

4. Висновок

Виявлено, що за вирощування люцерни та еспарцету на чорноземі опідзоленому протягом трьох років у ґрунті (шар 0-20 см) відбувається підвищення активності кальцію з 1,3 до 21,9 та 16,6 мекв/л, відповідно, порівняно з варіантом контролю. Останнє свідчить про здатність еспарцету, і особливо, люцерни, до накопичення кальцію у верхньому шарі ґрунту, що позитивно позначається на кислотно-основній буферності ґрунту.

Список використаної літератури

1. Сучасна концепція хімічної меліорації кислих і солонцевих ґрунтів / За редакцією С.А. Балюка і Р.С. Трускавецького – Харків: ННЦ «ІГА імені О.Н. Соколовського», 2008. – 100 с.
2. Відтворення родючості ґрунтів у ґрунтозахисному землеробстві: Наукова монографія / За ред. М.К. Шикли. – Київ: ПФ «Оранта», 1998. – 680 с.
3. Прянишников Д.Н. Избранные сочинения / Д.Н. Прянишников. – М.: Сельхозгиз, 1952. – Т. 1. – 520 с.
4. Трускавецький Р.С. Буферна здатність ґрунтів та їх основні функції / Р.С. Трускавецький. – Харків: ППВ „Нове слово“, 2003. – 225 с.
5. Мотузова Г.В. Природа буферности почв к внешним химическим воздействиям / Г.В. Мотузова // Почвоведение. – 1994. – № 4. – С. 46-52.
6. Трускавецький Р.С. Оціночні показники кислотно-основної буферності ґрунтів / Р.С. Трускавецький, Ю.Л. Цапко // Агрохімія і ґрунтознавство. – 2003. – Вип. 64. – С. 12-16.
7. Качинский Н.А. Корневая система растений в почвах подзолистого типа / Н.А. Качинский // Тр. Моск. обл. с.-х. опытной станции. – В. – № 7. – 1925. – С. 89-95.

Стаття надійшла до редакції 27.04.2016

CHANGES OF PHYSICAL-CHEMICAL PROPERTIES OF THE CHERNOSEM PODZOLIZED AFTER GROWING OF ALFALFA AND SAINFOIN AS PHYTOMELIORATION CROPS

A.I. Ogorodnya

National Scientific Center “Institute for Soil Science and Agrochemistry Research named after O.N. Sokolovsky», Kharkiv, Ukraine
E-mail: Yaroshevich26@i.ua

The article deals with the impact of growing alfalfa (*Medicago sativa*) and sainfoin (*Onobrychis viciaefolia*), as phytomelioration crops, on the physical-chemical properties of chernozem podzolized, which lies on the loess loams. It was revealed that the cultivation of perennial grasses contributes to optimizing the acid-base balance and calcium regime of the chernozem podzolized by physiological characteristics of its own root systems, that are able to pull calcium compounds through the profile and accumulate them in their roots. Found that the cultivation of lucerne and sainfoin at chernozem podzolized during 3 years there is increased activity of calcium from 1.3 mEq / L to 21.9 and 16.6 mEq / L respectively in the 0-20 cm layer compared to version control. Proved that came increased activity of calcium is a buffer mechanism against soil acidification.

Keywords: perennial grasses, pH-buffer, phytomelioration, chernozem podzolized, physical-chemical properties.

УДК 006.91:631.4

ВПРОВАДЖЕННЯ МІЖНАРОДНИХ ПІДХОДІВ ДО ОЦІНЮВАННЯ ТОЧНОСТІ МЕТОДІВ У НАЦІОНАЛЬНУ ПРАКТИКУ АНАЛІТИЧНИХ ДОСЛІДЖЕНЬ У ҐРУНТОЗНАВСТВІ¹

А.В. Шовковська

ННЦ «Інститут ґрунтознавства та агрохімії імені О.Н. Соколовського», Харків, Україна
E-mail: avshovk@ukr.net

