

УДК 631.473

## ВСТАНОВЛЕННЯ АТЕСТОВАНИХ ЗНАЧЕНЬ НОРМОВАНИХ МЕТРОЛОГІЧНИХ ХАРАКТЕРИСТИК СТАНДАРТНОГО ЗРАЗКА СКЛАДУ ЧОРНОЗЕМУ ЗВИЧАЙНОГО<sup>1</sup>

**І.А. Прохорова**

ННЦ «Інститут ґрунтознавства та агрохімії імені О.Н. Соколовського», Харків, Україна  
E-mail: [irysyaprokhorova@mail.ru](mailto:irysyaprokhorova@mail.ru)

Представлено методику, порядок проведення міжлабораторної атестації матеріалу-кандидата чорнозему звичайного малогумусного легкоглинистого з метою встановлення атестованих значень параметрів ґрунту і характеристик похибки атестованих значень. В атестації брали участь одинадцять лабораторій для спільного паралельного вимірювання таких характеристик зразка ґрунту: рН сольової витяжки; вміст вуглецю органічної речовини; гідролітична кислотність. Аналізи виконували за однаковими стандартизованими методиками. Статистична обробка результатів вимірювання включала апроксимацію даних нормальним розподілом, обчислення середнього арифметичного значення і довірчого інтервалу для середнього значення, обчислення медіани результатів, відхилення результатів від медіани та оцінювання якості результатів вимірювань з використанням *Z-індексів*. На основі статистичної обробки результатів визначено похибки результатів вимірювання.

**Ключові слова:** стандартний зразок ґрунту, міжлабораторна атестація, оцінка якості, похибка, результати вимірювань.

### 1. Вступ

Єдиною можливістю встановлення атестованих значень агрохімічних показників та їхніх похибок у ґрунтовому матеріалі стандартного зразка (СЗ) є метод міжлабораторного порівняння. Міжлабораторна атестація СЗ – метод атестації, який ґрунтується на використанні результатів вимірювань, які незалежно виконують декілька лабораторій, використовуючи один або декілька методів. Ця процедура призначена для того, щоб надійно описати встановлену невизначеність атестованого значення СЗ. Будь-який алгоритм атестації повинен передбачати вирішення двох статистичних задач: оцінку атестованого вмісту (або параметра розташування вихідного розподілу результатів міжлабораторного експерименту) та знаходження довірчого інтервалу, до якого входить невідомий істинний вміст із заданою ймовірністю. Методики, згідно з [1], потрібно вибирати з числа найбільш точних, бажано метрологічно атестованих, які базуються на принципово різних методах. На жаль, всі процедури визначення агрохімічних показників є виключно метод-залежними. Тобто, результати вимірювань жорстко залежать від дотримання аналітиками всіх без винятку умов виконання вимірювань, прописаних у процедурі. Дані, отримані різними методами для того самого агрохімічного показника (йдеться про показники, що їх планується метрологічно атестувати в рамках виконання даного завдання), за визначенням порівнювати некоректно. Тому прийнятним може бути використання у процесі міжлабораторного експерименту лише тих стандартизованих або атестованих методик, сфера використання яких поширюється на визначення даних агрохімічних показників у чорноземах звичайних. В Україні Політика Національної агенції з акредитації щодо участі органів з оцінки відповідності у міжлабораторних порівняннях та перевірях кваліфікації передбачає використання стандартних зразків складу матеріалів під час міжлабораторних порівнянь, що забезпечує зовнішнє оцінювання якості роботи лабораторій [2]. При цьому результати вимірювань, виконаних лабораторіями, можна оцінювати з використанням *Z-індексу* і конфіденційно повідомляти лабораторії-учаснику міжлабораторної атестації.

**Мета дослідження:** встановити значення нормованих метрологічних характеристик (рН сольової витяжки, гідролітична кислотність та вміст вуглецю органічної речовини) та їх похибок за результатами міжлабораторного експерименту, оцінюючи якість результатів, наданих лабораторіями, за *Z-індексом*.

