

<https://doi.org/10.52676/1729-7885-2023-2-82-88>

УДК 543.054:543.525

СРАВНИТЕЛЬНАЯ ОЦЕНКА СПОСОБОВ РАЗЛОЖЕНИЯ ПРОБ ПОЧВЫ ПРИ РАДИОХИМИЧЕСКОМ ОПРЕДЕЛЕНИИ $^{239+240}\text{Pu}$

С. Е. Сальменбаев*, Ж. У. Керимкулова, Ф. Ф. Жамалдинов, К. Т. Мустафина,
К. А. Понтак, Ш. М. Даулетбаева, Л. И. Сенгер

Филиал «Институт радиационной безопасности и экологии» РГП НЯЦ РК, Курчатов, Казахстан

* E-mail для контактов: salmenbayev@gmail.com

На Семипалатинском испытательном полигоне (СИП) проводилось большое количество ядерных испытаний различного типа и мощности. Это привело к образованию на его территории отличающихся друг от друга характером, уровнями и изотопным составом радиоактивно загрязненных участков. При этом зачастую техногенные радионуклиды находятся в почвенном покрове СИП в прочносвязанной, малорастворимой форме, что затрудняет их полное извлечение из образцов для последующего количественного анализа. Обычно процесс извлечения осуществляется в открытых системах, с использованием растворов фтористоводородной кислоты (HF) и других минеральных кислот. Однако этот метод занимает много времени, требует большого количества реагентов и может привести к потере анализируемых элементов, а также к возможному перекрестному загрязнению проб. Альтернативой кислотному разложению в открытых системах может являться разложение в автоклавах. Этот метод с одной стороны лишен недостатков присущих открытому разложению, с другой стороны обладает несомненным преимуществом, заключающимся в ускорении процесса разложения благодаря повышению температуры кипения кислот. Как показали результаты экспериментов, в большинстве случаев результаты измерений удельной активности $^{239+240}\text{Pu}$ в пробах почв, полученные с использованием полного кислотного разложения и автоклавного разложения, достаточно хорошо согласуются между собой (имеющиеся расхождения находятся в пределах погрешности измерений). Анализ стандартного образца радиоактивности, с применением способа автоклавного разложения, показал удовлетворительные результаты, отклонение от аттестованного значения составило порядка 5%.

Ключевые слова: почва, автоклавное разложение, полное кислотное разложение, сравнительный анализ, радионуклиды, радиохимический анализ, СИП.

ВВЕДЕНИЕ

Радиохимический анализ условно можно представить как совокупность отдельных стадий: пробоподготовки, радиохимического выделения и очистки (включая подготовку спектрометрического источника), и инструментальных измерений, каждая из которых влияет на качество и достоверность полученных результатов. Так, например, одной из основных целей пробоподготовки является получение гомогенного и представительного образца, с тем чтобы любая его часть, взятая для анализа, отвечала среднему элементному составу всей пробы. Погрешности, допущенные на данном этапе, приводят к искажению конечных результатов анализа даже при самом тщательном выполнении всех остальных этапов исследования [1, 2].

В свою очередь химическая подготовка, связанная со вскрытием анализируемого образца, разделением элементов и концентрированием целевого радионуклида, является одной из наиболее трудоемких и ответственных стадий, лимитирующих производительность всего анализа в целом, т.к. даже самая высокая производительность измерительных приборов не может быть реализована при длительных временных затратах на данную процедуру [1–3].

В большинстве случаев разложение пробы сводится к переводу ее компонентов в раствор, обеспечивающее количественное определение анализи-

руемых элементов [1, 4]. Методов переведения проб анализируемых материалов в раствор очень много. Выбор метода зависит как от химико-аналитических свойств самого материала и применяемых для этого реагентов, так и от последующего хода анализа. В свою очередь, от метода вскрытия зависит стоимость и качество анализа [1].

Полное разложение исследуемого образца является необходимым в тех случаях, когда тем или иным способом невозможно осуществить количественное извлечение из него определяемого элемента, а именно это и является необходимым условием получения воспроизводимых результатов анализа [1, 5]. Полностью разложить образец можно «мокрым» (с помощью кислот) и «сухим» (сплавление, спекание) способом. Сухой способ имеет свои существенные недостатки, ограничивающие его использование – это малые навески определяемого вещества, необходимость введения больших количеств плавня, который существенно увеличивает солевой фон и т.д. [2, 6–8].

В большинстве случаев полное разложение почв проводят с использованием растворов фтористоводородной кислоты (HF) и ее смесей с другими минеральными кислотами в открытых системах. Данная процедура характеризуется длительностью, большим расходом реагентов, возможными потерями определяемого элемента вследствие различных причин, таких как: унос капелек жидкости при испарении, вы-

деление аэрозолей, разбрызгивание при кипении. Существенными недостатками открытого кислотного разложения являются большая вероятность перекрестного загрязнения разлагаемых образцов и выделение большого объема вредных для человека кислотных паров [2].