Проаналізовано підходи до оцінювання точності методів визначення складу і властивостей ґрунту, встановлених у національних і гармонізованих стандартах України. Виявлено відсутність єдиного

¹ Науковий керівник – канд. с.-г. наук М.Є. Лазебна

підходу до процесу оцінювання та способів вираження точності методів у національних стандартах України. Наведено результати оцінювання (відповідно до вимог ДСТУ ГОСТ ІСО 5725) точності (прецизійності) методів визначення вмісту фосфору, калію, органічної речовини і рН, установлених такими стандартами: ДСТУ 4115, ГОСТ 26483, ДСТУ 4289. Обґрунтовано перевагу використання для оцінювання точності методів підходу, регламентованого міжнародними стандартами – ДСТУ ГОСТ ІСО 5725.

Ключові слова: точність, методи визначення, склад, властивості, ґрунт, міжнародні стандарти, прецизійність

1. Вступ

Розвиток галузі оцінювання якості ґрунту на сучасному етапі характеризується процесами глобалізації та спрямуванням на міжнародне співробітництво. Одним із актуальних напрямів міжнародної інтеграції є гармонізація методів вимірювань. У галузі ґрунтознавства рівень гармонізації стандартів становить 54 % (152 стандарти з 283) [1]. Але для повноцінної гармонізації важливим є не тільки переклад тексту методики і надання чинності стандарту, але й розуміння підходів як до процедури аналізування, так і до оцінювання достовірності результатів проведених вимірювань.

Мета роботи – проаналізувати підходи до оцінювання точності вимірювань, впроваджені в міжнародній практиці та оцінити, згідно з міжнародним підходом, точність методів визначення складу та властивостей ґрунту, установлених національними стандартами ДСТУ.

2. Об'єкт і методи досліджень

Об'єкт – підхід до оцінювання точності методів визначення складу та властивостей ґрунту.

Застосовувані методи: аналітичний – для аналізу та порівняння підходів до оцінювання точності методів вимірювання (визначення) в національних та гармонізованих нормативних документах; статистичний і розрахунково-аналітичний – для оцінювання точності методів визначення складу та властивостей ґрунту, установлених національними стандартами – ДСТУ.

3. Аналіз результатів досліджень

У національних стандартах, які гармонізовані з міжнародними та європейськими, зустрічається посилання на комплекс стандартів ISO 5725, яким користуються у міжнародній практиці під час оцінювання точності методів вимірювань. Цей комплекс стандартів було прийнято методом підтвердження в Україні ще 2006 року, але широкого застосування ці стандарти не набули через відсутність інформаційної підтримки та робіт з їх упровадження. Під час розроблення національних стандартів на методи визначення складу та властивостей ґрунту керуються ДСТУ 1.5 [2], який регламентує вимоги до змісту та оформлення стандарту, але не містить чіткого підходу до оцінювання точності описуваного стандартом методу. До того ж, прийнятий у ДСТУ 1.5 порядок розробки стандартів на методи, на жаль, не включає такий важливий процес, як проведення міжлабораторних випробувань методу.

Порівняно з усталеним у вітчизняній стандартизації та метрології підходом до оцінювання *точності* методів, підхід у міжнародних стандартах, який регламентовано комплексом стандартів ISO 5725 (в Україні – ДСТУ ГОСТ ІСО 5725 [3 - 8]), має такі основні відмінності:

- 1) впроваджений термін «прийняте опорне значення»;
- 2) чітко регламентовані терміни, які використовують для описування точності метода вимірювання;
- 3) удосконалений процес стандартизації методу.