<sup>1</sup> Науковий керівник – канд. с.-г. наук, старший наук. сп. Я.В. Бородіна

## 2. Об'єкти та методи досліджень

Об'єктом дослідження були результати вимірювань рН сольової витяжки, гідролітичної кислотності та вмісту вуглецю органічної речовини чорнозему звичайного малогумусного легкоглинистого, надані лабораторіями-учасницями міжлабораторного експерименту.

Методи досліджень: аналіз даних, представлених лабораторіями-учасницями міжлабораторної атестації, методами варіаційної та робастної статистики.

## 3. Аналіз результатів досліджень

### 3.1 Організація міжлабораторної атестації

Лабораторією-координатором міжлабораторної атестації ґрунтового матеріалу-кандидата на галузевий стандартний зразок (ГСЗ) чорнозему звичайного малогумусного легкоглинистого була лабораторія інструментальних методів дослідження ґрунтів ННЦ «ІГА імені О.Н.Соколовського». Зразки ґрунтового матеріалу для міжлабораторної атестації готували таким чином: ґрунтову масу чорнозему звичайного, відібрану в полі з шару 0-30 см, висушували в приміщенні, рівномірно розподіливши на столі, покритому міцною поліетиленовою плівкою, яка захищає від забруднення. Висушений ґрунтовий матеріал було подрібнено до 1 мм. Усереднення (гомогенізацію) матеріалу виконували шляхом його примусового перемішування на круглому столі, який обертається зі швидкістю 3-4 оберти на хвилину. Матеріал набирали з мішків пластмасовими совками 2 працівники і рівномірно висипали порціями, приблизно по 1 кг, на стіл, що обертався, з середини до країв. Потім матеріал порціями по 1 кг совками знову перевантажували у мішки. Увесь процес завантажування та розвантажування стола - 1 цикл усереднення. Всього було виконано 10 циклів. Випадковим чином (за таблицею випадкових чисел) безпосередньо на столі (поділивши на 120 секторів) відібрали 11 проб ґрунтового матеріалу, які використали для визначення його однорідності. Показники однорідності виявилися задовільними [3].

Кожній лабораторії-учасниці міжлабораторної атестації було надано зразок гомогенізованого ґрунтового матеріалу масою 250 г, для визначення рН сольової витяжки, вмісту вуглецю органічної речовини і гідролітичної кислотності за стандартизованими методиками (табл.1) згідно з програмою атестації.

**Таблиця 1**

*Перелік характеристик ґрунту і методів аналізу, використовуваних у міжлабораторній атестації*

Характеристика, що вимірюється	Позначення одиниці виміру	Нормативний документ та метод аналізу
рН сольової витяжки	одиниці рН	ГОСТ 26483 Почвы. Приготовление солевой вытяжки и определение ее рН по методу ЦИНАО
Масова частка вуглецю (С) органічної речовини	%	ДСТУ 4289 Якість ґрунту. Методи визначання органічної речовини
Гідролітична кислотність	ммоль/100 г	ДСТУ 7537 Якість ґрунту. Визначення гідролітичної кислотності

До участі у проведенні міжлабораторної атестації було запрошено вимірювальні лабораторії таких установ: ДУ Миколаївський обласний державний проектно-технологічний центр охорони родючості ґрунтів та якості продукції; Інститут сільського господарства степової зони НААН України (лабораторія екології ґрунтів); ДУ Сумський обласний державний проектно-технологічний центр охорони родючості ґрунтів та якості продукції; ННЦ ІГА (лабораторія інструментальних методів досліджень ґрунтів і лабораторія органічних добрив і гумусу); ДУ Дніпропетровський обласний державний проектно-технологічний центр охорони родючості ґрунтів та якості продукції; Донецька гідрогеолого-меліоративна експедиція; ДУ Чернігівський обласний державний проектно-технологічний центр охорони родючості ґрунтів та якості продукції; Харківська гідрогеолого-меліоративна лабораторія моніторингу ґрунтів та вод; ДУ Харківський

обласний державний проектно-технологічний центр охорони родючості ґрунтів та якості продукції. Кожній лабораторії-учасниці міжлабораторної атестації було присвоєно індивідуальний шифр для забезпечення конфіденційності і незалежності результатів вимірювань.

