

(19)



**Евразийское  
патентное  
ведомство**

(11) **042340**(13) **B1**(12) **ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОМУ ПАТЕНТУ**

(45) Дата публикации и выдачи патента  
**2023.02.06**

(51) Int. Cl. **G01N 23/203** (2006.01)  
**G01V 5/10** (2006.01)

(21) Номер заявки  
**202192889**

(22) Дата подачи заявки  
**2021.10.22**

**(54) СПОСОБ ИНСТРУМЕНТАЛЬНОГО АНАЛИЗА СЕРНИСТОСТИ УГЛЯ**

(43) **2023.02.02**

(56) KZ-B-35026  
KZ-A4-27186  
SU-A1-1721484  
GB-A-839898  
GB-A-2116698

(96) **KZ2021/063 (KZ) 2021.10.22**  
(71)(73) Заявитель и патентовладелец:  
**ПАК ЮРИЙ (KZ)**

(72) Изобретатель:  
**Пак Юрий, Пак Дмитрий Юрьевич,  
Исатаева Фариди Муратовна,  
Касымканова Хайни-Камаль  
Михайловна, Джангулова Гульнар  
Кабатаевна, Мусина Гульназ  
Нургалиевна, Байдаулетова Ирина  
Владимировна (KZ)**

(57) Изобретение относится к физическим способам анализа вещества с помощью гамма-излучения. Задачей изобретения является повышение точности анализа сернистости угля в условиях значительной изменчивости вещественного состава, в частности колебаний концентрации кальция. Способ инструментального анализа сернистости угля, основанный на измерении отношения  $\Psi$  интенсивности флуоресцентного излучения серы к интенсивности рассеянного углем гамма-излучения и флуоресцентного излучения кальция, отличающийся тем, что дополнительно на стандартных образцах угля с известным содержанием кальция измеряют спектральное распределение вторичного излучения, находят ширину энергетического интервала  $\Delta E_i$  в области рентгеновской флуоресценции кальция ( $\sim 3,7$  кэВ), при которой величина отношения интенсивности флуоресцентного излучения кальция, измеренной при найденной ширине энергетического интервала  $\Delta E_i$ , к интенсивности рассеянного гамма-излучения достигает максимальной контрастности к содержанию кальция, а содержание серы в угле определяют по отношению  $\Psi$  интенсивности флуоресцентного излучения серы к интенсивности рассеянного гамма-излучения совместно с отношением интенсивности флуоресцентного излучения кальция, измеренной при найденной ширине интервала  $\Delta E_i$ , к интенсивности рассеянного гамма-излучения. Технический результат изобретения состоит в повышении точности анализа и расширении сферы применения способа в условиях значительной изменчивости вещественного состава за счет нахождения энергетического интервала  $\Delta E_i$  в области рентгеновской флуоресценции кальция ( $\sim 3,7$  кэВ), при которой величина отношения интенсивности флуоресцентного излучения кальция, измеренной при найденной ширине  $\Delta E_i$ , к интенсивности рассеянного гамма-излучения достигает максимальной контрастности к содержанию кальция, а содержание серы определяют по отношению  $\Psi$  совместно с величиной отношения интенсивности флуоресцентного излучения, измеренной при  $\Delta E_i$ , к интенсивности рассеянного гамма-излучения.

**B1****042340****042340****B1**

Изобретение относится к физическим способам анализа вещества с помощью гамма-излучения. Оно может быть использовано для экспрессного контроля сернистости углей и продуктов их переработки в горнодобывающей, металлургической отраслях, а также в геолого-геофизических исследованиях и геохимии.

Широко известен рентгенофлуоресцентный способ, заключающийся в облучении угля гамма-излучением и регистрации рентгеновского флуоресцентного излучения серы с энергией 2,3 кэВ и рассеянного углем гамма-излучения (Инновационный патент РК № 27186. "Способ рентгенофлуоресцентного анализа сернистости угля". Авторы: Пак Д.Ю., Пак Ю.Н., Пономарева М.В. и др. 2013 г.).

