Пихконен Л.В.¹, Шаравин Е.О.², Дубровская В.А.³

Влияние способа подготовки образцов на результаты рентгенофлуоресцентного анализа при исследовании угля выбросоопасных и удароопасных зон

¹АНО ДПО «УЦ «МАЭБ»

²Санкт-Петербургский университет ГПС МЧС России

³Санкт-Петербургский горный университет
(Россия, Санкт-Петербург)

doi: 10.18411/sr-10-06-2019-02

idsp: sciencerrussia-10-06-2019-02

Аннотация

В статье представлены результаты исследований влияния подготовки различных образцов угля на методы рентгенофлуоресцентного анализа (РФА), произведённые экспресс-методом с помощью РФА-анализатора. Приведены примеры спектров угля различных марок. Показано, что зерновой состав проб угля и дисперсный состав угольной пыли из выбросоопасных и удароопасных зон не влияют на пики энергий K_{α} -линии железа в РФА-спектре.

Ключевые слова: уголь, подготовка проб, спектр, газодинамические явления, выбросоопасность, удароопасность, рентгенофлуоресцентный анализ.

Инструментальные методы исследования угля с помощью рентгенофлуоресцентного анализа (РФА) имеют всё возрастающий диапазон применения при изучении пожарной и промышленной безопасности и прогнозирования газодинамических явлений (ГДЯ). Газодинамические явления, такие как горные удары, внезапные выбросы угля (породы) и газа, внезапные выдавливания угля и динамические разрушения пород почвы, представляют значительную опасность для технологических процессов проведения выработок, добычи угля и являются причиной травматизма персонала шахт. Дополнительным негативным фактором возникновения ГДЯ является большая вероятность пожара/взрыва образующейся при этом гибридной смеси угольной пыли. Поэтому разработка способов и методов прогнозирования ГДЯ является важным направлением для создания мер по защите от последствий возникшего газодинамического явления [1-4,6,8].

В последнее время появились работы, связанные с использованием экспресс-методов определения характеристик угля для прогнозирования выбросоопасных зон угольных пластов в очистных забоях и забоях пластовых подготовительных выработок [1,4,5].

В экспресс-методах наиболее эффективно применение портативных рентгенофлуоресцентных анализаторов (РФА-анализаторы) различных производителей с энергодисперсионной регистрацией спектра. Метрологические и технические характеристики спектрометров позволяют проводить качественный и полуколичественный анализ отобранных образцов угля в полевых и лабораторных условиях [9].

Важной составляющей проводимого анализа является правильная подготовка образцов угля для прибора. На этом этапе исследования, к сожалению, нет единого подхода к зерновому составу кусковых образцов угля и дисперсионным смесям угольной пыли. Некоторые исследователи [1,3] работают с образцами в виде небольших цельных кусков угля размером по наибольшей стороне 4-12 мм и даже относительно крупными кусками размером до 30-40 мм (Рис.1,2).

Рис.1. Образцы угля размером по наибольшей стороне 4-12 мм.

Рис.2. Образцы угля размером по наибольшей стороне 30-40 мм.

Большинство исследователей работают с фракциями 71 (63) мкм, подготовленными по ГОСТ Р 55661-2013 (ИСО 1171:2010) в спрессованном состоянии в виде цилиндра диаметром 20 мм и высотой 3-4 мм с наклеенной на одной стороне подложкой, так называемых «таблеток» (рис. 3) [7]. Следует отметить, что этот стандарт был разработан для определения зольности минерального топлива и требует достаточно трудоёмкой и длительной подготовительной работы с использованием специального оборудования (пресса, форм и пр.). Несмотря на это такие образцы рекомендованы производителем РФА-анализатора для изучения сыпучих материалов, так как они свободно помещаются в кювету прибора, хорошо маркируются, транспортируются и могут храниться продолжительное время в упакованном виде.

Рис.3. Образцы угля, подготовленные по ГОСТ Р 55661-2013 (ИСО 1171:2010).

Такое разнообразие подходов к подготовке образцов говорит о том, что для работы с портативными РФА-анализаторами стандартных методик не существует и подготовку образцов предлагается определять самим исследователям. При этом нужно понимать степень влияния подготовки образцов на результаты исследования.

Авторы предложили упростить подготовку образцов и помещать в кювету уголь, полученный в результате отбора проб непосредственно из скважины (буровая мелочь) при прогнозе выбросоопасности пластов [6] или перемолотые куски угля, отбитого из

этих же пластов, которые предварительно измельчают и просеивают до фракции 315 мкм. Уголь в виде порошка засыпается в кювету до краёв и слегка придавливается сверху металлической линейкой для выравнивания поверхности (рис.4). Получается ровный слой порошкообразного угля, что позволяет получать близкие результаты по нескольким измерениям для определения среднего значения, передвигая и разворачивая кювету относительно излучателя.

Рис. 4. Перемолотый уголь дисперсностью 315 мкм в подготовленной для испытаний кювете.

В статье отражены результаты исследования образцов угля, отобранных из выбороопасных пластов Кузнецкого и Печорского бассейнов. В качестве прибора использовался РФА-анализатор X-Спекс-50Н производства АО «Научные приборы» (г. Санкт-Петербург) [9]. Исследовался уголь марок Ж, КО, СС и К, подготовленный всеми вышеперечисленными способами. Для сравнения приведены спектры углей пл. Безымянный шахты Дзержинского (Кузбасс) на гл.250 м (рис.5, 6, 7).

