

ИНФОРМАЦИЯ. НОВОСТИ. СОБЫТИЯ

DOI 10.20915/2077-1177-2018-14-3-4-51-56
УДК 543.5

ДЕЯТЕЛЬНОСТЬ ФГУП ВНИИФТРИ В СФЕРЕ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ ИЗМЕРЕНИЙ

В. И. Добровольский, Н. Г. Оганян, С. В. Прокунин

ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт физико-технических и радиотехнических измерений (ВНИИФТРИ), п. Менделеево, Московская обл., Российская Федерация
E-mail: mera@vniiftri.ru

В статье представлено описание, метрологические характеристики и области применения государственных первичных эталонов ФГУП «ВНИИФТРИ»: показателей активности ионов водорода рН и активности ионов рХ в водных растворах, единиц дисперсных параметров аэрозолей, взвесей и порошкообразных материалов, единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации неорганических компонентов в водных растворах на основе гравиметрического и спектральных методов анализа. В докладе также говорится о производстве на базе ВНИИФТРИ стандарт-титров и буферных растворов для рН-метрии, рабочих эталонов активности ионов Na^+ , K^+ , F^- , Cl^- , Br^- , I^- , NO_3^- (рХ) в водных средах, об исследованиях и о плановых разработках.

Ключевые слова: водородный показатель, активность ионов, эталон, рН, рХ, стандарт-титр, буферный раствор, стандартный образец, утверждение типа, калибровка, поверка, аттестация методик измерений, аттестация чистых помещений, производство стандартных образцов и мер

Ссылка при цитировании:

Добровольский В. И., Оганян Н. Г., Прокунин С. В. Деятельность ФГУП ВНИИФТРИ в сфере физико-химических измерений // Стандартные образцы. 2018. Т. 14. № 3–4. С. 51–56. DOI 10.20915/2077-1177-2018-14-3-4-51-56.

For citation:

Dobrovolskiy V. I., Oganyan N. G., Prokunin S. V. Activity of the All-Russian Research Institute of Physico-technical and Radio-technical Measurements (VNIIFTRI) in the Sphere of Physicochemical Measurements. Reference materials. 2018; 14(3–4). 51–56 (In Russ.). DOI 10.20915/2077-1177-2018-14-3-4-51-56.

ACTIVITY OF THE ALL-RUSSIAN RESEARCH INSTITUTE OF PHYSICOL-TECHNICAL AND RADIO-TECHNICAL MEASUREMENTS (VNIIFTRI) IN THE SPHERE OF PHYSICO-CHEMICAL MEASUREMENTS

Vladimir I. Dobrovolskiy, Narine G. Oganyan, Sergey V. Prokunin

All-Russian Research Institute of Physicol-Technical and Radio-Technical Measurements (VNIIFTRI),
Mendeleevo, Moscow Region, Russian Federation
E-mail: mera@vniiftri.ru

This article presents the description, metrological characteristics and application of State primary standards developed at the All-Russian Research Institute of Physicol-Technical and Radio-Technical Measurements (VNIIFTRI). These include the state primary standards for pH and pX in aqueous solutions, units of the dispersed parameters of aerosols, suspensions and powdery materials, units of the mass fraction and mass (molar) concentration of inorganic components in aqueous solutions based on gravimetric and spectral methods of analysis. In addition, the article discusses R&D projects that are currently being realized at VNIIFTRI, including the production of standard-titres and buffer solutions for pH-metry, as well as working standards for assessing the activity of Na⁺, K⁺, F⁻, Cl⁻, Br⁻, I⁻, NO₃⁻ (pX) ions in aqueous media.

