

(19)



**Евразийское
патентное
ведомство**

(11) **042337**(13) **B1**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОМУ ПАТЕНТУ

(45) Дата публикации и выдачи патента
2023.02.06

(51) Int. Cl. **G01N 23/223 (2006.01)**
G01V 5/10 (2006.01)

(21) Номер заявки
202290690

(22) Дата подачи заявки
2022.02.19

(54) СПОСОБ ЭЛЕМЕНТНОГО АНАЛИЗА УГЛЯ

(43) **2023.02.02**

(96) **KZ2022/014 (KZ) 2022.02.19**

(71)(73) Заявитель и патентовладелец:
ПАК ЮРИЙ (KZ)

**Шаймерденова Рымтай Токеновна,
Инкин Дмитрий Анатольевич,
Ибрагимова Диана Андреевна,
Тусупова Айжан Сериковна (KZ)**

(72) Изобретатель:
**Пак Юрий, Пак Дмитрий Юрьевич,
Шаихова Гульназира Сериковна,
Журов Виталий Владимирович,**

(56) **EA-A1-202000087
KZ-A4-23578
SU-A1-1392470
US-A-4415804
US-A-4486894**

(57) Изобретение относится к ядернофизическим способам анализа углей и может быть использовано для экспрессного определения концентрации элементов в процессе разведки, добычи и переработки в геологоразведке и горнодобывающей отрасли. Задачей изобретения является повышение чувствительности определения кобальта в углях в условиях наличия железа, близкого по атомному номеру элемента. Способ элементного анализа угля, заключающийся в его облучении гамма-излучением и регистрации рентгеновской флуоресценции элементов с помощью избирательного фильтра, отличающийся тем, что дополнительно стандартные образцы угля со средними значениями зольности, содержания железа и минимальным и максимальным содержаниями кобальта в минеральной части последовательно облучают гамма-излучением с различной энергией, превышающей энергию К-края поглощения кобальта (~7,7 кэВ), измеряют спектрально-энергетическое распределение вторичного излучения, выбирают энергию первичного гамма-излучения E_0 и находят ширину энергетического интервала ΔE_i в области рентгеновской флуоресценции кобальта (~6,9 кэВ), при которых обеспечивается максимальная дифференциация измеренной интенсивности рентгеновской флуоресценции при изменении содержания кобальта, а на угле неизвестного состава при выбранной энергии первичного гамма-излучения E_0 и найденной ширине энергетического интервала ΔE_i измеряют интенсивность рентгеновской флуоресценции N_1 при избирательном фильтре из марганца, интенсивность рентгеновской флуоресценции N_2 без избирательного фильтра, а содержание кобальта и железа в угле определяют по измеренным интенсивностям N_1 и N_2 . Технический результат изобретения состоит в расширении сферы применения способа и повышении чувствительности элементного анализа за счет того, что дополнительно на стандартных образцах угля находят оптимальную энергию первичного гамма-излучения E_0 и ширину энергетического интервала ΔE_i в области рентгеновской флуоресценции кобальта, при которых обеспечивается максимальная дифференциация измеренной интенсивности рентгеновской флуоресценции к изменению содержания кобальта и определению содержания кобальта и железа в угле по интенсивности N_1 при избирательном фильтре из марганца и интенсивность N_2 - без избирательного фильтра, измеренным при найденной энергии E_0 и выбранной ширине окна ΔE_i .

B1**042337****042337****B1**

Изобретение относится к ядернофизическим способам анализа углей. Оно может быть использовано для экспрессного определения концентрации элементов в процессе разведки, добычи и переработки в геологоразведке и горнодобывающей отрасли.

Широко известен радиоизотопный рентгенорадиометрический метод, основанный на облучении анализируемого материала гамма-излучением и измерении интенсивности рентгеновской флуоресценции определяемого элемента.

Способ характеризуется значительной погрешностью в условиях наличия в анализируемом веществе элементов с близкими атомными номерами (Рентгенорадиометрический метод при поисках и разведке рудных месторождений. Очкур А.П., Томский И.В., Яншевский Ю.П. и др. Л. Недра, 1985, с. 204).

Наиболее близким по технической сущности и достигаемому результату является рентгенорадиометрический способ, основанный на облучении вещества гамма-излучением и регистрации рентгеновского флуоресцентного излучения элементов с помощью избирательного (селективного) фильтра (Пак Ю.Н., Пак Д.Ю. Ядерные технологии в геофизических исследованиях. Караганда, изд-во КарГТУ, 2016, с. 147-148).