Рентгенофлуоресцентный анализ применялся авторами для определения первичных признаков выбороопасных участков с помощью качественного полук количественного анализа образцов угля из этих зон. В рамках этой статьи не рассматривается подробный анализ спектра для различных марок угля. Для такого анализа необходима отдельная публикация. Задача этой работы показать влияние подготовки образцов на характер рентгенофлуоресцентного спектра.

Спектры получены при параметрах съёмки спектра: $U=20$ kV, $I=10$ μ A, время экспозиции 100 сек., мёртвое время 8%). Все параметры съёмки выдерживались для каждой партии образцов одной марки угля, т.е. для трёх образцов различной подготовки применялись одни и те же условия.

Рис. 5. Рентгенофлуоресцентный спектр спрессованных образцов угля (таблетка).

Рис. 6. Рентгенофлуоресцентный спектр измельчённых образцов угля.

Рис. 7. Рентгенофлуоресцентный спектр крупных образцов угля.

В работах [3-5,8] показывается отличие в спектрах угля выбросоопасных зон наличие пика K_{α} -линии железа, превышающим фон других элементов и первичного рентгеновского излучения, создаваемый прибором в 6-10, а иногда 10-20 раз. Поэтому в исследованиях оценки склонности угля к выбросам основное внимание уделяется именно характеристикам линий железа.

Все три спектра показывают, что значение энергии для линий железа находится от 6,2-6,4 кэВ (K_{α}) и 7,0-7,1 (K_{β}) кэВ для трёх образцов вне зависимости от зёрен и дисперсности размолотого угля. Такое же совпадения значений энергий наблюдается и для остальных элементов. Причём для спрессованных и измельчённых образцов совпадают и интенсивности линий железа. Всплеск интенсивности линий железа для крупных образцов требует отдельного объяснения, тем более что для некоторых марок угля разница в интенсивности не столь значительна.

Авторами исследованы угли различных марок выбросоопасных зон Печорского (шахты Заполярная и Комсомольская) и Кузнецкого бассейнов (шахты им. Дзержинского, Берёзовская, Анжерская-Южная, Первомайская). При сопоставлении спектров наблюдалось полное совпадение линий энергии железа вне зависимости от способа подготовки образцов.

Заключение.

Исследования влияния подготовки образцов на характер рентгенофлуоресцентного спектра показали возможность использования как прессованного, так и измельчённого и даже крупнозернистого угля без существенного изменения энергии линий железа. Зависимости основных показателей спектра от зёрен и дисперсности размолотого угля не наблюдается. Такой подход значительно упрощает подготовку образцов и облегчает применимость экспресс-методов как в лабораторных, так и полевых условиях.

1. Малинникова О.Н. Условия формирования и методология прогнозирования газодинамических явлений при техногенном воздействии на угольные пласты. Дисс. на соиск. уч. ст. докт. техн. наук по спец.25.00.20. - М., 2011. – С.269.
 2. Алексеев А.Д., Ульянова Е.В. и др. Особенности структуры угля выбросоопасных зон // Сб. науч. трудов ГИАБ. – 2010. – №11. – С.165-177.
 3. Ульянова Е.В. Структурные и композиционные перестройки в ископаемых углях. Связь микро-структуры с кинетикой горных процессов: моногр. - Saarbrücken: Palmarium Academic Publishing, 2012. – 304 с.
 4. Кривицкий А.Г., Родионов В.А., Пихконен Л.В., Жихарев С.Я. Повышение промышленной безопасности угольных шахт на основе экспресс-оценки степени выбросоопасности // Изв. Тульского государственного университета. Науки о Земле. Т.2 – Тула, 2018. – С.154-162.
 5. Кривицкий А.Г., Родионов В.В., Вагапов Р.Р. Возможности рентгенофлуоресцентного анализа для профилактики и предотвращения пожара/взрыва в результате проявления газодинамических явлений в угольных шахтах // Безопасность жизнедеятельности: проблемы и решения - 2017: материалы международной научно-практической конференции (25-26 мая 2017 г.). Санкт-Петербург. - С. 163-166, 2017.
 6. Приказ Федеральной службы по экологическому, техническому и атомному надзору №339 от 15 августа 2016 г. «Об утверждении Федеральных норм и правил в области промышленной безопасности «Инструкция по прогнозу динамических явлений и мониторингу массива горных пород при отработке угольных месторождений».
 7. ГОСТ Р 55661-2013 (ИСО 1171:2010). Топливо твёрдое минеральное. Определение зольности. Издание официальное. М.: Стандартинформ, 2014.
 8. Дырдин В. В. Параметры состояния метана при фазовых переходах в краевой зоне выбросоопасного угольного пласта // В.В. Дырдин, В.Г. Смирнов, С.А. Шепелева // Физико-технические проблемы разработки полезных ископаемых. – 2013. – № 6. – С. 78–83.
 9. Спектрометры рентгенофлуоресцентные портативные «X-SPEC». Техническое описание и руководство по эксплуатации СПП.412.РФП.02.00.000 РЭ. СПб: ЗАО «Научные приборы», 2012. – 131 с.
-