



Расчет метрологических характеристик методики определения гранулометрического состава грунтов пипеточным методом (по ГОСТ 12536-2014)

© 2024 М. А. Лебедева , С. А. Худяев 

ФГБУН Институт почвоведения и агрохимии СО РАН, проспект Академика Лаврентьева, 8/2, г. Новосибирск, 630090, Россия. E-mail: khudayev@issa-siberia.ru

Цель исследования. Расчет значений показателей прецизионности (повторяемости и воспроизводимости) и неопределенности определения гранулометрического (зернового) состава грунтов пипеточным методом.

Методы. В образцах почв пипеточным методом определяли содержание следующих гранулометрических фракций: 0,1–0,05 мм, 0,05–0,01 мм, 0,01–0,005 мм, 0,005–0,002 мм, 0,002–0,001 мм, менее 0,01 мм, менее 0,001 мм (ГОСТ 12536-2014). Определение рН солевой вытяжки проводили потенциометрическим методом (ГОСТ 26483-85), а органического вещества – фотометрическим методом (ГОСТ 26213-2021, п. 6.1). Для каждого образца рабочей пробы получено по 16 результатов единичных измерений для каждой фракции грунта. На основании полученных данных была проведена оценка показателей прецизионности в условиях внутри лабораторной повторяемости и воспроизводимости, а также показателей неопределенности методики по алгоритму, указанному в РМГ 61-2010 и ГОСТ 34100.3-2017.

Основные результаты. Рассчитаны следующие внутрилабораторные показатели качества методики определения гранулометрического (зернового) состава грунтов пипеточным методом:

- 1) Значение внутрилабораторного показателя повторяемости результатов анализа (σ_r) находится в интервале значений от 0,4 до 1,8%.
- 2) Относительный показатель внутрилабораторной прецизионности (σ_R) принимает значения в интервале от 0,7 до 2,9%.
- 3) Расширенная неопределенность (U) для разных исследуемых фракций грунта составляет от 0,9 до 3,9%.

Заключение. Рассчитанные метрологические характеристики определения гранулометрического (зернового) состава грунтов пипеточным методом позволят проводить внутренний контроль качества измерений и повысить качество результатов и доверие к лаборатории.

Ключевые слова: гранулометрический состав; пипеточный метод; повторяемость; воспроизводимость; неопределенность.

Цитирование: Лебедева М.А., Худяев С.А. Расчет метрологических характеристик методики определения гранулометрического состава грунтов пипеточным методом (по ГОСТ 12536-2014) // Почвы и окружающая среда. 2024. Том 7. № 4. e276. DOI: [10.31251/pos.v7i4.276](https://doi.org/10.31251/pos.v7i4.276)

ВВЕДЕНИЕ

Гранулометрический состав почв (массовое процентное содержание не связанных в агрегаты частиц разного размера) – важнейшая характеристика почв, которая оказывает влияние на их водный, воздушный и питательный режимы. Информацию о гранулометрическом составе почв используют в сельском хозяйстве (для размещения культур в севообороте, расчета доз удобрений, расчета норм и сроков полива и др.), при проведении мелиоративных работ, проведении инженерно-экологических изысканий (оценка загрязнения почв тяжелыми металлами, оценка пригодности почв и грунтов для биологической рекультивации), а также при строительстве зданий и сооружений. Для лабораторного определения гранулометрического состава, в зависимости от целей исследований, используют следующие методы или их комбинацию: ситовой (для крупных фракций от более 10 мм до 1 мм), седиментометрический (метод пипетки, ареометрический, автоматический прибор PRIO), а также метод лазерной дифракции (Шеин, Мади, 2018).

Аналитические испытательные лаборатории в Российской Федерации при определении гранулометрического состава руководствуются международным (ISO 11277:2020) и межгосударственными (ГОСТ 12536-2014) стандартами. Наиболее широко в подобных исследованиях применяется ГОСТ 12536-2014. Вместе с тем в данном стандарте не регламентируются метрологические характеристики, что делает невозможным внутрилабораторный контроль качества результатов анализа, а также сравнение полученных данных между разными лабораториями. Сложность оценки точности полученных результатов связана также с отсутствием аттестованных государственных стандартных образцов (для фракций менее 1 мм) гранулометрического состава почв.