Keywords: ion activity, measurement standard, pH, pX, standard-titre, buffer solution, reference material, type approval, calibration, verification, measurement procedure certification, cleanroom certification, production of reference materials and measures

С целью обеспечения единства измерений в России в сфере физико-химических измерений во ФГУП «ВНИИФТРИ» на базе научно-исследовательского подразделения физико-химических и электрических измерений (НИО-6) разработаны, исследованы, утверждены и успешно эксплуатируются следующие государственные первичные эталоны:

- государственный первичный эталон показателя рН-активности ионов водорода в водных растворах (ГЭТ 54–2011);
- государственный первичный эталон показателей рХ активности ионов в водных растворах (ГЭТ 171–2011);
- государственный первичный эталон единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации неорганических компонентов в водных растворах на основе гравиметрического и спектральных методов (ГЭТ 217–2018);
- государственный первичный эталон единиц дисперсных параметров аэрозолей, взвесей и порошкообразных материалов (ГЭТ 163–2010);
- государственный первичный эталон единиц объемной плотности электрического заряда ионизи-

рованного воздуха и счетной концентрации аэроионов (ГЭТ 177–2010);

- государственный первичный эталон единицы массовой концентрации кислорода и водорода в жидких средах (ГЭТ 212–2014).

Кроме государственных первичных эталонов на базе НИО-6 разработан, исследован и утвержден государственный вторичный эталон единицы постоянного электрического напряжения ВЭТ 13-13-01 и с 2001 г. активно используется в институте. В частности, вторичный эталон, помимо других своих задач, решает соответствующие вопросы метрологического обеспечения средств измерений, входящих в состав государственных первичных эталонов НИО-6.

В НИО-6 ведутся научные исследования по обеспечению передачи единиц от государственных первичных эталонов другим эталонам и средствам измерений в закрепленной за ВНИИФТРИ сфере.

Согласно области аккредитации ВНИИФТРИ в сфере физико-химических измерений НИО-6 предоставляет услуги по испытаниям средств измерений и стандартных образцов (СО) с целью утверждения типа, поверке

/ калибровке средств измерений (СИ), аттестации методик измерений, аттестации чистых помещений и др.

НИО-6 активно принимает участие в работах технических комитетов, подкомитетов и рабочих групп Росстандарта, межгосударственных, региональных и международных организаций:

- ведение Подкомитета 206.16 «Эталоны и поверочные схемы в области электрохимических измерений в жидких средах» ТК 206 Росстандарта;
- ведение Подкомитета 206.16 «Эталоны и поверочные схемы в области измерений параметров аэрозолей, взвесей и порошкообразных материалов» ТК 206 Росстандарта;
- ведение ПК1 «Электрохимия» ТК 1.8 «Физико-химия» КОOMET;
- ведение ТК 335 «Методы испытаний агропромышленной продукции на безопасность» Росстандарта;
- ведение МТК 335 «Методы испытаний агропромышленной продукции на безопасность» МГС;
- ведение секретариата ТК 17/ПК 3 «рН-метрия» МОЗМ;
- участие в Консультативном комитете по количеству вещества МБМВ (CCQM VIPM) в качестве наблюдателя и экспертное участие в рабочих группах по ключевым сличениям и качеству СМС-строк, электрохимии, неорганическому и газовому анализам (KCWG, EAWG, IAWG, GAWG);
- экспертное участие в ИСО / ТК 281 «Fine Bubble Technology».

Действующая во ФГУП «ВНИИФТРИ» система качества уже не первый раз подтверждается экспертами КОOMET на соответствие требованиям международного стандарта ИСО 17025 [1].

ФГУП «ВНИИФТРИ» является головным российским институтом в области электрохимических измерений, таких как измерение показателя рН-активности ионов водорода и показателей рХ активности ионов в водных растворах.

Как известно, средства измерений водородного показателя (рН) по их количеству и типам занимают одно из первых мест среди анализаторов жидкости. Только в Российской Федерации количество приборов для определения рН насчитывается более 1 000 000. Определение водородного показателя (рН) является на сегодняшний день самым востребованным методом контроля состава водных сред и других гомогенных и гетерогенных систем в жидком состоянии. Водородный показатель является важнейшей физико-химической характеристикой, определяющей основные кислотно-щелочные свойства растворов. Эти из-

мерения задействованы практически во всех сферах деятельности человека.

