



Известия Саратовского университета. Новая серия. Серия: Химия. Биология. Экология. 2023. Т. 23, вып. 1. С. 62–69

Izvestiya of Saratov University. Chemistry. Biology. Ecology, 2023, vol. 23, iss. 1, pp. 62–69

<https://ichbe.sgu.ru>

<https://doi.org/10.18500/1816-9775-2023-23-1-62-69>, EDN: CKLTGC

Научная статья

УДК 543.054+543.429.3

Способ кислотного извлечения радионуклидов из увеличенных навесок почвы с использованием автоклавного разложения



С. Е. Сальменбаев ✉, А. М. Миратова, Р. А. Кенжебаев

Институт радиационной безопасности и экологии Национального ядерного центра РК, 071100, Казахстан, г. Курчатова, ул. Бейбит Атом, д. 2

Сальменбаев Саян Елеусизович, начальник группы исследований высокоактивных образцов лаборатории радиохимических исследований, salmenbayev@nnc.kz, <https://orcid.org/0000-0001-7338-682X>

Миратова Ардак Мираткызы, техник группы исследований высокоактивных образцов лаборатории радиохимических исследований, miratova@nnc.kz

Кенжебаев Руслан Ахатович, инженер лаборатории ядерно-физических методов анализа, Kenzhebaev@nnc.kz

Аннотация. Специфика ядерных испытаний, проведенных на территории бывшего Семипалатинского испытательного полигона, привела к возникновению различных, отличающихся между собой уровнями радиоактивного загрязнения и радионуклидным составом, участков. При этом растворимость радиоактивных частиц существенно различается. Традиционно наличием малорастворимых, остеклованных частиц характеризовалась площадка «Опытное поле», что обуславливалось особенностями, присущими наземным испытаниям ядерного оружия, а именно взаимодействием высокотемпературной области взрыва с почвенными частицами. Наличие подобных малорастворимых частиц в почвенном покрове делает невозможным использование в радиохимическом анализе растворов HCl и HNO₃ с концентрацией 6–8 моль/л, наиболее часто используемых в методиках определения содержания радионуклидов ⁹⁰Sr и ²³⁹⁺²⁴⁰Pu. Рассмотрены способы разложения почвы при определении содержания техногенных радионуклидов в почвах полигона с помощью смесей минеральных кислот. Цель – разработка способа кислотного извлечения техногенных радионуклидов из увеличенных навесок почвы с использованием автоклавного разложения. Для определения оптимальных параметров автоклавного разложения использовалась проба почвы с пренебрежимо малым содержанием техногенных радионуклидов; для отработки способа кислотного извлечения – образец почвы, отобранный на территории испытательной площадки «Опытное поле». В качестве оптимального индикатора кислотного выделения использовался радионуклид ¹³⁷Cs, ввиду его прочной фиксации на глинистых и минеральных частицах почвы и легкости его детектирования по дочернему гамма-излучению. Автоклавное разложение проводилось путем растворения исследуемых образцов в смеси концентрированных минеральных кислот (37% HCl, 59% HNO₃, 46% HF и 95% H₂SO₄). Удельная активность радионуклидов определялась с помощью гамма-спектрометра BE3830 с детектором из особо чистого германия (фирма Canberra, США), масса неразложившегося почвенного остатка определялась гравиметрическим методом (аналитические весы PA214C, фирма Ohaus, США). Наиболее полное извлечение радионуклида ¹³⁷Cs происходит при использовании концентрированных растворов HF (индивидуально либо в смеси с другими минеральными кислотами). Степень извлечения ¹³⁷Cs составила 85–100%. Наихудшие результаты показало применение смеси кислот 3HCl:HNO₃ – степень извлечения ¹³⁷Cs в этом случае не превысила 20%. Эффективность разложения навесок почвы массой 10 г концентрированным раствором HF при температурах от 120 до 160 °C составила ≥95%.

Ключевые слова: почва, автоклав, автоклавное разложение, разложение образцов, кислотное извлечение, степень извлечения, радионуклиды, Семипалатинский испытательный полигон

Благодарности: Работа выполнена при финансовой поддержке ГУ «Министерство энергетики Республики Казахстан» в рамках реализации НТП «Развитие атомной энергетики в Республике Казахстан» (ИРН – BR09158470).

