

(19)



**Евразийское
патентное
ведомство**

(21) **202192889** (13) **A1**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОЙ ЗАЯВКЕ

(43) Дата публикации заявки
2023.02.02

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

(22) Дата подачи заявки
2021.10.22

(54) СПОСОБ ИНСТРУМЕНТАЛЬНОГО АНАЛИЗА СЕРНИСТОСТИ УГЛЯ

(96) **KZ2021/063 (KZ) 2021.10.22**

(72) Изобретатель:

(71) Заявитель:
ПАК ЮРИЙ (KZ)

**Пак Юрий, Пак Дмитрий Юрьевич,
Исатаева Фарида Муратовна,
Касымканова Хайни-Камаль
Михайловна, Джангулова Гульнар
Кабатаевна, Мусина Гульназ
Нурғалиевна, 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 Ψ 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 ΔE_i в области рентгеновской флуоресценции кальция ($\sim 3,7$ кэВ), при которой величина отношения интенсивности флуоресцентного излучения кальция, измеренной при найденной ширине энергетического интервала ΔE_i к интенсивности рассеянного гамма-излучения достигает максимальной контрастности к содержанию кальция, а содержание серы в угле определяют по отношению Ψ интенсивности флуоресцентного излучения серы к интенсивности рассеянного гамма-излучения совместно с отношением интенсивности флуоресцентного излучения кальция, измеренной при найденной ширине интервала ΔE_i к интенсивности рассеянного гамма-излучения. Технический результат заявляемого изобретения состоит в повышении точности анализа и расширении сферы применения способа в условиях значительной изменчивости вещественного состава за счет нахождения энергетического интервала ΔE_i в области рентгеновской флуоресценции кальция ($\sim 3,7$ кэВ), при которой величина отношения интенсивности флуоресцентного излучения кальция, измеренной при найденной ширине ΔE_i к интенсивности рассеянного гамма-излучения достигает максимальной контрастности к содержанию кальция, а содержание серы определяют по отношению Ψ совместно с величиной отношения интенсивности флуоресцентного излучения, измеренной при ΔE_i к интенсивности рассеянного гамма-излучения.

**202192889
A1**

202192889

A1

СПОСОБ ИНСТРУМЕНТАЛЬНОГО АНАЛИЗА СЕРНИСТОСТИ УГЛЯ

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. 2013г.).

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).

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 Ψ 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 ΔE_i в области рентгеновской флуоресценции кальция ($\sim 3,7$ кэВ), при которой величина отношения интенсивности флуоресцентного излучения кальция, измеренной при найденной ширине энергетического интервала ΔE_i , к интенсивности рассеянного гамма-излучения достигает максимальной контрастности к

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

Способ инструментального анализа сернистости угля, основанный на измерении отношения Ψ 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 ΔE_i в области рентгеновской флуоресценции кальция ($\sim 3,7$ кэВ), при которой величина отношения интенсивности флуоресцентного излучения кальция, измеренной при найденной ширине энергетического интервала ΔE_i , к интенсивности рассеянного гамма-излучения достигает максимальной контрастности к содержанию кальция, а содержание серы в угле определяют по отношению Ψ интенсивности флуоресцентного излучения серы к интенсивности рассеянного гамма-излучения совместно с отношением интенсивности флуоресцентного излучения кальция, измеренной при найденной ширине интервала ΔE_i , к интенсивности рассеянного гамма-излучения.

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

Номер евразийской заявки:

202192889

А. КЛАССИФИКАЦИЯ ПРЕДМЕТА ИЗОБРЕТЕНИЯ:

G01N 23/203 (2006.01)

G01V 5/10 (2006.01)

Согласно Международной патентной классификации (МПК)

Б. ОБЛАСТЬ ПОИСКА:

Просмотренная документация (система классификации и индексы МПК)

G01N 23, G01V 5/00 - 5/14, G01T 1

Электронная база данных, использовавшаяся при поиске (название базы и, если, возможно, используемые поисковые термины)
Esp@cenet, PatSearch, ЕАПАТИС, Google Patents, PATENTSCOPE

В. ДОКУМЕНТЫ, СЧИТАЮЩИЕСЯ РЕЛЕВАНТНЫМИ

Категория*	Ссылки на документы с указанием, где это возможно, релевантных частей	Относится к пункту №
D, A	KZ 35026 В (ПАК Ю. Н. и др.), 23.04.2021, реферат	1
A	KZ 27186 A4 (ПАК Ю. Н. и др.), 15.07.2013, реферат	1
A	SU 1721484 A1 (КОМПЛЕКСНЫЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ И ПРОЕКТНО-КОНСТРУКТОРСКИЙ ИНСТИТУТ ОБОГАЩЕНИЯ ТВЕРДЫХ ГОРЮЧИХ ИСКОПАЕМЫХ), 23.03.1992, реферат	1
A	GB 839898 A (CARVES SIMON LTD), 29.06.1960, реферат	1
A	GB 2116698 A (COAL IND), 28.09.1983, 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"

«Г» - 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

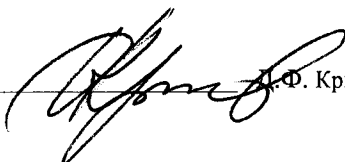
«&» - документ, являющийся патентом-аналогом

«L» - документ, приведенный в других целях

Дата проведения патентного поиска: **13/05/2022**

Уполномоченное лицо:

Начальник отдела механики,
физики и электротехники

 А.Ф. Крылов