

# ИНФОРМАЦИЯ. НОВОСТИ. СОБЫТИЯ

## ■ ЭТАЛОННАЯ БАЗА В ОБЛАСТИ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ ИЗМЕРЕНИЙ РОССИИ /

## MEASUREMENT STANDARD BASE OF RUSSIA IN THE FIELD OF PHYSICAL-CHEMICAL MEASUREMENTS

DOI: 10.20915/2077-1177-2018-14-1-2-51-56

УДК 543.5

### УЧАСТИЕ ФГУП «ВНИИФТРИ» В МЕЖДУНАРОДНЫХ СЛИЧЕНИЯХ В ОБЛАСТИ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ ИЗМЕРЕНИЙ

© В. И. Добровольский, Н. Г. Оганян, С. В. Прокунин, А. А. Стахеев

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

Поступила в редакцию 1 февраля 2018 г., после доработки – 6 апреля 2018 г.  
Принята к публикации – 15 апреля 2018 г.

*В статье рассмотрено участие ФГУП «ВНИИФТРИ» в международных сличениях в области физико-химических измерений (рН-метрия и ионометрия (рХ)), а также в области измерений неорганических компонентов в различных матрицах, представлены измерительные и калибровочные возможности – СМС-строки в базе данных МБМВ.*

**Ключевые слова:** сличения, эталон, стандарт-титр, буферный раствор, стандартный образец, электрохимический анализ, неорганический анализ, СМС-строка

---

#### Ссылка при цитировании:

Добровольский В. И., Оганян Н. Г., Прокунин С. В., Стахеев А. А. Участие ФГУП «ВНИИФТРИ» в международных сличениях в области физико-химических измерений // Стандартные образцы. 2018. Т. 14. № 1-2. С. 51–56. DOI 10.20915/2077-1177-2018-14-1-2-51-56 (In Russ.).

#### For citation:

Dobrovolskiy V. I., Oganyan N. G., Prokunin S. V., Stakheev A. A. Participation of VNIIFTRI in international comparisons in the field of physical-chemical measurements. Reference materials. 2018; 14 (1-2): 51–56 (In Russ.). DOI 10.20915/2077-1177-2018-14-1-2-51-56.

## PARTICIPATION OF VNIIFTRI IN INTERNATIONAL COMPARISONS IN THE FIELD OF PHYSICAL-CHEMICAL MEASUREMENTS

©Vladimir I. Dobrovolskiy, Narine G. Oganyan, Sergey V. Prokudin, Alexey A. Stakheev

All-Russian Research Institute for Physical-Engineering and Radiotechnical Metrology (VNIIFTRI)  
Moscow Region, Russian Federation  
E-mail: mera@vniiftri.ru

Received – 1 February 2018; Revised – 6 April 2018

Accepted for publication – 16 April 2018.

*This paper considers the participation of FSUE «VNIIFTRI» in international comparisons: in the field of physical-chemical measurements, particularly in pH-metry and ionometry (pX); in the sphere of measuring inorganic components in various matrices. Measurement and calibration capabilities are presented – CMC lines in the BIPM database.*

**Keywords:** comparisons, measurement standard, standard-titre, buffer solution, reference material, electrochemical analysis, inorganic analysis, CMC line

Научно-исследовательское отделение физико-химических и электрических измерений (НИО-6) ФГУП «ВНИИФТРИ», являясь одним из метрологических центров России, принимает активное участие в международных и региональных сличениях с целью подтверждения своих измерительных и калибровочных возможностей, развития эталонной базы (при участии в пилотных сличениях) и обеспечения единства измерений в России в области физико-химических измерений на уровне современных международных требований.

На сегодняшний день ученые НИО-6, по видам измерений трех государственных первичных эталонов:

- 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),

приняли участие в международных ключевых, дополнительных и пилотных сличениях, проводимых в рамках рабочих групп Консультативного комитета по количеству вещества (КККВ) международного бюро мер и весов (МБМВ) (CCQM BIPM) наравне с ведущими

и всемирно известными в данной области измерений институтами.