Использование автоклавов для полного кислотного разложения лишено недостатков, присущих открытому разложению [9, 10]. При этом разложение образцов происходит при повышенном давлении, что, в свою очередь, ускоряет процесс разложения ввиду повышения температуры кипения кислот [3, 11]. Единственным, но существенным недостатком, ограничивающим их использование в рутинном анализе, являются их геометрические размеры, так как ввиду повышенного давления, создаваемого газобразными продуктами разложения, необходимо использование внешней металлической защиты.

Радиоэкологические исследования, проведенные в разные годы, показали, что в почвенном покрове СИП изотопы плутония находятся преимущественно в прочносвязанной, малорастворимой форме [12–17]. Поэтому для его количественного извлечения необходимо использовать процедуру полного кислотного разложения, включающую в себя последовательное упаривание анализируемых образцов с концентрированными растворами минеральных кислот (HF , $\text{HF}:\text{HNO}_3$, $\text{HCl}:\text{H}_3\text{BO}_3$, $\text{HNO}_3+\text{H}_2\text{O}_2$) во фторопластовых стаканах. Одним из альтернативных методов количественного извлечения изотопов плутония из

почв СИП, может являться разложение в автоклавах, с использованием концентрированной HF .

В данной работе приводится сравнение способов кислотного разложения почв СИП при радиохимическом определении $^{239+240}\text{Pu}$.

ОБЪЕКТЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Для исследований использовались поверхностные пробы почвы ($10\times10\times5$ см), отобранные на территории бывших испытательных площадок СИП: «Опытное поле» (1), «Балапан» (7), «Сары-Узень» (3, 10), «Дегелен» (4, 5, 6), «4» (11) и «4а» (2, 8), а также на «юго-восточном радиоактивном следе» (9). Точки отбора проб представлены на рисунке 1.

Контроль качества проводимых работ обеспечивался анализом холостых, контрольных проб и стандартного образца (KZ.04.01.00012-2020).

Подготовка проб

Первичная подготовка проб включала высушивание исследуемых образцов до воздушно-сухого состояния, просеивание через сито с размером ячеек 2×2 мм, квартование и прокаливание отобранных навесок почвы массой 10 г в муфельной печи при температуре 550°C в течение 8 часов.

Радиохимическое выделение

Выделение и радиохимическая очистка изотопов плутония производилась путем осаждения малорастворимых соединений и ионообменной хроматографии. Общая схема радиохимического анализа представлена на рисунке 2.

Полное кислотное разложение

Прокаленные навески почвы переносились во фторопластовые стаканы и после внесения радиоактивной изотопной метки ^{242}Pu разлагались путем последовательного упаривая с концентрированными растворами кислот и кислотными смесями смесей (HF , $\text{HF}:\text{HNO}_3$, $\text{HCl}:\text{H}_3\text{BO}_3$, $\text{HNO}_3+\text{H}_2\text{O}_2$) в соответствии с аттестованной процедурой [18]. Солевой остаток, полученный после кислотного разложения почвы, растворялся в 50 мл $7,5\text{M}$ HNO_3 и отфильтровывался через фильтр «белая лента». Полученный раствор использовался для выделения и радиохимической очистки изотопов $^{239+240}\text{Pu}$.

Автоклавное разложение

Прокаленные навески почвы переносились в реакционную емкость автоклава с помощью небольшого количества дистиллированной H_2O . После внесения изотопной метки ^{242}Pu и раствора концентрированной HF , образцы подвергали двухчасовому автоклавированию при температуре 140°C . По окончании указанного времени автоклав охлаждался до комнатной температуры и разбирался. Содержимое реакционной емкости количественно переносилось в центрифужные пробирки и разделялось при скорости вращения 4500 об./мин. в течение 10 минут. Жидкость отбрасывалась, а осадок переносился в коническую колбу объемом 250 мл и кипятился в течение часа в растворе 6M HCl с добавлением H_3BO_3 и сахара – для растворения осадка фторидов. В полученный