Недостатком известного способа является значительная погрешность определения концентрации серы, обусловленная возмущающим действием непостоянства содержания кальция в угле.

Наиболее близким по технической сущности и достигаемому результату является рентгенофлуоресцентный способ, основанный на измерении величины отношения интенсивности флуоресцентного излучения серы к интенсивности рассеянного углем гамма-излучения и флуоресцентного излучения кальция (патент РК № 35026. "Способ экспрессного определения содержания серы в угле". Авторы: Пак Ю.Н., Пак Д.Ю., Кабирова С.В. и др. 2021 г.).

Недостатком известного способа является невысокая точность определения содержания серы, вызванная влиянием непостоянства содержания кальция на результаты анализа.

Задачей изобретения является повышение точности определения содержания серы в условиях значительной изменчивости вещественного состава, в частности колебаний концентрации кальция.

Технический результат изобретения состоит в расширении сферы применения способа за счет повышения точности анализа сернистости угля.

Поставленная задача решается следующим образом. В процессе облучения угля гамма-излучением измеряют отношение  $\Psi$  интенсивности флуоресцентного излучения серы к интенсивности рассеянного углем гамма-излучения. Дополнительно на стандартных образцах угля с известной концентрацией кальция измеряют спектральное распределение вторичного излучения, находят ширину энергетического интервала  $\Delta E_i$  в области рентгеновской флуоресценции кальция ( $\sim 3,7$  кэВ), при которой величина отношения интенсивности флуоресцентного излучения кальция, измеренной при найденной ширине энергетического интервала  $\Delta E_i$ , к интенсивности рассеянного гамма-излучения достигает максимальной контрастности к содержанию кальция, а содержание серы в угле определяют по отношению  $\Psi$  интенсивности флуоресцентного излучения серы к интенсивности рассеянного гамма-излучения совместно с отношением интенсивности флуоресцентного излучения кальция, измеренной при найденной ширине интервала  $\Delta E_i$ , к интенсивности рассеянного гамма-излучения.

Необходимость выполнения таких физических измерений обусловлена следующим. Для эффективного возбуждения рентгеновской флуоресценции серы (2,3 кэВ) оптимальным источником первичного гамма-излучения служил радионуклидный источник железо-55, испускающий гамма-излучение с энергией 5,9 кэВ.

При использовании источника железо-55 кальций, находящийся в минеральной массе угля также испускает флуоресцентное излучение с энергией 3,7 кэВ, возникающее при фотоэлектрическом поглощении первичного гамма-излучения.

На атомах серы происходит фотоэлектрическое поглощение как первичного гамма-излучения (5,9 кэВ), так и флуоресцентного излучения кальция (3,7 кэВ). Вклад избирательного возбуждения серы за счет рентгеновской флуоресценции кальция зависит от концентрации кальция в угле. Минеральная масса угля преимущественно состоит из легких (Al, Si, S) и тяжелых (Ca, Fe) элементов. При использовании источника Fe-55 (5,9 кэВ) самым тяжелым элементом становится кальций, а железо по гамма-поглощающим свойствам становится сопоставимым с легким элементом - алюминием. Отсюда учет дестабилизирующего влияния непостоянства кальция при рентгенофлуоресцентном анализе на серу важен с точки зрения обеспечения необходимой точности определения содержания серы в угле.

Актуальность такого учета вызвана тем, что рентгеновская флуоресценция серы находится в прямой зависимости от кальция за счет избирательного возбуждения и в обратной зависимости от дополнительного ослабления за счет кальция как наиболее тяжелого элемента в угле. Это делает актуальным поиск чувствительного и однозначного инструментального сигнала о концентрации кальция.

