

7. Черныш, А.Ф. Современные почвенно-эрозионные процессы в Беларуси // А.Ф.Черныш, А.М. Устинова, А.В. Юхновец // Эрозионные и русловые процессы. – 2015. – № 6. – С. 27–46.

8. Современное состояние агрофизических свойств почв Белорусского Поозерья / А.Ф. Черныш [и др.]. – Почвоведение и агрохимия. – 2014. – № 2(53). – С. 19–28.

DETERMINATION OF THE OPTIMAL PARAMETERS OF SOIL AGROPHYSICAL PROPERTIES AND ASSESSMENT OF THE CURRENT STATUS BASED ON THEM

V.B. Tsyribko

Summary

Model of determination of optimal ranges of values agrophysical properties of soils formed on different parent rocks are presented in the article. It was found that the agrophysical properties of soils are largely determined by the genesis of soil-forming rocks. Leading role of index adding density in the characterization of the physical condition of the soil was confirmed. An assessment of the current state of agrophysical soil properties was shown.

Поступила 11.05.2016

УДК 006.91:631.4

ОЦЕНКА ТОЧНОСТИ МЕТОДОВ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОСТАВА И СВОЙСТВ ПОЧВ

А.В. Шовковская

*Институт почвоведения и агрохимии имени О.Н. Соколовского,
г. Харьков, Украина*

ВВЕДЕНИЕ

Оценка характеристик почвы, планирование, внедрение и оценивание результативности системы мероприятий по повышению ее плодородия основывается на данных, полученных в результате различных измерений. Достоверность этих данных в значительной степени зависит от точности выбранных методов выполнения измерений, которая обеспечивается применением стандартизированных методик измерений.

Еще в 70-е годы прошлого века в работе В.И. Паневой, Г.А. Петровой, А.Б. Шаевича [1] отмечалось, что результаты метрологической экспертизы более 2 тыс. проектов стандартов, а также проведенный анализ измерений в различных отраслях народного хозяйства показали, что метрологическая часть нормативных документов, регламентирующих методики количественного анализа,

принятый порядок их разработки и обеспечения установленных требований к точности результатов нуждаются в совершенствовании. Требуется также внимания неоднозначность толкования характеристик точности методов измерений, о чем отмечалось в работе В.И. Панева, Н.А. Макулова, О.Б. Короткина [2]. Понятию «точность методов» уделено много внимания в работах В.А. Большакова, Д.Н. Иванова [3, 4].

К сожалению, и на сегодняшний день не существует однозначного толкования характеристик точности методов измерения. Кроме того, в связи с введением в действие в Украине документов, гармонизированных с международными, которые регламентируют показатели точности, возникла необходимость в пересмотре подходов к оценке точности методов.

МЕТОДИКА И ОБЪЕКТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Объектом исследования являются подходы к оцениванию точности методов определения состава и свойств почвы, установленных в национальных и гармонизированных стандартах Украины. В процессе исследования использованы: аналитический метод – для анализа и сравнения подходов к оцениванию точности методов; статистический и расчетно-аналитический – для оценки точности метода определения органического вещества в почве. Оценка точности метода определения органического вещества проводилась на основе данных межлабораторных измерений, которые проводились в 2013 и 2015 гг. с целью аттестации стандартных образцов. В 2013 г. в межлабораторных испытаниях отраслевых стандартных образцов почв трех типов (чернозема типичного тяжелосуглинистого, чернозема обыкновенного малогумусного, дерново-подзолистой супесчаной почвы) приняли участие 16 аттестованных лабораторий, а в 2015 г. в аттестационных измерениях материала государственного стандартного образца состава (агрохимических показателей) чернозема типичного тяжелосуглинистого (ГСО) – 15 лабораторий соответствующего уровня. В лаборатории рассылались образцы материалов и рекомендации по выполнению измерений. Количество полученных результатов соответствовало необходимому для оценивания точности метода определения органического вещества, которое производилось согласно с ДСТУ ГОСТ ИСО 5725 [5–10].

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Для подтверждения качества и достоверности данных, аналитическая лаборатория должна контролировать точность полученных результатов измерения, сравнивая с точностью метода измерений. Но, как показал анализ национальных стандартов Украины на методы определения состава и свойств почв для характеристики точности метода используются около 20-ти различных показателей, что приводит к путанице и несоответствиям при оценке точности полученных результатов и при подготовке документов аналитических лабораторий к аккредитации (аттестации).