Отсутствие стандартных образцов связано с тем, что почвы и грунты представляют собой многокомпонентные вещества со сложным органо-минеральным составом, при измельчении которых получаются частицы с разным удельным весом, отличающиеся объемом и формой (Васильева и др., 2015).

Согласно ГОСТ Р 58975-2020 «Оценка соответствия. Рекомендации по выбору методик исследований (испытаний) и измерений при проведении оценки соответствия», методика измерений является стандартной, если ей приписаны точностные характеристики, которые могут быть использованы для внутрилабораторного контроля качества измерений. В случае отсутствия у методики точностных характеристик лаборатория должна провести процедуру валидации и установить их значения (ГОСТ ISO/IEC 17025-2019).

К показателям качества методики анализа относят показатели точности, правильности, повторяемости, воспроизводимости, внутрилабораторной прецизионности (если методика предназначена для применения в одной лаборатории), а также, при необходимости, другие показатели, характеризующие составляющие бюджета неопределенности или погрешности измерений, получаемых по методике анализа. Рассчитанные метрологические характеристики методики можно использовать для проведения контроля качества и стабильности результатов измерений, обеспечивая тем самым получение достоверных данных в лабораториях (РМГ 76-2014).

Цель данной работы – расчет значений показателей прецизионности (повторяемости и воспроизводимости) и неопределенности определения гранулометрического (зернового) состава грунтов пипеточным методом.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

В эксперименте использовали незасоленные, бескарбонатные и не содержащие гипс образцы рабочих проб (1П-23/30 – подбур иллювиально-железистый оподзоленный, горизонт BF; 1П-23/84 и 1П-23/92 – литозем темногумусовый, горизонт AU) с кислой реакцией среды ($\text{pH}_{\text{KCl}} = 4,7 - 5,1 - 4,9$) и различным содержанием органического вещества (1,33% – 24,1% – 14,4%). Определение pH солевой вытяжки проводили потенциометрическим методом (ГОСТ 26483-85), а органического вещества – фотометрическим методом (ГОСТ 26213-2021, п. 6.1). В образцах почв определяли содержание следующих гранулометрических фракций: 0,1–0,05 мм, 0,05–0,01 мм, 0,01–0,005 мм, 0,005–0,002 мм, 0,002–0,001 мм, менее 0,01 мм, менее 0,001 мм согласно ГОСТ 12536-2014 «Грунты. Методы лабораторного определения гранулометрического состава (зернового) и микроагрегатного состава», п. 4.4 (пипеточный метод). Фракции < 0,05 мм, < 0,01 мм, < 0,005 мм, < 0,002 мм, < 0,001 мм вычисляли по формуле, приведенной в п. 4.4.4.3 ГОСТ 12536-2014. Содержание фракций, представленных в виде диапазонов, находили по разности фракций согласно п. 4.4.4.4 и п. 4.4.4.6 ГОСТ 12536-2014. В работе использовали поверенные средства измерений, аттестованное испытательное оборудование и реактивы, соответствующие установленным требованиям ГОСТ 12536-2014.

При проведении эксперимента в условиях внутрилабораторной прецизионности результаты измерений были получены в одной лаборатории при варьировании всех факторов, которые оказывают влияние на формирование внутрилабораторной прецизионности (серии результатов единичного анализа были получены в разное время, разными аналитиками, с использованием разных партий реактивов одного типа, разных наборов сит и мерной посуды), а результаты единичного анализа внутри каждой серии – в одинаковых условиях и практически одновременно.

Для оценки воспроизводимости два аналитика независимо друг от друга в течение пяти дней определяли содержание исследуемых фракций. Для оценки повторяемости каждой рабочей пробы проводили по 8 параллельных определений.

Для каждого образца получено по 16 результатов единичных измерений для каждой фракции грунта. На основании полученных данных была проведена оценка показателей прецизионности в условиях внутрилабораторной повторяемости и воспроизводимости, а также показателей неопределенности методики по алгоритму, указанному в РМГ 61-2010.