Уже в 2017 г. ученые, выполняющие исследования по усовершенствованию государственного первичного эталона единиц дисперсных параметров аэрозолей, взвесей и порошкообразных материалов ГЭТ 163 (2015–2017 гг.), активно подключились к международным сличениям и планируют участие в двух проектах в рамках Рабочих групп по газовому и неорганическому анализу КККВ МБМВ (GAWG and IAWG of CCQM BIPM):

- CCQM – K150-P189–2017 Comparison for particle number and charge concentration;
- CCQM – P194–2018 Pilot comparison on the determination of number concentration of colloidal nanoparticles.

Для подтверждения эквивалентности измерений двух ГЭТ, находящихся на базе ФГУП «ВНИИФТРИ», ученые НИО-6 организовали региональные пилотные сличения в рамках КООМЕТ, выступив в качестве координаторов тем:

- Государственный первичный эталон единиц объемной плотности электрического заряда ионизированного воздуха и счетной концентрации аэроионов (ГЭТ 177–2010) – КООМЕТ: 573/RU/12 – Пилотные сличения: Пилотные сличения в области измерения счетной концентрации аэроионов;
- Государственный первичный эталон единицы массовой концентрации кислорода и водорода в жидких средах (ГЭТ 212–2014) – КООМЕТ 583/

RU/12 – Пилотные сличения: определение концентрации растворенного кислорода в воде в широком диапазоне.

По теме KOOMET: 573/RU/12 уже составлен окончательный отчет, тема закрыта. По теме KOOMET 583/RU/12 готовится окончательный отчет для закрытия темы.

**Государственный первичный эталон показателя рН-активности ионов водорода в водных растворах (ГЭТ 54–2011) и государственный первичный эталон рХ-показателей активности ионов в водных растворах (ГЭТ 171–2011)**

Государственные первичные эталоны показателя рН активности ионов водорода и государственный первичный эталон показателей рХ активности ионов в водных растворах имеют долгую историю и находятся на базе ВНИИФТРИ еще с начала 1990-х гг.

В июле 2013 г. оба эталона принял новый ученый-хранитель – к. техн. н., Прокунин Сергей Викторович. За 5 лет его работы сотрудники ФГУП «ВНИИФТРИ» приняли участие в 6 международных сличениях по своим измерительным и калибровочным возможностям на ГЭТ 54–2011 и ГЭТ 171–2011, проводимых на базе Рабочих групп по электрохимическому и неорганическому анализам КККВ МБМВ (EAWG and IAWG of CCQM BIPM):

- CCQM-K48.2014. Key comparison. Assay of Potassium Chloride [1];
- CCQM – P152.2014. Pilot Study. Acidity function of phthalate buffer in water/ethanol mixture (mass fraction 50 %), Draft A;
- CCQM – K99. 2015. Key comparison on pH of an unknown phosphate buffer [2];

- APMP.QM-K91. 2016 APMP comparison on pH measurement of phthalate buffer [3];
- CCQM – K18. 2016. Key comparison pH of carbonate buffer, Planned;
- CCQM-K19.20XX Key Comparison on Borate Buffer, Planned,

и организовали сличение на базе региональной метрологической организации KOOMET (ТК 1.8/ПК 3 «Электрохимия») «KOOMET 655/RU/15. Пилотные сличения по определению водородного показателя фосфатного буфера ~ 7,00», выступив в качестве координаторов темы. О ходе сличения «KOOMET 655/RU/15» неоднократно докладывалось на заседаниях технического комитета ТК 1.8 KOOMET и Рабочей группы EAWG CCQM BIPM. Работа находится на этапе завершения.

На рис. 1 и 2 приведены результаты участия ФГУП «ВНИИФТРИ» в международном сличении в рамках CCQM BIPM – APMP.QM-K91. 2016 (последнего из завершенных в перечне сличений по рН) (см. выше) [3]. Как видно из рис. 1 и 2, ученые НИО-6 провели свои измерения на высоком уровне. В проекте приняли участие: ROCHEM-LIPI (Индонезия), VMI (Вьетнам), CMI (Словакия), VNIIFTRI (Россия), Tubitak Ume (Турция), CENAM (Мексика), INACAL (Перу), NML-SIRIM (Малайзия), BelGIM (Беларусь), GLHK (Гонконг).

