

Національна академія аграрних наук України  
Національний науковий центр  
«Інститут ґрунтознавства та агрохімії імені О.Н. Соколовського»

**ШОВКОВСЬКА АННА ВАЛЕРІЇВНА**

УДК 006.91:631.4

**СИСТЕМА МЕТРОЛОГІЧНОГО ЗАБЕЗПЕЧЕННЯ  
АНАЛІТИЧНИХ РОБІТ У СФЕРІ ЯКОСТІ ҐРУНТІВ**

06.01.03 – агроґрунтознавство і агрофізика

Автореферат дисертації на здобуття наукового ступеня кандидата  
сільськогосподарських наук

Харків – 2018

Дисертацією є рукопис

Робота виконана в Національному науковому центрі «Інститут ґрунтознавства та агрохімії імені О. Н. Соколовського» Національної академії аграрних наук України

**Науковий керівник** кандидат сільськогосподарських наук, старший науковий співробітник

**Лазебна Марина Євгеніївна**, Національний науковий центр «Інститут ґрунтознавства та агрохімії імені О. Н. Соколовського», завідувач сектору стандартизації та метрології

**Офіційні опоненти:**

доктор сільськогосподарських наук, професор

**Тихоненко Дмитро Григорович**, Харківський національний аграрний університет ім. В.В. Докучаєва, професор кафедри ґрунтознавства

доктор сільськогосподарських наук, професор

**Балаєв Анатолій Джалілович**, Національний університет біоресурсів і природокористування України, завідувач кафедри ґрунтознавства та охорони ґрунтів ім. проф. М. К. Шикули

Захист відбудеться «15» лютого 2018 р. о 10 годині на засіданні спеціалізованої вченої ради Д 64.354.01 у Національному науковому центрі «Інститут ґрунтознавства та агрохімії імені О. Н. Соколовського» за адресою: вул. Чайковська, 4, м. Харків, 61024

З дисертацією можна ознайомитися у бібліотеці Національного наукового центру «Інститут ґрунтознавства та агрохімії імені О. Н. Соколовського» за адресою: вул. Чайковська, 4, м. Харків, 61024

Автореферат розісланий «12» січня 2018 р.

Учений секретар  
спеціалізованої вченої ради

В. В. Шимель

## ЗАГАЛЬНА ХАРАКТЕРИСТИКА РОБОТИ

**Актуальність теми.** Земельним кодексом України визначено, що охорона земель передбачає систему правових, організаційних, економічних, екологічних заходів, спрямованих на раціональне використання земель, запобігання необґрунтованому вилученню сільськогосподарських та лісових угідь для інших потреб, захист від шкідливого природного і антропогенного впливу, на відтворення родючості ґрунтів, сприяння продуктивності земель лісового фонду, забезпечення режиму земель природоохоронного, оздоровчого, рекреаційного та історико-культурного значення.

Гарантом забезпечення охорони земель є держава, яка планує відповідні заходи, визначає види і методи їх здійснення. Планування, впровадження та оцінка результативності вищенаведених заходів відбувається на підставі даних, отриманих в результаті різноманітних вимірювань. Точність, якість та достовірність отриманих результатів є обов'язковою умовою для прийняття обґрунтованих рішень стосовно впровадження заходів, направлених на забезпечення охорони земель та надання рекомендацій виробникам, про що наголошували в своїх роботах Большаков В.А., Камінський В.Ф., Лапін В.М., Бородіна Я.В.

В статтях Коцюби А.М., Новікова В.М., Никитюка О.А., Медведєва В.В., Балюка С.А., Барахтяна В.О., Лазебної М.Є. відмічалась необхідність удосконалення роботи вимірювальних лабораторій в сфері якості ґрунтів, в тому числі шляхом впровадження міжнародних стандартів в їх діяльність.

Питанням гармонізації методів і процедур контролю якості у вимірювальних лабораторіях присвячено один з ключових напрямів діяльності Глобального ґрунтового партнерства, яке створено Продовольчою та сільськогосподарською організацією Об'єднаних Націй (напряма 5 «Гармонізація методів, вимірювань та показників для стабільного керування і захисту ґрунтових ресурсів»).

Відсутність адаптованої до сучасних вимог системи метрологічного забезпечення робіт у сфері якості ґрунтів обмежує отримання належної якості аналітичних робіт у цій сфері. А з огляду на те, що на сучасному етапі розвиток сфери якості ґрунтів характеризується процесами глобалізації та направленістю на міжнародне співробітництво, актуальною є розробка системи метрологічного забезпечення в сфері якості та контролю стану ґрунтів з урахуванням міжнародних підходів як до організації діяльності лабораторії, так і до оцінювання точності методів і результатів.

**Зв'язок роботи з науковими програмами, планами, темами.** Дослідження за темою дисертаційної роботи виконувалися протягом 2013–2017 рр. відповідно до планів науково-дослідних робіт ННЦ «Інститут ґрунтознавства та агрохімії імені О.Н. Соколовського» у рамках ПНД НААН 01 «Родючість, охорона і раціональне використання ґрунтів» на 2012-2015 рр., завдання 01.00.03.05.П «Формування нормативно-методичного забезпечення якості та охорони ґрунтів» (№ ДР 0112U001665); ПНД НААН 07 «Органічне виробництво сільськогосподарської продукції» на 2011-2015 рр., завдання 07.01.02.06.П «Розробити систему метрологічного контролю робіт із сертифікації земель в умовах органічного

землеробства» (№ ДР 114U003071) та Державної програми розвитку еталонної бази на 2011-2015 рр., тема «Проведення атестаційних вимірювань стандартного зразка складу чорнозему типового важкосуглинкового – підготування та розсилання проб до учасників, виконання вимірювань у лабораторіях» (відповідно до ДК 016-2010, код 72.19.4 «Послуги щодо наукового досліджування та експериментального розроблення у сфері сільськогосподарських наук») (№ ДР 0115U004500), тема «Збір та оброблення результатів атестаційних вимірювань, визначення значень і похибок атестованих характеристик стандартного зразка складу чорнозему типового важкосуглинкового» (відповідно до ДК 016-2010, код 72.19.4 «Послуги щодо наукового досліджування та експериментального розроблення у сфері сільськогосподарських наук») (№ ДР 0115U004501).

**Мета і задачі дослідження.** Мета дослідження – розробити теоретично обґрунтовану, адаптовану до сучасних вимог систему метрологічного забезпечення аналітичних робіт, яка сприятиме підвищенню достовірності та точності результатів вимірювань у сфері якості ґрунтів.

Для досягнення поставленої мети вирішували такі задачі:

- проаналізувати стан та тенденції розвитку метрологічного забезпечення в сфері якості ґрунтів, визначити шляхи його удосконалення;
- проаналізувати вимоги щодо діяльності вимірювальних лабораторій, що регламентовані основоположними законодавчими та нормативними документами;
- порівняти процедури атестації та акредитації вимірювальних лабораторій, визначити проблеми, що виникають на шляху впровадження сучасних вимог до лабораторій, та запропонувати можливі способи їх розв'язання;
- проаналізувати та порівняти підходи до оцінювання точності методів визначення складу та властивостей ґрунтів у національних стандартах та стандартах гармонізованих з міжнародними;
- визначити та обґрунтувати підхід до розрахунку точності методів у сфері якості ґрунтів;
- оцінити точність методів визначення масової частки вуглецю органічної речовини, вмісту рухомих сполук фосфору та калію, і рН згідно з вимогами міжнародних стандартів;
- проаналізувати та порівняти поняття «похибка вимірювання» та «невизначеність вимірювання»;
- описати процедуру оцінювання невизначеності вимірювання, навести алгоритм та оцінити невизначеність результату на прикладі визначення масової частки вуглецю органічної речовини;
- розробити систему керування якістю вимірювань для лабораторій, що проводять вимірювання у сфері якості ґрунтів.

*Об'єкт дослідження* – оцінювання та контроль точності вимірювань у сфері якості ґрунтів.

*Предмет дослідження* – метрологічне забезпечення аналітичних робіт у сфері якості ґрунтів, в т.ч. система керування якістю вимірювань.

**Методи дослідження.** Для досягнення поставленої мети та вирішення задач використано системний підхід, що дозволив розглядати метрологічне забезпечення як систему зі складових, для дослідження яких, в свою чергу, застосовували

загальнонаукові методи, зокрема аналіз, порівняння та систематизацію. Це дозволило визначити напрями удосконалення та адаптації системи метрологічного забезпечення до сучасних вимог, в тому числі міжнародних, виявити проблеми в діяльності вимірювальних лабораторій в сфері якості ґрунтів та визначити шляхи їх вирішення, і, як результат, розробити адаптовану до сучасних вимог систему метрологічного забезпечення аналітичних робіт у сфері якості ґрунтів, яка включає, зокрема, підходи до розрахунку точності методів вимірювання та точності вимірювань у сфері якості ґрунтів.

