

## Количественный ЭПР-анализ гамма-облученных семян пшеницы

© И. М. Меджидов\*, В. А. Харламов, Д. И. Титова, Д. В. Басырова, Т. В. Чиж,  
А. Н. Павлов

НИИ «Курчатовский институт» – ВНИИРАЭ, г. Обнинск, Калужская область, 249035 Россия  
\* E-mail: immedzhidov@mail.ru

Статья поступила в редакцию 24.12.2024; после доработки 17.04.2025; принята к публикации 11.08.2025  
Шифр научной специальности: 1.4.2; 1.5.1; 1.3.12

*Исследована возможность применения спектрометрии на основе электронного парамагнитного резонанса (ЭПР) для идентификации факта радиационной обработки семян на примере яровой пшеницы. Радиационная обработка семян проводилась с использованием гамма-установки «ГУР-120» при дозах от 100 до 1000 Гр. После облучения семена хранились в контролируемых условиях и анализировались методом ЭПР-спектрометрии. Исследованы изменения интенсивности ЭПР-сигнала в зависимости от дозы облучения, а также кинетика затухания сигнала с течением времени. Результаты показали, что интенсивность ЭПР-сигнала возрастает с увеличением дозы облучения, что свидетельствует об увеличении концентрации парамагнитных центров. Кинетика затухания сигнала продемонстрировала значительное снижение интенсивности в первые 14 дней после облучения, с последующим более медленным затуханием в течение нескольких месяцев. Количественный анализ подтвердил корреляцию между дозой облучения и концентрацией парамагнитных центров. Полученные результаты показали, что ЭПР-спектрометрия является чувствительным методом для идентификации факта радиационной обработки семян пшеницы.*

*Ключевые слова:* ЭПР-спектрометрия; количественный анализ; гамма-излучение; интенсивность сигнала; семена пшеницы; свободные радикалы.

DOI: 10/51368/1996-0948-2025-4-94-100

### Введение

В последние десятилетия пищевая безопасность и контроль качества продукции стали одними из наиболее актуальных задач в области агропромышленного комплекса. В Российской Федерации потери зерна при хранении достигают 10–30 %. Основными причинами этих потерь являются поражение насекомыми-вредителями и фитопатогенами. На основании многочисленных исследований [1–3], продемонстрирована эффективность применения радиационной обработки для дезинсекции зерна и зернопродуктов. В 1912 году начались первые попытки использовать

данную технологию, но из-за отсутствия достаточно мощных источников они не принесли практических результатов [4]. Современные установки обеспечивают необходимую производительность для проведения радиационной дезинсекции. Интерес к этой области вновь вырос после введения ГОСТ ISO 14470-2014.

В работах Закладного Г. А. и соавторов (1970, 1973 г.) было показано, что для зерна пшеницы и ячменя оптимальный диапазон доз облучения – от 150 до 1000 Гр, который обеспечивает эффективность радиационной дезинсекции без нарушения показателей качества [5]. Помимо этого, разрабатываются подходы для

использования низкоэнергетического электронного излучения для борьбы с болезнями сельскохозяйственных культур [6]. Однако помимо сохранения физико-химических показателей качества, после радиационной обработки зерно не должно обладать наведенной активностью. Поэтому согласно требованиям МАГАТЭ, следует использовать только источники гамма-излучения (радионуклиды  $^{60}\text{Co}$  или  $^{137}\text{Cs}$ ), рентгеновское тормозное излучение (с энергией ниже 5 МэВ) и ускоренные электроны (с энергией ниже 10 МэВ) [7]. В этом случае продукция обязательно маркируется в соответствии с международным стандартом знаком-логотипом «Radura-Logo». Однако, в случае если продукция не была помечена соответствующим образом, сам факт радиационной обработки возможно подтвердить экспериментально. Одним из наиболее чувствительных методов для идентификации факта облучения является спектрометрия на основе электронного парамагнитного резонанса (ЭПР). ЭПР-спектрометрия представляет собой мощный аналитический метод, используемый для исследования свободных радикалов в различных материалах, включая органические и неорганические соединения, металлы и биологические системы. При облучении пищевой продукции образуются парамагнитные центры (свободные радикалы), которые можно обнаружить с помощью ЭПР-спектрометрии. Этот метод является неразрушающим и высокочувствительным, что делает его идеальным для контроля облучения пищевых продуктов.