Положительные результаты в ключевых и дополнительных международных сличениях позволили не только подтвердить эквивалентность результатов, полученных на государственном первичном эталоне ГЭТ-54, с лидирующими в данной области странами, подтвердить ранее имеющиеся пять СМС-строк в базе данных МБМВ, но и добавить еще одну строку по своим измерительным и калибровочным возможностям. Ниже приведены СМС-строки ФГУП «ВНИИФТРИ» по опреде-

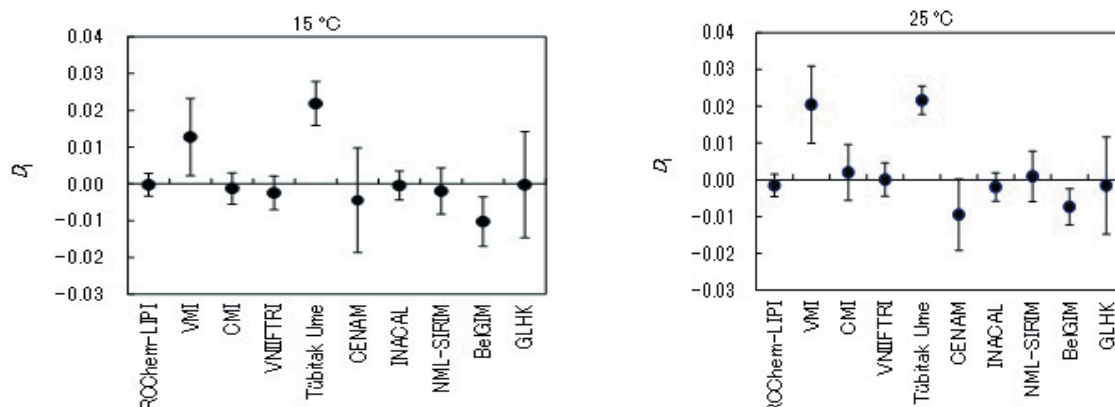
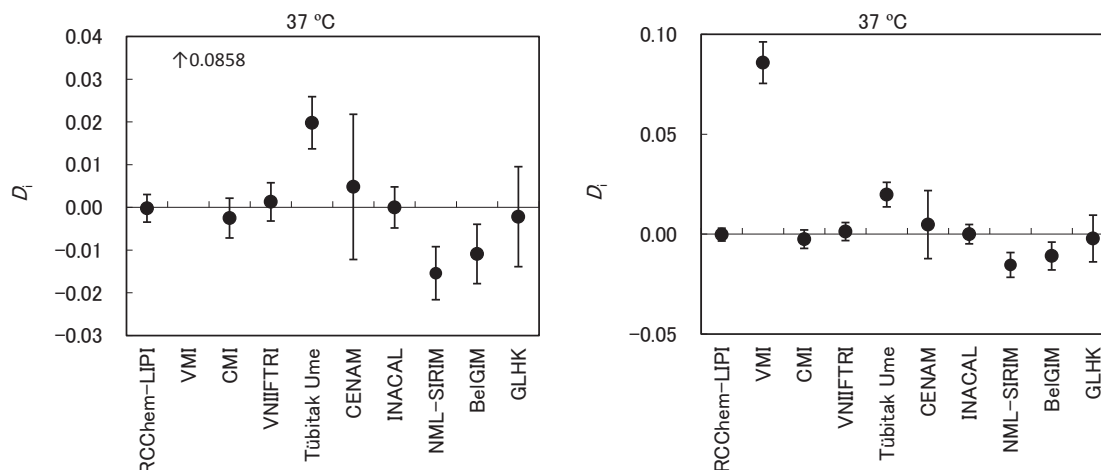


Рис. 1. Степень эквивалентности  $D_i$  и расширенная неопределенность  $U_i$  при температурах 15 °C и 25 °C

Fig. 1. The degree of equivalence  $D_i$  and expanded uncertainty  $U_i$  at the temperatures of 15 °C and 25 °C

Рис. 2. Степень эквивалентности  $D_i$  и расширенная неопределенность  $U_i$  при температуре 37 °CFig. 2. The degree of equivalence  $D_i$  and expanded uncertainty  $U_i$  at the temperature of 37 °C

лению pH с соответствующими неопределенностями измерений, при уровне доверия 95 % и коэффициенте охвата  $k=2$ :

- pH от 3,553 до 3,561, с расширенной неопределенностью 0,004;
- pH от 4,001 до 4,009 с расширенной неопределенностью 0,004;
- pH от 6,861 до 6,869 с расширенной неопределенностью 0,004;
- pH от 6,86 до 7,41 с расширенной неопределенностью 0,02;
- pH от 9,176 до 9,184 с расширенной неопределенностью 0,008;
- pH от 3,80 до 4,20 с расширенной неопределенностью от 0,02.