Для оцінки можливості практичного впровадження підходів до розрахунку точності методів вимірювання та точності результатів вимірювань у сфері якості ґрунтів використовувались аналітичні методи та методи математичної статистики.

#### **Наукова новизна одержаних результатів.**

Вперше розроблено адаптовану до сучасних вимог систему метрологічного забезпечення аналітичних робіт у сфері якості ґрунтів, яка включає:

- адаптований до міжнародних вимог підхід щодо розрахунку точності методів вимірювання у сфері якості ґрунтів, який впроваджено шляхом оцінки точності (прецизійності та правильності) методів визначення масової частки вуглецю органічної речовини, вмісту рухомих сполук фосфору та калію, рН;
- адаптований до положень концепції невизначеності підхід щодо оцінювання точності вимірювань у сфері якості ґрунтів, застосований для оцінки невизначеності результату визначення масової частки вуглецю органічної речовини;
- удосконалені вимоги щодо проведення контролю точності результатів вимірювання у вимірювальних (аналітичних) лабораторіях в сфері якості ґрунтів;
- систему керування якістю вимірювань у сфері якості ґрунтів, з урахуванням міжнародних вимог.

**Практичне значення одержаних результатів.** Матеріали досліджень можуть бути використані для подальшого розвитку метрологічного забезпечення в сфері якості ґрунтів, у підготовці навчальної та науково-методичної літератури з питань метрологічного забезпечення аналітичних досліджень в сфері якості ґрунтів, для визначення характеристик точності методу під час розробки нових національних стандартів та удосконаленні існуючих методів визначення складу та властивостей ґрунтів, а також для визначення точності вимірювань у рамках концепції невизначеності.

На підставі одержаних результатів розроблена «Інструкція щодо проведення контролю точності результатів вимірювання та аналізування у вимірювальних (аналітичних) лабораторіях в сфері якості та контролю стану ґрунтів» (схвалено філіями ДУ «Держґрунтохорони» (Чернігівською філією лист № 158-24/02/237 від 06.06.2016 р.; Волинською філією лист № 158-03/02/3-206 від 29.06.2016 р.; Вінницькою філією лист № 158-02/05-181 від 22.06.2016 р.) та на засіданні НТР ДУ «Інститут охорони ґрунтів України» (протокол № 3 від 23.12.2016 р.).

На основі результатів роботи розроблена система керування якістю вимірювань та доведена необхідність її впровадження в роботу аналітичних лабораторій у сфері якості ґрунтів для удосконалення метрологічного забезпечення.

Результати роботи апробовано під час організації і проведення раундів міжлабораторних порівнянь результатів вимірювання (2015 р., 2016 р., 2017 р.) та підготовки вимірювальних лабораторій до моніторингу для підтвердження відповідності системи вимірювань вимогам ДСТУ ISO 10012:2005.

Запропоновані у роботі практичні підходи впроваджено в ТОВ «Південний інститут ґрунтів і ґрунтоведення» (довідка щодо впровадження № 92/Л від 11 вересня 2017 р).

**Особистий внесок здобувача** полягає у визначенні мети та завдань дослідження, узагальненні наукової літератури, безпосередній участі у проведенні міжлабораторних вимірювань, статистичній обробці результатів, математичній обробці даних, узагальненні результатів та формулюванні висновків. Наукові праці за темою дисертації опубліковано самостійно та у співавторстві. Зі спільних наукових публікацій у дисертаційній роботі автором використано тільки власні ідеї та отримані результати наукових досліджень.

**Апробація матеріалів дисертації.** Основні результати та положення дисертаційної роботи оприлюднені на: ІХ з'їзді Українського товариства ґрунтознавців та агрохіміків (Миколаїв, 30 червня - 4 липня 2014 р.); Всеукраїнському науково-практичному семінарі молодих учених та спеціалістів «Сучасні напрями та перспективи розвитку української школи агрономічного ґрунтознавства» (Харків, 23-24 жовтня 2014 р.); Всеукраїнській науково-практичній конференції «Нові рішення у ґрунтознавстві та агрохімії – запорука продовольчої безпеки та раціонального природокористування» (Харків, 28-29 травня 2015 р.); Міжнародній науково-практичній Інтернет-конференції «Агрохімічні та агроекологічні проблеми підвищення родючості ґрунтів і використання добрив» (Дубляни, 08-10 червня 2015 р.); Всеукраїнській науково-практичній конференції «Сучасний стан, проблеми та тенденції розвитку метрологічного забезпечення у сфері якості ґрунтів» (Одеса, 16-17 вересня 2015 р.); Всеукраїнській науково-практичній конференції молодих вчених та спеціалістів «Сучасні напрями міжнародної інтеграції ґрунтово-агрохімічних досліджень» (Харків, 12-13 травня 2016 р.).

**Публікації.** Основні теоретичні положення та результати досліджень опубліковано в 11 наукових працях, із них 5 статей у наукових фахових виданнях (з них 1 – у закордонному фаховому виданні), 1 стаття в іншому науковому періодичному виданні, 1 рекомендації та 1 інструкція, 3 публікації у матеріалах конференцій.

**Структура та обсяг дисертації.** Дисертаційна робота складається з анотації, вступу, шести розділів, висновків, списку використаних джерел (157 найменування, з яких 19 латиницею) та чотирьох додатків. Загальний обсяг дисертації становить 164 сторінки, з них 110 сторінок основного тексту. Робота містить 23 таблиці (із них 6 винесено в додатки) і 28 рисунків (із них 9 винесено в додаток).

## **ОСНОВНИЙ ЗМІСТ РОБОТИ**

### **ПИТАННЯ МЕТРОЛОГІЧНОГО ЗАБЕЗПЕЧЕННЯ В СФЕРІ ЯКОСТІ ҐРУНТІВ (огляд літератури)**

У розділі викладено результати огляду літературних джерел та нормативних документів щодо метрологічного та нормативно-методичного забезпечення вимірювань у сфері якості ґрунтів, діяльності вимірювальних лабораторій в цій сфері, а також щодо оцінювання точності методів і результатів вимірювань.

Встановлено доцільність та обґрунтовано напрями проведення досліджень за темою дисертації.

### **ОБ'ЄКТ ТА МЕТОДИ ДОСЛІДЖЕНЬ**

Об'єктом дисертаційних досліджень є метрологічне забезпечення аналітичних робіт у сфері якості ґрунтів.

Для дослідження об'єкту було використано системний підхід, який дозволив розглядати метрологічне забезпечення як систему зі складових, для дослідження яких застосовували загальнонаукові методи, зокрема було проведено: аналіз стану метрологічного забезпечення у сфері якості ґрунтів, порівняння та систематизація вимог до нього з метою визначення напрямів удосконалення та адаптації системи метрологічного забезпечення до сучасних вимог, в тому числі міжнародних; аналіз, систематизація вимог до вимірювальних лабораторій та порівняння процедур атестації та акредитації, що дозволили виявити проблеми в діяльності вимірювальних лабораторій в сфері якості ґрунтів та визначити шляхи їх рішення; аналіз, систематизація та порівняння існуючих підходів до розрахунку точності методів вимірювання у сфері якості ґрунтів з метою досягнення єдності та обґрунтування доцільності використання у сфері якості ґрунтів підходу до розрахунку точності методів вимірювання, регламентованого міжнародними стандартами серії ISO 5725-2003 та практичного впровадження такого підходу; аналіз та порівняння понять «похибка» та «невизначеність» вимірювання для адаптації та впровадження концепції невизначеності в практику вимірювальних лабораторій, що вимірюють показники стану ґрунтів.

Для оцінки можливості практичного впровадження підходів до розрахунку точності методів вимірювання та точності результатів вимірювань у сфері якості ґрунтів використано аналітичні методи та методи математичної статистики.

Проведено оцінювання прецизійності та оцінювання правильності згідно з комплексом стандартів ДСТУ ГОСТ ИСО 5725:2005 таких методів визначення: масової частки вуглецю органічної речовини за ДСТУ 4289:2004, вмісту рухомих сполук фосфору та калію за ДСТУ 4115-2002, рН сольового за ГОСТ 26483-85. Для оцінювання прецизійності та правильності методів використано дані міжлабораторної атестації матеріалів-кандидатів стандартних зразків ґрунту, показники однорідності яких встановлено.

З метою оцінювання прецизійності було використано дані міжлабораторних випробувань матеріалів-кандидатів галузевих стандартних зразків ґрунту, які проводились у 2013 році. Міжлабораторні випробування проводились за схемою з паралельним передаванням зразків. У випробуваннях взяли участь 12 атестованих (акредитованих) лабораторій різних наукових установ України. До лабораторій було надіслано проби галузевих стандартних зразків ґрунту трьох типів: чорнозем типовий важкосуглинковий, чорнозем звичайний малогумусний легкоглинистий та дерново-підзолистий супіщаний ґрунт.