Данный метод регламентируется национальными (ГОСТ Р 52529-2006, ГОСТ 31652-2012 и т. д.) и Европейскими (EN 1787:2000, EN 13708:2001 и т. д.) нормативными документами.

В данной работе ставится цель изучить возможность применения ЭПР-спектрометрии для идентификации факта облучения семян сельхозкультур на примере семян яровой пшеницы.

В соответствии с указанной целью, решались следующие задачи:

1. Определение зависимости интенсивности ЭПР-сигнала от дозы облучения семян пшеницы.

2. Исследование кинетики затухания ЭПР-сигнала в облученных семенах.

3. Проведение количественного анализа парамагнитных центров в облученных образцах.

4. Оценка возможностей и ограничений применения ЭПР-спектрометрии для идентификации облучения семян пшеницы.

Результаты данного исследования могут быть использованы для разработки новых подходов к контролю качества и безопасности пищевых продуктов, а также для усовершенствования существующих методов дозиметрии.

## Материалы и методы

### *Облучение и пробоподготовка*

Объектом исследования были семена яровой пшеницы сорта «Ирень» 2023 года урожая. Семена были облучены гамма-излучением на уникальной научной установке ГУР-120 (УНУ ГУР-120 (№ 2795259)), НИЦ «Курчатовский институт» – ВНИИРАЭ дозами от 100 до 1000 Гр с шагом 100 Гр. Необлученные семена использовались в качестве контрольной группы. После облучения образцы хранились в полиэтиленовых пакетах при атмосферном давлении и комнатной температуре без доступа солнечного света.

Семена предварительно измельчали с использованием кофемолки (Kitfort) и ступки с пестиком, затем просеивали через сито с размером ячеек 0,5 мм. Из каждого образца брали по 30 мг исследуемого вещества и помещали в специальную кварцевую пробирку (Ø: 4 мм), предназначенную для проведения спектрометрии. Пробирки с веществом опускали в полость с магнитным полем на уровне резонатора и регистрировали сигнал. Все исследования проводились в трехкратной повторности.

Для оценки кинетики затухания сигнала ЭПР-спектрометрию проводили сразу после облучения, а затем через 7, 14, 28 дней, 3 и 6 месяцев. Статистическая обработка данных осуществлялась при помощи программного обеспечения Microsoft Excel 2022 по  $t$ -критерию Стьюдента. Достоверность данных относительно контроля  $p < 0,05$ .

### *ЭПР-спектрометрия*

ЭПР-спектры гамма облученных образцов регистрировались сразу после облучения

при помощи спектрометра ESR70-03 XD/2 (Минск, Беларусь) на микроволновой полосе X. Частота СВЧ составляла 9,4 ГГц.

Параметры ЭПР-спектрометра во время регистрации были следующими:

- середина поля – 3350 Э;
- диапазон поля – 1000 Э;
- частота модуляции – 100 кГц;
- модуляция – 4 Э;
- мощность СВЧ – 50 мВт;
- коэффициент усиления – 50;
- время снятия спектра – 600 сек.

#### Расчёт $g$ -фактора

$g$ -фактор определяли по следующей формуле [8]:

$$h\nu = g\mu_B B, \quad (1)$$

где  $h$  – постоянная Планка;  $\nu$  – СВЧ-частота  $X$ -диапазона;  $\mu_B$  – магнетон Бора;  $B$  – выбранная точка магнитного поля (Э).

В ЭПР-спектрометрии  $g$ -фактор является критическим параметром, который используется для определения спина электрона и характера изучаемого парамагнитного центра.