Сегодня на базе НИО-6 налажено производство стандарт титров и буферных растворов I и II разрядов для pH- и рХ-метрии, стандарт-титров ОВП, мер кислотности, рабочих эталонов активности ионов в водных растворах. Благодаря подтверждению своих измерительных возможностей на мировом уровне ФГУП «ВНИИФТРИ» с уверенностью может заявить о высоком качестве выпускаемой продукции.

**Государственный первичный эталон единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации неорганических компонентов в водных растворах на основе гравиметрического и спектральных методов (ГЭТ 217–2018)**

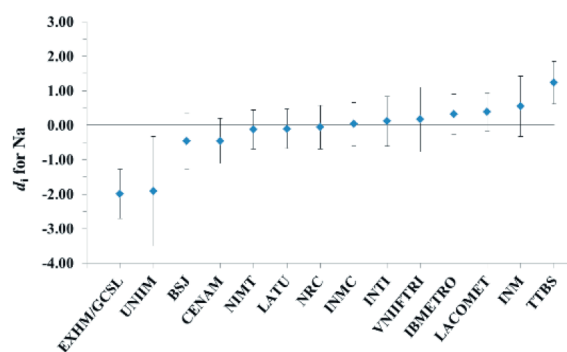
В период с 2013 по 2017 г. в НИО-6 ФГУП «ВНИИФТРИ» группой ученых лаборатории перспективных исследований НИО-6 был исследован и раз-

работан государственный первичный эталон единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации неорганических компонентов в водных растворах на основе гравиметрического и спектральных методов ГЭТ 217-2018 (ученым-хранителем назначен к. техн. н., Стахеев Алексей Анатольевич).

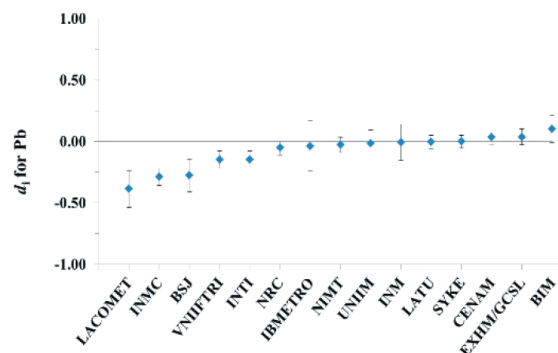
В процессе разработки ученые заявили о согласии принять участие в нескольких международных сличениях в рамках КККВ МБМВ:

- SIM.QM-S7 Supplementary Comparison. Trace Metals in Drinking Water [4];
- APMP.QM-S10 Supplementary Comparison. Elements in Food Supplement. Measurement completed;
- EURAMET.QM-S11 Supplementary Comparison. Elements in River Water. Protocol completed;
- CCQM-K128. Key comparison. Measurement of Heavy Metals and Organo-Tin in Leather Powder. In progress;
- CCQM-K145 Key comparison. Toxic and essential elements in bovin liver powder. Planned;
- CCQM-K155 and P196: Elements in seawater. Planned.

Из шести указанных тем сличений завершены дополнительные сличения SIM.QM-S7 «Остаточные количества металлов в питьевой воде», которые были объявлены в октябре 2015 г. и продолжались до конца 2017 г. Целью проекта была оценка аналитических возможностей точного определения следовых количеств металлов в питьевой воде национальных метрологических институтов (НМИ) и назначенных институтов (ДИ) стран-членов BIPM. В проекте приняли участие 16 НМИ/ДИ из 15 стран – Water (NRC (Canada), CNM (Mexico), INTI (Argentina), LTU (Uruguay), VNIIFTRI (Russia), BIM (Bulgaria), FEI (Finland), LCM (Costa Rica), The Bureau of Standards Jamaica (Jamaica), NIM (Thailand),

