

(19)



**Евразийское
патентное
ведомство**

(21) **202290690** (13) **A1**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОЙ ЗАЯВКЕ

(43) Дата публикации заявки
2023.02.02

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

(22) Дата подачи заявки
2022.02.19

(54) СПОСОБ ЭЛЕМЕНТНОГО АНАЛИЗА УГЛЯ

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

(71) Заявитель:
ПАК ЮРИЙ (KZ)

(72) Изобретатель:

**Пак Юрий, Пак Дмитрий Юрьевич,
Шаихова Гульназира Сериковна,
Журов Виталий Владимирович,
Шаймерденова Рымтай Токеновна,
Инкин Дмитрий Анатольевич,
Ибрагимова Диана Андреевна,
Тусупова Айжан Сериковна (KZ)**

(57) Изобретение относится к ядерно-физическим 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 .

A1

202290690

202290690

A1

СПОСОБ ЭЛЕМЕНТНОГО АНАЛИЗА УГЛЯ

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 ($\sim 7,7$ кэВ), измеряют спектрально-энергетическое распределение вторичного излучения, выбирают энергию первичного гамма-излучения E_0 и находят ширину энергетического интервала ΔE 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 .

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 флуоресценций 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 каким относится уголь.

Исследования на стандартных образцах угля с минимальным и максимальным содержанием кобальта как наиболее тяжелого золообразующего элемента выявлена необходимость актуализации научно-методического подхода к выбору энергии первичного гамма-излучения и ширины энергетического интервала ΔE_i в области флуоресцентного излучений 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 мг/см² 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 $\frac{\text{Кобальт}}{\text{Железо}}, \%$	Относительная чувствительность к кобальту проц./% абс.
Предлагаемый	$\frac{0,2 - 1,4}{2,4 - 11,6}$	6,2
Прототип ($E_0=8$ кэВ)	$\frac{0,2 - 1,4}{2,4 - 11,6}$	3,9
Прототип ($E_0=16$ кэВ)	$\frac{0,2 - 1,4}{2,4 - 11,6}$	4,8
Прототип ($E_0=22$ кэВ)	$\frac{0,2 - 1,4}{2,4 - 11,6}$	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

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 .

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

Номер евразийской заявки:

202290690

А. КЛАССИФИКАЦИЯ ПРЕДМЕТА ИЗОБРЕТЕНИЯ:

G01N 23/223 (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 №
A	EA 202000087 A1 (ПАК Ю. Н. и др.), 18.06.2021, реферат	1
A	KZ 23578 A4 (ПАК Ю. Н. и др.), 15.12.2010, реферат	1
A	SU 1392470 A1 (КАРАГАНДИНСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ), 30.04.1988, реферат	1
A	US 4415804 A (ATOMIC ENERGY OF AUSTRALIA), 15.11.1983, реферат	1
A	US 4486894 A (COAL INDUSTRY PATENTS LTD), 04.12.1984, реферат	1

☐ последующие документы указаны в продолжении

* Особые категории ссылочных документов:

«А» - документ, определяющий общий уровень техники

«D» - документ, приведенный в евразийской заявке

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

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

"Р" - 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

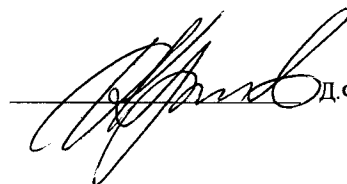
«&» - документ, являющийся патентом-аналогом

«L» - документ, приведенный в других целях

Дата проведения патентного поиска: **18/08/2022**

Уполномоченное лицо:

Начальник отдела механики,
физики и электротехники

 Д.Ф. Крылов