Оцінювання правильності методів проводилось на основі даних атестаційних вимірювань матеріалу-кандидату державного стандартного зразка складу (агрохімічних показників) чорнозему типового важкосуглинкового (ДСЗ), що були проведені у 2015 році, також за схемою з паралельним передаванням зразків. До вимірювальних лабораторій було направлено матеріал-кандидат ДСЗ та «Рекомендації керівникам лабораторій і аналітикам щодо виконання вимірювань для міжлабораторної атестації державного стандартного зразка складу (агрохімічних показників) чорнозему типового важкосуглинкового». У вимірюваннях взяли участь 14 атестованих (акредитованих) лабораторій.

Математичну та статистичну обробку результатів міжлабораторних вимірювань проводили з використанням програми Microsoft Excel.

Системний аналіз кожної зі складових метрологічного забезпечення дозволив розробити адаптовану до сучасних вимог систему метрологічного забезпечення аналітичних робіт у сфері якості ґрунтів, яка включає підходи до розрахунку точності методів вимірювання та точності вимірювань у сфері якості ґрунтів, удосконалені вимоги щодо проведення контролю точності результатів вимірювання у вимірювальних (аналітичних) лабораторіях в сфері якості ґрунтів та систему керування якістю вимірювань у сфері якості ґрунтів, з урахуванням міжнародних вимог.

## **МЕТРОЛОГІЧНЕ ЗАБЕЗПЕЧЕННЯ АНАЛІТИЧНИХ РОБІТ У СФЕРІ ЯКОСТІ ҐРУНТІВ**

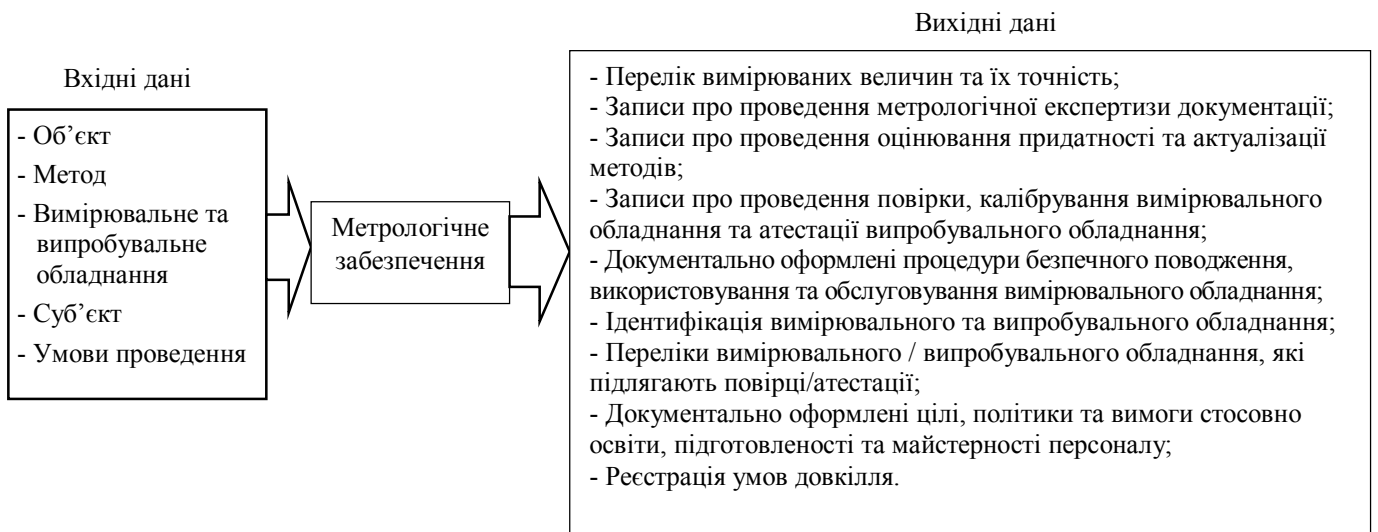
Визначено, що основною метою метрологічного забезпечення ґрунтових досліджень є підвищення ефективності заходів з раціонального використання ґрунтів та агрохімікатів, що спрямовані на зростання врожайності сільськогосподарських культур, поліпшення якості ґрунтів та сільськогосподарської продукції. Наведено задачі та складові метрологічного забезпечення ґрунтових досліджень.

Проаналізовано стан та тенденції розвитку метрологічного забезпечення, зокрема, наукових, технічних і організаційних його основ. Встановлено, що в усіх основах метрологічного забезпечення відбуваються зміни, направлені на гармонізацію з міжнародними нормами з метою усунення бар'єрів на шляху співпраці та обміну досвідом. Встановлено, що наукова основа метрологічного забезпечення в сфері якості ґрунтів частково адаптована до міжнародної завдяки використанню Міжнародної системи одиниць (SI) та активному процесу гармонізації стандартів на методи виконання вимірювань.



В той же час, впровадження в повній мірі національних стандартів, гармонізованих з міжнародними та європейськими, стримує технічна основа, яка залежить від стану матеріально-технічної бази. Позитивним моментом для технічної основи є розробка стандартних зразків ґрунтів. Що стосується організаційної основи, то вона є недосконалою з огляду на реорганізацію центральних метрологічних служб, відсутність фахівців-метрологів саме у цій галузі, незначну увагу на навчальних семінарах або курсах підвищення кваліфікації до питань сучасних метрологічних аспектів обробки результатів і розрахунку точності вимірювань, а від так недостатні знання цих питань хіміками-аналітиками.

Аналіз сучасних вимог до метрологічного забезпечення показав, що ефективна та сучасна система метрологічного забезпечення повинна враховувати тенденції розвитку всіх основ метрологічного забезпечення, а під час її розробки необхідно використовувати системний та процесний підходи. Суть системного підходу полягає в розгляді вказаного забезпечення як сукупності взаємозв'язаних процесів, об'єднаних однією метою – досягнення необхідної якості вимірювань, а процесного – в тому, що система метрологічного забезпечення має розглядатися як процес з вхідними та вихідними даними, що представлено на рис. 1. Вхідними даними системи метрологічного забезпечення є складові елементи вимірювання, вихідними – результати контролю та заходи з поліпшення якості вимірювання.



**Рис. 1. Процес метрологічного забезпечення**

Для досягнення вищезазначеної мети важливим є компетентність лабораторії. Аналіз законодавчих та нормативних документів показав, що компетентність лабораторії може бути підтверджена шляхом проходження процедур атестації та акредитації. Порівнюючи ці процедури виявлено, що підвищення вимог до компетентності лабораторій останніми роками відбувається, в основному, не в технічному напрямку, а у напрямку управління процесами вимірювання шляхом впровадження та поліпшення систем управління якістю.

Визначено наступні основні проблеми, що виникають на шляху впровадження сучасних вимог до лабораторій: застаріла матеріально-технічна база, недостатня увага до контролювання якості й забезпечення простежуваності за допомогою використання стандартних зразків ґрунту та до участі в Програмах міжлабораторних порівняльних вимірювань, відсутність реально працюючих систем керування якістю та недостатня обізнаність персоналу щодо сучасних метрологічних підходів до оцінювання точності. Запропоновано їх вирішення шляхом організації діяльності лабораторій в межах системи керування якістю з урахуванням міжнародних вимог до оцінювання точності вимірювань та обов'язковою участю в Програмах міжлабораторних порівняльних вимірювань та використання стандартних зразків ґрунту для забезпечення простежуваності та контролю якості вимірювань.

Обґрунтовано, що метрологічне забезпечення в сфері якості ґрунтів та контролю їх стану потребує виходу на принципово новий рівень з обов'язковим урахуванням міжнародних підходів як до організації діяльності лабораторії, так і до оцінювання точності методів і результатів.