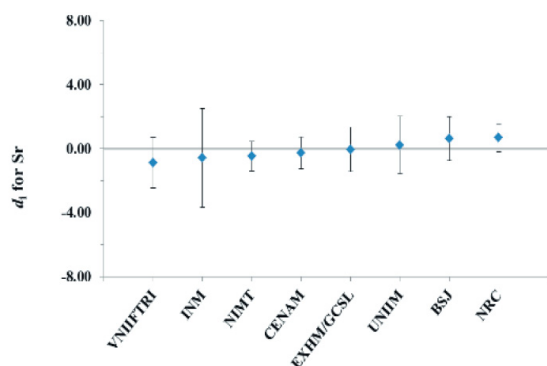


Equivalence statement for SIM.QM-S7 Na based on DSL calculation

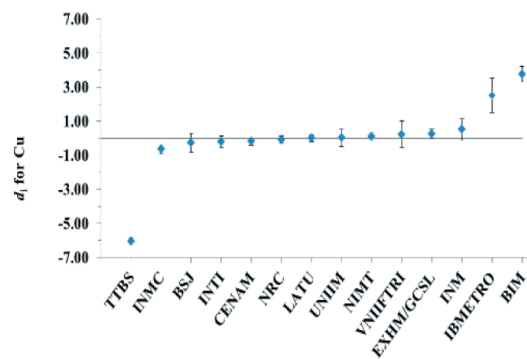


Equivalence statement for SIM.QM-S7 Pb based on DSL calculation

Рис. 3. Степень эквивалентности измерений натрия и свинца на ГЭТ 217 с различными странами в сличении SIM.QM-S7  
 Fig. 3. The degree of equivalence between sodium and lead measurements using GET 217 and the results of various countries participating in the comparison SIM.QM-S7



Equivalence statement for SIM.QM-S7 Sr based on DSL calculation



Equivalence statement for SIM.QM-S7 Cu based on DSL calculation

Рис. 4. Степень эквивалентности измерений стронция и меди на ГЭТ 217 с различными странами в сличении SIM.QM-S7  
 Fig. 4. The degree of equivalence between strontium and copper measurements using GET 217 and the results of various countries participating in the SIM.QM-S7

NIM (Romania), NMI (Colombia), UNIM (Russia), GSCL (Greece), IBM (Bolivia), Trinidad and Tobago Bureau of Standards (Trinidad) [4]. Координаторы оставили выбор метода измерения за НМИ/ДИ. Согласно полученным отчетам, большинство НМИ/ДИ в своих анализах использовали масс-спектрометрию с индуктивно-связанной плазмой ICP-MS. ФГУП «ВНИИФТРИ» (ГЭТ 217-2018 был в статусе разрабатываемого эталона) заявил о своем участии по всем четырем предлагаемым элементам.

В завершение работ, проект SIM.QM-S7 был одобрен участниками рабочей группы CCQM IAWG как успешный. На рис. 3 и 4 приведены результаты участия ФГУП «ВНИИФТРИ» в сличении SIM.QM-S7 «Остаточные количества металлов в питьевой воде» [4].

С учетом положительного участия в проекте (начало 2018 г.) ФГУП «ВНИИФТРИ» подал заявку на получение 4 новых СМС-строк в базе данных МБМВ. Полученные новые СМС-строки по определению массовой доли остаточных количеств металлов в питьевой воде с соответствующими неопределенностями измерений, при уровне доверия 95 % и коэффициенте охвата  $k=2$  указаны ниже:

- Cu (медь) 1–100  $\mu\text{г/кг}$ , с расширенной неопределенностью 0,11–8  $\mu\text{г/кг}$ ;
- Sr (Стронций) 1–100  $\mu\text{г/кг}$ , с расширенной неопределенностью 0,05–3,5  $\mu\text{г/кг}$ ;
- Pb (Свинец) 0,1–100  $\mu\text{г/кг}$ , с расширенной неопределенностью 0,015–10  $\mu\text{г/кг}$ ;

- Na (Натрий) 0,5–50 мг/кг, с расширенной неопределенностью 0,035–2,5 мг/кг.

