Potassium//JOURNAL OF AGRICULTURAL AND FOOD CHEMISTRY. 2020. Т. 68. В. 29. С. 7571-7580.
8. *Иванова С.Е.* Первые результаты научного проекта по совершенствованию рекомендаций по внесению калийных удобрений в России/ С.Е. Иванова, В.А. Романенков, Л.В. Никитина// Ключевой элемент. – 2014. – №1. – С. 6-10.
9. *Виноградов Д.В.* Экологические аспекты охраны окружающей среды и рационального природопользования /Д.В. Виноградов, А.В. Ильинский, Д.В. Данчеев. – М., 2017. – 128 с.
10. *Прокошев В.В., Дерюгин И.П.* Калий и калийные удобрения. – М.: Ледум, 2000. – 185 с.
11. *Оносов Д.В., Сметанников А.Ф.* Разработка технологии комплексной утилизации отходов переработки калийно-магниевых руд/ В сб.: Материалы научно-практической конференции «ГИ УрО РАН». – Пермь: ГИ УрО РАН, 2014. – С. 167-171.
12. *Бачурин Б.А., Сметанников А.Ф., Хохрякова Е.С.* Эколого-геохимическая оценка продуктов переработки глинисто-солевых шламов калийного производства // Современные проблемы науки и образования. – 2014. – № 6 (Электронный журнал). URL: www.science-education.ru/120-15442 (дата обращения: 19.11.2014).
13. *Кирейчева, Л.В.* Обоснование использования удобрительно-мелиорирующей смеси на основе торфа и сапропеля для повышения плодородия деградированных почв / Л.В. Кирейчева, А.В. Нефедов, Д.В. Виноградов и др. //Вестник Рязанского ГАТУ им. П.А. Костычева. – 2016. – № 3 (31). – С. 12-17.
14. *Доспехов Б.А.* Методика полевого опыта. 5 изд., перераб. и доп. – М.: Агропромиздат, 1985. – 351 с.
15. *Методические* указания по проведению исследований в длительных опытах с удобрениями / ВАСХНИЛ, ВНИИ удобрений и агропочвоведения им. Д. Н. Прянишникова. – М.: ВИУА, 1983.- 22 с.

AGROECOLOGICAL ASSESSMENT OF THE EFFECTIVENESS OF A BY-PRODUCT OF POTASSIUM CHLORIDE PRODUCTION IN CROP CULTIVATION TECHNOLOGY

[1]Akanova N.I., [2]Artemyev V. B., [3]Vasbieva M.T., [1]Nikitina L.V.
[1]All-Russian Research Institute of Agrochemistry named after D. N. Pryanishnikov, 127550, Moscow, Pryanishnikova Street, 31a, Russia
[2]LLC Mining Company EUROCHEM, 115054, Moscow, Dubininskaya Street, 53, Building 6
[3]Perm Research Institute of Agriculture, branch of the PFIZ UB RAS, 614000, Perm, Lenina Street, 13A

The results of studies on the effectiveness of using a by-product of potash production of clay-salt sludge (GSS) in combination with increasing doses of bird droppings as a potash fertilizer and chemical meliorant on sod-podzolic soils in an agrocenosis with potatoes and spring wheat in subsequent and repeated application are presented. An increase in the yield of spring wheat grain ensured the use of GSH in doses of 90-120 kg K_2O/ha, the increase averaged 0.52-0.67 t/ha, or 15.9-20.4%. An increase in yield was noted both when using sludge in its pure form and in the background of bird droppings. A 39-47% increase in potato yield was obtained using GSS in its pure form of 150 kg K2O/ha and a combination of 60 kg K_2O/ha and 15 t/ha of bird droppings. The yield of the commercial fraction of potato tubers was 84-88%.
Keywords: meliorant, potassium-containing fertilizer, clay-salt sludge, soil fertility, potato, spring wheat, grain quality, yield.