Для цитирования: Сальменбаев С. Е., Миратова А. М., Кенжебаев Р. А. Способ кислотного извлечения радионуклидов из увеличенных навесок почвы с использованием автоклавного разложения // Известия Саратовского университета. Новая серия. Серия: Химия. Биология. Экология. 2023. Т. 23, вып. 1. С. 62–69. <https://doi.org/10.18500/1816-9775-2023-23-1-62-69>, EDN: CKLTGC

Статья опубликована на условиях лицензии Creative Commons Attribution 4.0 International (CC-BY 4.0)

Article

Acid extraction of radionuclides from soil samples using autoclave decomposition

S. E. Salmenbayev ✉, A. M. Miratova, R. A. Kenzhebaev

Institute of Radiation Safety and Ecology of National Nuclear Center of Kazakhstan, 2 Beibit Atom St., Kurchatov 071100, Kazakhstan



Sayan E. Salmenbayev, salmenbayev@nnc.kz, <https://orcid.org/0000-0001-7338-682X>

Ardak M. Miratova, miratova@nnc.kz

Ruslan A. Kenzhebaev, kenzhebaev@nnc.kz

Abstract. The specifics of the nuclear tests carried out on the territory of the former Semipalatinsk test site (STS) led to the emergence of various sites that differ in levels of radioactive contamination and radionuclide composition. This also led to a significant difference in the solubility of radioactive particles. Traditionally, the "Experimental Field" testing ground was characterized by the presence of sparingly soluble, vitrified particles, which was determined by the features inherent in ground tests of nuclear weapons, namely, the interaction of the high-temperature explosion region with soil particles. The presence of such sparingly soluble particles in the soil cover makes it impossible to use 6–8 M HCl and 7–8 M HNO₃ solutions which are most often used radiochemical analysis to determine the content of ⁹⁰Sr and ²³⁹⁺²⁴⁰Pu. This paper considers methods for the acid extraction of anthropogenic radionuclides from soils of the STS using autoclaving. The aim of the research is to develop a method for the acid extraction of anthropogenic radionuclides from enlarged soil samples using autoclave decomposition. A blank soil sample was used to determine the optimal autoclave decomposition parameters; to test the acid extraction method, a soil sample was taken from the territory of the "experimental field" testing ground. The radionuclide ¹³⁷Cs has been used as the most optimal indicator of acid extraction due to its strong fixation on clay and mineral soil particles and ease of detection by the gamma radiation. Autoclave decomposition has been carried out by dissolving the studied samples in a mixture of mineral acids (HCl, HNO₃, HF, H₂SO₄). The specific activity of radionuclide has been determined on a BE3830 gamma spectrometer with a high-purity germanium detector (Canberra, USA), the amount of undecomposed soil residue has been determined gravimetrically (PA214C analytical balance, Ohaus, USA). The data obtained indicate that the most complete extraction of ¹³⁷Cs occurs when using concentrated HF solutions (individually or in a mixture with other mineral acids). The degree of extraction of ¹³⁷Cs varied from 85 to 100%. The worst results have been shown by the use of a mixture of acids 3HCl:HNO₃. In this case the degree of extraction of ¹³⁷Cs did not exceed 20%. The efficiency of decomposition of soil samples weighing 10 g with a concentrated solution of HF at a temperature of 120 to 160 °C was ≥95%.

Keywords: soil, autoclave, autoclave decomposition, decomposition of samples, acid extraction, extraction degree, radionuclides, STS

Acknowledgements: The work has been carried out with the financial support of the State Institution "Ministry of Energy of the Republic of Kazakhstan" within the framework of implementation of the Scientific and Technical Program "Development of nuclear power engineering in the Republic of Kazakhstan" (IRN - BR09158470).

For citation: Salmenbayev S. E., Miratova A. M., Kenzhebaev R. A. Acid extraction of radionuclides from soil samples using autoclave decomposition. *Izvestiya of Saratov University. Chemistry. Biology. Ecology*, 2023, vol. 23, iss. 1, pp. 62–69 (in Russian). <https://doi.org/10.18500/1816-9775-2023-23-1-62-69>, EDN: CKLTGC

This is an open access article distributed under the terms of Creative Commons Attribution 4.0 International License (CC-BY 4.0)

Введение

Многие современные инструментальные методы анализа, не говоря уже про классические химические методы и радиохимический анализ, требуют предварительного переведения исследуемого образца в растворенное состояние. Способы разложения могут включать в себя обработку в открытых или закрытых системах с использованием термической, ультразвуковой или лучистой энергии [1–8]. Подготовка пробы зачастую требует много времени, зависит от природы образца, природы и содержания аналита в определяемом образце, от желаемой точности определения и является, по своей сути, основным источником погрешностей [3, 9–11].

Разложение проб в автоклавах, наряду с микроволновым разложением и разложением спеканием, является одним из альтернативных методов пробоподготовки, но практически лишенным недостатков, присущим указанным методам. Так, недостатками микроволновых и ультразвуковых устройств являются их относительно высокая стоимость, а также использование малых навесок разлагаемого вещества, как правило, не превышающих 1 г [6, 10, 12]. Последнее также характерно и для разложения

спеканием, так как необходимо использовать не менее чем 6-кратное соотношение массы плавня к разлагаемому образцу почвы [13, 14]. Используемая при автоклавном разложении аппаратура является доступной и широко распространенной и включает в себя только сушильный шкаф, а разлагаемые навески почвы можно увеличивать, варьируя размеры реакционных емкостей.