У вітчизняній метрологічній практиці точність та похибка результатів вимірювання, як правило, визначаються порівнянням результату вимірювання з істинним або умовно істинним значенням вимірюваної фізичної величини, що є фактично еталонними значеннями. У разі відсутності необхідних еталонів використовують середнє значення результатів вимірювання, що не є коректним для двох або трьох повторень. В ДСТУ ГОСТ ІСО 5725 ця ситуація відображена у терміні «*прийняте опорне значення*», тобто

значення, що є узгодженим для порівняння й отримане як:

- 1) теоретичне чи встановлене значення, що базується на наукових принципах;
- 2) приписане чи атестоване значення, що базується на експериментальних роботах національної чи міжнародної організації;
- 3) узгоджене чи атестоване значення, що базується на результатах спільних експериментальних робіт під керівництвом наукової або інженерної групи;
- 4) середнє значення заданої сукупності результатів вимірювань – тільки у випадку, коли 1), 2) та 3) недоступні.

Згідно з ДСТУ ГОСТ ІСО 5725, точність – це ступінь близькості результату вимірювання до прийнятого опорного значення.

Для описування точності методу вимірювання використовують два терміни: «правильність» і «прецизійність». Термін «правильність» характеризує ступінь близькості середнього значення, отриманого на основі результатів вимірювань, до прийнятого опорного значення; термін «прецизійність» – ступінь близькості результатів вимірювання один до одного.

Прецизійність є загальним терміном для вираження мінливості повторюваних вимірювань. На мінливість результатів вимірювань, що виконані за одним методом, можуть впливати різні фактори, у тому числі оператор, обладнання, параметри навколишнього середовища (температура, вологість, тощо) і, що важливо для ґрунту, інтервал часу між вимірюваннями.

Для представлення мінливості результатів вимірювання використовують дві умови прецизійності: умови *повторюваності* (збіжності) та *відтворюваності*. В умовах повторюваності (збіжності) фактори, які перераховано вище, вважають постійними й вони не впливають на мінливість, у той час як в умовах відтворюваності всі ці фактори змінні та впливають на мінливість результатів вимірювання. Таким чином, повторюваність та відтворюваність являють собою два крайніх випадки прецизійності, де перший – характеризує мінімальну, а другий – максимальну мінливість результатів. Показники точності за ДСТУ ГОСТ ІСО 5725 схематично представлено на рисунку 1.



Рис. 1. Показники точності методу

Показники точності (правильності та прецизійності) згідно з ДСТУ ГОСТ ІСО 5725-1 [3] повинні визначатися на основі серії результатів вимірювань, що представлені різними лабораторіями. Отже, на відміну від вітчизняної практики, процес стандартизації методу обов'язково включає експеримент з оцінки точності: проводиться серія міжлабораторних порівняльних вимірювань, на основі результатів яких визначаються показники точності методу.

Експеримент з оцінки точності розглядається як практична перевірка методу вимірювань, що стандартизується. Таким чином, у процесі стандартизації методу вимірювання проходить своєрідну апробацію серед фахівців вимірювальних (аналітичних)

лабораторій, працюючих у сфері призначення даного стандарту, зокрема, в сфері контролю стану (якості) ґрунту.

Ми провели оцінку прецизійності (згідно з ДСТУ ГОСТ ІСО 5725-2 [4]) методів визначення вмісту фосфору, калію, органічної речовини і рН, установлених такими стандартами: ДСТУ 4115, ГОСТ 26483, ДСТУ 4289 [9-11]. Для цього було використано дані міжлабораторних випробувань галузевих стандартних зразків ґрунту, проведених 2013 року. У випробуваннях брали участь 11 лабораторій різних установ України, до яких було надіслано проби галузевих стандартних зразків таких ґрунтів: чорнозем типовий важкосуглинковий; чорнозем звичайний малогумусний; дерново-підзолистий супіщаний.

Тим самим ці міжлабораторні випробування задовольняли вимогам ДСТУ ГОСТ 5725-1 до експерименту з точності за кількістю лабораторій (від 8 до 15 лабораторій) та матеріалів, що використовуються в експерименті (матеріали повинні у повній мірі представляти ті, до яких цей метод застосовують на практиці і мати декілька рівнів різних матеріалів). Але, з огляду на те, що метою цих випробувань було встановлення атестаційних характеристик галузевих стандартних зразків, а не оцінка прецизійності методів, не виконувалась вимога ДСТУ ГОСТ ІСО 5725-2 щодо однакової кількості паралельних визначень, що не дало можливість застосувати всі статистичні критерії.