УДК 631.416.8:631.432 **DOI: 10.25680/S19948603.2025.145.15**

СПОСОБ ИЗГОТОВЛЕНИЯ СТАНДАРТНОГО ОБРАЗЦА ЗЕРНА, ЗАГРЯЗНЕННОГО ТЯЖЕЛЫМИ МЕТАЛЛАМИ, ДЛЯ МЕТРОЛОГИЧЕСКОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ РАБОТ ПРИ ОЦЕНКЕ БЕЗОПАСНОСТИ ЗЕРНОВЫХ КУЛЬТУР

Г.А. Ступакова, к.б.н., Е.Э. Игнатьева, Т.И. Щиплецова, Л.Б. Гусейнова, к.с.-х.н., Д.К. Митрофанов,
ФГБНУ «Всероссийский научно-исследовательский институт имени Д.Н. Прянишникова» (ФГБНУ «ВНИИ агрохимии»), 127434, г. Москва, ул. Прянишникова, д.31А,
e-mail: vniia@list.ru

Описан способ изготовления стандартного образца (СО) состава зерна ячменя для оперативного и статистического контроля выполнения измерений содержания свинца (Pb) *и кадмия (*Cd) *в зерновых культурах на соответствие показателей безопасности согласно ТР ТС 015/2011. Способ включает отбор образца зерна, высушивание с последующим замачиванием образца в смеси водных растворов солей* Pb *и* Cd*, проведение сушки образца с последующим измельчением и усреднение пробы. Вышеописанный способ позволяет изготовить СО ячменя, загрязненный солями* Pb *и* Cd*, однородный и стабильный по содержанию* Pb и Cd*, превышающий уровень предельно допустимых концентраций (ПДК)* Cd *в зерне, поставляемом на пищевые и кормовые цели и* Pb *на пищевые цели, в более короткий срок.*
Ключевые слова: зерно ячменя, стандартный образец, кадмий, свинец.

Для цитирования: *Ступакова Г.А., Игнатьева Е.Э., Щиплецова Т.И., Гусейнова Л.Б., Митрофанов Д.К.* Способ изготовления стандартного образца зерна, загрязненного тяжелыми металлами, для метрологического обеспечения работ при оценке безопасности зерновых культур// Плодородие. – 2025. – №4. – С. 62-65. DOI: 10.25680/S19948603.2025.145.15.

Стандартные образцы с высоким содержанием токсичных элементов, используемые в качестве средства метрологического обеспечения, необходимы для оценки загрязненной агропродукции и подтверждения лабораторией АПК компетентности в обеспечении качества выдаваемых результатов испытаний [1-3].

Стандартные образцы зерна с концентрациями свинца и кадмия на уровне ПДК и выше, которые могут применяться при подтверждении соответствия требованиям технического регламента ТР ТС 015/2011 «О безопасности зерна», в настоящее время практически отсутствуют. Разработанные на сегодняшний день

СО зерновых культур (табл.1) как правило, имеют диапазоны содержания тяжелых металлов на фоновом уровне (Cd 0,03-0,075 и Pb 0,13-0,43 млн$^{-1}$) или аттестованы только на качественные показатели, такие как массовая доля азота, белка, влаги, сырой клейковины, жира и др. [ГСО 9734-2010 (МСО 1782-2012), ГСО 1725-79, ГСО 10899-2017, ГСО 12858-2025, ГСО 12865-2025 и др.].

1. Перечень разработанных СО состава зерновых культур

Наименование объекта, номер в Госреестре СО	Аттестованное значение, границы абсолютной погрешности аттестационного значения СО (при P=95), млн$^{-1}$	
	Cd	Pb
ГСО 3171-85 СО состава зерна пшеницы (СБМП-92)	0,090±0,02	0,19±0,02
ГСО 7071-93 СО состава зерна пшеницы	0,120±0,02	0,13±0,06
ГСО 7403-97 СО состава зерна овса (ЗО-01)	0,070±0,01	0,43±0,06
ГСО 8244-2003 СО состава зерна пшеницы молотой (ЗПМ-01)	**1,340±0,08**	**3,30±0,24**
ГСО 8636-2004 СО состава зерна ржи (ЗРЖ-01)	**0,333±0,024**	**0,77±0,03**
ГСО 7909-2001 СО состава зерна кукурузы (ЗК)	0,032±0,004	0,25±0,03
ГСО 9318-2009 СО состава зерна пшеницы (ЗП-03)	0,071±0,006	0,32±0,03
ГСО 9626-2010 СО состава зерна кукурузы (ЗК-02)	0,032±0,002	0,25±0,02
ГСО 10001-2011 СО состава крупы гречневой (КГ-01)	0,075±0,003	0,51±0,02
ГСО 10287-2013 СО состава зерна овса (ЗО-02)	0,067±0,003	0,42±0,03
ГСО 11385-2019 СО состава зерна пшеницы (ЗП-04)	0,072±0,002	0,32±0,02
***Примечание.* Предельно допустимые уровни токсичных элементов согласно ТР ТС 015/2011, в зерне, поставляемом на пищевые цели, не более (мг/кг): Cd -0,1, Pb – 0,5; на кормовые цели не более: Cd – 0,5, Pb – 5,0.**		

