



## МСУ ӘЗІРЛЕУ ТОПЫРАҚТЫҢ АГРОХИМИЯЛЫҚ КӨРСЕТКІШТЕРІНІҢ ҚҰРАМЫ

### АҢДАТПА

**Аңдатпа.** Мақалада кәдімгі қарапайым сұр топырақ пен ашық каштан түріндегі топырақ құрамының ұлттық стандартты үлгілерін әзірлеу мәселелері қарастырылады. Түйін сөздер: стандартты үлгі, топырақ, аттестатталған мәні. Әзірленген стандартты үлгілер топырақтың агрохимиялық көрсеткіштерін бағалау және өлшеу нәтижелерінің дәлдігін бақылау үшін талдауларды орындау кезінде қажет.

## РАЗРАБОТКИ ГСО СОСТАВА АГРОХИМИЧЕСКИХ ПОКАЗАТЕЛЕЙ ПОЧВ

### АННОТАЦИЯ

**Аннотация.** В статье рассматриваются вопросы разработки национальных стандартных образцов состава почвы серозем обыкновенный и почвы светло-каштанового типа. Разработанные стандартные образцы необходимы при выполнении анализов по оценке агрохимических показателей почвы и контроле точности результатов измерений.

**Ключевые слова:** Стандартный образец, почвы, аттестованное значение

## DEVELOPMENT OF THE SRM COMPOSITION OF AGROCHEMICAL PARAMETERS OF SOILS

### ANNOTATION

**Abstract:** The article discusses the issues of developing national standard samples of the composition of ordinary sierozem soil and light chestnut soil. The developed reference samples are necessary when performing analyses to evaluate agrochemical parameters of the soil and control the accuracy of measurement results.

**Keywords:** standard sample, soils, certified value



## ВВЕДЕНИЕ

В настоящее время в Республике Казахстан уделяется большое внимание вопросу обеспечения рационального и эффективного контроля за использованием и охраной земель сельскохозяйственного назначения, лесного фонда и оценке экологического состояния земельного фонда. При оценке качества земель сельскохозяйственного назначения в первую очередь проводится оценка показателей плодородия (агрохимических показателей) почвы в соответствии с действующими Правилами проведения агрохимического обследования почв [1].

Вопросы по метрологическому обеспечению лабораторий агрохимического анализа почв, в частности, обеспечением их СО утвержденных типов (далее – государственные стандартные образцы, ГСО), в настоящий момент стоят довольно остро. Для контроля точности результатов измерений лаборатории в основном используют стандартные образцы различных категорий (МСО, ГСО, СОП) зачастую СО зарубежного выпуска, для которых необходима процедура допуска к применению в соответствии с [2].

Одним из самых распространенных методов проведения оперативного контроля точности результатов измерений, в том числе и при оценке агрохимических показателей почв, является метод с применением образцов контроля в виде стандартных образцов (далее – СО) с аттестованными значениями.

Стандартные образцы (далее – СО) – материал (вещество) с установленными показателями точности измерений и метрологической прослеживаемостью, достаточно однородный и стабильный в отношении определенных свойств для того, чтобы использовать его при измерении или при оценивании качественных свойств в соответствии с предполагаемым назначением [2].

Целью данной статьи является рассмотрение основных моментов процесса разработки государственных стандартных образцов состава почвы: KZ.04.01.00421-2023 ГСО состава почвы серозем обыкновенный СО Сс2 и KZ.04.01.00425-2023 ГСО состава почвы светло-каштановой СО К1, применяемых для метрологического обеспечения работ, связанных с бонитировкой почв, почвенных, почвенно-мелиоративных и других изысканиях при определении валовых и подвижных форм элементов питания растений.

## МЕТОДОЛОГИЯ РАЗРАБОТКИ ГСО

Основными этапами разработки СО природного происхождения являются:

1. Отбор материала – кандидата в СО и его пробоподготовка;
2. Оценка однородности материала – кандидата в СО;
3. Установление аттестованных значений;
4. Оценка стабильности материала – кандидата в СО;
5. Установление срока годности СО.

При разработке ГСО состава почв в качестве аттестуемых характеристик СО были установлены следующие показатели: массовая доля агрохимических показателей почвы – органического вещества (метод Тюрина), азота общего, подвижных соединений фосфора и калия (метод

Мачигина), подвижной серы, а также молярная доля обменного кальция и магния, рН водной вытяжки. Выбор аттестуемых показателей СО был осуществлен на основании требований действующих Правил [1].

Одним из наиболее часто применяемых способов установления аттестованных значений при разработке СО дисперсных материалов является способ межлабораторной метрологической аттестации с привлечением не менее 10 компетентных аккредитованных лабораторий. В процессе разработки СО состава почв к аттестационным исследованиям путем межлабораторного эксперимента были привлечены 14 испытательных/аналитических лабораторий Республики Казахстан, проводящих агрохимический анализ почв. Установление аттестованных значений проводилось методами спектрофотометрии, титриметрии, потенциометрии по стандартизированным методикам выполнения измерений [3 – 7].