Недостатком известного способа является невысокая чувствительность анализа в присутствии элемента, близкого по атомному номеру с определяемым элементом.

Задачей изобретения является повышение чувствительности определения кобальта в углях в условиях наличия железа, близкого по атомному номеру элемента.

Технический результат изобретения состоит в расширении сферы применения способа за счет повышения чувствительности элементного анализа.

Поставленная задача решается следующим образом. В процессе облучения угля гамма-излучением дополнительно стандартные образцы угля со средними значениями зольности, содержания железа и минимальным и максимальным содержаниями кобальта в минеральной части последовательно облучают гамма-излучением с различной энергией, превышающей энергию К-края поглощения кобальта (~7,7 кэВ), измеряют спектрально-энергетическое распределение вторичного излучения, выбирают энергию первичного гамма-излучения E_0 и находят ширину энергетического интервала ΔE_i в области рентгеновской флуоресценции кобальта (~6,9 кэВ), при которых обеспечивается максимальная дифференциация измеренной интенсивности рентгеновской флуоресценции при изменении содержания кобальта, а на угле неизвестного состава при выбранной энергии первичного гамма-излучения E_0 и найденной ширине энергетического интервала ΔE_i измеряют интенсивность рентгеновской флуоресценции N_1 при избирательном фильтре из марганца, интенсивность рентгеновской флуоресценции N_2 без избирательного фильтра, а содержание кобальта и железа в угле определяют по измеренным интенсивностям N_1 и N_2 .

Основная трудность раздельного определения кобальта и железа в углях состоит в близости энергий рентгеновской флуоресценции кобальта (6,9 кэВ) и железа (6,4 кэВ). Конечное энергетическое разрешение современных пропорциональных детекторов в длинноволновой части спектра создает сложность детектирования в силу наложения рентгеновских флуоресценции этих элементов. Для повышения избирательности рентгенофлуоресцентного анализа угля на кобальт и железо используется селективный фильтр из марганца, энергия К-края поглощения которого (6,5 кэВ) заключена в интервале между энергиями флуоресцентного излучения кобальта и железа. Действие избирательного фильтра основано на резко различном ослаблении фильтрующим материалом излучений с энергией чуть менее и чуть более энергии К-края поглощения фильтра.

В практике рентгенофлуоресцентного анализа выбор энергии первичного гамма-излучения осуществляют как правило из условия $E_0 > E_K$, а ширину энергетического интервала ΔE в области аналитических линий определяемых элементов выбирают с точки зрения минимизации статистической погрешности. Такие методические подходы не способствуют обеспечению высокой чувствительности рентгенофлуоресцентного анализа легких веществ, к которым относится уголь.

Исследования на стандартных образцах угля с минимальным и максимальным содержанием кобальта как наиболее тяжелого золообразующего элемента показали необходимость актуализации научно-методического подхода к выбору энергии первичного гамма-излучения и ширины энергетического интервала ΔE_i в области флуоресцентного излучения железа и кобальта (6,4-6,9 кэВ) с точки зрения достижения максимальной чувствительности рентгенофлуоресцентного анализа угля. Последовательно облучают стандартные образцы гамма-излучением с различной энергией первичного излучения, измеряют спектрально-энергетическое распределение вторичного излучения, выбирают энергию первичного гамма-излучения E_0 и находят ширину энергетического интервала ΔE_i в области флуоресцентного излучения кобальта, при которых достигается максимальная дифференциация интенсивности рентгеновской флуоресценции при изменении содержания кобальта. Уголь неизвестного состава облучают гамма-излучением с выбранной энергией E_0 , измеряют при найденной ширине энергетического интервала ΔE_i интенсивность рентгеновской флуоресценции N_1 при избирательном фильтре из марганца, интенсивность рентгеновской флуоресценции N_2 без фильтра. По измеренным интенсивностям N_1 и N_2 определяют содержание кобальта и железа.