Статистическую обработку данных проводили по следующей схеме:

1) Исключили выбросы и для условий повторяемости рассчитали среднее значение ($X_{m,l}$) и выборочную дисперсию ($S_{m,l}^2$) по следующим формулам:

$$X_{m,l} = \frac{\sum_{i=1}^N X_{m,l,i}}{N} \quad S_{m,l}^2 = \frac{\sum_{i=1}^N (X_{m,l,i} - X_{m,l})^2}{N-1},$$

где N – число параллельных определений в одной серии; $X_{m,l,i}$ – значение единичного определения.

2) Оценили однородность дисперсий ($S_{m,l}^2$) по критерию Кохрена (G) при доверительной вероятности $P = 0,95$ по следующей формуле:

$$G_{m(\max)} = \frac{(S_{m,l}^2)_{\max}}{\sum_{i=1}^L S_{m,i}^2},$$

где $(S_{m,l}^2)_{\max}$ – максимальное значение $S_{m,l}^2$ из выборочных дисперсий.

3) Не исключённые из расчетов $S_{m,l}^2$ считали однородными и по ним оценили СКО ($S_{r,m}$), характеризующее повторяемость результатов единичного анализа (параллельных определений). Показатель повторяемости методики анализа в виде СКО – $\sigma_{r,m}$ для содержания, соответствующего содержанию фракции грунта в оцениваемом образце (ОО) устанавливали, принимая равным значению $S_{r,m}$, рассчитанным по формуле:

$$S_{r,m} = \sqrt{\frac{\sum_{l=1}^{L'} S_{m,l}^2}{L'}},$$

где L – число серий измерений.

Показатель повторяемости методики в виде предела повторяемости ($r_{n,m}$), рассчитывали по формуле:

$$r_{n,m} = Q(P,n) \times S_{r,m},$$

где $Q(P,n) = 2,77$ при $n = 2$ (n – число параллельных измерений), $P = 0,95$.

Так как методикой не предусмотрено проведение параллельных определений и результат единичного анализа – это собственно результат анализа, то показатель прецизионности в условиях внутрилабораторной воспроизводимости ($S_{R,m}$ – выборочное СКО результатов анализа ОО) рассчитывали по формуле:

$$S_{R,m} = \sqrt{\frac{\sum_{l=1}^{L'} (X_{m,l} - X_m')^2}{L'-1} + \left(1 - \frac{1}{N}\right) S_{r,m}^2},$$

где L' – число неотброшенных результатов; X_m – среднее арифметическое неотброшенных результатов.

Показатель воспроизводимости методики анализа в виде СКО – $\sigma_{R,m}$ для содержания, соответствующего содержанию фракции грунта в ОО рассчитывали по формуле:

$$\sigma_{R,m} \approx \sqrt{S_{R,m}^2 + \frac{S_{r,m}^2}{2}}.$$

Показатель воспроизводимости методики в виде предела воспроизводимости ($R_{l,m}$) рассчитывали по формуле:

$$R_{l,m} = Q(P,2) \times \sigma_{R,m},$$

где $Q(P,2) = 2,77$ при $n = 2$ (n – число параллельных измерений), $P = 0,95$.

Значения рассчитанных метрологических характеристик указаны в единицах измеряемой величины (абсолютные).

При оценке неопределенности измерений использованы алгоритмы расчета, установленные в ГОСТ 34100.3-2017. Составляющие неопределенности оценивали по типу А и по типу В.