#### Количественный анализ ЭПР-спектров

Количественный анализ ЭПР-спектров включает в себя определение концентрации парамагнитных центров в образце, а также исследование их распределения и взаимодействий. Количественный анализ ЭПР-спектров можно разделить на несколько этапов:

1. Определение нормализованной интенсивности стандартного образца путем двойного интегрирования площади под пиком. Количество парамагнитных центров в стандартном образце дано производителем (ВНИИФТРИ) и составляет  $10^{15}$ . Средство измерений: мера количества парамагнитных центров, ОМ (Рег. № 67380-17).

2. Определение нормализованной интенсивности исследуемых образцов путем двойного интегрирования площади под пиком.

3. Определение концентрации парамагнитных центров в исследуемых образцах при помощи следующей формулы [8]:

$$C_u = \frac{I_{n(u)} \times C_{st}}{I_{n(st)}}, \quad (2)$$

где  $C_u$  – концентрация парамагнитных центров в исследуемом образце;  $I_{n(u)}$  – нормализованная интенсивность исследуемого образца;  $I_{n(st)}$  – нормализованная интенсивность стандартного образца;  $C_{st}$  – концентрация парамагнитных центров в стандартном образце.

## Результаты и их обсуждение

#### Регистрация ЭПР-спектров

Исследование проводили путем регистрации ЭПР-спектров всех образцов сразу после облучения. На рисунке 1 представлены зарегистрированные спектры некоторых образцов.

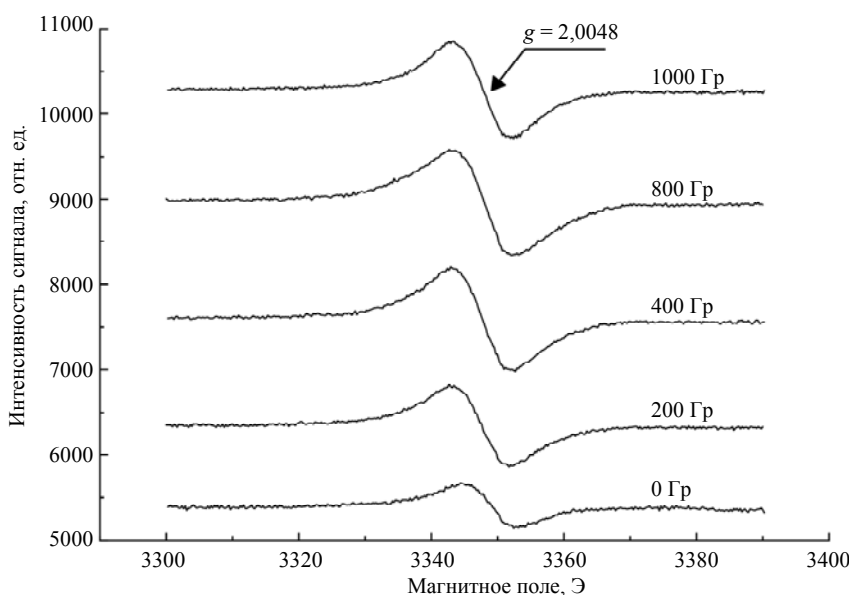


Рис. 1. ЭПР-спектры образцов семян пшеницы, зарегистрированные сразу после облучения

Наблюдается увеличение интенсивности ЭПР-сигнала с увеличением дозы облучения, что является показателем возможности применения ЭПР-спектрометрии для идентификации факта радиационной обработки. Контрольный образец также имеет небольшой пик, образующийся естественным путем в ходе роста и развития растения под солнечными лучами. Амплитуда контрольного образца составляла 495 отн. ед. При облучении в дозе 200 Гр амплитуда увеличилась на 92 % относительно контрольного образца и составила 950 отн. ед. Для образца с дозой облучения 400 Гр амплитуда сигнала увеличилась до 1220 отн. ед., для 800 Гр – 1260 отн. ед. и для 1000 Гр – 1150 отн. ед. Для образца с дозой облучения 1000 Гр наблюдается менее интенсивный пик относительно образцов с более низкой дозой облучения. Мы предполагаем, что это связано с погрешностью в ходе облучения. Но также стоит упомянуть, что дозы ниже 1 кГр считаются сложно анализируемыми для ЭПР-спектрометрии. *G*-фактор в точке пересечения контура производной с нулевой линией равен 2,0048 для всех образцов. Полученные данные свидетельствуют о наличии углеродосодержащих радикалов.