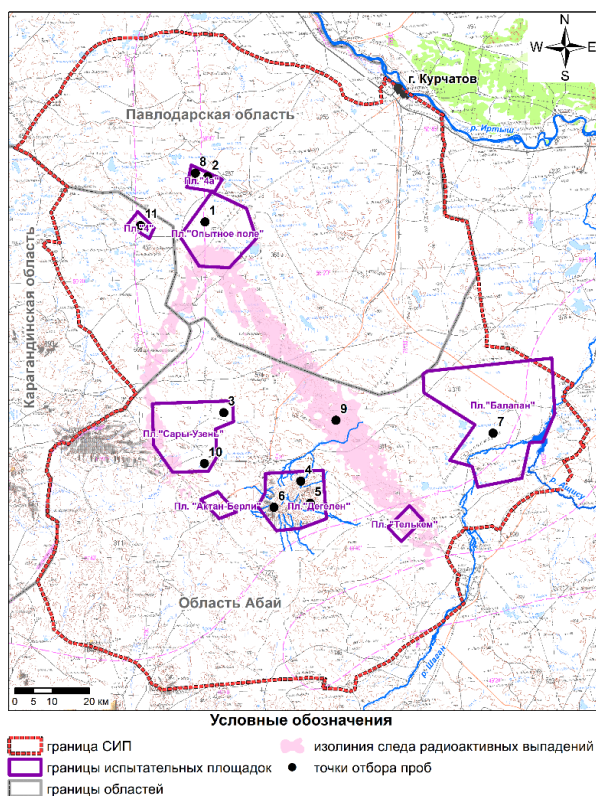


Рисунок 1. Точки отбора проб

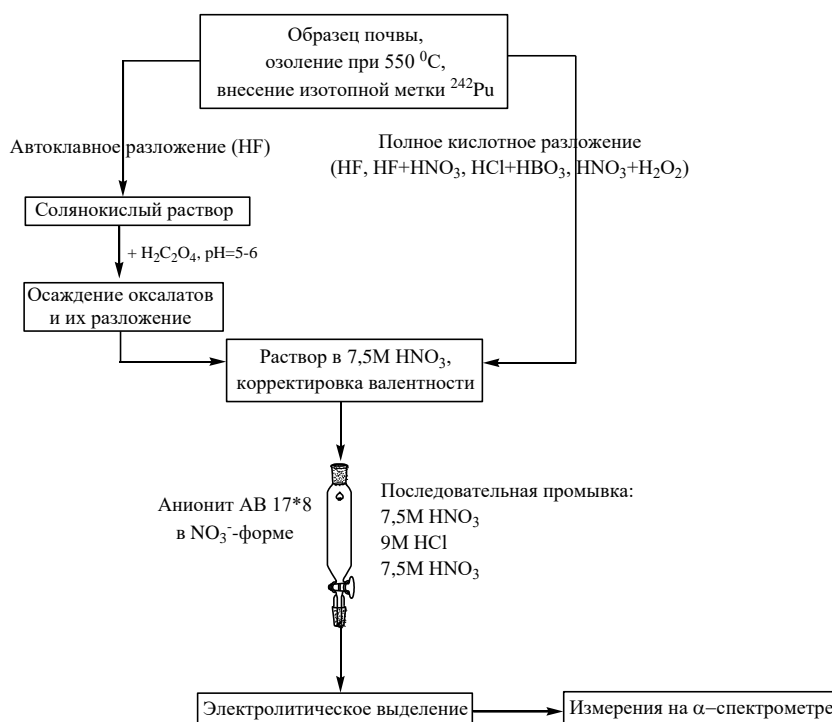
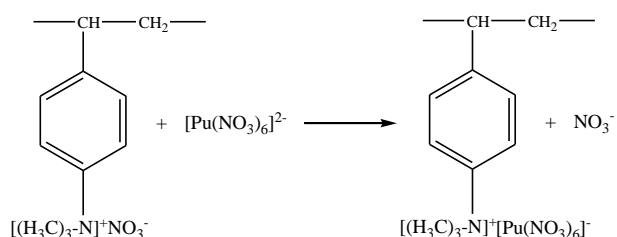


Рисунок 2. Общая схема радиохимического анализа

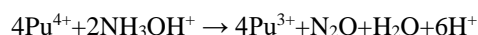
после растворения фторидов раствор вносился носитель Ca^{2+} (100 мг), $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ (10 г), и pH раствора доводился 25% раствором аммиака до 5–6. После охлаждения до комнатной температуры осадок отделялся фильтрованием, фильтр с осадком промывался небольшим количеством дистиллированной воды, высушивался на воздухе и прокаливался в муфельной печи при 700 °С. Зольный остаток растворялся в 50 мл 7,5M HNO_3 и пропусклся через фильтр «синяя лента». Полученный раствор использовался для выделения и радиохимической очистки изотопов $^{239+240}\text{Pu}$.