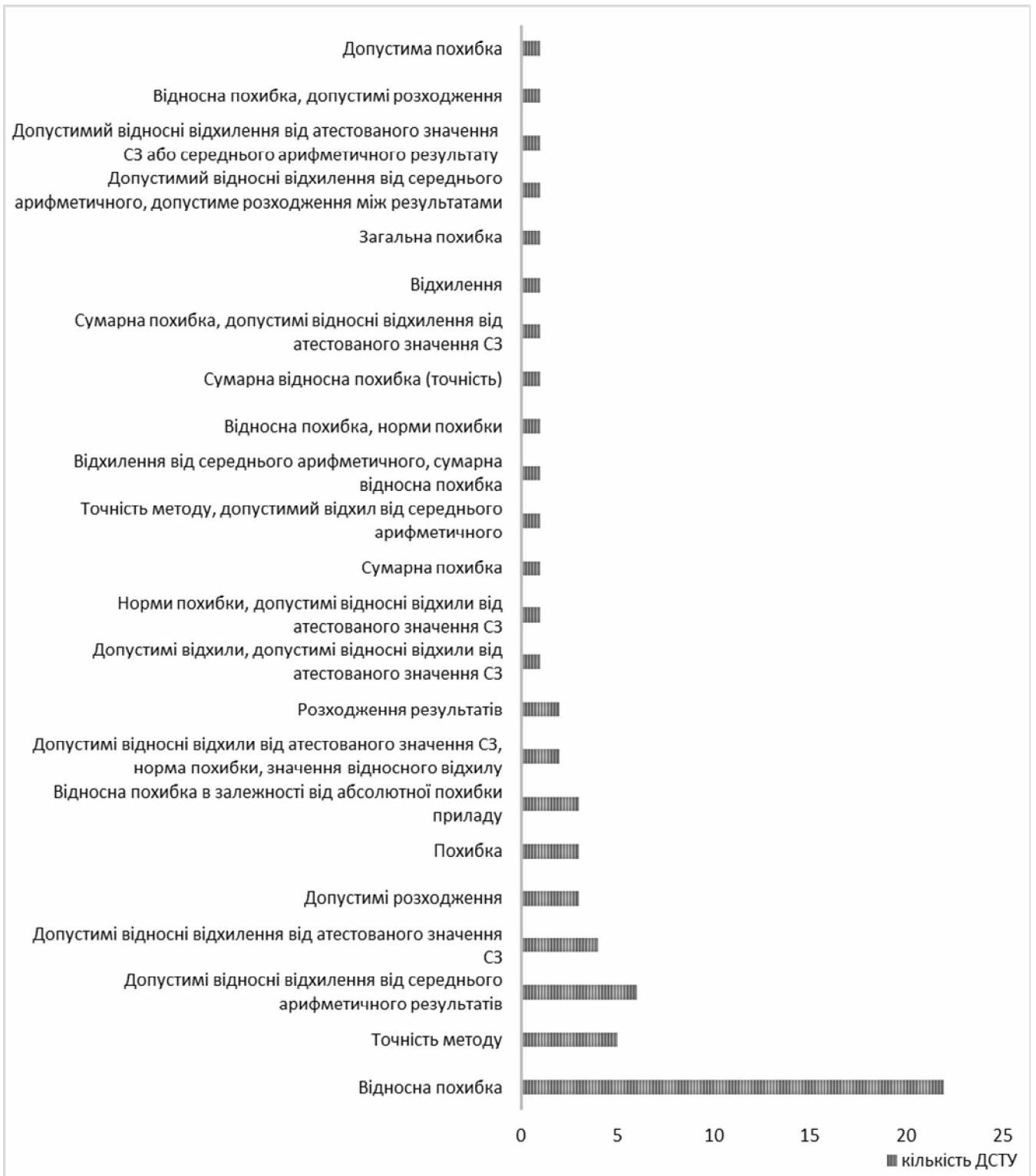
### **МЕТРОЛОГІЧНА СКЛАДОВА НОРМАТИВНО-МЕТОДИЧНОГО ЗАБЕЗПЕЧЕННЯ У СФЕРІ ЯКОСТІ ҐРУНТІВ**

На національному рівні роботи з розроблення стандартів, в т.ч. стандартів на методи вимірювань, в сфері якості ґрунтів виконує технічний комітет стандартизації ТК 142 «Ґрунтознавство», який створений наказом Держстандарту України від 26.09.01 № 480 за погодженням з Міністерством аграрної політики України. ТК 142 є дзеркальним технічним комітетом міжнародного ISO/TC 190 «Якість ґрунту».

Нормативно-методична база, що регламентує методи визначення складу та властивостей ґрунтів, налічує 194 нормативних документа, з яких 77 національних стандартів, 100 національних стандартів гармонізованих з міжнародними й європейськими стандартами та 17 міждержавних стандартів.

Проведений аналіз метрологічної частини нормативних документів на методи визначення складу та властивостей ґрунтів виявив наступне, що на відміну від гармонізованих стандартів, які мають єдиний підхід до оцінювання точності методу згідно з ISO 5725-2003, метрологічна частина національних стандартів потребує удосконалення. Встановлено, що серед 77-х національних стандартів України (ДСТУ), що регламентують методи вимірювання в сфері якості ґрунтів, розділ «точність методів» відсутній у 12 % стандартів, з них у частини стандартів інформація щодо точності методів наведена у розділі «Сфера застосування», а в інших стандартах інформація взагалі відсутня. До того ж у розділі «точність методу» для характеризовування точності використовуються 23 різних показника (рис. 2).

Очевидним є відсутність єдиного підходу до характеризовування точності застандартизованих методів визначення складу та властивостей ґрунтів.



**Рис. 2. Показники точності застандартизованих методів визначення складу та властивостей ґрунтів**

Вимоги до характеристик точності методів установлюються в наступних нормативних документах: ДСТУ 1.5:2015, ДСТУ ГОСТ ИСО 5725:2005, ДСТУ-Н РМГ 61:2006 та ГОСТ 8.010-99, але, порівняння цих вимог (табл. 1) виявило відсутність єдиного підходу до характеристики точності методів й серед основоположних стандартів.

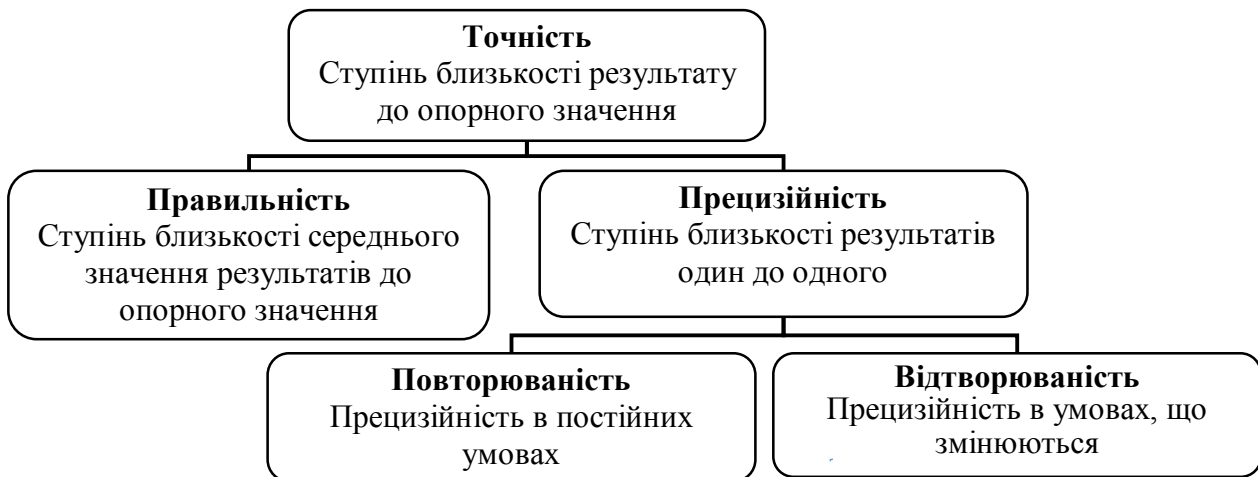
**Вимоги до точності методів**

Нормативний документ	Вимоги до точності методів
ДСТУ 1.5:2015	Границя допустимих похибок, точність розрахунків і ступінь округлення даних, дані про відтворення й дублювання результатів
ДСТУ ГОСТ ІСО 5725:2005	Правильність та прецизійність (повторюваність й відтворюваність)
ДСТУ-Н РМГ 61:2006	Точність, правильність, повторюваність, відтворюваність, внутрішньолабораторна прецизійність
ГОСТ 8.010-99	Похибка

Порівняно з усталеним у вітчизняній стандартизації та метрології підходом до оцінювання точності методів підхід у міжнародних стандартах, який регламентовано комплексом стандартів ISO 5725-2003 (в Україні - ДСТУ ГОСТ ІСО 5725:2005), має наступні основні відмінності:

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

Показники точності регламентовані ДСТУ ГОСТ ІСО 5725:2005 схематично представлено на рисунку 3.