### Кинетика затухания ЭПР-сигнала

Для оценки кинетики затухания проводили ЭПР-спектрометрию образцов, спустя определенное количество времени после облучения. В данном исследовании были выбраны следующие временные точки: 7, 14, 28 дней, 3, 6 месяцев после облучения. Образцы хранили в кварцевой пробирке без доступа света на протяжении всего исследования. На рисунке 2 представлена кинетика затухания ЭПР-сигнала семян пшеницы, облученных в дозе 1000 Гр.

Наблюдается затухание ЭПР-сигнала с течением времени. Затухание вызвано распадом образовавшихся в ходе облучения свободных радикалов. Основное затухание сигнала приходится на первые 14 дней после процесса радиационного воздействия. Вызвано это тем, что в ходе облучения образуется большое количество короткоживущих радикалов, что и приводит к значительному уменьшению интенсивности ЭПР-сигнала в первые 14 дней. Далее наблюдается незначительное уменьшение интенсивности сигнала, т.к. в ходе облучения также образовались более стабильные радикалы, время жизни которых может достигать до 1 года [9], а в некоторых случаях и больше [10].

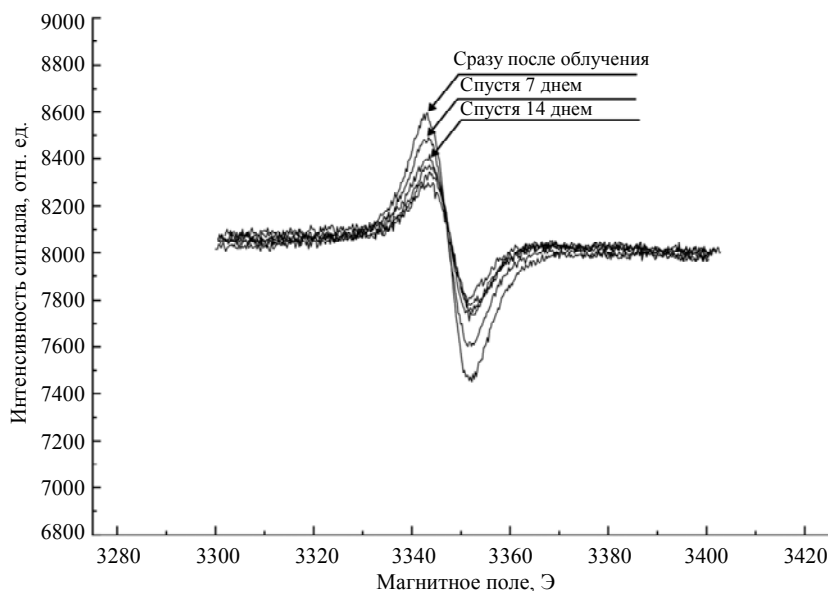


Рис. 2. Кинетика затухания ЭПР-сигнала образца семян пшеницы с дозой облучения 1000 Гр

### Определение количества парамагнитных центров

Для более точного анализа, спектры всех образцов были дважды проинтегрированы, и тем самым, получены значения площадей под пиком. Далее, при помощи формулы 2, были

рассчитаны значения парамагнитных центров в каждом образце. Интегрирование спектров и построение графиков было выполнено при помощи программного обеспечения OriginPro 2018. Полученные результаты представлены на рисунке 3.