Преимуществом использования автоклавов перед открытым разложением является то, что разложение анализируемого образца происходит при повышенном давлении, это, в свою очередь, увеличивает температуру кипения жидкостей и, соответственно, ускоряет процесс разложения почвенных частиц. Таким образом, разложение образцов происходит за более короткое время, с меньшими затратами реактивов и минимальными потерями аналита. Последний фактор, наряду с полнотой разложения, является основным показателем, влияющим на качество выполнения количественного химического анализа (при прочих равных условиях).

Целью данной работы является разработка способа кислотного извлечения радионуклидов из увеличенных навесок почвы с использованием автоклавного разложения.



Материалы и методы

Для исследования полноты разложения почвенных частиц использовалась проба почвы, содержание техногенных радионуклидов в которой находилось ниже предела обнаружения использованной аппаратуры.

Для экспериментов по кислотному извлечению радионуклидов использовалась точечная проба почвы, отобранная на территории бывшей испытательной площадки «Опытное поле» Семипалатинского испытательного полигона (СИП), которая, как известно, характеризуется наличием прочносвязанных форм техногенных радионуклидов (^{137}Cs , ^{241}Am , ^{90}Sr , $^{239+240}\text{Pu}$) [15–17]. Так как определение радионуклидов ^{90}Sr и $^{239+240}\text{Pu}$ представляет собой достаточно трудоемкий процесс, требующий тщательного проведения процедуры радиохимической очистки и выделения, то в качестве индикаторов кислотного выщелачивания (извлечения) планировалось использовать радионуклиды ^{137}Cs и ^{241}Am – ввиду возможности относительно простого и быстрого детектирования их содержания по собственному или дочернему гамма-излучению. Однако содержание ^{241}Am в исходном образце почвы (180 ± 10 Бк/кг) не отвечало необходимому для проведения экспериментов условию, касающемуся надежного и относительно быстрого выделения скорости счета препарата из фона спектрометра, согласно которому содержание радионуклида в подготавливаемых счетных образцах должно было быть не менее 10 Бк/образец. Поэтому в экспериментах был использован ^{137}Cs , удельная активность которого в исходном образце составляла $2,6 \cdot 10^3 \pm 0,13 \cdot 10^3$ Бк/кг. Во внимание принимались также его высокая сорбционная способность и прочная фиксация на глинистых и минеральных частицах почвы.

Пробоподготовка. Первичная пробоподготовка включала в себя высушивание исследуемого образца до воздушно-сухого состояния, просеивание через сито с размером ячеек 2×2 мм, квартование и минерализацию отобранных навесок почвы в муфельной печи SNOL 7,2/1100 (AB UMEGA-GROUP, Литва) при температуре 550°C .

Автоклав. Реакционная емкость и внешний сосуд автоклава вытаскивались из фторопластовых стержней диаметром 110 мм (рис. 1). В качестве внешней защитной оболочки использовалась стальная труба с внешним диаметром 108 мм и толщиной стенок 4 мм, которая закрывалась с двух сторон металлическими фланцами, стянутыми между собой болтами.

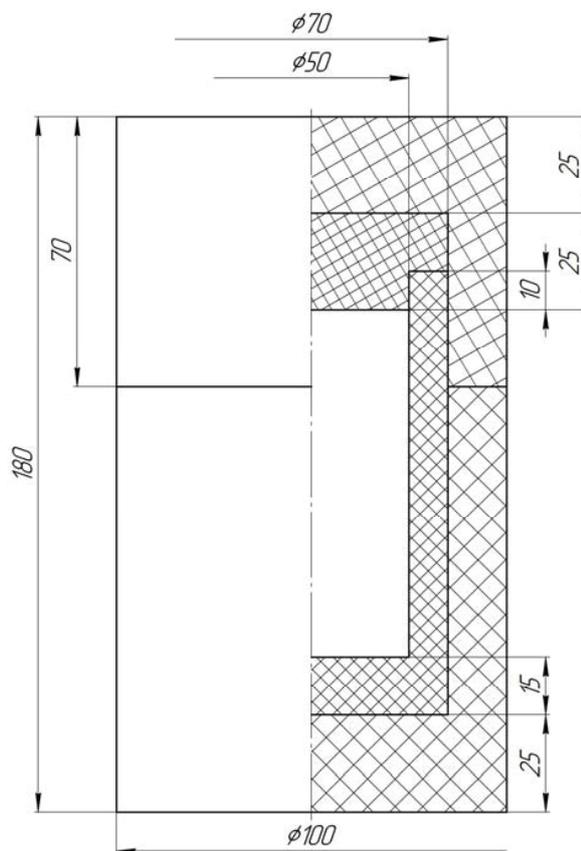


Рис. 1. Схема автоклава
Fig. 1. Scheme of autoclave

Автоклавное разложение. Прокаленные навески почвы переносились в автоклав с помощью небольшого количества дистиллированной H_2O и обрабатывались в течение 2 ч при необходимой температуре (от 120 до 160°C) концентрированными растворами минеральных кислот, наиболее часто используемыми в практике химического анализа для разложения почв и различных минералов (HCl , HNO_3 , HF , H_2SO_4) [3, 5, 12–14]. По истечении необходимого времени автоклав вынимали из термостата и охлаждали до комнатной температуры. Разделение гетерогенных фаз производили на центрифуге Digicen 21 (Orto Alresa, Испания) при скорости 4500 об./мин в течение 10 мин. Фугат, полученный после разделения фаз, переносился в заранее взвешенные химические стаканы, а осадок фторидов кипятился в течение часа в конической колбе в растворе $0,5\text{M HCl}$ с добавлением H_3BO_3 – для перевода в растворенное состояние соосажденных актиноидов (III) и лантаноидов (III), а также элементов которые не образуют малорастворимые соединения с F^- -ионом, но могут быть