Стандартная неопределенность по типу А (U_A) совпадает с выборочной дисперсией (S), по которой рассчитывается среднее значение полученных результатов и среднееквадратическое отклонение (СКО) по формулам:

$$\bar{X} = \frac{\sum_{i=1}^n X_i}{n} - \text{среднее значение, где } n - \text{число измерений.}$$

$$CKO = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2}{(n-1)}} - \text{среднеквадратическое отклонение.}$$

$$U_A = \sqrt{\frac{\sum_{k=1}^n (x_k - \bar{x})^2}{n(n-1)}} - \text{стандартная неопределенность по типу } A.$$

Стандартная неопределенность типа В (U_B) оценивалась исходя из информации о характеристиках СИ, заявленной изготовителем (табл. 1):

$$U(B) = \frac{a}{\sqrt{3}} \text{ или } U(B) = \frac{a}{\sqrt{6}},$$

где a – погрешность средства измерения, участвующего в испытании; $\sqrt{3}$ (равномерное или прямоугольное распределение вероятностей); $\sqrt{6}$ (треугольное распределение вероятностей).

Таблица 1

Бюджет неопределенности

Источник неопределенности	Анализ входных величин
Измерение размера частиц	Стандартная неопределенность измерения размера частиц рассчитывается исходя из допустимого отклонения максимального размера одной ячейки лабораторного сита (допустимый интервал, согласно ГОСТ Р 51568-99 (ИСО 3310-1-90)) по формуле: U (размера частиц 1 мм) = $0,14/\sqrt{3} = 0,08$ мм U (размера частиц 0,25 мм) = $0,062/\sqrt{3} = 0,04$ мм Полная неопределенность измерения размера частиц: U (размера частиц) = $0,08+0,04 = 0,12$ мм.
Измерение массы	Стандартная неопределенность, связанная с измерением массы U (m), оценивается исходя из указанных в паспорте на весы пределов погрешности взвешивания $\pm 0,03$ г. U (m) = $0,03/\sqrt{3} = 0,017$ г.
Измерение объема	Стандартная неопределенность, связанная с измерением объема U (V), оценивается исходя из пределов погрешности U (V) = $0,5/\sqrt{6} = 0,204$ мл (цилиндр мерный 1000 см ³) U (V) = $0,5/\sqrt{6} = 0,204$ мл (пикнометры 100 см ³) U (V) = $0,05/\sqrt{6} = 0,02$ мл (пипетка 5 см ³) U (V) = $0,015/\sqrt{6} = 0,004$ мл (пипетка 1 см ³) В ходе оценивания вкладов в неопределенность были зарегистрированы колебания температуры воздуха лабораторного помещения в течение рабочего дня на ± 3 С°, а коэффициент объемного расширения для воды равен $2,1 \times 10^{-4}$. Для мерного цилиндра на 1000 мл имеем: $1000 \times 3 \times 2,1 \times 10^{-4} = 0,64$. Разделив это число на коэффициент Стьюдента = 1,96 (при P = 0,95) получили, что для неопределенности, обусловленной влиянием температурного фактора в лаборатории S = 0,32 мл. Пикнометры = $100 \times 3 \times 2,1 \times 10^{-4} / 1,96 = 0,03$, пипетки = $5 \times 3 \times 2,1 \times 10^{-4} / 1,96 = 0,002$ мл, пипетки = $1 \times 3 \times 2,1 \times 10^{-4} / 1,96 = 0,0003$ мл U (Vt) = 0,352 мл
Параметры микроклимата	U (влажность) = $3/\sqrt{3} = 1,73\%$ U (давление) = $1,5/\sqrt{3} = 0,97$ кПа

Суммарная стандартная неопределенность U (Σ) равна квадратному корню из сумм квадратов стандартных неопределенностей:

$$U(\Sigma) = \sqrt{U1^2 + U2^2}$$

Расширенная неопределенность измерений U определяется как произведение суммарной стандартной неопределенности U_{Σ} и коэффициента охвата k (значение $k=2$, соответствует интервалу с уровнем доверия, близким к 95%):

$$U=k \times U_{\Sigma}$$

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Прежде чем использовать любую методику для рутинных измерений, согласно ГОСТ ISO/IEC 17025-2019 лаборатория должна подтвердить, что она может надлежащим образом применять выбранную методику, обеспечивая требуемое исполнение, то есть получать результаты с показателями качества, не превышающими установленных значений. С целью оценки показателей качества методики РМГ 61-2010 рекомендует проведение экспериментальных исследований с применением не менее трех образцов для оценивания. В качестве ОО для оценки показателей прецизионности кроме СО и АС (аттестованная смесь веществ), допускается использование стабильных и однородных рабочих проб.