Для этого измеряют спектральное распределение вторичного излучения и находят ширину энергетического интервала  $\Delta E_i$  в области рентгеновской флуоресценции кальция (3,7 кэВ), при которой величина отношения интенсивности флуоресцентного излучения кальция, измеренной при найденной ширине энергетического интервала  $\Delta E_i$ , к интенсивности рассеянного гамма-излучения достигает максимальной контрастности к концентрации кальция. При этом содержание серы в угле определяют по отношению  $\Psi$  интенсивности флуоресцентного излучения серы к интенсивности рассеянного гамма-излучения совместно с отношением интенсивности флуоресцентного излучения кальция, измеренной при найденной ширине интервала  $\Delta E_i$ , к интенсивности рассеянного гамма-излучения.

Существенным отличием изобретения от прототипа является то, что дополнительно на стандартных образцах угля с известным содержанием кальция измеряют спектральное распределение вторичного из-

лучения, находят ширину энергетического интервала  $\Delta E_i$  в области рентгеновской флуоресценции кальция ( $\sim 3,7$  кэВ), при которой величина отношения интенсивности флуоресцентного излучения кальция, измеренной при найденной ширине энергетического интервала  $\Delta E_i$ , к интенсивности рассеянного гамма-излучения достигает максимальной контрастности к содержанию кальция, а содержание серы в угле определяют по отношению  $\Psi$  интенсивности флуоресцентного излучения серы к интенсивности рассеянного гамма-излучения совместно с отношением интенсивности флуоресцентного излучения кальция, измеренной при найденной ширине интервала  $\Delta E_i$ , к интенсивности рассеянного гамма-излучения.

Пример реализации способа.

Предлагаемый способ экспериментально апробирован на углях, в которых концентрация серы колебалась в диапазоне 0,4-2,2%, а концентрация кальция в интервале 0,5-6,2%. В качестве первичного гамма-излучения выбран радионуклид Fe-55 (5,9 кэВ). Аппаратурный спектр вторичного от угля излучения состоит из аналитической линии (рентгеновской флуоресценции) серы (2,3 кэВ), рентгеновской флуоресценции кальция (3,7 кэВ) и рассеянного углем гамма-излучения (5,9 кэВ).

Дополнительно измеренная величина отношения интенсивности флуоресцентного излучения кальция при найденной ширине интервала  $\Delta E_i$  к интенсивности рассеянного гамма-излучения максимально чувствительна к изменению содержания кальция, учитывает вклад избирательного возбуждения серы за счет рентгеновской флуоресценции кальция и ослабления аналитической линии серы за счет изменения эффективного атомного номера угля при колебании концентрации кальция.

В таблице представлены сопоставительные данные о погрешности определения концентрации серы в угле предлагаемым способом и способом-прототипом в условиях повышенных колебаний содержания кальция.

Способ	Диапазон колебаний содержания, %		Средняя квадратическая погрешность, % абс.
	серы	кальция	
Предлагаемый	0,4-2,3	0,5-6,2	0,22
Прототип	0,4-2,3	0,5-6,2	0,34

Предлагаемый способ выгодно отличается от известного способа повышенной точностью определения сернистости углей в условиях значительных колебаний содержания кальция, что существенно расширяет сферу его применения.

#### ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

Способ инструментального анализа сернистости угля, основанный на измерении отношения  $\Psi$  интенсивности флуоресцентного излучения серы к интенсивности рассеянного углем гамма-излучения и флуоресцентного излучения кальция, отличающийся тем, что дополнительно на стандартных образцах угля с известным содержанием кальция измеряют спектральное распределение вторичного излучения, находят ширину энергетического интервала  $\Delta E_i$  в области рентгеновской флуоресценции кальция ( $\sim 3,7$  кэВ), при которой величина отношения интенсивности флуоресцентного излучения кальция, измеренной при найденной ширине энергетического интервала  $\Delta E_i$ , к интенсивности рассеянного гамма-излучения достигает максимальной контрастности к содержанию кальция, а содержание серы в угле определяют по отношению  $\Psi$  интенсивности флуоресцентного излучения серы к интенсивности рассеянного гамма-излучения совместно с отношением интенсивности флуоресцентного излучения кальция, измеренной при найденной ширине интервала  $\Delta E_i$ , к интенсивности рассеянного гамма-излучения.