**Рис. 3. Показники точності**

Показники точності (правильності та прецизійності) згідно з ДСТУ ГОСТ ІСО 5725-1:2005 повинні визначатися на основі серії результатів вимірювань, що представлені лабораторіями. Отже, на відміну від вітчизняної практики, процес стандартизації методу обов'язково включає в себе експеримент з оцінки точності: проводиться серія міжлабораторних порівняльних вимірювань, на основі результатів яких визначаються показники точності методу. Під час такого експерименту зразки матеріалу розсилають певній кількості лабораторій (згідно з ДСТУ ГОСТ ІСО 5725-1:2005 рекомендується не менше 8), що знаходяться в різних організаціях, різних країнах або, навіть, на різних континентах. Експеримент з оцінки точності розглядається в якості практичної перевірки метода вимірювань, що стандартизується. Таким чином, у процесі стандартизації метод вимірювання проходить своєрідну апробацію серед фахівців вимірювальних (аналітичних) лабораторій, працюючих у сфері призначення даного стандарту, в т.ч. у сфері якості ґрунтів.

Відповідне удосконалення процесу розробки стандартів на методи вимірювання, особливо оцінювання їх точності, дозволить підвищити якість методів вимірювання, в 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 на міжнародному рівні.

З метою впровадження сучасних міжнародних підходів було проведено оцінку прецизійності згідно з ДСТУ ГОСТ ІСО 5725-2:2005 методів визначення масової частки вуглецю органічної речовини, вмісту рухомих сполук фосфору та калію, рН, установлених такими стандартами: ДСТУ 4289:2004, ДСТУ 4115-2002, ГОСТ 26483-85. З цієї метою було використано дані міжлабораторних випробувань матеріалів-кандидатів галузевих стандартних зразків ґрунту, які проводились у 2013 році. У випробуваннях взяли участь 12 лабораторій різних установ України. До лабораторій було надіслано зразки матеріалів-кандидатів галузевих стандартних зразків ґрунту трьох типів: чорнозем типовий важкосуглинковий, чорнозем звичайний малогумусний легкоглинистий; дерново-підзолистий супіщаний ґрунт. Тим самим, ці міжлабораторні випробування задовольняли вимоги ДСТУ ГОСТ ІСО 5725-1:2005 до експерименту з точності за кількістю лабораторій (від 8 до 15 лабораторій) та матеріалів, що використовуються в експерименті (матеріали повинні в повній мірі представляти ті до яких цей метод застосовують на практиці і мати декілька різних матеріалів). Результати оцінювання прецизійності методів згідно з ДСТУ ГОСТ ІСО 5725-2:2005 приведено в таблиці 2.

Таблиця 2

### Результати оцінювання прецизійності методів

Показник, одиниця вимірювання	Нормативний документ на метод визначення	Кількість лабораторій	Стандартний відхил повторюваності, $S_r$	Стандартний відхил відтворюваності, $S_R$
Масова частка вуглецю органічної речовини, %	ДСТУ 4289	11	0,112	0,123
Масова частка рухомих сполук 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

Використання значень точності на практиці, у випадку, коли вимірювання виконують за стандартним методом, стандартні відхили повторюваності та відтворюваності якого відомі, регламентує стандарт ДСТУ ГОСТ ІСО 5725-6:2005. Згідно з цим стандартом процес перевірки прийнятності виконаних вимірювань лабораторії зводиться до порівняння розходження результатів з критичним значенням, що значно спрощує оцінювання результатів, адже не потрібно кожний раз розраховувати похибку вимірювання.

Проведено згідно з ДСТУ ГОСТ ІСО 5725-4:2005 оцінку правильності методів визначення масової частки вуглецю органічної речовини, вмісту рухомих сполук фосфору та калію, рН, установлених такими стандартами: ДСТУ 4289:2004, ДСТУ 4115-2002, ГОСТ 26483-85. Розрахунок правильності проводився на основі даних атестаційних вимірювань матеріалу-кандидату державного стандартного зразка складу (агрохімічних показників) чорнозему типового важкосуглинкового, що були проведені у 2015 році. У вимірюваннях взяли участь 14 лабораторій різних установ України. До лабораторій було направлено матеріал-кандидат державного стандартного зразка складу (агрохімічних показників) чорнозему типового важкосуглинкового. У результаті оцінки були отримані кількісні значення правильності (систематичної похибки) методів, на основі яких визначено, що систематична похибка усіх чотирьох методів є незначимою, це свідчить про можливість отримувати за цими методами коректний результат вимірювання.

Отримані оцінки прецизійності та правильності дозволяють лабораторіям перевіряти стабільність своїх результатів та отримувати, таким чином, доказ для підтвердження своєї компетентності у відношенні як систематичної похибки, так і повторюваності результатів своїх вимірювань шляхом регулярних вимірювань стандартних зразків або участі в Програмах міжлабораторних порівняльних вимірювань.

### **ОЦІНЮВАННЯ ТОЧНОСТІ ВИМІРЮВАНЬ**

У вітчизняній практиці для оцінювання точності вимірювань використовується термін «похибка», тоді як в міжнародній – прийнято термін «невизначеність». Аналіз цих понять дозволив виявити основні відмінності: опорні точки (похибка відноситься до істинного значення, а невизначеність до результату вимірювання) та класифікація (похибку поділяють за природою появи на систематичну та випадкову, а невизначеність – за способом оцінювання: методами математичної статистики або іншими методами), до того ж похибка є конкретною реалізацією випадкової величини і завжди має певний знак (позитивна або від'ємна), невизначеність же характеризує розсіювання значень, а отже є завжди позитивним параметром сукупності можливих значень випадкової величини. І хоча кількісні оцінки похибки та невизначеності можна визначити на основі одних і тих самих даних (параметрів моделі, характеристик засобів вимірювальної техніки, умов проведення вимірювань тощо) процедури розрахунку невизначеності та похибки відрізняються.

Подібними для обох підходів є послідовність початкових дій під час оцінювання характеристик похибки та невизначеності вимірювань:

- опис вимірюваної величини, аналіз рівняння вимірювання;
- виявлення усіх джерел похибки/невизначеності вимірювань;
- внесення поправок на відомі систематичні ефекти, які можливо виключити.

Відмінності виникають під час реалізації наступних дій:

- отримання кількісних оцінок складових похибки/невизначеності та їх додавання;
- розрахунок інтервальних оцінок точності результату вимірювання.

Існує дві оцінки невизначеності: оцінка по типу А та оцінка по типу В.

Оцінювання (невизначеності) по типу А – метод оцінювання невизначеності шляхом статистичного аналізу ряду спостережень. Стандартна невизначеність по типу А ( $u_A$ ) оцінюється за результатами багатократних вимірювань.

Оцінювання (невизначеності) по типу В – метод оцінювання іншим способом ніж статистичний аналіз рядів спостережень. Стандартна невизначеність по типу В ( $u_B$ ) використовується для оцінки величини, яка не була отримана в результаті повторних спостережень. Вона визначається на основі наукового міркування, що ґрунтується на всій доступній інформації про можливу змінність вимірюваної величини (наприклад, дані попередніх вимірювань, дані, що отримані в результаті досвіду, або загальні знання про поведження і властивості відповідних матеріалів і приладів, специфікації виробників, дані, що приводяться у свідоцтвах про перевірку або в інших сертифікатах, невизначеності, які приписані довідковим даним, узятим із довідників).

Після оцінки всіх складових невизначеності розраховують сумарну стандартну невизначеність.

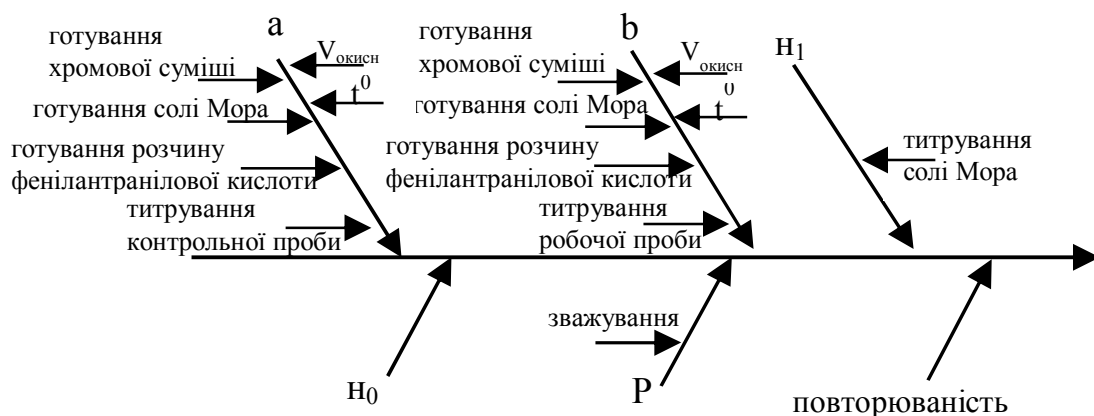
Сумарна стандартна невизначеність ( $u_c$ ) – це стандартна невизначеність результату вимірювання, отримана за значеннями ряду інших величин, що входять у рівняння вимірювання, яка дорівнює позитивному кореню з суми квадратів стандартних невизначеностей цих величин з урахуванням коефіцієнтів впливу і їх кореляційних зв'язків.