С целью оценки показателя повторяемости $\sigma_{r,m}$ результатов анализа были рассчитаны значения средних арифметических ($X_{m,i}$) значений и выборочных дисперсий ($S^2_{m,i}$). На основании полученных значений выборочных дисперсий в каждом из ОО проверена гипотеза о равенстве генеральных дисперсий с использованием критерия Кохрена. Для этого проведено сравнение вычисленных $G_{m(max)}$ (табл. 2) с табличным значением $G_{табл}$ для числа степеней свободы $\nu=N-1$, соответствующего максимальной дисперсии, и f (число степеней свободы) = L , соответствующего числу суммируемых дисперсий, и принятой доверительной вероятности $P=0,95$: $G_{табл} = 0,8159$ при $\nu=7$, $f=2$. Проверка показала, что для всех ОО $G_{m(max)} < G_{табл}$.

Таблица 2

Значения критерия Кохрена ($G_{m(max)}$)

Размер фракции грунта, мм	Номер образца		
	1П-23/30	1П-23/84	1П-23/92
0,1–0,05	0,7250	0,7726	0,7652
0,05–0,01	0,6044	0,7152	0,5633
0,01–0,005	0,5614	0,7671	0,6252
0,005–0,002	0,5140	0,7586	0,7944
0,002–0,001	0,7604	0,6307	0,6483
Менее 0,01	0,5880	0,5010	0,6161
Менее 0,001	0,6422	0,5816	0,6386

Таким образом, гипотеза о равенстве генеральных дисперсий получила полное подтверждение, т.е. не выявлены дисперсии, подлежащие исключению. Все полученные дисперсии следует считать однородными, и по ним можно рассчитать СКО, характеризующее повторяемость результатов единичного анализа ($S_{r,m}$) и оценить показатель повторяемости методики анализа (σ_r) (табл. 3). В качестве принятых (окончательных) значений показателей указана медиана результатов измерений трех ОО. Для разных исследуемых фракций грунта σ_r составляет от 0,4 до 1,8%. Интегральной оценкой показателя повторяемости является предел повторяемости (r), который позволяет решить, существует ли значительная разница между результатами повторных анализов пробы, проведенных в определенных условиях, при оговоренном уровне достоверности. С уменьшением размера фракции грунта значение r изменяется с 4,9 до 1,2% (табл. 3), данный показатель может применяться при проверке приемлемости результатов измерений и контроле качества испытаний в пределах одной партии образцов для анализа. Абсолютное расхождение между двумя результатами измерений, полученными в условиях повторяемости, не должно превышать значений предела повторяемости.

Показатели прецизионности в условиях внутрилабораторной воспроизводимости (σ_R) изменяются от 0,7 до 2,9%, могут использоваться при контроле стабильности результатов измерений в пределах лаборатории в форме выборочного статистического контроля.

Для сопоставления результатов измерений, полученных для одного и того же свойства объекта, необходимо знать неопределенность (U), представляющую собой интервал, характеризующий диапазон значений, которые могут быть обоснованно приписаны измеряемой величине. Результаты

анализа, полученные по методике, представляют в виде $\bar{x} \pm U$, где \bar{x} – результат анализа. При оценке неопределенности принимают во внимание все известные эффекты, влияющие на результат. Суммарная стандартная неопределенность, рассчитанная нами, складывалась из результатов прецизионности измерений (внутрилабораторная прецизионность, оцененная по типу А) и погрешности средств измерений (по типу В). Расширенная неопределенность (U) для разных исследуемых фракций грунта составляет от 0,9 до 3,9%.

