

## DEFINITION OF CERTIFIED VALUES OF NORMALIZED METROLOGICAL CHARACTERISTICS OF THE REFERENCE MATERIAL OF CHERNOZEM ORDINARY

I.A. Prokhorova

National Scientific Center "Institute for Soil Science and Agrochemistry Research  
named after O.N. Sokolovsky", Kharkiv, Ukraine  
E-mail: [irysyaprokhorova@mail.ru](mailto:irysyaprokhorova@mail.ru)

Reference materials of soil is a prerequisite for effective measurement of agrochemical laboratories during the analysis of soil samples. Interlaboratory validation reference material - appraisal method based on the use of measurement results that are independently perform several laboratories, using one or more methods. This procedure is designed to reliably describe the uncertainty of set values of certified reference materials. Objective: to establish the value of normalized metrological characteristics (pH of salt extract, hydrolytic acidity and table of contents of carbon organic matter) and error (or uncertainty) on the results of an interlaboratory validation, evaluating the quality of the results provided by the laboratory for Z-index. Samples for inter-laboratory comparative tests were prepared in the soil instrumental methods laboratory of NSCAR named after O.N. Sokolovsky. Original material for the sample – ordinary light-clay chernozem. During the sample preparation were used procedures of drying, grinding, homogenization. Two hundred fifty grams of soil sample were given to laboratories and was suggested to analyze it with proposed methods in the terms of reiteration for content of pH salt extraction, carbon organic matter, hydrolytic acidity. For data' statistical treatment was used ANOVA statistics and robust statistics algorithm. Conclusion about the measurement results quality on each component in each sample was done on the basis of values' comparison. The treatment of the experimental data was carried out taking into account received by all laboratories participating parameters measured soil characteristics. For statistical data used ANOVA statistics and robust statistical algorithm that includes such components to establish a statistical estimation - characteristics of error of the results obtained in the course of inter-laboratory validation and evaluation of the quality measurements using Z-index. A number of experimental data, with a confidence level of 95% approximated by the normal distribution, calculated the valuation of properties (agrochemical parameters) of the material according to DSTU-N ISO Guide 35 "Certification of reference materials. General and statistical principles." Applying a non-parametric method GOST 8.532. Conclusion about the measurement results quality on each component in each sample was done on the basis of values' comparison. Value of Z-indexes (calculated on agrochemical indicators such as hydrolytic acidity and available organic matter) for all laboratories-participants of inter-laboratory comparative tests fulfill such conditions  $|Z| \leq 2$ . Unacceptable result was received during estimation of carbon organic matter in analytical laboratory 9. Results of all other participants were appreciated as satisfactory cause their value of Z-indexes, received during estimation of required soil indicator, fulfill such conditions  $|Z| \leq 2$ . According to the results of statistical processing of the data provided by participating laboratories interlaboratory certification, established certified values and error (or uncertainty) certified values pH salt extraction, carbon organic matter, hydrolytic acidity in a material candidate for the creation of a standard sample composition (agrochemical parameters) of ordinary chernozem.

**Keywords:** soil reference material, interlaboratory validation, quality assessment, indeterminacy, test results, chernozem ordinary.