Помимо матричных СО, с естественным содержанием тяжелых металлов, известны различные методы изготовления модельных СО состава зерна, загрязненных искусственно тяжелыми металлами. Например, способ изготовления стандартного образца массовой доли тяжелого металла в пищевых продуктах [4], включающий загрязнение образцов соединениями тяжелых металлов путем введения их в почву в количестве, превышающем предельно допустимое содержание для конкретного вида сельскохозяйственной продукции, выращивание сельскохозяйственной продукции на незагрязненном и загрязненном соединениями тяжелых металлов участках почвы, отбор образцов продукции с каждого участка с последующим высушиванием их до воздушно-сухого состояния и измельчением до порошкообразного состояния, определение массовой доли тяжелого металла в образцах сельскохозяйственной продукции, смешивание в определенных количествах чистых и загрязненных образцов для получения стандартного образца с заданной массовой долей тяжелого металла в конкретном виде сельскохозяйственной продукции.

Недостатками этого метода являются загрязнение почвы тяжелыми металлами (экологический аспект), более длительный период времени для изготовления СО. Невозможно сразу точно спрогнозировать необходимое количество тяжелого металла для внесения в почву, чтобы растение его накопило в определенном диапазоне. Внесение разных доз металлов в почву и накопление его растениями зависят от целого ряда факторов: типа почвы, времени и формы внесения металла, количества осадков и температурного режима, сорта зерновых и т.д.

Существует способ получения СО для поверки анализаторов состава зерна [5], включающий отбор проб зерна, составление смешанной пробы путем отбора порций зерна нескольких сортов с последующим их перемешиванием до получения однородной смеси и аттестацию пробы по измеряемому параметру на образцовой установке.

Недостатком этого метода является использование образцов зерна с реальным содержанием определяемых компонентов, что не позволяет получать образцы, содержащие тяжелые металлы в концентрациях, превышающих фоновый уровень.

Наиболее близким к заявленному решению является способ, описанный в статье [5]. Способ изготовления СО зерна (на примере пшеницы и ржи), включающий отбор образца зерна, замачивание зерна в водных растворах солей свинца и кадмия в течении суток с последующим высушиванием при температуре 105°С до воздушно-сухого состояния, измельчением высушенного зерна до размера частиц, не превышающих 1 мм, и усреднение путем тщательного перемешивания для получения однородного материала СО.

Отличием заявленного способа от способа, описанного в вышеуказанной статье, является то, что один образец зерна (ячменя) замачивали не отдельно в растворе кадмия, другой – в растворе свинца, а в смеси водных растворов свинца азотнокислого и 8-водного сернокислого кадмия с другой экспозицией времени замачивания и сушки, выбранных экспериментальным путем. Данный способ позволяет изготовить один образец зерна ячменя, загрязненный сразу кадмием и свинцом в более короткие сроки.

Нашей задачей явилось создание СО состава ячменя с содержанием свинца и кадмия выше уровня ПДК, и предназначенного для контроля качества измерений содержания тяжелых металлов в зерновых культурах в лабораториях АПК, а также других отраслей промышленности, при обеспечении однородности свойств СО и его стабильности во времени.

Цель исследований – изготовить СО состава зерна ячменя, загрязненного одновременно кадмием и свинцом в более короткие сроки.