Радиохимическая очистка и выделение изотопов плутония

Радиохимическая очистка изотопов плутония, предварительно стабилизированных в IV-валентном состоянии добавлением NaNO_2 , проводилась путем пропускания кислотного раствора через ионообменную колонку, заполненную сильноосновным анионитом АВ 17·8 в NO_3^- -форме. При этом основные макрокомпоненты почвы не задерживаясь проходили в элюат, а изотопы плутония сорбировались на смоле. Механизм реакции ионного обмена можно представить следующим образом:

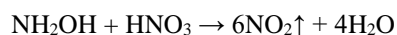


Далее колонка последовательно промывалась растворами кислот (7,5M HNO_3 , 9M HCl , 7,5M HNO_3) для удаления остатков матричных элементов и мешающих радионуклидов (Th, U, Po). Выделение изотопов плутония со смолы проводилось путем восстановления их в малосорбируемое III-валентное состояние, пропусканием через колонки раствора $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ объемом 60–70 мл:



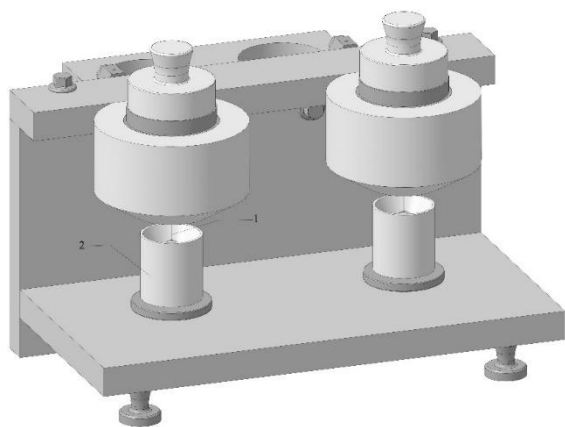
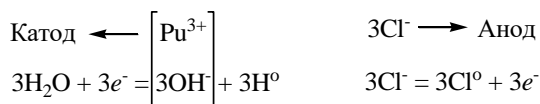
Подготовка α -спектрометрического источника

Полученная после радиохимической очистки изотопов плутония фракция концентрировалась упариванием до 10–15 мл. В полученный концентрат аккуратно добавлялось при нагревании небольшое количество концентрированной HNO_3 для разложения молекул NH_2OH :



После протекания данной окислительно-восстановительной реакции, раствор упаривался досуха и полученные соли переводились в хлориды – упариванием с небольшим количеством концентрированной HCl . Полученные соли растворялись в ~0,5 мл 3M HCl и переносились в электролитическую ячейку (рисунок 3). Стакан дополнительно обмывался 10 мл раствора электролита (1M NH_4Cl :0,01M $\text{NH}_4\text{C}_2\text{O}_4$).

Продолжительность электролитического выделения изотопов плутония составляла 1 час, при силе тока 1,4 А. Происходящие при этом реакции условно можно представить следующим образом:



1) платиновая спираль (анод); 2) электролитическая ячейка

Рисунок 3. Схема электролизной установки

По истечении указанного времени подложка освобождалась, промывалась этиловым спиртом и прокаливалась. Полученная подложка представляла собой готовый α -спектрометрический источник.

Измерение активности подготовленного спектрометрического источника

Активность подготовленного препарата измерялась на α -спектрометре Alpha-Analyst 7200 (Canberra, США). Расчет удельной активности изотопов $^{239+240}\text{Pu}$ (Бк/кг) производился согласно выражению:

$$A = \frac{N_{\text{Pu}^{239+240}} \cdot A_{\text{Pu}^{242}} \cdot 1000}{N_{\text{Pu}^{242}} \cdot m},$$

где $N_{\text{изотопа}}$, $N_{\text{метки}}$ – скорость счета аналитических пиков определяемого изотопа ($^{239+240}\text{Pu}$) и изотопной метки (^{242}Pu) за вычетом фона, имп/с; $A_{\text{метки}}$ – активность изотопной метки, внесенная в пробу, Бк; m – масса пробы, г.

Предел обнаружения изотопов $^{239+240}\text{Pu}$ составил 0,001 Бк/образец для времени измерения 4 часа.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Результаты, полученные при радиохимическом определении $^{239+240}\text{Pu}$ в анализируемых образцах с помощью открытого и автоклавного разложения, представлены таблице 1.

Как следует из приведенных данных (таблица 1), в большинстве своем результаты, полученные с использованием полного кислотного разложения и автоклавного разложения, достаточно хорошо согласуются между собой (имеющиеся расхождения находятся в пределах погрешности измерений).

Результаты анализа контрольных проб приведены в таблице 2.

Расхождение между результатами, полученными с применением открытого и автоклавного разложения, составило не более 7%.

В таблице 3 приводятся результаты анализа государственного стандартного образца удельной активности радионуклидов.

