

(19)



Евразийское  
патентное  
ведомство

(21) 202092715 (13) A1

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОЙ ЗАЯВКЕ

(43) Дата публикации заявки  
2022.01.13

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

(22) Дата подачи заявки  
2020.11.11

---

(54) СПОСОБ РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНОГО АНАЛИЗА УГЛЯ

---

(96) KZ2020/083 (KZ) 2020.11.11

(71) Заявитель:  
ПАК ЮРИЙ (KZ)

(72) Изобретатель:

Пак Юрий, Пак Дмитрий Юрьевич,  
Исатаева Фарида Муратовна,  
Тогайбаева Люсия Исламовна,  
Шаихова Гульназира Сериковна,  
Мадишева 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  $\Psi$  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  $\Delta E_1$  в области рентгеновской флуоресценции серы и  $\Delta E_2$  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  $\Delta E_1$  к интенсивности рассеянного гамма-излучения при  $\Delta E_2$ , а содержание пирита определяют по спектральному отношению  $\Psi$  совместно с измеренным отношением  $f$  интенсивности флуоресцентного излучения серы при  $\Delta E_1$  к интенсивности рассеянного гамма-излучения при  $\Delta E_2$ . Технический результат изобретения состоит в повышении точности и расширения сферы применения способа за счет нахождения  $\Delta E_1$  и  $\Delta E_2$ , при которых измеряется отношение интенсивностей  $f$ .

---

A1

202092715

202092715

A1

## СПОСОБ РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНОГО АНАЛИЗА УГЛЯ

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 ( $\text{FeS}_2$ ), 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, 256 с.).

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. 232 с.). 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  $\Psi$  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  $\Delta E_1$  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  $\Delta E_2$  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  $\Delta E_1$ , к интенсивности рассеянного гамма-излучения, измеренной при выбранной ширине интервала  $\Delta E_2$ , а содержание пирита в угле определяют по спектральному отношению интенсивностей  $\Psi$  совместно с измеренным отношением  $f$  интенсивности флуоресцентного излучения серы, измеренной при найденной ширине интервала  $\Delta E_1$  к интенсивности рассеянного гамма-излучения, измеренной при выбранной ширине интервала  $\Delta E_2$ .

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  $\Delta E_1$  в области флуоресцентного излучения серы, при которой достигается максимальная чувствительность интенсивности флуоресцентного излучения при единичном изменении концентрации пирита, а ширину энергетического интервала  $\Delta E_2$  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  $\Delta E_1$  к интенсивности рассеянного гамма-излучения, измеренной при выбранной ширине интервала  $\Delta E_2$ .

Такой алгоритм последовательных действий позволяет скорректировать величину спектрального отношения  $\Psi$  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  $\Delta E_1$ , к интенсивности рассеянного гамма-излучения, измеренной при ширине интервала  $\Delta E_2$ . 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  $\Delta E_1$  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  $\Delta E_2$  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  $\Delta E_1$ , к интенсивности рассеянного гамма-излучения, измеренной при выбранной ширине интервала  $\Delta E_2$ , а содержание пирита в угле определяют по спектральному отношению интенсивностей  $\Psi$  совместно с измеренным отношением  $f$  интенсивности флуоресцентного излучения серы, измеренной при найденной ширине интервала  $\Delta E_1$  к интенсивности рассеянного гамма-излучения, измеренной при выбранной ширине интервала  $\Delta E_2$ .

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  $\Delta E_1$  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  $\Delta E_2$  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  $\Delta E_2$ . 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  $\Psi$  интенсивностей совместно с измеренным отношением  $f$  интенсивности флуоресцентного излучения серы при найденной ширине  $\Delta E_1$  к интенсивности рассеянного гамма-излучения при выбранной ширине  $\Delta E_2$ .