Во главе государственной поверочной схемы для средств измерений рН находится государственный первичный эталон рН ГЭТ 54–2011 [2].

Метрологические характеристики ГЭТ 54–2011:

- рН в водных растворах в диапазоне от 1 до 12;
- при t от 0 до 95 °С;
- СКО= 0,001 при $t = 25$ °С;
- неисключенная систематическая погрешность не превышает 0,0017 при $t = 25$ °С;
- расширенная неопределенность 0,004 при $k=2$.

ФГУП «ВНИИФТРИ» имеет 6 СМС-строк по измерению водородного показателя рН в базе данных МБМВ.

В настоящее время на базе НИО-6 налажен выпуск стандарт-титров 1-го и 2-го разрядов для приготовления буферных растворов, а также буферных растворов 2-го разряда с целью воспроизведения и передачи единицы рН (1–12) от Государственного первичного эталона рабочим эталонам и средствам измерений в данной области. Вся продукция прошла испытания с целью утверждения типа, внесена в Государственный реестр средств измерений и является допущенной к применению на территории Российской Федерации.

Выпускаемая продукция:

- стандарт-титры для приготовления буферных растворов – рабочих эталонов рН 1 и 2-го разрядов СТ-рН (рег. № 45142–10);
- буферные растворы – рабочие эталоны рН 2-го разряда БР-рН (рег. № 45143–10);
- меры кислотности МрН-1,2 (рег. № 47547–11);
- стандарт-титры СТ-ОВП-01 (рег. № 61364–15).

Предназначены для воспроизведения и передачи показателя активности ионов водорода (рН) в водных растворах и единицы окислительно-восстановительно-го потенциала (ОВП).

Метрологические характеристики выпускаемой продукции:

- стандарт-титры для приготовления буферных растворов – рабочих эталонов рН 1 разряда СТ-рН-1:
Пределы допускаемой абсолютной погрешности воспроизведения рН:
– при t раствора + 25 °С $\pm 0,004$;
– в диапазоне t от + 5 до + 60 °С (кроме $t + 25$ °С) $\pm 0,006$;
- срок годности: 1 год;
- стандарт-титры для приготовления буферных растворов – рабочих эталонов рН 2-го разряда СТ-рН-2:
– пределы допускаемой абсолютной погрешности воспроизведения рН $\pm 0,01$;

- емкость флаконов: 40 см³;
- срок годности: 1,5 года.

Нужно отметить, что ФГУП «ВНИИФТРИ» – единственная в России организация, выпускающая цветные буферные растворы – рабочие эталоны pH 2-го разряда в жидком виде, готовые к непосредственному применению для измерения pH среды.

Пределы допускаемой абсолютной погрешности воспроизведения pH:

- в диапазоне t от + 5 до +20 °C ±0,02
- в диапазоне t от + 20 до +40 °C ±0,01
- в диапазоне t от + 40 до + 80 °C ±0,02

Объем буферного раствора 125 см³, 270 см³, 500 см³
 Емкость флаконов 125 см³, 270 см³, 500 см³
 Срок годности 1 год

В последние годы все более актуальным становится рХ-метрия. Основным прибором в рХ-метрии является иономер, при помощи которого исследуется активность, массовая и молярная доля концентрации ионов в водном растворе, температура раствора.

Во главе Государственной поверочной схемы для средств измерений электрохимическими методами ионного состава водных растворов (средств измерений рХ) находится Государственный первичный эталон рХ ГЭТ 171-2011 [3].

Метрологические характеристики:

- рХ-активности ионов в водных растворах в диапазоне от 1 до 7;
- СКО= 0,001;
- неисключенная систематическая погрешность не превышает 0,0016;
- расширенная неопределенность 0,004 при k=2.

Следует также отметить, что ФГУП «ВНИИФТРИ» – единственная в России организация, выпускающая молементарные растворы – рабочие эталоны активности ионов Na⁺, K⁺, F⁻, Cl⁻, Br⁻, I⁻, NO³⁻ в водных средах.