Обычно аналитические лаборатории выполняют измерения показателей состава и свойств почв в двух повторностях, поэтому было бы удобно для оценки точности выполненных измерений использовать меру, близкую к критическому

различию между двумя результатами, чем рассчитывать каждый раз погрешность, которая определена в большинстве национальных стандартах Украины. Такой подход к оценке точности методов используется в международных стандартах и регламентируется комплексом стандартов ISO 5725 (в Украине – ДСТУ ГОСТ ИСО 5725 [5–10]). Согласно требований стандартов этого комплекса для описания точности метода измерения используют два термина: «правильность» и «прецизионность». Термин «правильность» характеризует степень близости среднего значения, полученного на основе результатов измерений, принятому опорному значению (показателем правильности является значение систематической погрешности); термин «прецизионность» – степень близости результатов измерений друг к другу.

Приведенная ниже процедура оценки точности метода по гармонизированным стандартам ДСТУ ГОСТ ИСО 5725, позволяет оценить прецизионность и правильность метода определения органического вещества в почве по ДСТУ 4289 [11].

Для оценки прецизионности метода по требованиям ДСТУ ГОСТ ИСО 5725–2 были использованы данные межлабораторных испытаний отраслевых стандартных образцов почвы, проводимых в 2013 году. В испытаниях участвовали 16 лабораторий, 12 – определяли массовую долю органического вещества по ДСТУ 4289. В лаборатории были направлены пробы отраслевых стандартных образцов почвы трех типов:

- 1) чернозем типичный тяжелосуглинистый;
- 2) чернозем обыкновенный малогумусный;
- 3) дерново-подзолистый супесчаный.

Тем самым эти межлабораторные испытания соответствовали требованиям ДСТУ ГОСТ ИСО 5725–1 к эксперименту по оценке точности, а именно: количество лабораторий составило не менее 8 и материалы, используемые в эксперименте, в полной мере представляют те, к которым этот метод применяют на практике (использованы образцы почв трех типов). Однако, учитывая то, что целью этих испытаний было установление аттестационных характеристик отраслевых стандартных образцов, а не оценка прецизионности метода, не выполнялось требование ДСТУ ГОСТ ИСО 5725–2 о равенстве параллельных определений, что не позволило применить все статистические критерии.

После получения протоколов измерений, данные были статистически обработаны согласно п. 7.3 ДСТУ ГОСТ ИСО 5725–2 для каждого уровня (типа почвы) рассчитано три дисперсии: повторяемости, межлабораторную и воспроизводимости.

Результаты расчетов представлены в табл. 1.

Анализ данных таблице 1 не выявил зависимости дисперсий повторяемости и воспроизводимости от средних значений содержания органического вещества в материалах различных уровней, поэтому в качестве показателей прецизионности могут быть использованы средние значения стандартных отклонений (квадратный корень из средних значений соответствующих дисперсий) s_j и s_R .

Следовательно меры прецизионности для данного метода измерения имеют следующие значения:

- стандартное отклонение повторяемости $s_r = 0,112\%$;
- стандартное отклонение воспроизводимости $s_R = 0,123\%$.

Таблица 1

Расчетные значения среднего значения, дисперсии повторяемости, межлабораторной дисперсии и дисперсии воспроизводимости

Уровень (образец)	Количество лабораторий	Среднее значение, %	Дисперсия повторяемости S_{ij}^2 , %	Межлабораторная дисперсия S_{Lj}^2 , %	Дисперсия воспроизводимости, S_{Rj}^2 , %
1	11	3,061	0,0064	0,0025	0,0089
2	10	2,750	0,0369	0,0019	0,0388
3	11	0,625	0,0041	0,0020	0,0060

Примечание. Уровень 1 – чернозем типичный тяжелосуглинистый; уровень 2 – чернозем обыкновенный малогумусный; уровень 3 – дерново-подзолистая супесчаная почва.

Для оценки правильности метода были использованы данные аттестационных измерений материала государственного стандартного образца состава (агрохимических показателей) чернозема типичного тяжелосуглинистого (ГСЗ), проводимых в 2015 г. При аттестации в 15 агрохимических лабораторий были направлены ГСЗ и «Рекомендации руководителям лабораторий и аналитикам по выполнению измерений для межлабораторной аттестации государственного стандартного образца состава (агрохимических показателей) чернозема типичного тяжелосуглинистого», согласно которым каждой лаборатории, участвующей в межлабораторном эксперименте, рекомендовано осуществлять определение содержания показателей не менее чем двумя исполнителями, при этом для каждого из показателей проводить не менее 5 определений отдельно для каждой из применяемых лабораторией методик измерений.