Таблица 3

Результаты расчета метрологических характеристик определения гранулометрического (зернового) состава грунтов пипеточным методом

Размер фракции грунта, мм	Показатель,* %	1П-23/30	1П-23/84	1П-23/92	Принято (медиана)
0,1–0,05	X_m	23,1	6,1	5,7	$G_{m(max)} < G_{табл}$
	σ_f	1,5	1,3	1,1	1,3
	σ_R	1,7	2,2	1,4	1,7
	r	4,0	3,5	3,0	3,5
	R	4,6	6,1	4,0	4,6
	U	2,8	4,3	3,1	3,1
0,05–0,01	X_m	10,6	32,3	46,0	$G_{m(max)} < G_{табл}$
	σ_f	1,2	2,2	1,8	1,8
	σ_R	1,8	4,7	2,5	2,5
	r	3,3	6,0	4,9	6,0
	R	4,9	12,9	6,8	6,8
	U	2,1	6,6	3,9	3,9
0,01–0,005	X_m	1,3	10,8	20,0	$G_{m(max)} < G_{табл}$
	σ_f	0,6	1,0	1,1	1,0
	σ_R	0,8	2,7	2,2	2,2
	r	1,6	2,9	3,2	2,9
	R	2,2	7,6	6,2	6,2
	U	0,7	3,1	3,8	3,1
0,005–0,002	X_m	1,1	9,4	13,1	$G_{m(max)} < G_{табл}$
	σ_f	0,4	1,2	0,8	0,8
	σ_R	0,7	3,1	1,1	1,1
	r	1,2	3,3	2,3	2,3
	R	2,0	8,7	3,2	3,2
	U	0,8	4,1	1,8	1,8
0,002–0,001	X_m	0,8	4,6	6,5	$G_{m(max)} < G_{табл}$
	σ_f	0,3	0,8	0,7	0,7
	σ_R	0,8	1,4	1,0	1,0
	r	0,9	2,4	1,9	1,9
	R	2,1	4,2	2,9	2,9
	U	0,8	2,2	1,6	1,6
Менее 0,01	X_m	5,4	39,4	46,2	$G_{m(max)} < G_{табл}$
	σ_f	0,5	1,7	0,9	0,9
	σ_R	0,7	3,4	2,0	2,0
	r	1,5	4,6	2,5	2,5
	R	2,1	25,9	5,6	5,6
	U	0,8	9,9	2,9	2,9
Менее 0,001	X_m	2,2	14,3	6,7	$G_{m(max)} < G_{табл}$
	σ_f	0,4	0,7	0,4	0,4
	σ_R	0,7	2,9	0,6	0,7
	r	1,2	2,1	1,1	1,2
	R	1,9	8,1	1,7	1,9
	U	0,6	3,6	0,9	0,9

Примечание.

* X_m – общее среднее значение, σ_f – показатель повторяемости (относительное среднее квадратичное отклонение), σ_R – показатель воспроизводимости (относительное среднее квадратичное отклонение), r – предел повторяемости, R – предел воспроизводимости, U – расширенная неопределенность, $G_{m(max)}$ – расчетные значения критерия Кохрена, $G_{табл}$ – критические значения критерия Кохрена (РМГ 61, приложение И).

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Результаты проведенных исследований образцов рабочих проб позволили определить следующие внутрилабораторные показатели качества методики определения гранулометрического (зернового) состава грунтов пипеточным методом:

- 1) Значение внутрилабораторного показателя повторяемости результатов анализа (σ_T) находится в интервале значений от 0,4 до 1,8%.
- 2) Относительный показатель внутрилабораторной прецизионности (σ_R) принимает значения в интервале от 0,7 до 2,9%.
- 3) Расширенная неопределенность (U) для разных исследуемых фракций грунта составляет от 0,9 до 3,9%.

Расчитанные метрологические характеристики определения гранулометрического (зернового) состава грунтов пипеточным методом, позволят проводить внутренний контроль качества измерений и повысить качество результатов и доверие к лаборатории.

ФИНАНСОВАЯ ПОДДЕРЖКА

Работа выполнена по государственному заданию Института почвоведения и агрохимии СО РАН при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования Российской Федерации.

ЛИТЕРАТУРА

Васильева И.Е., Таусенев Д.С., Бусько А.Е., Землянкo П.В., Шабанова Е.В., Забанов Ю.А., Манохина С.Н. Изучение гранулометрического состава порошков стандартных образцов природных сред // Стандартные образцы. 2015. № 1. С. 39–49.