Таблица 1. Удельная активность $^{239+240}\text{Pu}$ в исследованных образцах, Бк/кг

Точка отбора	Полное кислотное разложение	Автоклавирование
1	80±13	83±13
2	110±11	92±10
3	19±7	26±5
4	3,8±2,3	4,5±1,9
5	4,1±2,3	6,8±1,9
6	103±14	95±15
8	<1,4	2,8±0,9
9	15,0±3,5	40±4
11	3,8±2,2	4,0±1,6

Таблица 2. Результаты анализа контрольных проб

Точка отбора	Удельная активность $^{239+240}\text{Pu}$, Бк/кг	
	Полное кислотное разложение	Автоклавирование
7	$\frac{69-81}{75}$	$\frac{78-83}{80}$
10	$\frac{98-102}{101}$	$\frac{83-102}{94}$

Таблица 3. Результаты анализа ГСО КЗ.04.01.00012-2020 ($n=3$)

Удельная активность $^{239+240}\text{Pu}$, Бк/кг		
Сертифицированное значение	Измеренное значение	
	Полное кислотное разложение	Автоклавирование
650–850 (759,9)	740–820 (780)	780–810 (800)

Отклонение от аттестованного значения удельной активности $^{239+240}\text{Pu}$ составило 3% для полного кислотного разложения, и порядка 5% для автоклавного. Таким образом, исходя из анализа контрольных проб и стандартных образцов можно утверждать, что автоклавное разложение почв с использованием HF может успешно использоваться при проведении радиохимического анализа, в том числе и для почв, характеризующихся наличием прочносвязанных форм радионуклидов.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Проведена сравнительная оценка способов разложения проб почвы при проведении радиохимического определения $^{239+240}\text{Pu}$. Результаты радиохимического анализа, полученные с помощью способа автоклавного разложения, сопоставимы с результатами, полученными при использовании аттестованной процедуры, в основе которой лежит полное кислотное разложение в открытых системах. Отклонение от аттестованного значения удельной активности стандартного образца, полученное при использовании автоклавного разложения составило порядка 5 %. Тем не менее необходима дальнейшая валидация данного метода разложения образцов.

Данные исследования финансировались Министерством энергетики Республики Казахстан в рамках реализации научно-технической программы «Развитие атомной энергетики в Республике Казахстан» (ИРН – BR09158470).

ЛИТЕРАТУРА

- Особенности пробоотбора и пробоподготовки объектов окружающей среды. Учебно-методический комплекс дисциплины – Екатеринбург: Изд-во «Уральский государственный университет им. А.М. Горького». – 2008. – 47 с.
- Сафарова В.И. Способы пробоподготовки почвы, донных отложений и твердых отходов для атомно-абсорбционного определения тяжелых металлов / В. И. Сафарова и др. // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. – 2010. – Т. 76, № 2. – С. 10–14.
- Мадин М.И. Основные факторы, определяющие качественные и количественные показатели анализа вещества при комплексном изучении и переработке минерального сырья / М.И. Мадин и др. // Известия НТН РК. Серия геологическая. – 2006. – № 5. – С. 91–97.
- Лобачев А.Л. Пробоотбор и пробоподготовка в анализе объектов окружающей среды учебное пособие / А.Л. Лобачев, И.В. Лобачева, Е.В. Ревинская. – Самара: Изд-во «Самарский университет». – 2005. – 32 с.
- Слесарь Н.И. Методические основы анализа объектов. Методические указания к практикуму студентов-бакалавров IV-го курса Института химии СПбГУ. СПб.: Изд-во ВВМ. – 2015. – 40 с.
- Суриков В.Т. Кислотное растворение кремния и его соединений для анализа методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой // Аналитика и контроль. – 2008. – Т. 12. № 3–4. – С. 93–100.
- Третьякова Е.И., Плотнокова О.Е., Ильина Е.Г. Микроволновой метод подготовки проб для определения общего фосфора в объектах окружающей среды / Е.И. Третьякова, О.Е. Плотнокова, Е.Г. Ильина // Ползуновский вестник. – 2008. – № 1–2. – С. 152–156.
- Карпов Ю.А., Орлова В.А. Современные методы автоклавной пробоподготовки в химическом анализе веществ и материалов // «Заводская лаборатория. Диагностика материалов». – 2007. – № 1. Т. 73. – С. 4–11.
- Троєглазова А.В. Исследование и совершенствование методов анализа ренийсодержащего сырья и продуктов его переработки. Дисс. на соиск. учен. степени доктора философии (PhD): 6D060600 Алматы. – 2011. – 131 с.
- Черникова И.И. Разработка способов микроволновой пробоподготовки в анализе ферросплавов, шлакообразующих смесей и рудных материалов методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой. Дисс. на соиск. учен. степени к.х.н. Воронеж. – 2018. – 124 с.
- Navarrete-López M., Jonathan M.P., Rodríguez-Espinosa P.F., Salgado-Galeana J.A. Autoclave decomposition method for metals in soils and sediments // Environmental Monitoring and Assessment. – 2012. – Т. 184. – P. 2285–2293. <https://doi.org/10.1007/s10661-011-2117-4>
- Бахур А.Е и др. Радиоактивные частицы в почвах Семипалатинского полигона / А.Е. Бахур, В.Т. Дубинчук, Л.А. Березина, Л.И. Мануилова, В.И. Малышев, Б.Р. Берикболов, И.А. Шишков, А.П. Ермилов // Радиация и риск – 1997. – Т. 9. – С. 71–84.
- Артемов О.И., Ахметов М.А., Птицкая Л.Д. Радиоактивное загрязнение территории Семипалатинского полигона от атмосферных ядерных испытаний / О.И. Артемов, М.А. Ахметов, Л.Д. Птицкая // Вестник НЯЦ РК. Радиоэкология. охрана окружающей среды. Выпуск 3, сентябрь 2000. – С. 29–34.
- Горлачев И.Д. и др. Исследование и систематизация “горячих” частиц в почвах Семипалатинского испытательного полигона / И.Д. Горлачев, Т.Н. Квочкина, Б.Б.Князев, С.Н. Лукашенко // Актуальные вопросы радиоэкологии Казахстана. [Сборник трудов Национального ядерного центра Республики Казахстан за 2010 г.] – Вып. 3. – Т. 2. – Павлодар: Дом печати. – 2011. – С. 11–59.
- Кундузбаева А.Е., Лукашенко С.Н., Магашева Р.Ю. Формы нахождения искусственных радионуклидов в почвах на территории площадки «Опытное поле» / А.Е. Кундузбаева, С.Н. Лукашенко, Р.Ю. Магашева // Актуальные вопросы радиоэкологии Казахстана [Сборник трудов Национального ядерного центра Республики Казахстан за 2011–2012 гг.] / под ред. С.Н. Лукашенко. – Т. 2. – Вып. 4. – Павлодар: Дом печати. – 2013. – С. 181–208.
- Lukashenko S., Kabdyrakova A., Lind O.C. et al. Radioactive particles released from different sources in the Semipalatinsk Test Site // J. Environ. Radioact. – 2020. – Vol. 216. – P. 106160.
- Kunduzbayeva A.Ye., Lukashenko S.N., Kabdyrakova A.M., Larionova N.V., Magasheva R.Yu., Bakirova G.A. Speciation of ¹³⁷Cs, ⁹⁰Sr, ²⁴¹Am, and ²³⁹⁺²⁴⁰Pu artificial radionuclides in soils at the Semipalatinsk test site // Journal of Environmental Radioactivity, – Volume 249, 2022. 106867. <https://doi.org/10.1016/j.jenvrad.2022.106867>
- KZ.06.01.00195-2020. Методика выполнения измерений удельной активности изотопов плутония в объектах окружающей среды альфа-спектрометрическим методом с радиохимической подготовкой – Курчатов. 2020.