В результате проведения данной работы получены протоколы результатов измерения органического вещества в почве от 14-ти лабораторий, среди них в 9-ти лабораториях измерения проводились двумя специалистами. Согласно ДСТУ ГОСТ ИСО 5725–2 результаты измерений, проведенные двумя операторами в расчетах считались как результаты двух лабораторий, а следовательно мы получили результаты 23-х лабораторий с 5 повторностями измерений.

Эти данные полностью удовлетворяют требования ДСТУ ГОСТ ИСО 5725–1, в первую очередь, одинаковым количеством повторностей измерений в большинстве лабораторий, а во-вторую, количеством участвующих лабораторий. К тому же, для расчета правильности метода достаточно материала одного уровня ввиду того, что анализ данных расчета прецизионности не выявил зависимости дисперсий воспроизводимости и повторяемости от средних значений содержания органического вещества в материалах различных уровней.

Полученные результаты измерений статистически обработаны согласно п. 7.3 ДСТУ ГОСТ ИСО 5725–2, т.е. как и для расчета мер прецизионности. По результатам статистической обработки, исключены результаты двух лабораторий, поэтому результаты измерений остальных лабораторий признаны корректными, для них проводились дальнейшие расчеты.

В результате проверки прецизионности метода получены значения дисперсий повторяемости ($s_r^2 = 0,0017$) и воспроизводимости ($s_R^2 = 0,0032$), которые оценены

по отношению к полученным выше дисперсиям согласно ДСТУ ГОСТ ИСО 5725–4. На основе их оценки сделан вывод, что для оценки правильности метода используются значения стандартных отклонений повторяемости и воспроизводимости определенных выше.

Вариация систематической погрешности метода измерения является следствием изменчивости результатов измерительного процесса.

Рассчитанное значение систематической погрешности метода определения органического вещества в почве составляет 0,0159%, а 95%-ный доверительный интервал для систематической погрешности метода определения органического вещества следующий:

$$- 0,02 \leq \delta \leq 0,05.$$

Результаты оценки правильности метода определения органического вещества, полученные на основе данных межлабораторного испытания государственного стандартного образца состава (агрохимических показателей) чернозема типичного тяжелосуглинистого, приведены в табл. 2.

Таблица 2

Результаты оценки правильности метода определения органического вещества

Показатель	Результат
Количество повторностей n, шт.	5
Количество лабораторий p, шт.	21
Стандартное отклонение повторяемости s_p , %	0,04
Стандартное отклонение воспроизводимости s_R , %	0,056
Оценка систематической погрешности δ , %	0,0159
Доверительный интервал для систематической погрешности	– 0,02 ≤ δ ≤ 0,05

Согласно ДСТУ ГОСТ ИСО 5725–4 если доверительный интервал включает в себя нулевое значение, систематическая погрешность метода при уровне значимости $\alpha = 5\%$ незначима.

Таким образом, на основе полученных данных установлено, что систематическая погрешность метода определения органического вещества – незначима.

Подытоживая расчеты можно сделать вывод: характеристики точности метода определения органического вещества в почве, рассчитанные на основе межлабораторных испытаний стандартных образцов следующие: повторяемость результатов, полученных этим методом, составляет 0,112%, воспроизводимость – 0,123%.

Такой подход к оценке точности метода позволяет упростить текущий контроль точности измерений в аналитических лабораториях. Достичь однозначности в выражении точности методов, а главное, усовершенствовать стандарты на методы определения состава и свойств почв, ведь в процессе стандартизации метод измерения проходит своеобразную апробацию среди специалистов измерительных (аналитических) лабораторий, работающих в сфере охраны и качества почв.