захваченными или адсорбированными при образовании подобного аморфного осадка [18–21]. После охлаждения до комнатной температуры содержимое колб пропускать через фильтровальную бумагу «синяя лента» для отделения неразложившихся почвенных частиц. Фильтрат объединялся с фугатом и измерялся на полупроводниковом гамма-спектрометре. Фильтры высушивались на воздухе, помещались в

предварительно прокаленные и взвешенные тигли и озолялись в муфельной печи при температуре 550 °С в течение 6 ч. Масса неразложившегося почвенного остатка определялась как разница в массах тиглей с учетом зольности фильтра. Общая схема кислотного извлечения радионуклидов из проб почвы с использованием автоклавного разложения представлена на рис. 2.

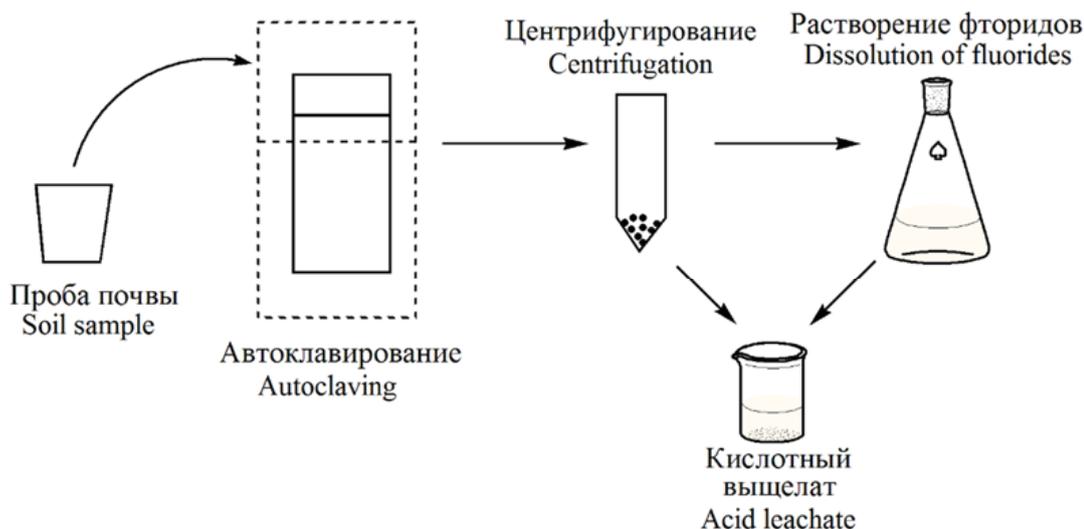
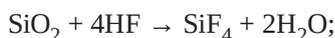


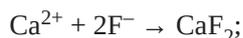
Рис. 2. Схема кислотного извлечения радионуклидов из почвы с использованием автоклавирования
 Fig. 2. Scheme of acid extraction of radionuclides from soil using autoclaving

Ввиду того что рассматриваемые изотопы могут находиться в составе различных остеклованных частиц и микрообразований [22, 23], предположительный механизм растворения анализируемой матрицы (в основном состоящей из SiO_2 , Al_2O_3 и Fe_2O_3 [24]) и последующего перевода радионуклидов в раствор можно представить следующим образом:

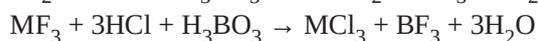
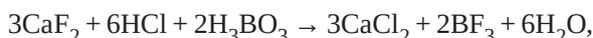
1) растворение силикатной составляющей:



2) образование малорастворимого осадка фторидов (в основном образованного CaF_2), с которым соосаждаются ионы редкоземельных и трансурановых элементов со степенью окисления +3:



3) растворение осадка фторидов и перевод радионуклидов в раствор:



(M^{3+} – ион лантаноида (III) или актиноида (III)).

Измерение удельной активности подготовленных спектрометрических источников. Содержание радионуклидов в подготовленных спектрометрических образцах (почве, кислотных выщелатах) оценивалось путем измерений на гамма-спектрометре ВЕ3830 с детектором из особо чистого германия (Canberra, США). Калибровка гамма-спектрометра по эффективности и энергии производилась с помощью объемных мер активности специального назначения, самопоглощение в измеряемом образце учитывалось программным обеспечением спектрометрического оборудования. Расчет удельной активности радионуклида ^{137}Cs производился по формуле:

$$A = \frac{S}{t \times \varepsilon \times I \times m},$$

где S – площадь пика полного поглощения определяемого радионуклида; t – время измерения, с; ε – эффективность регистрации гамма-квантов; I – квантовый выход линии определяемого радионуклида; m – масса навески, кг.