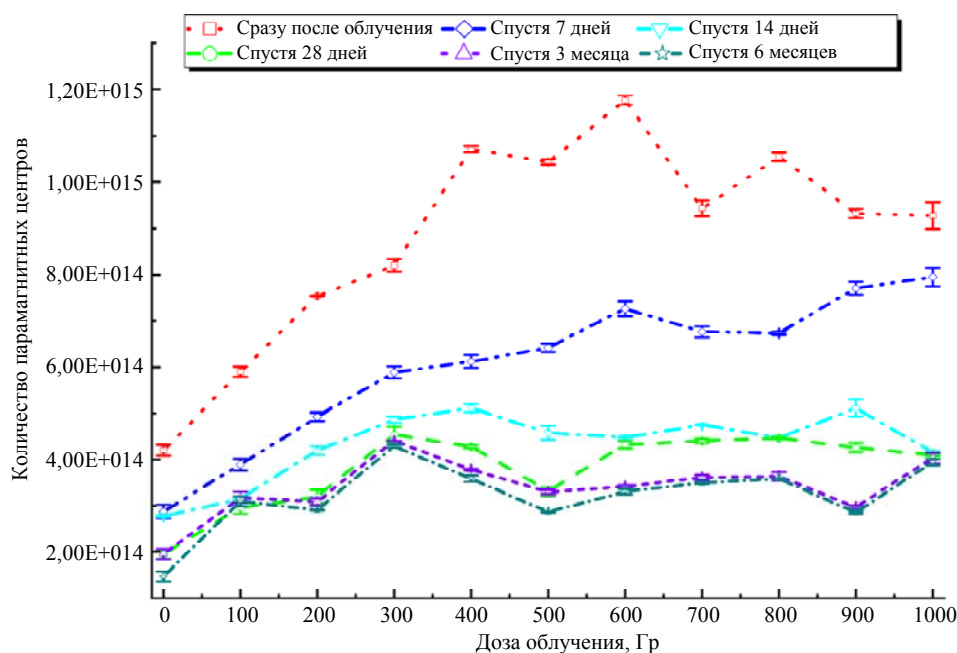


Рис. 3. Кинетика распада свободных радикалов с течением времени

Согласно представленному графику, наблюдается распад парамагнитных частиц с течением времени. Как было сказано выше, максимальное затухание наблюдается в первые 14 дней для всей линейки доз. Далее наблюдается незначительное затухание. Немаловажное значение в затухании сигнала имеют условия хранения. В нашем случае, образцы после облучения хранились в кварцевой пробирке при атмосферном давлении и комнатной температуре. Это могло повлиять на спад сигнала. Также наблюдается спад свободных радикалов в контрольном образце, что является естественным явлением, так как изначально контрольный образец имел небольшой сигнал, индуцированный естественным путем в ходе вегетационного периода.

Полученные в данной работе сведения о кинетике затухания ЭПР-сигнала в облученных семенах пшеницы и количественный анализ парамагнитных центров существенно дополняют ранее изученные эффекты [11, 12].

### Заключение

В данной работе была исследована возможность применения ЭПР-спектроскопии для идентификации факта радиационной обработки семян пшеницы. Проведенные эксперименты подтвердили, что ЭПР-спектроскопия является эффективным методом для выявления облучения семян пшеницы в диапазоне

доз от 100 до 1000 Гр. Результаты измерений показали увеличение интенсивности ЭПР-сигнала с увеличением дозы облучения. Однако данная методика не подходит для определения дозы облучения в образцах пшеницы в исследованном диапазоне доз, поскольку различия недостаточно выражены.  $G$ -фактор в точке пересечения контура производной с нулевой линией равен 2,0048 для всех образцов, что свидетельствует о наличии углеродосодержащих радикалов.

Исследование кинетики затухания показало, что интенсивность ЭПР-сигнала ослабевает с течением времени, причем наиболее значительное снижение наблюдается в первые 14 дней после облучения. Это связано с распадом короткоживущих радикалов, образовавшихся в процессе облучения. Дальнейшее затухание происходит медленнее, что связано с наличием более стабильных радикалов.

Также было проведено определение количества парамагнитных центров, что подтвердило возможность использования ЭПР-спектроскопии для количественного анализа облученных образцов пшеницы.