## ОТБОР МАТЕРИАЛА – КАНДИДАТА В СО

В качестве исходного материала для изготовления СО был использован материал почвы общей массой не менее 200 кг (для каждого типа СО), отобранный и подготовленный квалифицированными специалистами НАО «Государственная корпорация «Правительство для граждан» с учетом требований [8, 9]: почва светло-каштанового типа (СО К1) – отобрана с пахотного горизонта (глубиной не более 20 см) на специально отведенном участке светло-каштановых почв, выделенных на территории Каратальского сельского округа Зайсанского района Восточно-Казахстанской области; почва типа серозем обыкновенный – с пахотного горизонта сероземов обыкновенных северных, выделенных на территории учетного квартала 05-24-080 (Карабулакский сельский округ) Урждарского района Восточно-Казахстанской области.

Подготовка материала была проведена путем очистки почвенного материала от различных включений мелких камней, остатков растений, высушивания материала почвы, измельчения и отсева материала-кандидата в СО на ситах с ячейкой 1 мм.

При разработке СО состава почв необходимо обратить особое внимание на обеспечение однородности и стабильности материала СО. С этой целью дополнительно была проведена гомогенизация общей массы исходного материала методом механического перемешивания способом с кольца на конус.



### ОЦЕНКА ОДНОРОДНОСТИ

Оценка однородности аттестуемых характеристик проводилась по [10] на базе лаборатории агрохимического анализа почв НАО «Восточно-Казахстанский технический университет им. Д. Серикбаева», в качестве показателей-индикаторов были выбраны основные показатели – массовая доля азота общего и рН водной вытяжки. В соответствии с установленным алгоритмом было установлено число отбираемых проб, с учетом допускаемого значения погрешности аттестованного значения СО и среднего квадратического отклонения методики анализа аттестуемого компонента [4, 6], при этом для каждого типа почв число отбираемых проб N – составило 14, число многократных измерений J – 5. Пробы для оценки однородности были отобраны с разных точек общей массы материала почвы, подвергнуты квартованию [8, 9] и проанализированы в условиях внутрилабораторной прецизионности.

При оценке однородности материала – кандидата в СО состава почвы были установлены значения погрешности / расширенной неопределенности от неоднородности (в абсолютных и относительных единицах, S<sub>n</sub>, U<sub>n</sub>), результаты представлены в таблице 1.

■ Таблица 1

Тип ГСО почвы	Компонент-индикатор	S <sub>n</sub> *, %
ГСО состава почвы серозем обыкновенный СО Сс <sub>2</sub>	рН водной вытяжки, ед. рН	0,53
	Массовая доля азота общего, %	0,76
ГСО состава почвы светло-каштановой СО К <sub>1</sub>	рН водной вытяжки, ед. рН	0,42
	Массовая доля азота общего, %	0,64
* Соответствует границам относительной расширенной неопределенности от неоднородности U <sub>n</sub> (P = 0,95, k=2), %		

### УСТАНОВЛЕНИЕ АТТЕСТОВАННЫХ ЗНАЧЕНИЙ

Установление аттестованных значений агрохимических показателей почвы проводилось в соответствии с алгоритмом, изложенным в [12], путем проведения межлабораторного эксперимента. Для этого пробы почвы, в количестве, необходимом для проведения анализов, были направлены в 14 компетентных агрохимических лабораторий. Результаты для каждого анализируемого показателя были получены в условиях повторяемости (n = 4) и межлабораторной прецизионности (L = 14), проверены на выбросы по методу Граббса. Полученные результаты аттестованных значений, характеристики погрешности межлабораторной аттестации и границы относительной погрешности представлены в таблицах 2 – 3.

■ Таблица 2 – Результаты аттестованных значений, характеристики погрешности межлабораторной аттестации ГСО состава серозем обыкновенный СО Сс<sub>2</sub>

Аттестованная характеристика СО	Аттестованное значение СО	Характеристика погрешности межлабораторной аттестации Δ <sub>A</sub>	Границы относительной погрешности аттестованного значения* (P= 0,95), %, ±δ
Массовая доля органического вещества (метод Тюринга), %	2,41	0,13	±5,2

Аттестованная характеристика СО	Аттестованное значение СО	Характеристика погрешности межлабораторной аттестации Δ <sub>A</sub>	Границы относительной погрешности аттестованного значения* (P= 0,95), %, ±δ
Массовая доля азота общего, %	0,128	0,007	±5,1
Массовая доля подвижных соединений фосфора (метод Мачигина), млн <sup>-1</sup>	66,80	4,8	±7,2
Массовая доля подвижных соединений калия (метод Мачигина), млн <sup>-1</sup>	908,1	45,2	±4,9
Молярная доля обменного кальция, ммоль/100 г	10,93	0,53	±4,9
Молярная доля обменного магния, ммоль/100 г	1,94	0,07	±3,8
рН водной вытяжки, ед. рН	7,12	0,03	±0,10 ед. рН**