Результаты и их обсуждение

Определение оптимальных параметров автоклавного разложения проб почвы

Для определения оптимальных параметров

автоклавного разложения навески почвы массой 10 г обрабатывались в автоклаве одинаковым объемом 46 % HF (60 мл) при различных температурных режимах (рис. 3).

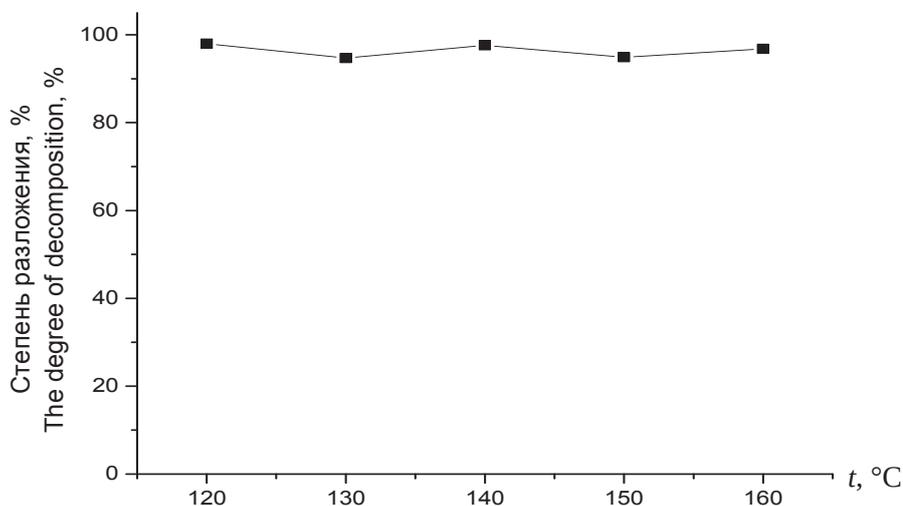


Рис. 3. Зависимость степени разложения частиц почвы от температуры

Fig. 3. The dependence of the degree of decomposition of soil particles on temperature

В результате проведенного эксперимента зависимости между массой почвенного остатка и температурой разложения обнаружено не было. Данное обстоятельство может быть обусловлено двумя причинами:

- влиянием остатка неразложившихся фторидов – о чем можно было предположить по наличию на дне колб неких нерастворенных частичек сероватого цвета, которые визуальным образом невозможно было идентифицировать как почвенные либо фторидные остатки;

- малой растворимостью в кислых растворах борной кислоты, так как, несмотря на то что она добавлялась порциями по 0,5 г, а ее масса была одинаковой и составляла 3 г, в ряде случаев при ее добавлении происходило образование хлопьев белого цвета.

Очевидно, что наиболее проблемным вопросом при использовании автоклавного разложения почв будет растворение осадка фторидов, что требует его дальнейшей проработки. Однако разложение образцов происходит с достаточно высокой эффективностью, составившей не менее 95 %.

Исследование степени извлечения техногенных радионуклидов из почвы

Для изучения степени извлечения ^{137}Cs навески почвы массой 5 г обрабатывались в

автоклавах при температуре 120 °C различными кислотными смесями. Степень извлечения ^{137}Cs (α) рассчитывалась как

$$\alpha = \frac{A_2}{A_1} \cdot 100\%,$$

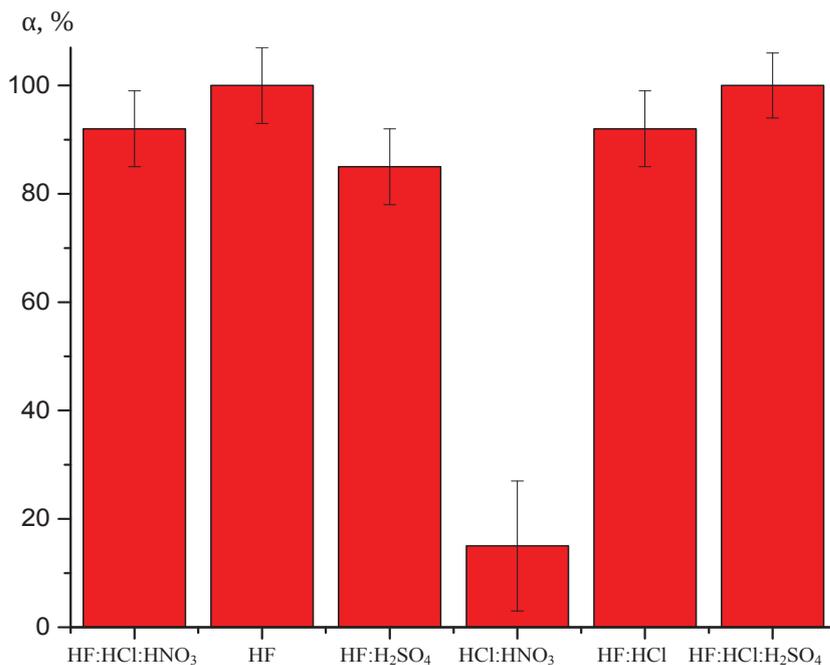
где A_2 – активность радионуклида в кислотном выщелате, Бк; A_1 – активность радионуклида на исходную навеску почвы, Бк.