REFERENCES

- Osobennosti probootbora i probopodgotovki ob"ektov okruzhayushchey sredy. Uchebno-metodicheskiy kompleks distsipliny – Ekaterinburg: Izd-vo «Ural'skiy gosudarstvennyy universitet im. A.M. Gor'kogo». – 2008. – 47 p.
- Safarova V.I. Sposoby probopodgotovki pochvy, donnykh otlozheniy i tverdykh otkhodov dlya atomno-absorbtsionnogo opredeleniya tyazhelykh metallov / V. I. Safarova i dr. // Zavodskaya laboratoriya. Diagnostika materialov. – 2010. – Vol. 76, No. 2. – P. 10–14.
- Madin M.I. Osnovnye faktory, opredelyayushchie kachestvennye i kolichestvennye pokazateli analiza veshchestva pri kompleksnom izuchenii i pererabotke mineral'nogo syr'ya / M.I. Madin i dr. // Izvestiya NTN RK. Seriya geologicheskaya. – 2006. – No. 5. – P. 91–97.
- Lobachev A.L. Probootbor i probopodgotovka v analize ob"ektov okruzhayushchey sredy uchebnoe posobie / A.L. Lobachev, I.V. Lobacheva, E.V. Revinskaya. – Samara: Izd-vo «Samskiy universitet». – 2005. – 32 p.
- Slesar' N.I. Metodicheskie osnovy analiza ob"ektov. Metodicheskie ukazaniya k praktikumu studentov-