Методика. Для разработки и создания СО в 2024 г. была закуплена однородная партия зерна ячменя, соответствующая требованиям ГОСТ 13586.3-2015, массой 35 кг. Особое внимание было уделено требованию на отсутствие плесени, затхлого, гнилостного и других посторонних запахов и зараженности какими-либо вредителями. Для прекращения деятельности ферментов исходный материал подвергали термической обработке в сушильном шкафу при температуре (105±2°С) в течение 1 ч. Сушку проводили в металлических кюветах (размер 25×25 см), в которые засыпали около 9 кг зерна ячменя.

Определение метрологических характеристик СО зерна ячменя проведено способом межлабораторной

аттестации в соответствии с ГОСТом 8.532-2002. Определение массовой доли свинца и кадмия осуществлялось на основе межлабораторного эксперимента атомно-абсорбционным методом в соответствии с [7] при участии 17 аккредитованных испытательных лабораторий.

Результаты и их обсуждение. Для осуществления способа изготовления СО состава зерна ячменя, загрязненного кадмием и свинцом, была разработана методика, которая заключалась в следующем:

1. Были приготовлены основные и рабочие растворы:

– основной раствор массовой концентрации свинца 1000 мг/дм^3:1,6 г свинца азотнокислого [$Pb(NO_3)_2$], соответствующий ГОСТу 4236-77 растворили в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 см^3, объем раствора довели до метки дистиллированной водой, перемешали.

– основной раствор массовой концентрации кадмия 1000 мг/дм^3: 2,281 г 8-водного сернокислого кадмия ($3CdSO_4 + 8H_2O$), соответствует ГОСТу 4456-75) растворили в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 см^3, объем раствора довели до метки дистиллированной водой, перемешали.

– рабочий раствор для замачивания зерна ячменя массовой концентрации свинца 1,5 мг/дм^3 и массовой концентрации кадмия 1,0 мг/дм^3.

2. Рассчитанные количества растворов смешали и разбавили водой до общего объема 2000 см^3, что достаточно для полного смачивания зерна.

3. В фарфоровые чашки поместили навеску зерна массой 1 кг, залили 2000 мл рабочего раствора солей свинца и кадмия, перемешали стеклянной палочкой для лучшего смачивания и оставили на 8 ч при комнатной температуре для полноты экстракции. По истечении времени лишний раствор слили, набухшее зерно разложили тонким слоем на подносы и высушили при температуре 105°С в течение 5 ч до полного высыхания.

4. Высушенное зерно измельчили на лабораторной мельнице и пропустили через сито с диаметром отверстий 1 мм, затем усреднили путем тщательного перемешивания.

Для проведения межлабораторной аттестации были отобраны пробы полученных образцов массой 100 г, достаточной для проведения испытаний.

Метрологические характеристики стандартного образца зерна ячменя приведены в таблицах 2-4.

2. Результаты анализов для оценки однородности содержания свинца в образце состава зерна ячменя, млн$^{-1}$

Номер пробы	**Параллельные определения j**					
n	1	2	3	4	5	6
1	2,80	2,77	2,83	2,81	2,88	2,79
2	2,85	2,78	2,75	2,74	2,76	2,79
3	2,74	2,78	2,77	2,84	2,81	2,89
4	2,81	2,89	2,82	2,87	2,80	2,84
5	2,79	2,82	2,84	2,79	2,75	2,8
6	2,85	2,78	2,83	2,80	2,84	2,83
7	2,81	2,89	2,84	2,80	2,80	2,82
8	2,89	2,70	2,82	2,74	2,78	2,74
9	2,80	2,82	2,8	2,79	2,85	2,78
10	2,84	2,84	2,76	2,83	2,89	2,84
11	2,79	2,80	2,87	2,85	2,88	2,76
12	2,8	2,83	2,89	2,75	2,87	2,76
13	2,81	2,88	2,88	2,84	2,81	2,79
14	2,72	2,89	2,85	2,82	2,78	2,84
15	2,78	2,81	2,84	2,80	2,82	2,81
Метрологическая характеристика	Средняя арифметич. результатов измерений $\overline{X}n$	Сумма квадратов **SSe**	Сумма квадратов **SSн**	Квадрат отклонений внутри проб $\overline{SS}$**e**	Квадрат отклонений между пробами $\overline{SS}$н	Характеристика погрешности от неоднородности материала СО **Sн**
	2,81	0,1405	0,0282	0,0019	0,0020	0,0048