ГОСТ 26483-85. Почвы. Приготовление солевой вытяжки и определение ее рН по методу ЦИНАО. Москва: Государственный комитет СССР по стандартам (с изменением №1 от 01.01.2023), 1985. 7 с.

ГОСТ Р 51568-99 (ИСО 3310-1-90). Сита лабораторные из металлической проволочной сетки. Москва: Госстандарт России, 2000. 7 с.

ГОСТ 12536-2014. Грунты. Методы лабораторного определения гранулометрического состава (зернового) и микроагрегатного состава. Москва: Стандартформ, 2015. 18 с.

ГОСТ 34100.3-2017/ISO/IEC Guide 98-3:2008. Неопределенность измерения. Часть 3. Руководство по выражению неопределенности измерения. Москва: Стандартформ, 2018. 104 с.

ГОСТ ISO/IEC 17025-2019. Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий. Москва: Стандартиформ, 2019. 25 с.

ГОСТ Р 58975-2020. Оценка соответствия. Рекомендации по выбору методик исследований (испытаний) и измерений при проведении оценки соответствия. Москва: Стандартформ, 2020. 4 с.

ГОСТ 26213-2021. Почвы. Методы определения органического вещества. Москва: Российский институт стандартизации, 2021. 7 с.

РМГ 61-2010. Показатели точности, правильности, прецизионности методик количественного химического анализа. Москва: Стандартформ. 2013. 58 с.

РМГ 76-2014. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа. Москва: Стандартиформ, 2015. 110 с.

Шейн Е.В., Мади А.И. Гранулометрический состав почв: методы лазерной дифракции и седиментометрии, их сравнение и использование // Агрохимический вестник. 2018. № 1. С. 9–11.

ISO 11277:2020. Soil quality. Determination of particle size distribution in mineral soil material. Method by sieving and sedimentation. Switzerland. 43 p.

Поступила в редакцию 02.07.2024

Принята 28.10.2024

Опубликована 05.11.2024

Сведения об авторах:

Лебедева Марина Александровна – кандидат биологических наук, старший научный сотрудник лаборатории биогеохимии почв ФГБУН Институт почвоведения и агрохимии СО РАН (г. Новосибирск, Россия); MarinaMyadelets@yandex.ru, marinalebedeva325@gmail.com

Худяев Сергей Анатольевич – кандидат биологических наук, старший научный сотрудник лаборатории биогеохимии почв ФГБУН Институт почвоведения и агрохимии СО РАН (г. Новосибирск, Россия); khudayev@issa-siberia.ru, xca_nsk@mail.ru

Авторы прочитали и одобрили окончательный вариант рукописи.



Статья доступна по лицензии [Creative Commons Attribution 4.0 License](https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/)

Metrological characteristic of the pipette method (GOST 12536-2014) for determining soil granulometric composition

© 2024 M. A. Lebedeva , S. A. Khudyaev 

Institute of Soil Science and Agrochemistry, Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences, Lavrentieva, 8/2, Novosibirsk, Russia. E-mail: khudayev@issa-siberia.ru

The aim of the study. To calculate precision indicators (repeatability and reproducibility) and uncertainty in determining the granulometric (grain) composition of soils using the pipette method.

Methods. Using the pipette method the content of the following granulometric fractions was determined in soil samples: 0,1–0,05 mm, 0,05–0,01 mm, 0,01–0,005 mm, 0,005–0,002 mm, 0,002–0,001 mm, less than 0,01 mm, less than 0,001 mm. The determination of pH of the salt extract was carried out by potentiometric technique, and organic matter was measured photometrically. For each aliquot of the sample 16 single measurements were obtained for each soil fraction. Based on these data, precision indicators were assessed under conditions of intra-laboratory repeatability and reproducibility, uncertainty indicators were assessed as well.