\* Соответствует границам относительной расширенной неопределенности аттестованного значения (k=2, P=0,95)  
 \*\* для аттестованного значения рН водной вытяжки приведены границы абсолютной погрешности, соответствуют границам абсолютной расширенной неопределенности аттестованного значения (k=2, P=0,95)

■ Таблица 3 – Результаты аттестованных значений, характеристики погрешности межлабораторной аттестации ГСО состава почвы светло-каштановой СО К<sub>1</sub>

Аттестованная характеристика СО	Аттестованное значение СО	Характеристика погрешности межлабораторной аттестации Δ <sub>A</sub>	Границы относительной погрешности аттестованного значения* (P= 0,95), %, ±δ
Массовая доля органического вещества (метод Тюринга), %	1,54	0,07	±4,5
Массовая доля азота общего, %	0,090	0,004	±4,3
Массовая доля подвижных соединений фосфора (метод Мачигина), млн <sup>-1</sup>	13,20	0,47	±3,4
Массовая доля подвижных соединений калия (метод Мачигина), млн <sup>-1</sup>	354,3	15,5	±4,3
Молярная доля обменного кальция, ммоль/100 г	12,94	0,83	±6,5
Молярная доля обменного магния, ммоль/100 г	2,05	0,10	±4,9
рН водной вытяжки, ед. рН	7,66	0,04	±0,10 ед. рН**

\* Соответствует границам относительной расширенной неопределенности аттестованного значения (k=2, P=0,95)  
 \*\* для аттестованного значения рН водной вытяжки приведены границы абсолютной погрешности, соответствуют границам абсолютной расширенной неопределенности аттестованного значения (k=2, P=0,95)

### ОЦЕНКА СТАБИЛЬНОСТИ

Оценка стабильности и установление срока годности СО состава почвы светло-каштановой типа (СО К<sub>1</sub>), СО состава почвы серозем обыкновенный (СО Сс<sub>2</sub>) основывались на положениях ГОСТ ISO Guide 35-2015 «Стандартные образцы. Общие и статистические принципы сертификации (аттестации)».





На основании проведенного анализа характеристик стабильности изохронным способом утвержден способ хранения – при относительной влажности не более 70%, при условии отсутствия вибрации и влияния паров химических реактивов, был назначен срок годности СО – 5 лет, при условии проведения ежегодного контроля стабильности метрологических характеристик с применением метрологически аттестованных средств измерений и стандартных образцов категории МСО.

#### ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Таким образом, были разработаны и утверждены типы государственных стандартных образцов KZ.04.01.00421-2023 ГСО состава почвы серозем обыкновенный СО Сс2 и KZ.04.01.00425-2023 ГСО состава почвы светло-каштановой СО К1. Стандартные образцы предназначены и применяются аналитическими лабораториями для контроля точности результатов измерений при определении агрохимических показателей почвы соответствующих типов.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Правила проведения агрохимического обследования почв. Утверждены приказом и.о. Министра сельского хозяйства Республики Казахстан от 27 февраля 2015 года № 4-1/147.
2. Правила утверждения типа и регистрации в реестре государственной системы обеспечения единства измерений стандартного образца и оказания государственных услуг «Допуск к применению стандартного образца зарубежного выпуска», «Утверждение государственного стандартного образца». Утверждены приказом Министра по инвестициям и развитию Республики Казахстан от 27.12. 2018 г. № 933
3. ГОСТ 26213-91 Почвы. Метод определения органического вещества.
4. ГОСТ 26107-84 Почвы. Методы определения общего азота.
5. ГОСТ 26205-91 Почвы. Определение подвижных соединений фосфора и калия по методу Мачигина в модификации ЦИНАО.
6. ГОСТ 26423-85 Почвы. Методы определения удельной

электрической проводимости, рН и плотного остатка водной вытяжки.

7. ГОСТ 26487-85 Почвы. Определение обменного кальция и обменного (подвижного) магния методами ЦИНАО.
8. ГОСТ 17.4.4.02-84 Охрана природы. Почвы. Методы отбора и подготовки проб для химического, бактериологического, гельминтологического анализа
9. ГОСТ 28168-89. Почвы. Отбор проб.
10. ГОСТ 8.531-2002 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава монолитных и дисперсных материалов. Способы оценивания однородности.
11. РМГ 93-2009 Государственная система обеспечения единства измерений. Оценивание метрологических характеристик стандартных образцов.
12. ГОСТ 8.532-2002 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава веществ и материалов. Межлабораторная метрологическая аттестация. Содержание и порядок проведения работ.