### 3.2 Фактичні результати вимірювань

За результатами міжлабораторних атестаційних вимірювань параметрів ґрунтового матеріалу чорнозему звичайного отримали масив даних, які представлено в таблицях 2-4.

**Таблиця 2**

Результати міжлабораторних атестаційних вимірювань рН сольового

Шифр лабораторії-учасниці	$X_{max}$	$X_{min}$	$X_{сер}$	Контроль внутрішньолабораторної прецизійності в умовах повторюваності [4]		
				$r_n =  X_{max} - X_{min} $	$r$	$ X_{max} - X_{min}  \leq r$
АЛ1	6,90	6,80	6,85	0,10	0,26	-
АЛ2	7,10	6,89	6,96	0,21	0,36	-
АЛ3	6,90	6,90	6,90	0,00	0,23	-
АЛ4	7,09	7,04	7,07	0,05	0,37	-
АЛ5	7,05	7,03	7,04	0,02	0,36	-
АЛ6	7,07	7,01	7,03	0,06	0,29	-
АЛ7	7,00	6,30	6,92	0,70	0,71	-
АЛ8	7,00	7,00	7,00	0,00	0,29	-
АЛ9	6,90	6,78	6,86	0,12	0,23	-
АЛ10	7,10	7,00	7,05	0,10	0,25	-
АЛ11	7,32	7,08	7,13	0,24	0,28	-

Примітка. АЛ – аналітична лабораторія,  $X_{max}$  – максимальне значення,  $X_{min}$  – мінімальне значення рН за повтореннями;  $X_{сер}$  – середнє арифметичне значення рН;  $r_n$  – фактична розбіжність між результатами аналізу при контролі для  $n$  результатів паралельних визначень, встановлених методикою аналізу;  $r$  – межа повторюваності (відносне значення розбіжності, що допускається між результатами аналізу, при довірчій ймовірності  $P = 0.95$  в умовах повторюваності [5]);

**Таблиця 3**

Результати міжлабораторних атестаційних вимірювань вмісту вуглецю органічної речовини

Шифр лабораторії-учасниці	$X_{max}$	$X_{min}$	$X_{сер}$	Контроль внутрішньолабораторної прецизійності в умовах повторюваності [4]		
				$r_n =  X_{max} - X_{min} $	$r$	$ X_{max} - X_{min}  \leq r$
АЛ1	2,89	2,76	2,82	0,13	0,14	-
АЛ2	3,03	2,89	2,86	0,14	0,15	-
АЛ3	3,00	2,87	2,93	0,11	0,11	-
АЛ4	2,55	2,45	2,50	0,10	0,13	-
АЛ5	2,71	2,53	2,62	0,14	0,14	-
АЛ6	2,60	2,58	2,59	0,02	0,10	-
АЛ7	3,08	2,77	2,93	0,31	0,30	-
АЛ8	2,80	2,70	2,74	0,10	0,11	-
АЛ9	3,27	3,18	3,23	0,09	0,11	-
АЛ10	2,87	2,77	2,84	0,10	0,10	-
АЛ11	2,75	2,64	2,66	0,11	0,11	-

Примітка. АЛ – аналітична лабораторія;  $X_{max}$  – максимальне значення,  $X_{min}$  – мінімальне значення вмісту у ґрунті вуглецю органічної речовини за повтореннями;  $X_{сер}$  – середнє арифметичне значення вмісту вуглецю органічної речовини;  $r_n$  – фактична розбіжність між результатами аналізу при контролі для  $n$  результатів паралельних визначень, встановлених методикою аналізу;  $r$  – межа повторюваності (відносне значення розбіжності, що допускається між результатами аналізу, при довірчій ймовірності  $P = 0.95$  в умовах повторюваності [5]);