Таким образом, ЭПР-спектроскопия доказала свою эффективность в качестве метода для идентификации факта радиационной обработки семян пшеницы и оценки дозы облучения. Для повышения точности определения доз в диапазоне 100–1000 Гр требуется дальнейшая оптимизация методик анализа.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Козьмин Г. В., Гераськин С. А., Санжарова Н. И. Радиационные технологии в сельском хозяйстве и пищевой промышленности. – Обнинск: ВНИИРАЭ, 2015.
2. Закладной Г. А. Радиационная дезинсекция зерна: Монография – М.: Центр подготовки специалистов. 2020.
3. Лой Н. Н., Санжарова Н. И., Чиж Т. В., Шишко В. И. / Труды ФГБНУ ВНИИРАЭ / Под ред. Санжаровой Н. И. – Обнинск, 2023. С. 107–123.
4. Алексахин Р. М., Санжарова Н. И., Козьмин Г. В., Павлов А. Н., Гераськин С. А. / Вестник РАЕН. 2014. Т. 14. № 1. С. 78–85.
5. Мордкович Я. Б., Баранова Л. И. / Фитосанитария. Карантин растений. 2023. № 3. С. 60–64.
6. Loy N. N., Sanzharova N. I., Gulina S. N., Suslova O. V., Chizh T. V., Vorobyov M. S., Doroshkevich S. Yu. / J. Phys. Conf. Ser. 2021. Vol. 2064. P. 012101.
7. Вазиров Р. А., Соковнин С. Ю., Балезин М. Е. / Ядерно-физические исследования и технологии в сельском хозяйстве: сборник докладов международной научно-практической конференции. – Обнинск, 2020. С. 315–318.
8. Eaton G. R., Eaton S. S., Barr D. P., Weber R. T. Quantitative EPR. – New York, Springer, 2010.
9. Medzhidov I., Vasileva N., Polyakova I., Sanzharova N. / IV International Conference on Geotechnology, Mining and Rational Use of Natural Resources (GEOTECH-2024), Navoi, Uzbekistan. Vol. 525. Les Ulis, 2024. P. 02025.
10. Karakirova Yordanka, Yordanov Nicola D. / Radiation Physics and Chemistry. 2020. Vol. 168. P. 108569.
11. Wang Z., You R. / Environmental and Experimental Botany. 2000. Vol. 43. № 3. P. 219–225.
12. Hong M. J., Kim D. Y., Jo Y. D., Choi H.-I., Ahn J.-W., Kwon S.-J., Kim S. H., Seo Y. W., Kim J.-B. / Appl. Sci. 2022. Vol. 12. P. 3208.

PACS: 87.80.Lg; 87.64.ks; 87.53.-j

**Quantitative EPR analysis of gamma-irradiated wheat seeds**

I. M. Medzhidov\*, V. A. Kharlamov, D. I. Titova, D. V. Basyrova, T. V. Chizh  
and A. N. Pavlov

*NRC «Kurchatov Institute» – RIRAE, Obninsk, Kaluga Region, 249035 Russia*

\*E-mail: immedzhidov@mail.ru

*Received 24.12.2024; revised 17.04.2025; accepted 11.08.2025*

***The applicability of electron paramagnetic resonance (EPR) spectrometry for identifying radiation treatment of seeds was investigated using spring wheat as a model. The seeds were irradiated with a "GUR-120" gamma facility at doses ranging from 100 to 1000 Gy. After irradiation, the seeds were stored under controlled conditions and analysed using EPR spectrometry. The dependence of EPR signal intensity on the radiation dose and the decay kinetics over time were analysed. An increase in EPR signal intensity was observed with higher radiation doses, indicating an increase in the concentration of paramagnetic centres. The signal decay kinetics showed a significant decrease in intensity during the first 14 days after irradiation, followed by a slower decay over several months. A quantitative analysis confirmed the correlation between radiation dose and the concentration of paramagnetic centres. The results indicate that EPR spectrometry is a sensitive method for identifying radiation treatment of wheat seeds.***

**Keywords:** EPR spectrometry; quantitative analysis; gamma radiation; signal intensity; wheat seeds; free radicals.

## REFERENCES

1. Kozmin G. V., Geras'kin S. A. and Sanzharova N. I. Radiation technologies in agriculture and food industry. Obninsk, VNIIRAE, (2015) [in Russian].
2. Zakladnoj G. A. Radiation disinfection of grain: Monography. Moscow, Centr podgotovki specialistov, (2020) [in Russian].