Полученные результаты приведены на рис. 4.

Полученные данные свидетельствуют о том, что извлечение радионуклида ^{137}Cs из исследуемого образца почвы происходит наиболее полно во всех тех случаях, когда была применена концентрированная HF (индивидуально либо в смеси с другими минеральными кислотами). Степень извлечения ^{137}Cs составила при этом диапазон от 85 до 100%. В случае, когда HF не использовалась (эксперимент с применением смеси $3\text{HCl}:\text{HNO}_3$), степень извлечения ^{137}Cs не превысила 20%.

Заключение

Проведено сравнение различных кислотных смесей для извлечения радионуклида ^{137}Cs из образца почвы, характеризующегося наличием прочносвязанных форм техногенных радионуклидов, с использованием автоклав-

Рис. 4. Выделение ¹³⁷Cs из пробы почвыFig. 4. Extraction of ¹³⁷Cs from soil sample

ного разложения. Результаты исследования свидетельствуют о том, что извлечение ¹³⁷Cs происходит наиболее полно при использовании концентрированной HF (индивидуально либо в смеси с другими минеральными кислотами). Степень извлечения ¹³⁷Cs составила 85–100%. Эффективность разложения навесок почвы массой 10 г при температурах от 120 до 160 °C составила ≥ 95%. Использованный способ подготовки проб может применяться для разложения навесок почв массой до 10 г, в том числе и для почв, в которых техногенные радионуклиды находятся в составе малорастворимых остеклованных частиц и микрообразований.

Список литературы

1. Oliveira E. Sample preparation for atomic spectroscopy: Evolution and future trends // Journal of the Brazilian Chemical Society. 2003. Vol. 14, № 2. P. 174–182. <https://doi.org/10.1590/S0103-50532003000200004>
2. Башилов А. Микроволновая подготовка проб к элементному анализу – вчера, сегодня, завтра // Аналитика. 2011. № 11. С. 6–15.
3. Matusiewicz H. Sample Decomposition Techniques in Inorganic Trace Elemental Analysis // Handbook of Trace Analysis: Fundamentals and Applications. Springer International Publishing, 2016. P. 75–122. https://doi.org/10.1007/978-3-319-19614-5_5
4. Sahayam A., Jiang S., Wan C. Microwave assisted volatilization of silicon as fluoride for the trace impurity determination in silicon nitride by dynamic reaction cell inductively coupled plasma-mass spectrometry // Analytica Chimica Acta. 2007. Vol. 605. P. 130–133. <https://doi.org/10.1016/j.aca.2007.10.043>
5. Доронина М. С., Карпов Ю. А., Барановская В. Б. Современные методы пробоподготовки возвратного металлосодержащего сырья // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2016. Т. 82, № 3. С. 5–12.
6. 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.
7. Сокольникова Ю. В., Васильева И. Е. Выбор условий химической пробоподготовки для анализа кварцитов методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой // Вестник ИрГТУ. 2012. № 1 (60). С. 119–127.
8. 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>
9. Троеглазова А. В., Злобина Е. В., Кириллов А. Д., Кудрявцева Г. С., Карпов Ю. А. Совершенствование способов химической пробоподготовки при анализе ренийсодержащего сырья // Успехи в химии и химической технологии. 2012. Т. XXVI, № 2. С. 21–25.
10. Третьякова Е. И., Плотникова О. Е., Ильина Е. Г. Микроволновой метод подготовки проб для определения общего фосфора в объектах окружающей среды // Ползуновский вестник. 2008. № 1-2. С. 152–156.