Після розрахунку сумарної стандартної невизначеності оцінюють розширену невизначеність.

Розширена невизначеність ( $U$ ) – величина, що визначає інтервал навколо результату вимірювання, в границях якого може знаходитись більша частина розподілу значень, які з достатньою основою можна приписати до вимірюваної величини. Розширену невизначеність отримують у результаті множення сумарної стандартної невизначеності на коефіцієнт охопту, який обирається залежно від довірчої ймовірності (рівня довіри), зазвичай він знаходиться в межах 2 - 3.

Алгоритм та процедура оцінювання невизначеності вимірювання включають в себе чотири етапи: опис вимірюваної величини, виявлення джерел невизначеності, кількісний опис складових невизначеності та розрахунок розширеної невизначеності.

Для оцінювання невизначеності на практиці було обрано визначення масової частки вуглецю органічної речовини згідно з ДСТУ 4289:2004. На підставі аналізу процедури визначення масової частки вуглецю органічної речовини складено діаграму «причина-наслідок», де нанесено всі виявлені джерела невизначеності, але для спрощення нанесено самі процеси, під час яких виникають додаткові джерела невизначеності, а не всі величини, що впливають (рис. 4).



**Рис. 4. Діаграма «причина-наслідок» для процесу визначення масової частки вуглецю органічної речовини:**

а – кількість розчину солі Мора, витрачена на титрування контрольної («холостої») проби,  $\text{см}^3$ ;

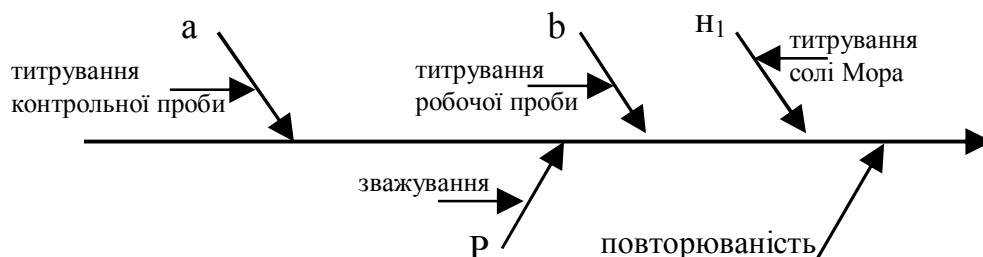
б – кількість розчину солі Мора, витрачена на титрування хромової суміші проби,  $\text{см}^3$ ;

$n_1$  – нормальність робочого розчину солі Мора,  $\text{г-екв/дм}^3$ ;

$n_0$  – нормальність точного розчину солі Мора  $0,1 \text{ г-екв/дм}^3$ ;

Р – наважка ґрунту, г.

Після аналізу «причина-наслідок» усунуто дублювання факторів, що впливають, і підсумкова діаграма має наступний вигляд (рис. 5):



**Рис. 5. Підсумкова діаграма «причина-наслідок»**

Для розрахунку невизначеності взято дані визначення масової частки вуглецю органічної речовини в державному стандартному зразку чорнозему типового важкосуглинкового. Значення факторів, що впливають, які отримані у результаті лабораторних вимірювань, та їх розраховані стандартні невизначеності зведено у табл. 3.

Таблиця 3

**Значення факторів, що впливають, та їх стандартні невизначеності**

Найменування	Значення	Невизначеність
Кількість розчину солі Мора, витрачена на титрування контрольної («холостої») проби, $\text{см}^3$	21,90	0,055
Кількість розчину солі Мора, витрачена на титрування хромової суміші проби, $\text{см}^3$	11,45	0,078
Нормальність робочого розчину солі Мора, $\text{г-екв/дм}^3$	0,197	0,055
Наважка ґрунту, г	0,2	0,001
Повторюваність	-	0,112

За значеннями стандартних невизначеностей факторів, що впливають, розрахована сумарна стандартна невизначеність результату визначення масової частки вуглецю органічної речовини в державному стандартному зразку ґрунту, що дорівнює 0,3 %.



Визначено, що розширена невизначеність із застосуванням коефіцієнту охопту, що дорівнює 2, який дає рівень достовірності приблизно 95 %, дорівнює 0,6 %. Отже, результат визначення масової частки вуглецю органічної речовини в державному стандартному зразку ґрунту –  $(3,09 \pm 0,60) \%$ .

Наведений розрахунок є прикладом для розрахунків невизначеності вимірювань інших показників якості ґрунтів, зокрема тих, що застосовуються під час моніторингу ґрунтів або тих, що вимірюються в рамках виконання міжнародних договорів. А в зв'язку з міжнародною направленістю розвитку досліджень в сфері якості ґрунтів та метрології, впровадження терміну «невизначеність» у практичну діяльність вимірювальних лабораторій у сфері якості ґрунтів та вміння персоналу лабораторій оцінювати точність результату вимірювань за допомогою вищезазначеної процедури є актуальним.

## **СИСТЕМА КЕРУВАННЯ ЯКІСТЮ ВИМІРЮВАНЬ**

Система керування якістю вимірювання установлює загальні вимоги і містить настанови щодо керування процесами вимірювання та метрологічного підтвердження придатності вимірювального обладнання, яке використовують. У широкому сенсі розроблена система керування складається з організаційної структури разом із системою планування, процесами діяльності, ресурсами та документацією, які потрібні для досягнення визначених цілей у сфері якості. Положення системи поширюється на процеси вимірювання в сфері контролю стану та визначення характеристик ґрунтів, на вимірювальне обладнання, що використовується для виконання вимірювань в цій сфері та необхідні допоміжні процеси.

Більш детально розроблена система керування якістю вимірюваннями містить цілі у сфері якості та вимоги і положення щодо:

- відповідальності керівництва;
- керування ресурсами, до яких відноситься: людські ресурси (персонал), інформаційні ресурси (методики та програмне забезпечення), протоколи, матеріальні ресурси (вимірювальне обладнання та доквілля) та сторонні постачальники;
- метрологічного підтвердження вимірювального обладнання;
- процесу вимірювання, зокрема до поточного оцінювання результатів, забезпечення простежуваності, внутрішнього та зовнішнього контролю точності;
- аналізування та поліпшування системи керування вимірюванням, що включає в себе аналіз інформації стосовно задоволеності замовника, контроль невідповідностей, коригувальні дії та запобіжні дії.

Впровадження розробленої системи керування якістю не може гарантувати безпомилкову роботу лабораторії, але вона дозволяє досягти стабільних і повторюваних результатів вимірювання, підвищити ефективність роботи та конкурентоспроможність лабораторії.

## **ВИСНОВКИ**

У дисертації наведено теоретичне узагальнення метрологічних вимог та запропоновано науково обґрунтовану, адаптовану до сучасних вимог систему метрологічного забезпечення аналітичних робіт, впровадження якої сприятиме підвищенню достовірності і точності результатів вимірювань у сфері якості ґрунтів.

Основні наукові і практичні результати, отримані в роботі полягають у наступному:

1. Встановлено, що основною тенденцією розвитку метрологічного забезпечення є перехід від тієї системи, що існувала раніше, яка вирішувала завдання забезпечення єдності і необхідної точності вимірювань до принципово нової системи метрологічного забезпечення, з обов'язковим впровадженням міжнародних вимог до аналітичних методів, точності та достовірності результатів вимірювань, та, в цілому, до системи керування якістю вимірювань, що виконують у вимірювальних лабораторіях.

2. Встановлено, що в сфері якості ґрунтів наукова основа метрологічного забезпечення частково адаптована до сучасних вимог, організаційна основа є нерозвиненою, а технічна основа тільки на початку модернізації.

3. Визначено, що основними шляхами удосконалення метрологічного забезпечення є впровадження систем керування якістю вимірювань в роботу лабораторій, з відповідною підготовкою та навчанням персоналу сучасним метрологічним вимогам, термінам та підходам як до організації процесу вимірювання, так і до оцінювання якості результату.

4. Аналіз вимог до діяльності вимірювальних лабораторій, які регламентуються в основоположних законодавчих та нормативних документах, показав, що для підтвердження компетентності лабораторій є два шляхи: акредитація вимірювальних (випробувальних) лабораторій чи добровільне оцінювання стану вимірювань в метрологічних лабораторіях. В обох випадках вимоги до вимірювальних лабораторій регламентуються гармонізованими з міжнародними національними стандартами України, в яких основною вимогою є впроваджена та реально працююча система керування якістю.