Таблиця 4

Результати міжлабораторних атестаційних вимірювань гідролітичної кислотності

Шифр лабораторії-учасниці	$X_{max}$	$X_{min}$	$X_{сер}$	Контроль внутрішньолабораторної прецизійності в умовах повторюваності [4]		
				$r_n =  X_{max} - X_{min} $	$r$	$ X_{max} - X_{min}  \leq r$
АЛ1	0,41	0,39	0,40	0,02	0,02	-
АЛ2	не вимірювали			-	-	-
АЛ3	0,60	0,58	0,59	0,02	0,02	-
АЛ4	0,58	0,55	0,56	0,03	0,03	-
АЛ5	0,56	0,54	0,55	0,02	0,03	-
АЛ6	0,53	0,52	0,53	0,01	0,02	-
АЛ7	не вимірювали			-	-	-
АЛ8	0,56	0,54	0,54	0,02	0,02	-
АЛ9	не вимірювали			-	-	-
АЛ10	не вимірювали			-	-	-
АЛ11	0,51	0,49	0,50	0,02	0,02	-

Примітка. АЛ – аналітична лабораторія;  $X_{max}$  – максимальне значення,  $X_{min}$  – мінімальне значення гідролітичної кислотності за повтореннями;  $X_{сер}$  – середнє арифметичне значення гідролітичної кислотності;  $r_n$  – фактична розбіжність між результатами аналізу при контролі для  $n$  результатів паралельних визначень, встановлених методикою аналізу;  $r$  – межа повторюваності (відносне значення розбіжності, що допускається між результатами аналізу, при довірчій ймовірності  $P = 0.95$  в умовах повторюваності [5]);

### 3.3 Статистична обробка результатів міжлабораторної атестації

Грубих технічних або аналітичних помилок у результатах вимірювань, наданих лабораторіями-учасницями експерименту, виявлено не було.

Подальшу обробку експериментальних даних здійснювали з урахуванням здобутих усіма лабораторіями-учасницями параметрів вимірюваних характеристик. Для статистичної обробки даних використовували алгоритм робастної статистики [6], який включає такі складові встановлення статистичної оцінки – характеристики похибки результатів, здобутих у ході міжлабораторної атестації і оцінку якості результатів вимірювання з використанням  $Z$ -індексів.

Об'єми міжлабораторних експериментів склали від 3 до 24 незалежних вимірювань. Джерелом інформації щодо вмісту компонента в матеріалі-кандидаті на створення стандартного зразка складу ґрунту, згідно з [7], є тільки один середній результат, отриманий від кожної лабораторії-учасниці атестаційного визначення.

За рядами експериментальних даних, які з довірчою ймовірністю 95 % апроксимуються нормальним розподілом, обчислили оцінки властивостей (агрохімічних показників) матеріалу згідно з ДСТУ-Н ISO Guide 35 [1]. Застосовано також непараметричний метод згідно з ДСТУ ГОСТ 8.532 [6].

Послідовність обробки аналітичних результатів міжлабораторної атестації згідно з ДСТУ-Н ISO Guide 35 [1] є такою:

- упорядкування результатів в порядку збільшення від найменшого до найбільшого;
- оцінювання параметрів вибірки: середнього арифметичного значення, довірчого інтервалу для середнього значення за  $P=0,95$ .

Послідовність обробки аналітичних результатів міжлабораторної атестації згідно з ДСТУ ГОСТ 8.532 [4] така:

- упорядкування результатів в порядку збільшення від найменшого до найбільшого;
- обчислення медіани результатів;
- обчислення абсолютних відхилень результатів вимірювань від медіани;
- обчислення медіани абсолютних ненульових відхилень MAD<sub>0</sub>;
- обчислення критичного відхилення результатів від медіани.

Якщо всі значення абсолютних відхилень результатів вимірювань від медіани є меншими за величину критичного відхилення результатів від медіани, то за атестоване значення  $S_3$  приймають середнє арифметичне значення ряду. Обчислили середньоквадратичне відхилення та характеристику похибки міжлабораторної атестації.

У разі, якщо всі значення абсолютних відхилень результатів вимірювань від медіани є меншими за величину критичного відхилення результатів від медіани, за атестоване значення СЗ приймали середньозважене значення ряду. Всі величини, наведені вище, розраховані виходячи з експериментальних даних, здобутих у ході аналізування зразка ґрунту і представлені в табл. 5.