11. Карпов Ю. А., Орлова В. А. Современные методы автоклавной пробоподготовки в химическом анализе веществ и материалов // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2007. Т. 73, № 1. С. 4–11.
12. МИ 2221-92 Рекомендация. Государственная система обеспечения единства измерений. Почвы и биологические объекты анализа. Методика подготовки проб в аналитическом автоклаве. М. : ВНИИМС, 1993. 20 с.
13. Воробьева Л. А. Химический анализ почв: учебник. М. : Изд-во МГУ, 1998. 272 с.
14. Бок Р. Методы разложения в аналитической химии / пер. с англ. В. А. Трофимовой. М. : Химия, 1984. 432 с.
15. Бахур А. Е., Дубинчук В. Т., Березина Л. А., Мануилова Л. И., Малышев В. И., Берикболов Б. Р., Шишков И. А., Ермилов А. П. Радиоактивные частицы в почвах Семипалатинского полигона // Радиация и риск. 1997. Т. 9. С. 71–84.
16. Артемьев О. И., Ахметов М. А., Птицкая Л. Д. Радионуклидное загрязнение территории бывшего Семипалатинского испытательного ядерного полигона // Вестник НЯЦ РК. 2001. № 3. С. 12–19.
17. Кундузбаева А. Е., Лукашенко С. В., Магашева Р. Ю. Формы нахождения искусственных радионуклидов в почвах на территории площадки «Опытное поле» // Актуальные вопросы радиэкологии Казахстана : сборник трудов Национального ядерного центра Республики Казахстан за 2014–2016. Павлодар : Дом печати, 2017. Т. 2, вып. 6. С. 181–208.
18. Лисин С. К., Смирская Г. П., Смирский Ю. Н., Родионов Ю. Ф., Шубко В. М. Формы нахождения ^{137}Cs и ^{90}Sr в почвах Брянской области // Радиация и риск. 1993. Т. 3. С. 129–133.
19. Василенко И. Я., Булдакова Л. А. Радионуклидное загрязнение окружающей среды и здоровье населения. М. : Медицина, 2004. 400 с.
20. Hirose K., Kikawada K., Igarashi Y., Fujiwara H., Jugder D., Matsumoto Y., Oi T., Nomura M. Plutonium, ^{137}Cs and uranium isotopes in Mongolian surface soils // Journal of Environmental Radioactivity. 2017. Vol. 166. P. 97–103. <https://doi.org/10.1016/j.jenvrad.2016.01.007>
21. Сальменбаев С. Е., Нургайсинова Н. К., Умаров М. А. Использование гидроксидов и фторидов металлов для концентрирования и выделения изотопов самария из кислотных выщелатов почвы // Известия Саратовского университета. Новая серия. Серия: Химия. Биология. Экология. 2020. Т. 20, вып. 3. С. 284–289. <https://doi.org/10.18500/1816-9775-2020-20-3-284-289>
22. Бахур А. Е. Научно-методические основы радиэкологической оценки геологической среды : дис. ... д-ра геол.-минерал. наук. М., 2008. 297 с.
23. Lukashenko S., Kabyrakova A., Lind O. C., Goralachev I., Kunduzbayeva A., Kvochkina T., Janssens K., Nolf W. De., Yakovenko Yu., Salbu B. Radioactive particles released from different sources in the Semipalatinsk Test Site // Journal of Environmental Radioactivity. 2020. Vol. 216. P. 106–160. <https://doi.org/10.1016/j.jenvrad.2020.106160>
24. Самофалова И. А. Химический состав почв и почвообразующих пород: учебное пособие. Пермь : Изд-во ФГОУ ВПО «Пермская ГСХА», 2009. 132 с.

References

1. Oliveira E. Sample preparation for atomic spectroscopy: Evolution and future trends. *Journal of the Brazilian Chemical Society*, 2003, vol. 14, no. 2, pp. 174–182. <https://doi.org/10.1590/S0103-50532003000200004>
2. Bashilov A. Microwave sample preparation for elemental analysis. *Analitika*, 2011, no. 11, pp. 6–15 (in Russian).
3. Matusiewicz H. Sample Decomposition Techniques in Inorganic Trace Elemental Analysis. *Handbook of Trace Analysis: Fundamentals and Applications*. Springer International Publishing, 2016, pp. 75–122. https://doi.org/10.1007/978-3-319-19614-5_5
4. Sahayam A., Jiang S., Wan C. Microwave assisted volatilization of silicon as fluoride for the trace impurity determination in silicon nitride by dynamic reaction cell inductively coupled plasma-mass spectrometry. *Analytica Chimica Acta*, 2007, vol. 605, pp. 130–133. <https://doi.org/10.1016/j.aca.2007.10.043>
5. Doronina M. S., Karpov Iu. A., Baranovskaia V. B. Modern methods for sample preparation of returnable metal-containing raw materials. *Industrial Laboratory. Diagnostics of Materials*, 2016, vol. 82, no. 3, pp. 5–12 (in Russian).
6. Surikov V. T. Acidic dissolution of silicon and its compounds for analysis by inductively coupled plasma mass spectrometry. *Analytics and Control*, 2008, vol. 12, no. 3-4, pp. 93–100 (in Russian).
7. Sokol'nikova Iu. V., Vasil'eva I. E. Choice of conditions for chemical sample preparation for analysis of quartzites by inductively coupled plasma mass spectrometry. *Vestnik IrGTU*, 2012, no. 1 (60), pp. 119–127 (in Russian).
8. 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, pp. 2285–2293. <https://doi.org/10.1007/s10661-011-2117-4>
9. Troeglazova A. V., Zlobina E. V., Kirillov A. D., Kudriavtseva G. S., Karpov Iu. A. Improvement of methods of chemical sample preparation in the analysis of rhenium-containing raw materials. *Uspekhi v khimii i khimicheskoi tekhnologii*, 2012, vol. XXVI, no. 2, pp. 21–25 (in Russian).
10. Tret'iakova E. I., Plotnikova O. E., Il'ina E. G. Microwave sample preparation method for determination of total phosphorus in environmental objects. *Polzunovskii vestnik*, 2008, no. 1-2, pp. 152–156 (in Russian).