5. Порівняння та аналіз процедур атестації та акредитації вимірювальних лабораторій установив, що процедура акредитації складніша через більш високий рівень вимог до компетентності лабораторій, зокрема до системи керування якістю, що охоплює всі складові процесу вимірювання. Визначено, що впровадження сучасних вимог до лабораторій стримує застаріла матеріально-технічна база, недостатня увага до контролювання якості й забезпечення простежуваності за допомогою використання стандартних зразків ґрунту та участі в Програмах міжлабораторних порівняльних вимірювань, а також відсутність реально працюючих систем керування якістю та недостатня обізнаність персоналу щодо сучасних метрологічних підходів до оцінювання точності. Запропоновано вирішення цих проблем шляхом організації діяльності лабораторій в межах системи керування якістю з урахуванням міжнародних вимог щодо оцінювання точності вимірювань, обов'язковою участю в Програмах міжлабораторних порівняльних вимірювань та використання стандартних зразків ґрунту для забезпечення простежуваності та контролю якості вимірювань.

6. Аналіз та порівняння підходів до оцінювання точності в національних стандартах та національних стандартах, гармонізованих з міжнародними на методи визначення складу та властивостей ґрунтів показав, що на відміну від вітчизняної практики, де для характеризування точності методів використовується близько 20-ти різних термінів, процес стандартизації методу за міжнародними вимогами має чітко регламентовані терміни, які використовують для описування точності метода вимірювання, а також обов'язково включає в себе експеримент з оцінки точності.

Під час такого експерименту проводиться серія міжлабораторних порівняльних вимірювань, на основі результатів яких визначаються показники точності методу, і, таким чином, метод вимірювань, що стандартизується, проходить практичну перевірку.

7. Обґрунтовано переваги підходу до розрахунку точності методів у сфері якості ґрунтів та показано, що відповідне удосконалення порядку розробки стандартів на методи вимірювання, особливо процесу оцінки їх точності, дасть змогу підвищити якість методів вимірювання в сфері контролю стану та визначення характеристик якості ґрунтів, спростити процес оцінювання точності результатів, чітко регламентувати терміни, які потрібно використовувати для описування точності метода, а головне досягти єдності підходів з міжнародними стандартами та вимогами, а отже й визнання результатів вимірювання іншими організаціями.

8. Практичне впровадження вимог щодо оцінювання прецизійності методів згідно з ДСТУ ГОСТ ІСО 5725-2:2005 було проведено на основі даних міжлабораторних випробувань галузевих стандартних зразків ґрунту шляхом розрахунку прецизійності методів визначення масової частки вуглецю органічної речовини, вмісту рухомих сполук фосфору і калію, рН, установлених в ДСТУ 4289:2004, ДСТУ 4115-2002, ГОСТ 26483-85. Визначено наступні міри прецизійності: для методу визначення масової частки вуглецю органічної речовини стандартні відхилення повторюваності  $S_r = 0,112 \%$ , відтворюваності  $S_R = 0,123 \%$ ; для методу визначення вмісту рухомих сполук фосфору стандартні відхилення повторюваності  $S_r = 2,839 \%$ , відтворюваності  $S_R = 3,390 \%$ ; для методу визначення вмісту рухомих сполук калію стандартні відхилення повторюваності  $S_r = 5,499 \%$ , відтворюваності  $S_R = 6,823 \%$ ; для методу визначення рН стандартні відхилення повторюваності  $S_r = 0,131 \%$ , відтворюваності  $S_R = 0,138 \%$ .

9. Практичне впровадження вимог щодо оцінювання правильності методів згідно з ДСТУ ГОСТ ІСО 5725-4:2005 було проведено на основі даних атестаційних вимірювань матеріалу державного стандартного зразка складу (агрохімічних показників) чорнозему типового важкосуглинкового шляхом розрахунку правильності методів визначення масової частки вуглецю органічної речовини, вмісту рухомих сполук фосфору і калію, рН, установлених в ДСТУ 4289:2004, ДСТУ 4115-2002, ГОСТ 26483-85. За результатами оцінювання було отримано кількісні значення правильності (систематичної похибки) методів, на основі яких визначено, що систематична похибка усіх чотирьох методів є незначимою, це свідчить про можливість методів вимірювання давати коректний результат.

10. Визначено основні відмінності між поняттями «похибка» та «невизначеність»: опорні точки (похибка відноситься до істинного значення, а невизначеність до результату вимірювання) та класифікація (похибку поділяють за природою появи на систематичну та випадкову, а невизначеність – за способом оцінювання: методами математичної статистики або іншими методами), до того ж похибка є конкретною реалізацією випадкової величини і завжди має певний знак (позитивна або від’ємна), невизначеність характеризує розсіювання значень, а отже завжди позитивний параметр сукупності можливих значень випадкової величини.

11. Наведено алгоритм та процедуру оцінювання невизначеності вимірювання, за якими проведено оцінювання невизначеності, на прикладі визначення масової частки вуглецю органічної речовини в державному стандартному зразку ґрунту. Визначено, що розширена невизначеність дорівнює 0,6 %, а отже результат визначення масової частки вуглецю органічної речовини в державному стандартному зразку ґрунту становить  $(3,09 \pm 0,60)$  %. Проведений розрахунок є прикладом для подальших розрахунків невизначеності вимірювань інших показників якості ґрунтів, зокрема тих, що застосовуються під час моніторингу ґрунтів або тих, що вимірюються в рамках виконання міжнародних договорів.

12. Розроблено систему керування якістю вимірювань, що встановлює загальні вимоги і містить настанови щодо керування процесами вимірювання та метрологічного підтвердження придатності вимірювального обладнання, яке використовують. Положення системи поширюються на процеси вимірювання в сфері контролю стану та визначення характеристик ґрунтів, на вимірювальне обладнання, що використовується для виконання вимірювань в цій сфері та необхідні допоміжні процеси.

### **РЕКОМЕНДАЦІЇ ВИРОБНИЦТВУ**

Установам, які займаються розробкою методів вимірювання складу та властивостей ґрунтів, рекомендується під час розробки та оцінювання точності методу використовувати комплекс національних стандартів гармонізованих з міжнародними ДСТУ ГОСТ ІСО 5725:2005, що дозволить виявити та усунути недоліки методів на стадії їх апробації та установити показники точності методів згідно з міжнародною практикою.

Установам, які мають вимірювальні лабораторії, впроваджувати систему метрологічного забезпечення аналітичних робіт, в тому числі, систему керування якістю вимірювань в роботу лабораторій, а також брати участь у Програмах міжлабораторних порівняльних вимірювань й використовувати стандартні зразки ґрунту для забезпечення простежуваності та контролю якості вимірювань, що дозволить досягти стабільних і повторюваних результатів вимірювання, підвищити ефективність роботи та конкурентоспроможність лабораторії.

### **СПИСОК ОПУБЛІКОВАНИХ ПРАЦЬ ЗА ТЕМОЮ ДИСЕРТАЦІЇ**

#### ***Наукові праці, в яких опубліковані основні наукові результати дисертації***

1. Шовковська А.В. Про необхідність розвитку метрологічного забезпечення у сфері якості ґрунтів // Вісник аграрної науки. – 2015. – № 4. – С. 70-72.

2. Шовковська А.В., Лазебна М.Є. Акредитація лабораторій – шлях до підвищення рівня аналітичних робіт у сфері якості ґрунтів // Агрохімія і ґрунтознавство. – 2015. – № 84. – С. 141-145 (*аналіз та порівняння процедур акредитації та атестації, узагальнення, написання статті – спільно, підготовка до друку*).

3. Шовковська А.В. Проблеми діяльності вимірювальних лабораторій галузі якості ґрунтів та способи їх розв'язання // Вісник аграрної науки. – 2016. – № 6. – С. 68-71.

4. Шовковська А.В. Впровадження міжнародних підходів до оцінювання точності методів у національну практику аналітичних досліджень у ґрунтознавстві // Агрохімія і ґрунтознавство. – 2016. – № 85. – С. 108-112.

5. Шовковская А.В. Оценка точности методов определения состава и свойств почв // Почвоведение и агрохимия. – Минск, 2016. – № 1 (56). – С. 44-50.

***Опубліковані праці апробаційного характеру***

6. Проблемы метрологического обеспечения измерений в почвоведении и агрохимии и пути их решения / Я.В. Бородин, М.Е. Лазебная, Л.В. Ткаченко, О.И. Назаренко, И.А. Прохорова, А.В. Шовковская // Охорона ґрунтів – основа сталого розвитку України : матеріали ІХ з'їзду Українського товариства ґрунтознавців та агрохіміків (Миколаїв, 30 червня – 4 липня 2014 р.) / Х. : ННЦ «ІА імені О.Н.Соколовського», 2014. – С. 106 – 108 (*узагальнення теоретичних матеріалів*).