3. Результаты анализов для оценки однородности содержания кадмия в образце состава зерна ячменя, млн$^{-1}$

Номер пробы	Параллельные определения **j**					
n	1	2	3	4	5	6
1	1,18	1,10	1,19	1,15	1,00	1,17
2	1,09	1,14	1,18	1,12	1,15	1,13
3	1,15	1,08	1,10	1,05	1,17	1,11
4	1,06	1,17	1,12	1,16	1,19	1,15
5	1,10	1,05	1,14	1,05	1,09	1,06
6	1,02	1,14	1,17	1,12	1,10	1,00
7	1,05	1,16	1,04	1,21	1,11	1,22
8	1,10	1,02	1,18	1,04	1,17	1,10
9	1,13	1,18	1,16	1,21	1,19	1,20
10	1,12	1,17	1,13	1,07	1,13	1,15
11	1,10	1,04	1,02	1,17	1,21	1,19
12	1,17	1,10	1,06	1,10	1,08	1,14
13	1,08	1,11	1,19	1,05	1,15	1,18
14	1,13	1,17	1,15	1,22	1,18	1,13
15	1,13	1,12	1,14	1,05	1,17	1,19
Метрологическая характеристика	Средняя арифметич. результатов измерений $\overline{X}n$	Сумма квадратов **SSe**	Сумма квадратов **SSн**	Квадрат отклонений внутри проб $\overline{SS}$**e**	Квадрат отклонений между пробами $\overline{SS}$н	Характеристика погрешности от неоднородности материала СО **Sн**
	1,13	0,2154	0,0534	0,0029	0,0038	0,0125

4. Метрологические характеристики аттестованных значений тяжелых металлов в стандартном образце состава ячменя

Показатель	Аттестованное значение Ха	Погрешность аттестации Dm	Погрешность от неодно-родности для экспериментальных определений Sn	Погрешность с учетом погрешности от неоднородности Dat	Погрешность стандартного образца допустимая по ТЗ $\Delta_д$
Свинец, млн$^{-1}$	2,83	0,060	0,0048	**0,06**	0,08
Кадмий, млн$^{-1}$	1,14	0,020	0,0125	**0,03**	0,04

При реализации процедуры определения метрологических характеристик СО проведена оценка влияния источников характеристики погрешности аттестованных значений СО: стандартное отклонение (стандартная неопределенность), обусловленное неоднородностью материала СО. По итогам проведенных исследований, на основе разработанной математической модели обработки результатов, сделаны следующие выводы: материал стандартного образца состава зерна ячменя по содержанию кадмия и свинца однороден (табл. 1, 2), содержание кадмия (1,14 млн$^{-1}$) и свинца (2,83 млн$^{-1}$) превышает предельно допустимые уровни токсичных элементов согласно ТР ТС 015/2011 в зерне, поставляемом на пищевые цели и кадмия на кормовые цели. На основе представленной методики подана заявка на изобретение № RU 2024134639 от 20.11.2024 «Способ изготовления стандартных образцов зерновых культур, загрязненных тяжелыми металлами».