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

| Способ       | <u>Количество проб</u><br>Диапазон изменения Са, % | Средняя квадратическая<br><u>погрешность, % абс.</u><br>Чувствительность к FeS <sub>2</sub> ,<br>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**

Способ рентгенофлуоресцентного анализа угля, основанный на его облучении гамма-излучением и измерении спектрального отношения  $\Psi$  интенсивности рентгеновского флуоресцентного измерения железа к интенсивности рассеянного углем гамма-излучения, отличающийся тем, что 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  $\Delta E_1$  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  $\Delta E_2$  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  $\Delta E_1$ , к интенсивности рассеянного гамма-излучения, измеренной при выбранной ширине интервала  $\Delta E_2$ , а содержание пирита в угле определяют по спектральному отношению интенсивностей  $\Psi$  совместно с измеренным отношением  $f$  интенсивности флуоресцентного излучения серы, измеренной при найденной ширине интервала  $\Delta E_1$  к интенсивности рассеянного гамма-излучения, измеренной при выбранной ширине интервала  $\Delta E_2$ .

**ОТЧЕТ О ПАТЕНТНОМ ПОИСКЕ**  
(статья 15(3) ЕАПК и правило 42 Патентной инструкции к ЕАПК)

Номер евразийской заявки:

**202092715**

**А. КЛАССИФИКАЦИЯ ПРЕДМЕТА ИЗОБРЕТЕНИЯ:**

**G01N 23/223 (2006.01)**

Согласно Международной патентной классификации (МПК)

**Б. ОБЛАСТЬ ПОИСКА:**

Просмотренная документация (система классификации и индексы МПК)

G01N 23/00, 23/22, 23/221, 23/223, G01V 5/00, 5/04, 5/06, 5/12, G01N 9/00, 9/24, E21C 35/00, 35/04, 35/24

Электронная база данных, использовавшаяся при поиске (название базы и, если, возможно, используемые поисковые термины)

**В. ДОКУМЕНТЫ, СЧИТАЮЩИЕСЯ РЕЛЕВАНТНЫМИ**

| Категория* | Ссылки на документы с указанием, где это возможно, релевантных частей                                                   | Относится к пункту № |
|------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------|
| A          | KZ 27186 A4 (ПАК ДМИТРИЙ ЮРЬЕВИЧ и др.) 15.07.2013, реферат                                                             | 1                    |
| A          | RU 2419087 C1 (ВОЛКОВ АНТОН ИВАНОВИЧ) 20.05.2011, реферат                                                               | 1                    |
| A          | SU 1242785 A2 (КОМПЛЕКСНЫЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ ОБОГАЩЕНИЯ ТВЕРДЫХ ГОРЮЧИХ ИСКОПАЕМЫХ) 07.07.1986, реферат | 1                    |
| A          | US 6130931 A (PROCESS CONTROL, INC.) 10.10.2000, реферат                                                                | 1                    |
| A          | US 2008/0285714 A1 (ELSABETH KATZ) 20.11.2008, реферат                                                                  | 1                    |

☐ последующие документы указаны в продолжении

\* Особые категории ссылочных документов:

«А» - документ, определяющий общий уровень техники

«D» - документ, приведенный в евразийской заявке

«E» - более ранний документ, но опубликованный на дату подачи евразийской заявки или после нее

«O» - документ, относящийся к устному раскрытию, экспонированию и т.д.

"P" - документ, опубликованный до даты подачи евразийской заявки, но после даты испрашиваемого приоритета"

«Т» - более поздний документ, опубликованный после даты приоритета и приведенный для понимания изобретения

«Х» - документ, имеющий наиболее близкое отношение к предмету поиска, порочащий новизну или изобретательский уровень, взятый в отдельности

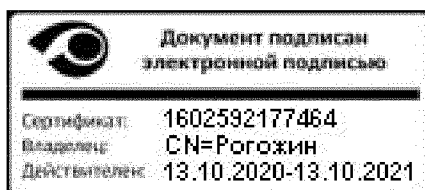
«У» - документ, имеющий наиболее близкое отношение к предмету поиска, порочащий изобретательский уровень в сочетании с другими документами той же категории

«&» - документ, являющийся патентом-аналогом

«L» - документ, приведенный в других целях

Дата проведения патентного поиска: **18/06/2021**

Уполномоченное лицо:  
Начальник Управления экспертизы



Д.Ю. Рогожин