Существенным отличием изобретения от прототипа является то, что дополнительно стандартные

образцы угля со средними значениями зольности, содержания железа и минимальным и максимальным содержаниями кобальта в минеральной части последовательно облучают гамма-излучением с различной энергией, превышающей энергию К-края поглощения кобальта ($\sim 7,7$ кэВ), измеряют спектрально-энергетическое распределение вторичного излучения, выбирают энергию первичного гамма-излучения E_0 и находят ширину энергетического интервала ΔE_i в области рентгеновской флуоресценции кобальта ($\sim 6,9$ кэВ), при которых обеспечивается максимальная дифференциация измеренной интенсивности рентгеновской флуоресценции при изменении содержания кобальта, а на угле неизвестного состава при выбранной энергии первичного гамма-излучения E_0 и найденной ширине энергетического интервала ΔE_i измеряют интенсивность рентгеновской флуоресценции N_1 при избирательном фильтре из марганца, интенсивность рентгеновской флуоресценции N_2 без избирательного фильтра, а содержание кобальта и железа в угле определяют по измеренным интенсивностям N_1 и N_2 .

Предлагаемый способ элементного анализа угля апробирован на Шубаркольских углях, в которых зольность менялась в пределах 8-16%. Среднее содержание железа 5,6%. Содержание кобальта варьировало в интервале 0,2-1,4%. Основную часть минеральной (золообразующей) массы составляли алюмосиликатные соединения. В качестве первичных излучателей использованы радионуклидные источники: тритий-циркониевые мишени (~ 8 кэВ), плутоний-238 (~ 16 кэВ) и кадмий-109 (~ 22 кэВ).

В процессе последовательного облучения стандартных образцов с минимальным и максимальным содержанием кобальта измеряли спектрально-энергетическое распределение вторичного излучения. Путем обработки полученных спектров выбрали энергию первичного гамма-излучения и нашли ширину энергетического интервала ΔE_i в области аналитической линии кобальта ($\sim 6,9$ кэВ), при которых обеспечивается максимальная дифференциация измеренной интенсивности.

Анализ угля осуществлялся на рентгенофлуоресцентном анализаторе РРК-103. При выбранной энергии первичного гамма-излучения 16 кэВ (плутоний-238) и найденной ширине энергетического интервала $\Delta E_i = 6,1-7,4$ кэВ обеспечена максимальная дифференциация измеренной интенсивности флуоресцентного излучения при изменении содержания кобальта.

Рентгенофлуоресцентный анализ проводился при выбранных оптимальных E_0 и ΔE_i путем измерения интенсивности рентгеновской флуоресценции N_1 с избирательным фильтром из марганца толщиной $3,8 \text{ мг/см}^2$ и интенсивности рентгеновской флуоресценции N_2 без фильтра.

Измеренные интенсивности рентгеновской флуоресценции N_1 и N_2 характеризуют уравнения регрессии, при совместном решении которых определяют концентрации кобальта и железа.

В таблице представлены сопоставительные данные о чувствительности предлагаемого способа и способа-прототипа.

Способ	Диапазон изменения Кобальт Железо, %	Относительная чувствительность к кобальту проц./% абс.
Предлагаемый	0,2 – 1,4 2,4 – 11,6	6,2
Прототип ($E_0=8$ кэВ)	0,2 – 1,4 2,4 – 11,6	3,9
Прототип ($E_0=16$ кэВ)	0,2 – 1,4 2,4 – 11,6	4,8
Прототип ($E_0=22$ кэВ)	0,2 – 1,4 2,4 – 11,6	4,2

Предлагаемый способ элементного анализа угля в сравнении с известным способом-прототипом характеризуется повышенной чувствительностью к кобальту, что существенно расширяет сферу применения способа.

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

Способ элементного анализа угля, заключающийся в его облучении гамма-излучением и регистрации рентгеновской флуоресценции элементов с помощью избирательного фильтра, отличающийся тем, что дополнительно стандартные образцы угля со средними значениями зольности, содержания железа и минимальным и максимальным содержаниями кобальта в минеральной части последовательно облучают гамма-излучением с различной энергией, превышающей энергию К-края поглощения кобальта ($\sim 7,7$ кэВ), измеряют спектрально-энергетическое распределение вторичного излучения, выбирают энергию первичного гамма-излучения E_0 и находят ширину энергетического интервала ΔE_i в области рентгеновской флуоресценции кобальта ($\sim 6,9$ кэВ), при которых обеспечивается максимальная дифференциация измеренной интенсивности рентгеновской флуоресценции при изменении содержания кобальта, а на угле неизвестного состава при выбранной энергии первичного гамма-излучения E_0 и найденной ширине энергетического интервала ΔE_i измеряют интенсивность рентгеновской флуоресценции N_1 при избирательном фильтре из марганца, интенсивность рентгеновской флуоресценции N_2 без избирательного фильтра, а содержание кобальта и железа в угле определяют по измеренным интенсивностям N_1 и N_2 .