ВЫВОДЫ

Совершенствование в соответствии с международными стандартами ДСТУ ГОСТ ИСО 5725 порядка разработки стандартов на методы измерения, особенно процесса оценки их точности, позволит повысить качество методов измерения, в сфере контроля состояния и определения характеристик качества почв, упростить процесс оценки точности результатов, достичь единства подходов с международными стандартами и требованиями, а значит и признания результатов измерения другими организациями.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Панева, В.И.* Метрологическая оценка проектов стандартов на материалы и методы их анализа / В.И. Панева, Г.А. Петрова, А.Б. Шаевич // Обзорная информация ВНИИКИ. – М., 1974. – 40 с.
2. *Панева, В.И.* Разработка и аттестация методик количественного анализа проб веществ и материалов / В.И. Панева, Н.А. Макулов, О.Б. Короткина. – М.: Машиностроение, 1987. – 72 с.
3. О точности почвенных и агрохимических исследований / В.А. Большаков [и др.] // Почвоведение. – 1973. – № 8. – С. 39–52.
4. *Иванов Д.Н.* К вопросу о систематике аналитических методов / Д.Н. Иванов, В.А. Большаков // Агрохимия. – 1971. – № 3. – С. 27–32.
5. Точність (правильність і прецизійність) методів та результатів вимірювання. Частина 1. Основні положення та визначення (ГОСТ ИСО 5725–1–2003, IDT): ДСТУ ГОСТ ИСО 5725–1:2005. – [Чинний з 2006–07–01]. – К.: Держспоживстандарт, 2006. – 31 с. – (Національний стандарт України).
6. Точність (правильність і прецизійність) методів та результатів вимірювання. Частина 2. Основний метод визначення повторюваності і відтворюваності стандартного методу вимірювання (ГОСТ ИСО 5725–2–2003, IDT) : ДСТУ ГОСТ ИСО 5725–2:2005. – [Чинний з 2006–07–01]. – К.: Держспоживстандарт, 2006. – 59 с. – (Національний стандарт України).
7. Точність (правильність і прецизійність) методів та результатів вимірювання. Частина 3. Проміжні показники прецизійності стандартного методу вимірювання (ГОСТ ИСО 5725–3–2003, IDT): ДСТУ ГОСТ ИСО 5725–3:2005. – [Чинний з 2006–07–01]. – К.: Держспоживстандарт, 2006. – 40 с. – (Національний стандарт України).
8. Точність (правильність і прецизійність) методів та результатів вимірювання. Частина 4. Основні методи визначення правильності стандартного методу вимірювання (ГОСТ ИСО 5725–4–2003, IDT): ДСТУ ГОСТ ИСО 5725–4:2005. – [Чинний з 2006–07–01]. – К.: Держспоживстандарт, 2006. – 36 с. – (Національний стандарт України).
9. Точність (правильність і прецизійність) методів та результатів вимірювання. Частина 5. Альтернативні методи визначення прецизійності стандартного методу вимірювання (ГОСТ ИСО 5725–5–2003, IDT): ДСТУ ГОСТ ИСО 5725–5:2005. – [Чинний з 2006–07–01]. – К.: Держспоживстандарт, 2006. – 59 с. – (Національний стандарт України).
10. Точність (правильність і прецизійність) методів та результатів вимірювання. Частина 6. Використання значень точності на практиці (ГОСТ ИСО 5725–6–2003,

IDT): ДСТУ ГОСТ ИСО 5725–6:2005. – [Чинний з 2006–07–01]. – К.: Держспоживстандарт, 2006. – 54 с. – (Національний стандарт України).

11. Якість ґрунту. Методи визначання органічної речовини: ДСТУ 4289:2004. – [Чинний з 2005–07–01]. – К.: Держспоживстандарт, 2005. – III, 9 с. – (Національний стандарт України).

ASSESSMENT OF ACCURACY THE METHODS OF DETERMINING THE COMPOSITION AND PROPERTIES OF SOIL

A.V. Shovkovskaya

Summary

Approaches to assessment the accuracy of methods for determining the composition and properties of soil are studied installed in the national and harmonized standards of Ukraine. Established the absence of a unified approach to the process of assessment and ways expression of accuracy of methods for determining the composition and properties of the soil in the national standards of Ukraine, in contrast to the harmonization standards, where the approach is used regulated by the complex of standards ISO 5725. The results of assessment the accuracy (precision and accuracy) the method for determining the organic matter (according to DTR 4289) according to the requirements of DTR GOST ISO 5725 are presented. The advantage of using the methods for estimating the accuracy of determining the composition and properties of soil regulated approach international standards DTR GOST ISO 5725 is substantiated.

Поступила 23.02.2016

УДК 631.434.1

ОЦЕНКА АГРОФИЗИЧЕСКОГО СОСТОЯНИЯ ПОЧВ ПОСЛЕ ПРЕДПОСЕВНОЙ ОБРАБОТКИ ПО ЕЕ ТВЕРДОСТИ

А.Л. Бородин*

*Институт почвоведения и агрохимии имени А.Н. Соколовского,
г. Харьков Украина*

ВВЕДЕНИЕ

Твердость почвы является информативным показателем, характеризующим ее физико-механические свойства, а именно сопротивление росту корней и почвообрабатывающим орудиям в процессе их обработки [1]. Перспективным является использование показателя твердости для оценки агрофизического состояния

* Работа выполнена под руководством академика НААН, доктора биол. наук, профессора В.В. Медведева.