Після статистичної обробки для кожного типу ґрунту розраховано, згідно з ДСТУ ГОСТ ІСО 5725-2, дисперсії повторюваності та відтворюваності кожного методу. Після аналізу здобутих даних, дійшли висновку, що як показники прецизійності методів можуть бути використані середні значення (з отриманих дисперсій для трьох ґрунтів для кожного методу) стандартних відхилів повторюваності S_T та відтворюваності S_R . Міри прецизійності методів представлено у таблиці 1.

Таблиця 1

Міри прецизійності методів

Показник, одиниця вимірювання	Нормативний документ на метод визначення	Кількість лабораторій	Стандартний відхил повторюваності, S_T , %	Стандартний відхил відтворюваності, S_R , %
Масова частка рухомих форм фосфору, мг/кг	ДСТУ 4115	11	2,839	3,390
Масова частка рухомих сполук калію, мг/кг	ДСТУ 4115	11	5,499	6,823
рН сол., од. рН	ГОСТ 26483	11	0,131	0,138
Масова частка вуглецю органічної речовини, %	ДСТУ 4289	11	0,112	0,123

Використання значень точності, у разі коли вимірювання виконують за стандартним методом, стандартні відхили повторюваності та відтворюваності якого відомі, на практиці регламентує стандарт ДСТУ ГОСТ ІСО 5725-6 [8]. Згідно з цим стандартом процедура перевірки правильності виконання лабораторією вимірювань зводиться до порівняння розходження результатів із критичними значеннями, що значно спрощує оцінювання результатів, адже не потрібно кожний раз розраховувати похибку вимірювання.

Все вищенаведене дозволяє зробити висновок, що удосконалення відповідно до міжнародних стандартів ДСТУ ГОСТ ІСО 5725 порядку розробки стандартів на методи вимірювання, особливо процесу оцінки їх точності, дасть змогу підвищити якість методів вимірювання у сфері контролю стану та визначення характеристик якості ґрунтів, спростити процес оцінювання точності результатів, досягти єдності підходів з міжнародними стандартами та вимогами, а отже, й визнання результатів вимірювання іншими організаціями.

4. Висновок

Аналіз національного та міжнародного підходів до визначення точності лабораторного вимірювання деяких параметрів якості ґрунту виявив, що підхід до

оцінювання точності методу, впровадженій у міжнародній практиці, дозволяє спростити поточне контролювання точності вимірювань в аналітичних лабораторіях, досягти однозначності у вираженні точності методів, а головне, удосконалити методи визначення складу та властивостей ґрунтів, що стандартизуються, адже у процесі стандартизації метод вимірювання проходить своєрідну апробацію серед фахівців вимірювальних (аналітичних) лабораторій, що працюють у сфері контролю стану (якості) ґрунтів.