Выпускаемая продукция:

Рабочие эталоны активности ионов в водных растворах РЭАИ:

- эталоны рабочие активности ионов натрия в водных растворах РЭАИ-Na (рег. № 43471–09);
- эталоны рабочие активности ионов калия в водных растворах РЭАИ-K (рег. № 43472–09);
- эталоны рабочие активности ионов фтора в водных растворах РЭАИ-F (рег. № 43473–09);
- эталоны рабочие активности ионов хлора в водных растворах РЭАИ-Cl (рег. № 43476–09);
- рабочие эталоны активности ионов брома в водных растворах РЭАИ-бром (рег. № 49026–12);

- рабочие эталоны активности ионов йода в водных растворах РЭАИ-йод (рег. № 49025–12);
- рабочие эталоны активности нитрат-ионов в водных растворах РЭАИ-нитрат (рег. № 49027–12).

Метрологические характеристики выпускаемой продукции:

- диапазон измерений рХ (1–7);
- погрешность измерений ПГ рХ ±0,01 при T = 25 °C.

Однако институт не останавливается на достигнутом и продолжает свою работу по расширению перечня предоставляемых единиц рН и рХ путем научных исследований, ключевых и пилотных сличений с ведущими мировыми метрологическими институтами, специализирующимися на данной области измерений.

Другой актуальной задачей является метрологическое обеспечение определения неорганических компонентов в жидкости. Сферы применения СО неорганических компонентов в водных растворах разнообразны. Это и продукты питания, и вода питьевая, и вода природная, и рыбное хозяйство, и сельское хозяйство, и многое другое, где нормы содержания тех или иных неорганических компонентов (в особенности содержание тяжелых металлов) регламентированы не только у нас в стране, но и за рубежом.

В этой связи в 2018 г. был утвержден новый государственный первичный эталон массой доли и массовой (молярной) концентрации неорганических компонентов в водных растворах ГЭТ 217-2018, разработанный на базе ФГУП «ВНИИФТРИ».

Метрологические характеристики:

- диапазон значений массовой (молярной) концентрации неорганических компонентов в водных растворах, в котором воспроизводится, хранится и передается единица, составляет от 10–8 г/дм³ до 100 г/дм³ (от 10–9 моль/дм³ до 2 моль/дм³);
- диапазон значений массовой доли неорганических компонентов в водных растворах, в котором воспроизводится, хранится и передается единица, составляет от 10–9% до 10%;
- СКО – не превышает (0,01–4)%.
- НСП – не превышает (0,01–4)%, при P=0,99;
- расширенная неопределенность не превышает (0,02–8,8)%, при k = 2.

В настоящее время благодаря успешному участию ГЭТ 217-2018 в международных сличениях в рамках МБМВ (IAWG CCQM VIPM), в НИО-6 ведутся исследования по разработке и производству СО ионов тяжелых металлов в водных растворах для передачи единицы высокоточным средствам измерений в данной области [4].

С ростом требований к чистоте помещений, к условиям труда, к безопасности продуктов питания и жизни растет и актуальность обеспечения единства измерений в сфере определения параметров микро- и наночастиц.

К 2018 г. был усовершенствован государственный первичный эталон единиц дисперсных параметров аэрозолей, взвесей и порошкообразных материалов ГЭТ 163-2010.

Метрологические характеристики усовершенствованного ГЭТ 163-2010 приведены в табл. 1.

В настоящее время ФГУП «ВНИИФТРИ» участвует в международных пилотных сличениях в рамках МБМВ в области измерений наночастиц, на основании чего можно будет разработать получение СО микро- и наночастиц в различных матрицах.