11. Karpov Iu. A., Orlova V. A. Modern methods of autoclave sample preparation in the chemical analysis of substances and materials. *Industrial Laboratory. Diagnostics of Materials*, 2007, vol. 73, no. 1, pp. 4–11 (in Russian).
12. MI 2221-92 Rekomendatsiia. Gosudarstvennaia sistema obespecheniia edinstva izmerenii. *Pochvy i biologicheskie ob'ekty analiza. Metodika podgotovki prob v analiticheskom avtoklave* [MI 2221-92. Recommendation. State system for ensuring the uniformity of measurements. Soils and biological objects of analysis. Sample preparation procedure in an analytical autoclave]. Moscow, VNIIMS Publ., 1993. 20 p. (in Russian).
13. Vorob'eva L. A. *Khimicheskii analiz pochv* [Chemical Analysis of the Soil]. Moscow, Izd-vo MGU, 1998. 272 p. (in Russian).
14. Bock R. *A handbook of decomposition methods in analytical chemistry*. A Halsted Press book, 1979. 444 p. (Russ. ed.: Moscow, Khimiya Publ., 1984. 432 p.).
15. Bakhur A. E., Dubinchuk V. T., Berezina L. A., Manuilova L. I., Malyshev V. I., Berikbolov B. R., Shishkov I. A., Ermilov A. P. Radioactive particles in the soils of the Semipalatinsk test site. *Radiation & Risk*, 1997, vol. 9, pp. 71–84 (in Russian).
16. Artem'ev O. I., Akhmetov M. A., Ptitskaia L. D. Radionuclide contamination of the territory of the former Semipalatinsk nuclear test site. *NNC RK Bulletin*, 2001, no. 3, pp. 12–19 (in Russian).
17. Kunduzbaeva A. E., Lukashenko S. V., Magasheva R. Iu. Speciation of artificial radionuclides in soils on the territory of the Experimental Field site. *Aktual'nye voprosy radioekologii Kazakhstan: sbornik trudov Natsional'nogo iadernogo tsentra Respubliki Kazakhstan za 2014–2016*. [Topical Issues of Radioecology of Kazakhstan: Proceedings of the National Nuclear Center of the Republic of Kazakhstan, 2014–2016]. Pavlodar, Dom pečhati Publ., 2017, vol. 2, iss. 6, pp. 181–208 (in Russian).
18. Lisin S. K., Simirskaia G. P., Simirskii Iu. N., Rodionov Iu. F., Shubko V. M. Speciation of ^{137}Cs and ^{90}Sr in soils of the Bryansk region. *Radiation & Risk*, 1993, vol. 3, pp. 129–133 (in Russian).
19. Vasilenko I. Ia., Buldakova L. A. *Radionuklidnoe zagriaznenie okruzhaiushchei sredy i zdorov'e naseleniia* [Radionuclide contamination of the environment and public health]. Moscow, Meditsina Publ., 2004. 400 p. (in Russian).
20. Hirose K., Kikawada K., Igarashi Y., Fujiwara H., Jugder D., Matsumoto Y., Oi T., Nomura M. Plutonium, ^{137}Cs and uranium isotopes in Mongolian surface soils. *Journal of Environmental Radioactivity*, 2017, vol. 166, pp. 97–103. <https://doi.org/10.1016/j.jenvrad.2016.01.007>
21. Sal'menbaev S. E., Nurgaisinova N. K., Umarov M. A. Pre-concentration and extraction of Sm isotopes by precipitation of slightly soluble hydroxides and fluorides of metals. *Izvestiya of Saratov University. Chemistry. Biology. Ecology*, 2020, vol. 20, iss. 3, pp. 284–289 (in Russian). <https://doi.org/10.18500/1816-9775-2020-20-3-284-289>
22. Bakhur A. E. *Scientific and methodological foundations of radioecological assessment of the geological environment*. Diss. Dr. Sci. (Geol.-Mineral.). Moscow, 2008. 297 p. (in Russian).
23. Lukashenko S., Kabdyrakova A., Lind O.C., Gorlachev I., Kunduzbayeva A., Kvochkina T., Janssens K., Nolf W. De., Yakovenko Yu., Salbu B. Radioactive particles released from different sources in the Semipalatinsk Test Site. *Journal of Environmental Radioactivity*, 2020, vol. 216, pp. 106–160. <https://doi.org/10.1016/j.jenvrad.2020.106160>
24. Samofalova I. A. *Khimicheskii sostav pochv i pochvoobrazuiushchikh porod* [Chemical Composition of Soils and Parent Rocks]. Perm', FGOU VPO «Permskaia GSKhA» Publ., 2009. 132 p. (in Russian).

Поступила в редакцию 12.10.22; одобрена после рецензирования 25.10.22; принята к публикации 31.10.22
The article was submitted 12.10.22; approved after reviewing 25.10.22; accepted for publication 31.10.22