_1 в области флуоресцентного излучения серы, при которой достигается максимальная чувствительность интенсивности флуоресцентного излучения при единичном изменении концентрации пирита, а ширину энергетического интервала ΔE_2 в области рассеянного гамма-излучения выбирают такой, чтобы при единичном изменении концентрации пирита в угле обеспечивалась максимальная чувствительность величины отношения f интенсивности флуоресцентного излучения серы, измеренной при найденной ширине интервала ΔE_1 к интенсивности рассеянного гамма-излучения, измеренной при выбранной ширине интервала ΔE_2 .

Такой алгоритм последовательных действий позволяет скорректировать величину спектрального отношения Ψ интенсивности флуоресцентного излучения железа к интенсивности рассеянного гамма-излучения с учетом дополнительного инструментального параметра, каким является отношение f интенсивности флуоресцентного излучения серы, измеренной при ширине интервала ΔE_1 , к интенсивности рассеянного гамма-излучения, измеренной при ширине интервала ΔE_2 . Измеренное отношение f интенсивностей позволяет получить дополнительную информацию о сере, массовая доля которой в пирите составляет более 53%, что повышает точность определения пирита в угле. Кроме того, при использовании первичного гамма-излучения с энергией менее К-края поглощения железа (7,1 кэВ) минеральный состав угля можно аппроксимировать двухкомпонентной смесью алюмосиликатов и кальция. Вариации элементарно-вещественного состава автоматически учитываются величиной отношения интенсивностей f .

Существенным отличием изобретения от прототипа является то, что дополнительно облучают уголь гамма-излучением с энергией ниже К-края поглощения железа, а на стандартных образцах угля с известным содержанием пирита устанавливают зависимости интенсивности вторичного излучения от его энергии, находят ширину энергетического интервала ΔE_1 в области флуоресцентного излучения серы

(~2,3 кэВ), при которой достигается максимальная чувствительность интенсивности флуоресцентного излучения при единичном изменении концентрации пирита, а оптимальную ширину энергетического интервала ΔE_2 в области рассеянного гамма-излучения выбирают такой, чтобы при единичном изменении концентрации пирита в угле обеспечивалась максимальная чувствительность величины отношения f интенсивности флуоресцентного излучения серы, измеренной при найденной ширине интервала ΔE_1 , к интенсивности рассеянного гамма-излучения, измеренной при выбранной ширине интервала ΔE_2 , а содержание пирита в угле определяют по спектральному отношению интенсивностей Ψ совместно с измеренным отношением f интенсивности флуоресцентного излучения серы, измеренной при найденной ширине интервала ΔE_1 к интенсивности рассеянного гамма-излучения, измеренной при выбранной ширине интервала ΔE_2 .

Предлагаемый способ апробирован на примере определения пирита в угле с дополнительным его облучением от радиоизотопного источника Fe-55, испускающего гамма-излучение с энергией 5,9 кэВ, что ниже энергии К-края поглощения железа (7,1 кэВ). На стандартных образцах угля с известным содержанием пирита (0,4-2,5) % измеряют интенсивности рентгеновского флуоресцентного излучения серы в области его аналитической линии (~2,3 кэВ), находят ширину энергетического интервала ΔE_1 в области флуоресцентного излучения серы, при которой достигается максимальная чувствительность интенсивности флуоресцентного излучения при единичном изменении концентрации пирита в угле. Максимальная чувствительность достигнута при ширине энергетического интервала $\Delta E_1=1,05$ кэВ, симметричном относительно 2,3 кэВ.

Оптимальную ширину энергетического интервала ΔE_2 в области рассеянного гамма-излучения (~5,9 кэВ) выбирают такой, чтобы при единичном изменении концентрации пирита в угле обеспечивалась максимальная чувствительность величины отношения f интенсивности флуоресцентного излучения серы, измеренной при найденной ширине $\Delta E_1=1,05$ кэВ к интенсивности рассеянного гамма-излучения, измеренной при выбранной ширине ΔE_2 . Максимальная чувствительность величины отношения f достигнута при $\Delta E_2=2,85$ кэВ, симметричном относительно 5,9 кэВ. При найденных значениях энергетических интервалов $\Delta E_1=1,05$ кэВ, $\Delta E_2=2,85$ кэВ измеряют величину отношения f измеренных интенсивностей, а содержание пирита в угле определяют по величине спектрального отношения Ψ интенсивностей совместно с измеренным отношением f интенсивности флуоресцентного излучения серы при найденной ширине ΔE_1 к интенсивности рассеянного гамма-излучения при выбранной ширине ΔE_2 .

В таблице представлены сравнительные экспериментальные данные о чувствительности и погрешности определения пирита в углях переменного вещественного состава.

Способ	Количество проб Диапазон изменения Ca, %	Средняя квадратическая погрешность, % абс. Чувствительность к FeS ₂ , проц. / % абс.
Предлагаемый	24	0,49
	0,4 – 3,2	4,64
Прототип	24	0,95
	0,4 – 3,2	3,96

Предлагаемый способ в сравнении с прототипом выгодно отличается повышенной чувствительностью к пириту и низкой погрешностью определения пирита в условиях значительной изменчивости вещественного состава, в частности кальция, что существенно расширяет сферу его применения.

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

Способ рентгенофлуоресцентного анализа угля, основанный на его облучении гамма-излучением и измерении спектрального отношения Ψ интенсивности рентгеновского флуоресцентного излучения железа к интенсивности рассеянного углем гамма-излучения, отличающийся тем, что дополнительно облучают уголь гамма-излучением с энергией менее энергии К-края поглощения железа (~7,1 кэВ), а на стандартных образцах угля с известным содержанием пирита устанавливают зависимости интенсивности вторичного излучения от его энергии, находят ширину энергетического интервала ΔE_1 в области флуоресцентного излучения серы (~2,3 кэВ), при которой достигается максимальная чувствительность интенсивности флуоресцентного излучения при единичном изменении концентрации пирита, а оптимальную ширину энергетического интервала ΔE_2 в области рассеянного гамма-излучения выбирают такой, чтобы при единичном изменении концентрации пирита в угле обеспечивалась максимальная чувствительность величины отношения f интенсивности флуоресцентного излучения серы, измеренной при найденной ширине интервала ΔE_1 , к интенсивности рассеянного гамма-излучения, измеренной при выбранной ширине интервала ΔE_2 , а содержание пирита в угле определяют по спектральному отношению интенсивностей Ψ совместно с измеренным отношением f интенсивности флуоресцентного излучения серы, измеренной при найденной ширине интервала ΔE_1 к интенсивности рассеянного гамма-излучения, измеренной при выбранной ширине интервала ΔE_2 .



Евразийская патентная организация, ЕАПВ

Россия, 109012, Москва, Малый Черкасский пер., 2