Литература

1. *Ступакова Г.А., Лунев М.И., Деньгина С.А.* Стандартные образцы в оценке качества и безопасности продукции растениеводства // Международный сельскохозяйственный журнал. - 2020. - № 3. - С. 60-65.
2. *Ступакова Г.А., Игнатьева Е.Э., Деньгина С.А.* Стандартные образцы в обеспечении лабораторий АПК. Коллекция стандартных образцов состава разных типов почв, растениеводческой продукции ФГБНУ «ВНИИ агрохимии» // Плодородие. - 2021. - № 5. - С. 84-90.
3. *Деньгина С.А., Ступакова Г.А., Иванова В.М.* Стандартные образцы растениеводческой продукции с высоким содержанием токсичных элементов // Плодородие. - 2018. - №4. - С. 59-60.
4. *Рыжов В.В., Владимирова Е. В.* Способ изготовления стандартного образца массовой доли тяжелых металлов в сельскохозяйственной продукции: пат. RU 2731696 C1, опубл. 09.08.2020.
5. *Коряков В.И., Запорожец А.С., Панкратова К.Г., Кремер А.А.* Способ получения стандартных образцов для поверки анализаторов состава зерна: пат. SU 1733386 A1, опубл. 15.05.1992.
6. *Ступакова Г.А., Деньгина С.А., Иванова В.М.* Подтверждение достоверности результатов оценки химического состава зерновых культур // Земледелие. - 2019. - № 5. - С. 27-30.
7. *ГОСТ 30178-96* Сырье и продукты пищевые. Атомно-абсорбционный метод определения токсичных элементов. Издание официальное. - М.: Изд-во Стандартинформ, 2010. – 8 с.

METHOD FOR PRODUCING A REFERENCE SAMPLE OF GRAIN CONTAMINATED WITH HEAVY METALS FOR METROLOGICAL SUPPORT OF GRAIN SAFETY ASSESSMENT

G.A. Stupakova, E.E. Ignatieva, T.I. Shchipletsova, Guseinova L.B., Mitrofanov D.K.
FGBNU All-Russian Research Institute named after D.N. Pryanishnikova
(FGBNU "VNII Agrochemistry"), 127434, Moscow, Pryanishnikova str., 31A, e-mail: vniia@list.ru

The article describes a method for making a reference sample (RS) of barley grain for operational and statistical control of methods for measuring the content of lead (Pb) and cadmium (Cd) in grain crops for compliance with safety indicators according to TR CU 015/2011. The method includes selecting a grain sample, drying it, and then soaking the sample in a mixture of aqueous solutions of Pb and Cd salts, followed by drying the sample, grinding it, and averaging the sample. This method allows for the production RS of a barley contaminated with Pb and Cd salts. The reference sample is homogeneous and stable in terms of Pb and Cd content. The created barley sample exceeds the level of maximum permissible concentrations of Cd in grain supplied for food and feed purposes and Pb for food purposes in a shorter period of time.

Key words: grain of barley, reference samples, cadmium, lead

УДК 581.5:546.798.22 **DOI: 10.25680/S19948603.2025.145.16**

ВЛИЯНИЕ ВЛАЖНОСТИ ПОЧВЫ НА МИГРАЦИЮ ПЛУТОНИЯ В СИСТЕМЕ ПОЧВА-СЕЛЬСКОХОЗЯЙСТВЕННОЕ РАСТЕНИЕ НА ПРИМЕРЕ ГОРОХА

К.Е. Шаврина, М.А. Эдомская, к.б.н., С.Н. Лукашенко, д.б.н., А.А. Шупик, С.Г. Шаповалов, к.б.н.,
Федеральное государственное бюджетное учреждение «Всероссийский научно-исследовательский институт радиологии и агроэкологии Национального исследовательского центра «Курчатовский институт»
249035, Калужская область, г. Обнинск, Киевское шоссе, д. 1, корп. 1. Тел. 8(910)5141063,
e-mail: shavrina2000@gmail.com

Исследовано влияние влажности почвы на миграцию Pu *в системе почва–растение. Коэффициенты накопления* Pu *надземной частью гороха составили 3,3·10^{-4} – 2,2·10^{-3}, корневой системой – 0,29-0,45. Максимальное поглощение плутония надземной частью наблюдается при 20 %-ной влажности почвы. Существенного влияния влажности почвы на формы нахождения* Pu *не выявлено. Однако, после выращивания гороха содержание водорастворимой и обменной-легкодоступной форм в среднем уменьшилось в 4,4 и 1,8 раз соответственно, органической формы увеличилось в 8,3 раза.*

Ключевые слова: Pu, *изотопы плутония, формы нахождения плутония, радиохимическое выделение, альфа-спектрометрия, коэффициент накопления, дерново-подзолистая почва.*