Табл. 1. Метрологические характеристики усовершенствованного ГЭТ 163-2010

Table 1. Metrological characteristics of improved GET-163-2010

Величина	Диапазон воспроизведения	<i>U</i> , %
Размер частиц	0,001–0,03 мкм	2,7...3,8
	0,03–2000 мкм	2,4
Счетная концентрация частиц	10^3 – 10^{12} м ⁻³	3,2...3,6
Массовая концентрация частиц	0,001–10 мг/м ³	2,2...3,7
	1–2000 мг/м ³	1,3
	1–10000 мг/м ³	1,3...2,9
Электрофоретическая подвижность частиц	$-2 \cdot 10^{-7}$ – $+2 \cdot 10^{-7}$ м ² /(В·с)	3,0...3,5
Дзета-потенциал частиц	-150 – +150 мВ	4,4...4,8
<i>U</i> – расширенная неопределенность при коэффициенте охвата $k = 2$		

ЛИТЕРАТУРА

1. ISO/IEC 17025:2005 General requirements for the competence of testing and calibration laboratories // ISO [Электронный ресурс] URL: <https://www.iso.org/standard/39883.html>
2. ГОСТ 8.120-2014 Государственная система обеспечения единства измерений (ГСИ). Государственная поверочная схема для средств измерений pH. М. : Стандартинформ, 2015.
3. ГОСТ Р 8.641-2013 Государственная система обеспечения единства измерений (ГСИ). Государственная поверочная схема для средств измерений электрохимическими методами ионного состава водных растворов (средств измерений pH). М. : Стандартинформ, 2015.
4. Yan L. et al. Final report of the SIM.QM-S7 supplementary comparison, trace metals in drinking water // Metrologia, Vol. 55, Technical Supplement, 2018. Doi 10.1088/0026-1394/55/1A/08002

REFERENCES

1. ISO/IEC 17025:2005 General requirements for the competence of testing and calibration laboratories. Available at: <https://www.iso.org/standard/39883.html>
2. GOST 8.120-2014 State system for ensuring the uniformity of measurements. State traceability scheme for the instruments intended for measuring pH. Moscow, Standartinform Publ., 2015. (in Russ.).
3. GOST R 8.641-2013 State system for ensuring the iniformity of measurements. State verification scheme for measuring instruments of the water solutions ion content by electrochemical methods (pX measuring instruments). Moscow, Standartinform Publ., 2015. (in Russ.).
4. Lu Yang et al. Final report of the SIM.QM-S7 supplementary comparison, trace metals in drinking water. Metrologia, Vol. 55, Technical Supplement, 2018. Doi 10.1088/0026-1394/55/1A/08002

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Добровольский Владимир Иванович – к. техн. н., начальник научно-исследовательского отделения физико-химических и электрических измерений ФГУП «ВНИИФТРИ».

Российская Федерация, п. Менделеево, Московская обл.
e-mail: mera@vniiftri.ru

Оганян Нарине Гарегиновна – к. хим. н., заместитель начальника научно-исследовательского отделения физико-химических и электрических измерений ФГУП «ВНИИФТРИ».

Российская Федерация, п. Менделеево, Московская обл.
e-mail: oganyan@vniiftri.ru

Прокунин Сергей Викторович – к. техн. н., начальник лаборатории электрохимических и электрических измерений ФГУП «ВНИИФТРИ».

Российская Федерация, п. Менделеево, Московская обл.
e-mail: prokunin@vniiftri.ru

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Vladimir I. Dobrovolskiy – Ph. D. (Eng.), Head of Research Department for Physical-Chemical and Electrical Measurements, FSUE VNIIFTRI.

Mendeleevo, Moscow Region, Russian Federation.
e-mail: mera@vniiftri.ru

Narine G. Oganyan – Ph.D. (Chem.), Deputy Head of Research Department for Physical-Chemical and Electrical Measurements, FSUE VNIIFTRI.

Mendeleevo, Moscow Region, Russian Federation.
e-mail: oganyan@vniiftri.ru

Sergey V. Prokunin – Ph.D. (Eng.), Head of the Laboratory for Electrochemical and Electrical Measurements, FSUE VNIIFTRI.

Mendeleevo, Moscow Region, Russian Federation.
e-mail: prokunin@vniiftri.ru