Список використаної літератури

1. Шовковська А.В. Сучасний стан, проблеми та тенденції розвитку метрологічного забезпечення у сфері якості ґрунтів / А.В. Шовковська // Охорона ґрунтів та підвищення їх родючості : Всеукр. наук.-практ. конф. : матеріали – Київ – 2015 – С. 132-133.
2. *Національна стандартизація. Правила побудови, викладання, оформлення та вимоги до змісту нормативних документів (ISO/IEC Directives, Part 2, 2001, NEQ) : ДСТУ 1.5:2003 – [Чинний з 2003-07-01].* – К.: Держспоживстандарт, 2003. – IV, 56 с. – (Національний стандарт України).
3. *Точність (правильність і прецизійність) методів та результатів вимірювання. Частина 1. Основні положення та визначення (ГОСТ ІСО 5725-1-2003, IDT) : ДСТУ ГОСТ ІСО 5725-1:2005 – [Чинний з 2006-07-01].* – К.: Держспоживстандарт, 2006. – 31 с. – (Національний стандарт України).
4. *Точність (правильність і прецизійність) методів та результатів вимірювання. Частина 2. Основний метод визначення повторюваності і відтворюваності стандартного методу вимірювання (ГОСТ ІСО 5725-2-2003, IDT) : ДСТУ ГОСТ ІСО 5725-2:2005 – [Чинний з 2006-07-01].* – К.: Держспоживстандарт, 2006. – 59 с. – (Національний стандарт України).
5. *Точність (правильність і прецизійність) методів та результатів вимірювання. Частина 3. Проміжні показники прецизійності стандартного методу вимірювання (ГОСТ ІСО 5725-3-2003, IDT) : ДСТУ ГОСТ ІСО 5725-3:2005 – [Чинний з 2006-07-01].* – К.: Держспоживстандарт, 2006. – 40 с. – (Національний стандарт України).
6. *Точність (правильність і прецизійність) методів та результатів вимірювання. Частина 4. Основні методи визначення правильності стандартного методу вимірювання (ГОСТ ІСО 5725-4-2003, IDT) : ДСТУ ГОСТ ІСО 5725-4:2005 – [Чинний з 2006-07-01].* – К.: Держспоживстандарт, 2006. – 36 с. – (Національний стандарт України).
7. *Точність (правильність і прецизійність) методів та результатів вимірювання. Частина 5. Альтернативні методи визначення прецизійності стандартного методу вимірювання (ГОСТ ІСО 5725-5-2003, IDT) : ДСТУ ГОСТ ІСО 5725-5:2005 – [Чинний з 2006-07-01].* – К.: Держспоживстандарт, 2006. – 59 с. – (Національний стандарт України).
8. *Точність (правильність і прецизійність) методів та результатів вимірювання. Частина 6. Використання значень точності на практиці (ГОСТ ІСО 5725-6-2003, IDT) : ДСТУ ГОСТ ІСО 5725-6:2005 – [Чинний з 2006-07-01].* – К.: Держспоживстандарт, 2006. – 54 с. – (Національний стандарт України).
9. *Ґрунти. Визначання рухомих сполук фосфору і калію за модифікованим методом Чирікова : ДСТУ 4115-2002 – [Чинний з 2003-01-01].* – К.: Держспоживстандарт, 2002. – 9 с. – (Національний стандарт України).
10. *Почвы. Приготовление солевой вытяжки и определение её рН по методу ЦИНАО : ГОСТ 26483-85 – [Введ. с 1986-07-01].* – М.: Издательство стандартов, 1985. – 6 с. – (Государственный стандарт союза ССР).
11. *Якість ґрунту. Методи визначання органічної речовини : ДСТУ 4289:2004 – [Чинний з 2005-07-01].* – К.: Держспоживстандарт, 2005. – 12 с. – (Національний стандарт України).

Стаття надійшла до редколегії 22.04.2016

IMPLEMENTATION OF INTERNATIONAL APPROACHES TO THE ACCURACY EVALUATION METHODS IN NATIONAL PRACTICE OF ANALYTICAL RESEARCH IN SOIL SCIENCE

A.V. Shovkovska

National Scientific Center "Institute for Soil Science and Agrochemistry Research named after O.N. Sokolovsky", Kharkiv, Ukraine

E-mail: avshovk@ukr.net

There were analyzed the approaches to the evaluation of the accuracy of methods for determining the composition and properties of soil, established in national and harmonized standards of Ukraine. It was discovered lack of a single approach to estimation and ways of expressing precision methods in national standards of Ukraine. Given the results of the testing (according to requirements of DSTU GOST ISO 5725) accuracy (precision) methods for determination of phosphorus, potassium, organic matter and pH set the following standards: DSTU 4115, GOST 26483, DSTU 4289. Substantiated the advantages of using precision techniques for the evaluation approach regulated by international standards - DSTU GOST ISO 5725.

Keywords: *accuracy, methods for determining, the composition, properties, soils, international standards, precision*