Таблиця 5

Результати міжлабораторної атестації ґрунтового зразка складу (агрохімічних показників) чорнозему звичайного легкоглинистого

Шифр лабораторії-учасниці	pH, одиниці pH	Гідролітична кислотність, ммоль/100 г	Масова частка вуглецю (C) органічної речовини, %
АЛ1	6,9	0,42	2,8
АЛ2	7,0	-	2,8
АЛ3	6,9	0,60	2,7
АЛ4	7,1	0,55	2,5
АЛ5	7,0	0,55	2,6
АЛ6	7,0	0,53	2,6
АЛ7	6,9	-	2,9
АЛ8	7,0	0,54	2,7
АЛ9	6,9	-	3,3
АЛ10	7,1	-	2,9
АЛ11	7,1	0,50	2,6
Розрахунок нормативних метрологічних характеристик за ДСТУ-Н ISO Guide 35			
Xсер	7,0	0,53	2,76
S(X)сер	0,03	0,02	0,06
пох. Xсер (Dm)	0,02	0,07	0,08
Sn, мг/кг	0,12	0,009	0,05
Δат	0,3	0,07	0,13
Розрахунок нормативних метрологічних характеристик за ДСТУ ГОСТ 8.532			
Xмед	7,0	0,54	2,72
Асередньозв.	7,0	0,54	0,18
S(A)	0,1	0,01	0,14
ΔA (Dm)	0,05	0,02	0,45
Δат	0,05	0,2	2,76

### 3.4 Оцінка якості результатів вимірювань з використанням Z-індексів

Оцінку якості результатів вимірювань в ході міжлабораторної атестації аналітичних лабораторій проводили за кожним показником окремо з використанням Z-індексів. Застосування алгоритму з використанням Z-індексів дозволяє оцінити якість результатів вимірювань параметрів ґрунту лабораторіями-учасницями міжлабораторної атестації, зробити висновки щодо якості результатів та їх придатності для обчислення нормованих метрологічних характеристик стандартного зразка складу ґрунту. На основі сукупності отриманих в ході міжлабораторної атестації даних вираховували значення Z – індексу для кожної вимірюваної характеристики (табл. 6) за формулою:

$$|Z| = \frac{|X - C|}{\sigma(A)} \quad (1)$$

де, X – результат аналізу, отриманий в лабораторії; C – атестоване значення для стандартного зразка, встановлене в ході міжлабораторної метрологічної атестації;  $\sigma(\Delta)$  – середнє квадратичне відхилення похибки результату аналізу, встановленої для методики вимірювань.

Таблиця 6

Оцінювання якості результатів вимірювань, виконаних лабораторіями-учасницями у межах міжлабораторної атестації

Характеристика		АЛ1	АЛ2	АЛ3	АЛ4	АЛ5	АЛ6	АЛ7	АЛ8	АЛ9	АЛ10	АЛ11
рН	Z	0,5	0,16	0,33	0,33	0,13	0,10	0,27	0	0,47	0,17	0,22
	Оцінка	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3
Гідролітична кислотність	Z	1,71	НВ	0,85	0,14	0,07	0,14	НВ	0	НВ	НВ	0,57
	Оцінка	3	НВ	3	3	3	3	НВ	3	НВ	НВ	3
Масова частка вуглецю (С) органічної речовини	Z	0,31	0,69	1,38	1,69	0,77	1,00	1,61	0,15	3,92	1,15	0,92
	Оцінка	3	3	3	3	3	3	3	3	Н	3	3