### References

1. Reference materials — General and statistical principles for certification DSTU-N ISO Guide 35:2006 (ISO Guide 35:1989, IDT). [Chynnyy v Ukraini z 2010-10-01]. □ K.: Derzhspozhyvstandart Ukrainy, 2010. (Ukr.).
2. Policy NAAU on the participation of conformity assessment bodies in interlaboratory comparisons and training audits (vid 15.07.2015 r.) [Elektronnyy resurs]. — Rezhym dostupu: : <http://naau.org.ua/english-polityka-naau-shhodo-uchasti-organiv-z-otsinky-vidpovidnosti-u-mizhlaboratornyh-porivnyannyah-ta-perevirkah-kvalifikatsiy/>. (Ukr.).
3. Borodina, Ya.V., Prohorova, I.A., 2013. The indices of homogeneity of referent soil materials. Agrochemistry and Soil Science. Collected papers. No 79. NSC ISSAR, Kharkiv. Pp. 10-14. (Ukr.).
4. Inside laboratory control quality analysis results, received by methodical instructions included in the collection MUK 4.1.1500. 4.1.1516-03. Methodical recommendations. MR 4.1 (UTV MYNZDAVOM RF – 16.12.2004 № 17 FC / 3900). (Rus.).
5. State system for ensuring the uniformity of measurements. Accuracy, trueness and precision measures of the procedures for quantitative chemical analysis. Methods of evaluation (RMG 61- 2010 GSY) – [Dejstvujshyj ot 2012-09-01]. 2012. (Rus.).
6. State system for ensuring the uniformity of measurements. Certified reference materials of composition of substances and materials. Interlaboratory metrological certification. Content and order of works (GOST 8.532-2002, IDT). : DSTU GOST 8.532-2003 □ [Chynnyy v Ukraini z 07-01-2003. ] □ K.: Derzhspozhyvstandart Ukrainy, 2003. □ (Nacional'nyj standart Ukrainy). (Ukr.).
7. Metrological support monitoring the composition of ferrous metallurgy materials: spravochnyk / [pod red. Ju.L.Plynera]. Metallurgyja, Moscow, 1981. (Rus.).

УДК 631.473

## УСТАНОВИТЬ АТТЕСТОВАННЫЕ ЗНАЧЕНИЯ НОРМАТИВНЫХ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК СТАНДАРТНОГО ОБРАЗЦА СОСТАВА ЧЕРНОЗЕМА ОБЫКНОВЕННОГО

И.А. Прохорова

Стандартные образцы (СО) состава почв являются необходимым условием для эффективной деятельности измерительных агрохимических лабораторий при анализе почвенных образцов. Межлабораторная аттестация – метод аттестации, основанный на использовании результатов измерений, которые независимо выполняют несколько лабораторий, используя один или несколько методов. Эта процедура предназначена для того, чтобы надежно описать установленную неопределенность аттестованного значения стандартного образца. Цель исследования: установить значение нормированных метрологических характеристик (рН солевой вытяжки, гидролитической кислотности и содержания углерода органического вещества) и их погрешностей по результатам межлабораторного эксперимента, оценивая качество результатов, предоставленных лабораториями, по Z-индексу. Лабораторией-координатором межлабораторной аттестации почвенного материала-кандидата на отраслевой стандартный образец (ОСО) чернозема обыкновенного малогумусного легкоглинистого была лаборатория инструментальных методов исследования почв ННЦ «ИПА имени А.Н. Соколовского». При подготовке образца была использована процедура сушки, помола, гомогенизации. Каждой лаборатории-участнице межлабораторной аттестации был предоставлен образец гомогенизированного почвенного материала массой 250 г, для определения рН солевой вытяжки, содержания углерода органического вещества и гидролитической кислотности по стандартизированным методикам согласно программе аттестации. Обработка экспериментальных данных проводилась с учетом полученных от всех лабораторий-участниц измерений параметров характеристик почвы. Для статистической обработки данных использовали алгоритм робастной статистики, который включает такие составляющие установления статистической оценки – характеристики погрешности результатов, полученных в ходе межлабораторной аттестации и оценку качества результатов измерений с использованием Z-индексов. По рядам экспериментальных данных, с доверительной вероятностью 95 % аппроксимируются нормальным распределением, вычислили оценки свойств (агрохимических показателей) материала согласно ДСТУ-Н ISO Guide 35, а также непараметрическим методом по ГОСТ 8.532. Заключение о качестве результатов по каждому компоненту в каждом образце было сделано на основании сравнения значений. Значение Z-индексов за измеряемыми характеристиками для всех лабораторий-участниц межлабораторной аттестации удовлетворяют условия  $|Z| \leq 2$ . Неудовлетворительный результат измерения получен в лаборатории АЛ9 по содержанию массовой доли углерода (С) органического вещества. По результатам статистической обработки данных, предоставленных лабораториями-участницами межлабораторной аттестации, установлены аттестованные значения и погрешности аттестованных значений рН солевой вытяжки, гидролитической кислотности и содержания углерода органического вещества материала-кандидата на создание стандартного образца состава (агрохимических показателей) чернозема обыкновенного малогумусного легкоглинистого.

**Ключевые слова:** стандартный образец почвы, межлабораторная аттестация, оценка качества, погрешность, результаты измерений