- bakalavrov IV-go kursa Instituta khimii SPbGU. SPb.: Izd-vo VVM. – 2015. – 40 p.
6. Surikov V.T. Kislotnoe rastvorenie kremniya i ego soedineniy dlya analiza metodom mass-spektrometrii s induktivno svyazannoy plazmoy // Analitika i kontrol'. – 2008. – Vol. 12. – No. 3–4. – P. 93–100.
 7. Tret'yakova E.I., Plotnikova O.E., Il'ina E.G. Mikrovolnovoy metod podgotovki prob dlya opredeleniya obshchego fosfora v ob'ektakh okruzhayushchey sredy / E.I. Tret'yakova, O.E. Plotnikova, E.G. Il'ina // Polzunovskiy vestnik. – 2008. – No. 1–2. – P. 152–156.
 8. Karpov Yu.A., Orlova V.A. Sovremennye metody avtoklavnoy probopodgotovki v khimicheskom analize veshchestv i materialov // «Zavodskaya laboratoriya. Diagnostika materialov». – 2007. – No. 1. Vol.73. – P. 4–11.
 9. Troeglazova A.V. Issledovanie i sovershenstvovanie metodov analiza reniysoderzhashchego syr'ya i produktov ego pererabotki. Diss. na soisk. uchen. stepeni doktora filosofii (PhD): 6D060600 Almaty. – 2011. – 131 p.
 10. Chernikova I.I. Razrabotka sposobov mikrovolnovoy probopodgotovki v analize ferrosplavov, shlakobrazuyushchikh smesey i rudnykh materialov metodom atomno-emissionnoy spektrometrii s induktivno svyazannoy plazmoy. Diss. na soisk. uchen. stepeni k.kh.n. Voronezh. – 2018. – 124 p.
 11. Navarrete-López M., Jonathan M.P., Rodríguez-Espinosa P.F., Salgado-Galeana J.A. Autoclave decomposition method for metals in soils and sediments // Environmental Monitoring and Assessment. – 2012. – Vol. 184. – P. 2285–2293, <https://doi.org/10.1007/s10661-011-2117-4>
 12. Bakhur A.E i dr. Radioaktivnye chastitsy v pochvakh Semipalatinskogo poligona / A.E. Bakhur, V.T. Dubinchuk, L.A. Berezina, L.I. Manuilova, V.I. Malyshev, B.R. Berikbolov, I.A. Shishkov, A.P. Ermilov // Radiatsiya i risk – 1997. – Vol. 9. – P. 71–84.
 13. Artem'ev O.I., Akhmetov M.A., Ptitskaya L.D. Radioaktivnoe zagryaznenie territorii Semipalatinskogo poligona ot atmosferykh yadernykh ispytaniy / O.I. Artem'ev, M.A. Akhmetov, L.D. Ptitskaya // Vestnik NYaTs RK. Radioekologiya. okhrana okruzhayushchey sredy. Issue 3, september 2000. P. 29–34.
 14. Gorlachev I.D. i dr. Issledovanie i sistematizatsiya “goryachikh” chastits v pochvakh Semipalatinskogo ispytatel'nogo poligona / I.D. Gorlachev, T.N. Kvachkina, B.B. Knyazev, S.N. Lukashenko // Aktual'nye voprosy radioekologii Kazakhstana. [Sbornik trudov Natsional'nogo yadernogo tsentra Respubliki Kazakhstan za 2010 g.] – Issue 3. – Vol. 2. – Pavlodar: Dom pechati. – 2011. – P. 11–59.
 15. Kunduzbaeva A.E., Lukashenko S.N., Magasheva R.Yu. Formy nakhozhdeniya iskusstvennykh radionuklidov v pochvakh na territorii ploshchadki «Opytnoe pole» / A.E. Kunduzbaeva, S.N. Lukashenko, R.Yu. Magasheva // Aktual'nye voprosy radioekologii Kazakhstana [Sbornik trudov Natsional'nogo yadernogo tsentra Respubliki Kazakhstan za 2011–2012 gg.] / pod red. S.N. Lukashenko. – Vol. 2. – Issue 4. – Pavlodar: Dom pechati. – 2013. – P. 181–208.
 16. Lukashenko S., Kabdyrakova A., Lind O.C. et al. Radioactive particles released from different sources in the Semipalatinsk Test Site // J. Environ. Radioact. – 2020. – Vol. 216. – P. 106160.
 17. Kunduzbayeva A.Ye., Lukashenko S.N., Kabdyrakova A.M., Larionova N.V., Magasheva R.Yu., Bakirova G.A. Speciation of ¹³⁷Cs, ⁹⁰Sr, ²⁴¹Am, and ²³⁹⁺²⁴⁰Pu artificial radionuclides in soils at the Semipalatinsk test site // Journal of Environmental Radioactivity, Vol. 249, 2022. 106867. <https://doi.org/10.1016/j.jenvrad.2022.106867>
 18. KZ.06.01.00195-2020. Metodika vypolneniya izmereniy udel'noy aktivnosti izotopov plutoniya v ob'ektakh okruzhayushchey sredy al'fa-spektrometricheskimi metodami s radiokhimicheskoy podgotovkoy – Kurchatov. 2020.