Примітка. 3 – задовільна оцінка; Н – незадовільна оцінка; НВ – не вимірювали

Значення Z-індексів за такими вимірюваними характеристиками як рН сольової витяжки та гідролітична кислотність для всіх лабораторій - учасниць задовольняють умову  $|Z| \leq 2$ . Виходячи з цього результат вимірювання масової частки вуглецю (С) органічної речовини лабораторією АЛ9 має бути визнано незадовільним (таб.6). Таким чином виникла необхідність оцінити якість результатів цієї лабораторії, що й було виконано шляхом перевірки наявності систематичного зсуву в результатах вимірювань за показником  $Z_c$ :

$$Z_c = \frac{\sum_{i=1}^m Z_i}{\sqrt{m}} \quad (2)$$

де,  $Z_i$  – Z-індекс, розрахований за формулою (2) для  $i$ -го результату;  $m$  - загальне число результатів для даного агрохімічного показника, що визначається, отриманих в АЛ. Висновок про наявність систематичного зсуву робили на основі порівняння значення  $|Z_c|$  зі встановленими нормативами [4]: – при  $|Z_c| \leq 2$  систематичний зсув відсутній; – при  $2 < |Z_c| \leq 3$  брали під сумнів відсутність систематичного зсуву; – при  $|Z_c| > 3$  визнавали наявність систематичного зсуву. Розрахунками виявлено: для учасника АЛ9 –  $Z_c = 4,57$  ( $Z_c = (3,27+3,18) / \sqrt{2}$ ). Лабораторія АЛ9 була проінформована щодо наявності систематичного зсуву у результатах, їй було рекомендовано виявити та усунути його причини.

#### 4. Висновки

За результатами статистичної обробки даних, наданих лабораторіями-учасницями міжлабораторної атестації, встановлено атестовані значення та похибки атестованих значень рН сольової витяжки, гідролітичної кислотності та вмісту вуглецю органічної речовини матеріала-кандидата на створення стандартного зразка складу (агрохімічних показників) чорнозему звичайного малогумусного легкоглинистого.

Для оцінювання якості результатів вимірювання нормованих метрологічних характеристик, наданих лабораторіями, доцільно використовувати Z-індекс, як такий, що дозволяє виявити систематичні зсуви у результатах та прийняти обґрунтоване рішення щодо використання даних для обчислення нормованих метрологічних характеристик стандартного зразка.

#### Список використаної літератури

1. Атестація стандартних зразків. Загальні та статистичні принципи (ISO Guide 35:1989, IDT) : ДСТУ-Н ISO Guide 35:2006. – [Чинний від 2007-10-01]. – К.: Держспоживстандарт України. – (Національний стандарт України).
2. Політика НААУ щодо участі органів з оцінки відповідності у міжлабораторних порівняннях та перевірях кваліфікації (станом на 15.07.2015 р.) [Електронний ресурс]. — Режим доступу: <http://naau.org.ua/english-polityka-naau-shhodo-uchasti-organiv-z-otsinky-vidpovidnosti-u-mizhlaboratornyh-porivnyannya-ta-perevirkah-kvalifikatsiyi/>.

3. Бородіна Я.В. Показники однорідності стандартних зразків ґрунту / Я.В. Бородіна, І.А. Прохорова // Агрохімія та ґрунтознавство. – № 79. – 2013. – С. 10-14.

4. Измерение массовой концентрации химических веществ методами инверсионной вольтамперометрии. Сборник МУ: - МУК 4.1.1500- 03 -, МУК. 4.1.1516-03. Методические рекомендации. МР 4.1 (УТВ МИНЗДРАВОН РФ – 16.12.2004 № 17 ФЦ / 3900).- 10 с.

5. Государственная система обеспечения единства измерений. Показатели точности, правильности, прецизионности методик количественного химического анализа. Методы оценки (РМГ 61-2010 ГСИ) – [Действующий от 2012-09-01]. - 2012. – 34 с.

6. Метрологія. Стандартні зразки складу речовин і матеріалів. Міжлабораторна метрологічна атестація. Зміст і порядок проведення робіт (ГОСТ 8.532-2002, IDT). : ДСТУ ГОСТ 8.532-2003. – [Чинний від 2003-07-01]. – К.: Держспоживстандарт України, 2003. –14 с. – (Національний стандарт України).

7. Метрологическое обеспечение контроля состава материалов черной металлургии : справочник / [под ред. Ю.Л.Плинера]. – М.: "Металлургия", 1981. – 248 с.

*Стаття надійшла до редакції 18.06.2016.*

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

**I.A. Prokhorova**

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

*E-mail: irysyaprokhorova@mail.ru*

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

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