7. Шовковська А.В. Метрологічна складова нормативно-методичного забезпечення у сфері охорони та якості ґрунтів // Агрохімічні та агроекологічні проблеми підвищення родючості ґрунтів і використання добрив : матеріали міжнар. наук.-практ. інтернет-конф. (Дубляни, 08 – 10 червня 2015 р.). – Дубляни, 2015. – С. 183-189.

8. Шовковська А.В. Сучасний стан, проблеми та тенденції розвитку метрологічного забезпечення у сфері якості ґрунтів // Охорона ґрунтів та підвищення їх родючості : матеріали всеукр. наук.-практ. конф. (Одеса, 16 – 17 вересня 2015 р.). – К., 2015. – С. 132-133.

***Опубліковані праці, які додатково відображають наукові результати дисертації***

9. Лазебна М.Є., Кравченко В.М., Шовковська А.В. Рекомендації щодо проведення метрологічного контролю робіт із сертифікації земель в умовах органічного землеробства. – Харків, 2015. – 16 с. (*аналіз та узагальнення метрологічних вимог, розроблення рекомендацій – спільно*).

10. Лазебна М.Є., Шовковська А.В. Інструкція щодо проведення контролю точності результатів вимірювання та аналізування у вимірювальних (аналітичних) лабораторіях в сфері якості та контролю стану ґрунтів. – Харків, 2016. – 16 с. (*визначення порядку проведення контролю точності, розроблення інструкції - спільно*).

11. Лазебна М.Є., Шовковська А.В. Впровадження сучасних метрологічних вимог у практиці вимірювальних (аналітичних) лабораторій // Вісник аграрної науки. – 2016. – Спец. вип., жовтень. – С. 92-95 (*аналіз вимог до вимірювальних лабораторій, узагальнення, написання статті – спільно, підготовка до друку*).

**АНОТАЦІЯ**

**Шовковська А.В. Система метрологічного забезпечення аналітичних робіт у сфері якості ґрунтів.** – На правах рукопису.

Дисертація на здобуття наукового ступеня кандидата сільськогосподарських наук за спеціальністю 06.01.03 – агроґрунтознавство і агрофізика. – Національний науковий центр «Інститут ґрунтознавства та агрохімії імені О.Н. Соколовського», Харків, 2018.

Дисертацію присвячено питанням розроблення (удосконалення) і впровадження адаптованої до сучасних вимог системи метрологічного забезпечення аналітичних робіт. Обґрунтовано доцільність і необхідність удосконалення

метрологічного забезпечення. Проаналізовано сучасні вимоги до діяльності вимірювальних лабораторій, визначено проблеми, що стримують впровадження сучасних вимог, та запропоновано шляхи їх вирішення.

Проаналізовано підходи до оцінювання точності методів визначення складу та властивостей ґрунтів. Обґрунтовано переваги міжнародного підходу до розрахунку точності методів. Практично впроваджено даний підхід шляхом розрахунку точності методів визначення масової частки вуглецю органічної речовини, вмісту рухомих сполук фосфору і калію, рН.

Проаналізовано підходи до оцінювання точності результатів вимірювань. Наведено алгоритм і процедуру оцінювання невизначеності вимірювання та проведено оцінювання невизначеності, на прикладі визначення масової частки вуглецю органічної речовини.

Розроблено систему керування якістю вимірювань, положення якої поширюються на процеси вимірювання в сфері контролю стану та визначення характеристик ґрунтів, на вимірювальне обладнання, що використовується для виконання вимірювань в цій сфері, та необхідні допоміжні процеси.

**Ключові слова:** метрологічне забезпечення, підтвердження компетентності вимірювальної лабораторії, простежуваність, точність методів визначення складу та властивостей ґрунтів, правильність, прецизійність, точність вимірювань, невизначеність вимірювань, система керування якістю вимірювань.

## АННОТАЦИЯ

**Шовковская А.В. Система метрологического обеспечения аналитических работ в сфере качества почв.** – На правах рукописи.

Диссертация на соискание ученой степени кандидата сельскохозяйственных наук по специальности 06.01.03 – агропочвоведение и агрофизика. – Национальный научный центр «Институт почвоведения и агрохимии имени А.Н. Соколовского», Харьков, 2018.

В диссертации приведено теоретическое обобщение и предложено научно обоснованные подходы к разработке (усовершенствованию) и внедрению адаптированной к современным требованиям системы метрологического обеспечения аналитических работ, которая будет способствовать повышению достоверности и точности результатов измерений в сфере качества почв.

Определено цель, задачи и составляющие метрологического обеспечения почвенных исследований. Анализ состояния и тенденций развития метрологического обеспечения, в частности, научных, организационных и технических его основ позволил определить основной путь совершенствования метрологического обеспечения: внедрение систем управления качеством измерений в работу лабораторий, с соответствующей подготовкой и обучением персонала современным метрологическим требованиям, терминам и подходам как к организации процесса измерения, так и к оценке качества результата.

Анализ современных требований к деятельности измерительных лабораторий выявил основные проблемы, возникающие на пути внедрения современных требований в лаборатории. Их решение предложено путем организации деятельности

лабораторий в рамках системы управления качеством с учетом международных требований по оценке точности измерений, обязательным участием в программах межлабораторных сравнительных измерений и использованием стандартных образцов почвы для обеспечения прослеживаемости и контроля качества измерений.

Анализ нормативно-методической базы, регламентирующей методы определения состава и свойств почв, в частности метрологической части соответствующих национальных стандартов, выявил отсутствие единого подхода к оценке точности методов, что приводит к путанице и недоразумениям при использовании стандартов в измерительных (аналитических) лабораториях.

Для определения единого оптимального подхода проведены анализ и сравнение подходов к оценке точности в национальных стандартах и национальных стандартах гармонизированных с международными на методы определения состава и свойств почв, которые позволили обосновать преимущества международного подхода при расчете точности методов в области качества почв. Данный подход практически внедрен путем расчета точности методов определения массовой доли углерода органического вещества, содержания подвижных соединений фосфора и калия, рН.

Анализ понятий «погрешность» и «неопределенность» выявил их основные отличия: опорные точки и классификация, к тому же погрешность является конкретной реализацией случайной величины и всегда имеет определенный знак (положительный или отрицательная), неопределенность же характеризует рассеивание значений, а значит всегда положительный параметр совокупности возможных значений случайной величины. В диссертационной работе приведены алгоритм и описана процедура оценки неопределенности измерений. Проведена оценка неопределенности на примере определения массовой доли углерода органического вещества в государственном стандартном образце почвы.

Разработанная в рамках диссертационной работы система управления качеством измерений устанавливает общие требования и содержит рекомендации по управлению процессами измерения и метрологического подтверждения пригодности используемого измерительного оборудования. Положения данной системы распространяются на процессы измерения в сфере контроля состояния и определения характеристик почв, на измерительное оборудование, используемое для выполнения измерений в этой сфере и необходимые вспомогательные процессы.

**Ключевые слова:** метрологическое обеспечение, подтверждение компетентности измерительной лаборатории, прослеживаемость, точность методов определения состава и свойств почв, правильность, прецизионность, точность измерений, неопределенность измерений, система управления качеством измерений.

## SUMMARY

**Shovkovska A.V. The system of metrological support of analytical works in the field of soil quality – Manuscript.**

Dissertation for the degree of a candidate of agricultural sciences in specialty 06.01.03 - agro-soil science and agro-physics. - National Scientific Center “Institute for Soil Science and Agrochemistry Research named after O. N. Sokolovsky”, Kharkiv, 2018.

The dissertation is devoted to the questions of development (improvement) and introduction of the system of metrological support of analytical works adapted to the modern requirements. The expediency and necessity of improvement of metrological maintenance is substantiated. The modern requirements to the activity of measuring laboratories are analyzed, problems are encountered that impede the implementation of modern requirements, and the ways of their solution are proposed.

Approaches to the estimation of accuracy of methods of determination of composition and soil properties are analyzed. The advantages of the international approach to the calculation of accuracy of methods are substantiated. Almost implemented this approach by calculating the accuracy of methods for determining the mass fraction of carbon of organic matter, the content of mobile compounds of phosphorus and potassium, pH.

The approaches to measuring the accuracy of measurements are analyzed. An algorithm and procedure for estimating uncertainty of measurement is given and an estimation of uncertainty is carried out on an example of determination of mass fraction of carbon of organic matter.

A system for measuring the quality of the measurement system has been developed. The provisions of this system to measuring processes in the field of state control and determination of soil characteristics, on measuring equipment used to perform measurements in this area and the necessary support processes.

**Key words:** metrological support, confirmation of the competence of the measuring laboratory, traceability, accuracy of methods for determining the composition and properties of soils, correctness, precision, accuracy of measurements, measurement uncertainty, measurement quality control system.