ТОПЫРАҚ СЫНАМАЛАРЫН ҒЫДЫРАТУ ТӘСІЛДЕРІН ²³⁹⁺²⁴⁰Pu РАДИОХИМИЯЛЫҚ АНЫҚТАУ КЕЗІНДЕ САЛЫСТЫРМАЛЫ БАҒАЛАУ

**С. Е. Сальменбаев*, Ж. У. Керимкулова, Ф. Ф. Жамалдинов, К. Т. Мустафина,
К. А. Понтак, Ш. М. Дәулетбаева, Л. И. Сенгер**

ҚР ҰҰО РМҚ «Радиациялық қауіпсіздік және экология институты» филиалы, Қурчатов, Қазақстан

* Байланыс үшін E-mail: salmenbayev@gmail.com

Семей сынақ полигонында (ССП) типі және қуаты әртүрлі көптеген ядролық сынақтар жүргізілді. Бұл оның аумағында бір-бірінен сипатымен, деңгейлерімен және изотопты құрамымен ерекшеленетін радиоактивті ластанған учаскелердің пайда болуына әкелді. Бұл кезде көбінесе техногенді радионуклидтер ССП топырақ жамылғысында тығыз байланысқан, аз еріген формада кездеседі, ол бұлардың үлгілерден соңынан сандық талдау үшін толық алынуын қиындатады. Әдетте алыну процесі ашық жүйелерде фторлысутекті қышқыл ерітінділері (HF) мен өзге де минералды қышқылдарды пайдаланумен жүзеге асырылады. Алайда бұл әдіс көп уақытты алады, реагенттердің көп мөлшерін талап етеді және талданатын элементтердің шығынына, сондай-ақ сынамалардың болжамды айқасып ластануына әкелуі мүмкін. Ашық жүйелерде автоклавтарда ыдырату қышқылдық ыдыратуға балама болып табылады. Бұл әдіс бір жағынан ашық ыдыратуға тән кемшіліктерден ада, екінші жағынан әдістің қышқылдардың жоғары қайнау температурасының жоғарылауына байланысты ыдырату процесін жылдамдатумен берілген сөзсіз артықшылығы бар. Тәжірибе нәтижелері көрсеткендей, көптеген жағдайларда топырақ сынамаларындағы ²³⁹⁺²⁴⁰Pu толық қышқылдық ыдырату және автоклавты ыдыратуды пайдаланумен алынған меншікті белсенділігін өлшеу нәтижелері өзара жеткілікті жақсы сәйкес келеді (бар айырмашылықтар өлшеулердің дәлсіздік шектерінде тұр). Радиоактивтіліктің стандартты үлгілерін автоклавтық

ыдырату тәсілін пайдалану арқылы талдау қанағаттанарлық нәтижелерді көрсетті, аттестатталған мәндерден ауытқу шамамен 5%-ды құрады.

Түйін сөздер: топырақ, автоклавтық ыдырату, толық қышқылдық ыдырату, салыстырмалы талдау, радионуклидтер, радиохимиялық талдау, ССП.

COMPARATIVE ASSESSMENT OF DIGESTION METHODS FOR SOIL SAMPLES
DURING THE RADIOCHEMICAL DETERMINATION OF $^{239+240}\text{Pu}$

S. Ye. Salmenbayev*, Zh. U. Kerimkulova, F. F. Zhamaldinov, K. T. Mustafina,
K. A. Pontak, Sh. M. Dauletbayeva, L. I. Senger

Branch "Institute of Radiation Safety and Ecology" RSE NNC RK, Kurchatov, Kazakhstan

** E-mail for contacts: salmenbayev@gmail.com*

A great many nuclear tests of different types and yields were conducted at the Semipalatinsk Test Site (STS). That has lead to the formation of radioactively contaminated areas within it, which differed from one another in the pattern, levels and the isotopic composition. At the same time, technogenic radionuclides are oftentimes in the soil cover of STS in tightly bound and slightly soluble forms, which hampers their complete extraction from samples for a subsequent quantitative analysis. Typically, the extraction process is carried out in open systems using solutions of hydrofluoric acid (HF) and other mineral acids. However, this technique is time-consuming, requires a great many reagents and may result in the loss of elements to be assayed as well as in a possible cross contamination of samples. Autoclave digestion can be an alternative to acid digestion in open systems. This method, on the one hand, is devoid of the disadvantages inherent in open decomposition, on the other hand, it has an undoubted advantage, which consists in accelerating the decomposition process due to an increase in the boiling point of acids. As demonstrated by experimental findings, measurements of $^{239+240}\text{Pu}$ activity concentration in soil samples obtained from a complete acid and autoclave decomposition, in most cases, agree well enough with one another (the existing discrepancies are within the measurement error). Analysis of a radioactivity reference standard using the autoclave decomposition technique showed satisfactory results. The deviation from a certified value was in the order of 5%.

Keywords: soil, autoclave decomposition, complete acid decomposition, comparative analysis, radionuclides, radiochemical analysis, STS.