3. Loy N. N., Sanzharova N. I., Chizh T. V. and Shishko V. I. Trudy FGBNU VNIIRAE. Pod red. N. I. Sanzharovoj. Obninsk, pp. 107–123 (2023) [in Russian].
4. Aleksaxin R. M., Sanzharova N. I., Kozmin G. V., Pavlov A. N. and Geras'kin S. A., Bulletin of the Russian Academy of Sciences **14** (1), 78–85 (2014) [in Russian].
5. Mordkovich Ya. B. and Baranova L. I., Plant Health and Quarantine, № 3, 60–64 (2023) [in Russian].
6. Loy N. N., Sanzharova N. I., Gulina S. N., Suslova O. V., Chizh T. V., Vorobyov M. S. and Doroshkevich S. Yu., J. Phys. Conf. Ser. **2064**, 012101 (2021).
7. Vazirov R. A., Sokovnin S. Yu. and Balezin M. E. Nuclear physics research and technologies in agriculture: collection of reports of the international scientific and practical conference. Obninsk, pp. 315–318 (2020) [in Russian].
8. Eaton G. R., Eaton S. S., Barr D. P. and Weber R. T. Quantitative EPR. New York, Springer (2010).
9. Medzhidov I., Vasileva N., Polyakova I. and Sanzharova N. IV International Conference on Geotechnology, Mining and Rational Use of Natural Resources (GEOTECH-2024), Navoi, Uzbekistan **525**. Les Ulis, 02025 (2024).
10. Karakirova Yordanka and Yordanov Nicola D., Radiation Physics and Chemistry **168**, 108569 (2020).
11. Wang Z. and You R., Environmental and Experimental Botany **43** (3), 219–225 (2000).
12. Hong M. J., Kim D. Y., Jo Y. D., Choi H.-I., Ahn J.-W., Kwon S.-J., Kim S. H., Seo Y. W. and Kim J.-B., Appl. Sci. **12**, 3208 (2022).

#### Об авторах

**Меджидов Ибрагим Меджидович**, научный сотрудник, НИЦ «Курчатовский институт» – ВНИИРАЭ (249035, Россия, Калужская область, г. Обнинск, Киевское шоссе, д. 1, к. 1). E-mail: immedzhidov@mail.ru SPIN-код РИНЦ 9420-5220, Author ID 1039588

**Харламов Владимир Александрович**, к.б.н., старший научный сотрудник, НИЦ «Курчатовский институт» – ВНИИРАЭ (249035, Россия, Калужская область, г. Обнинск, Киевское шоссе, д. 1, к. 1). E-mail: kharlamof@gmail.com SPIN-код РИНЦ 7948-0744, Author ID 695938

**Титова Дарья Игоревна**, к.б.н., старший научный сотрудник, НИЦ «Курчатовский институт» – ВНИИРАЭ (249035, Россия, Калужская область, г. Обнинск, Киевское шоссе, д. 1, к. 1). E-mail: daria.petrukhina@outlook.com SPIN-код РИНЦ 4199-3096, Author ID 961493

**Басырова Дарья Владимировна**, научный сотрудник, НИЦ «Курчатовский институт» – ВНИИРАЭ (249035, Россия, Калужская область, г. Обнинск, Киевское шоссе, д. 1, к. 1). E-mail: reckunowa.dasha@yandex.ru SPIN-код РИНЦ 8941-3630, Author ID 1127207

**Чиж Тарас Васильевич**, к.б.н., младший научный сотрудник, НИЦ «Курчатовский институт» – ВНИИРАЭ (249035, Россия, Калужская область, г. Обнинск, Киевское шоссе, д. 1, к. 1). E-mail: taras.chizh@rambler.ru SPIN-код РИНЦ 8221-0068, Author ID 635150

**Павлов Александр Николаевич**, к.б.н., старший научный сотрудник, НИЦ «Курчатовский институт» – ВНИИРАЭ (249035, Россия, Калужская область, г. Обнинск, Киевское шоссе, д. 1, к. 1). E-mail: 49434@mail.ru SPIN-код РИНЦ 1932-2409, Author ID 835431