Main results. The following intralaboratory quality indicators were obtained for the method of determining the granulometric (grain) composition of soils using the pipette method:

- 1) The value of the intralaboratory repeatability indicator of analysis results (σ_r) ranged 0,4–1,8%.
- 2) The relative indicator of intralaboratory precision (σ_R) was within the 0,7–2,9% range.
- 3) Expanded uncertainty (U) for different soil fractions ranged from 0,9 to 3,9%.

Conclusions. The calculated metrological characteristics of determining the granulometric (grain) composition of soils using the pipette method facilitates the internal control of the measurements quality, promoting the quality and confidence in the laboratory work.

Keywords: granulometric composition; pipette method; repeatability; reproducibility; uncertainty.

How to cite: Metrological characteristics of the pipette method (GOST 12536-2014) for determining soil granulometric composition. *The Journal of Soils and Environment*. 2024. 7(276). e276. DOI: [10.31251/pos.v7i4.276](https://doi.org/10.31251/pos.v7i4.276) (in Russian with English abstract).

FUNDING

The study was carried out according to the state assignment of the Institute of Soil Science and Agrochemistry SB RAS with the financial support by the Ministry of Science and Higher Education of the Russian Federation.

REFERENCES

- Vasilyeva I.E., Tausensev D.S., Bus'ko A.E., Zemlynko P.V., Shabanova E.V., Zabanov Yu.A., Manochina S.N. Study of particle size distribution of environment certified reference material. *Certified Reference Materials*. 2015. No. 1. P. 39–49. (in Russian).
- GOST 26483-85. Soils. Preparation of salt extract and determination of its pH using the CINA method. Moscow: USSR State Committee for Standards (with amendment No. 1 of 01/01/2023), 1985. 7 p. (in Russian).
- GOST R 51568-99 (ISO 3310-1-90). Laboratory sieves made of metal wire mesh. Moscow: Gosstandart of Russia, 2000. 7 p. (in Russian).
- GOST 12536-2014. Soils. Methods for laboratory determination of granulometric composition (grain) and microaggregate composition. Moscow: Standardform, 2015. 18 p. (in Russian).
- GOST 34100.3-2017/ISO/IEC Guide 98-3:2008. Measurement uncertainty. Part 3. Guidance on expressing measurement uncertainty. Moscow: Standardform, 2018. 104 p. (in Russian).
- GOST ISO/IEC 17025-2019. General requirements for the competence of testing and calibration laboratories. Moscow: Standartinform, 2019. 25 p. (in Russian).

GOST R 58975-2020. Conformity assessment. Recommendations for the selection of research (testing) and measurement methods when conducting conformity assessment. Moscow: Standardform, 2020. 4 p. (in Russian).

GOST 26213-2021. Soils. Methods for determining organic matter. Moscow: Russian Institute of Standardization, 2021. 7 p. (in Russian).

RMG 61-2010. Indicators of accuracy, correctness, precision of methods of quantitative chemical analysis. Moscow: Standardform. 2013. 58 p. (in Russian).

RMG 76-2014. Internal quality control of quantitative chemical analysis results. Moscow: Standartinform, 2015. 110 p. (in Russian).

Shein E.V., Mady A.I. Granulometric composition of soils: methods of laser diffraction and sedimentometry, their comparison and use. Agrochemical Herald. 2018. No. 1. P. 9–11. (in Russian).

ISO 11277:2020. Soil quality. Determination of particle size distribution in mineral soil material. Method by sieving and sedimentation. Switzerland. 43 p.

Received 02 July 2024

Accepted 28 October 2024

Published 05 November 2024

About the authors:

Marina A. Lebedeva – Candidate of Biological Sciences, Senior Researcher in the Laboratory of Soil Biogeochemistry in the Institute of Soil Science and Agrochemistry, the Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences (Novosibirsk, Russia); MarinaMyadelets@yandex.ru

Sergey A. Khudyaev – Candidate of Biological Sciences, Senior Researcher in the Laboratory of Soil Biogeochemistry in the Institute of Soil Science and Agrochemistry, the Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences (Novosibirsk, Russia); khudayev@issa-siberia.ru, xca_nsk@mail.ru

The authors read and approved the final manuscript



The article is available under [Creative Commons Attribution 4.0 License](https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/)