Полученное признание измерительных возможностей эталона ГЭТ 217-2018 в указанных диапазонах с указанными неопределенностями позволит лаборатории наладить производство сравнительно недорогих стандартных образцов металлов меди, стронция, свинца и натрия в водных растворах, прослеживаемых к СМС-строкам базы данных МБМВ (KCDB BIPM) и имеющих характеристики, не уступающие зарубежным аналогам. Положительные результаты в других открытых проектах сличений позволят ФГУП «ВНИИФТРИ» увеличить количество СМС-строк с дальнейшей перспективой расширения

перечня разрабатываемых стандартных образцов неорганических компонентов в жидкостях.

Таким образом, ученые ФГУП «ВНИИФТРИ» не только подтвердили и расширили свои измерительные и калибровочные возможности на международном уровне на действующих эталонах ГЭТ 54–2011 и ГЭТ 171–2011, но и доказали на стадии разработок функциональные возможности нового эталона ГЭТ 217-2018, получив 4 новые СМС-строки в базе данных МБМВ по результатам одного завершённого проекта сличения из 6 открытых.

*Все авторы прочитали и одобрили окончательный вариант рукописи.*

## ЛИТЕРАТУРА

1. Liandi M. A. et al. CCQM-K48.2014: assay of potassium chloride Metrologia. 2016; 53: 08012. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/53/1A/08012>
2. CCQM-K99 Final Report, 18 pp., Chemistry and Biology, list of comparison, KCDB, BIPM. [https://www.bipm.org/utis/common/pdf/final\\_reports/QM/K99/CCQM-K99\\_Final\\_Report.pdf](https://www.bipm.org/utis/common/pdf/final_reports/QM/K99/CCQM-K99_Final_Report.pdf)
3. Akiharu Hioki et al. Final report of the key comparison APMP.QM-K91: APMP comparison on pH measurement of phthalate buffer. Metrologia. 2017; 54: 08002. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/54/1A/08002>
4. Lu Yang et al. Final report of the SIM.QM-S7 supplementary comparison, trace metals in drinking water. Metrologia. 2018; 55: 08002. <https://doi.org/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 метрологического обеспечения биологических и информационных технологий ФГУП «ВНИИФТРИ». Российская Федерация, п. Менделеево, Московская обл. e-mail: prokunin@vniiftri.ru

**Стахеев Алексей Анатольевич** – к. техн. н., научный сотрудник ФГУП «ВНИИФТРИ». Российская Федерация, п. Менделеево, Московская обл.

## REFERENCES

1. Liandi MA et al. CCQM-K48.2014: assay of potassium chloride Metrologia. 2016; 53: 08012. doi:10.1088/0026-1394/53/1A/08012
2. CCQM-K99 Final Report, 18 pp., Chemistry and Biology, list of comparison, KCDB, BIPM. [https://www.bipm.org/utis/common/pdf/final\\_reports/QM/K99/CCQM-K99\\_Final\\_Report.pdf](https://www.bipm.org/utis/common/pdf/final_reports/QM/K99/CCQM-K99_Final_Report.pdf)
3. Akiharu Hioki et al. Final report of the key comparison APMP.QM-K91: APMP comparison on pH measurement of phthalate buffer. Metrologia. 2017; 54: 08002. doi: 10.1088/0026-1394/54/1A/08002
4. Lu Yang et al. Final report of the SIM.QM-S7 supplementary comparison, trace metals in drinking water. Metrologia. 2018; 55: 08002. doi:10.1088/0026-1394/55/1A/08002

## INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

**Vladimir I. Dobrovolskiy** – Ph.D (Eng.), Head of Research Department of Physical-Chemical and Electrical Measurements, FSUE «VNIIFTRI». Mendeleev, Moscow Region, Russian Federation e-mail: mera@vniiftri.ru

**Narine G. Oganyan** – Ph.D (Chem.), Deputy Head of Scientific Research Department of Physical-Chemical and Electrical Measurements, FSUE «VNIIFTRI». Mendeleev, Moscow Region, Russian Federation. e-mail: oganyan@vniiftri.ru

**Sergey V. Prokunin** – Ph.D (Eng.), Head at the Laboratory of Metrological Support of Biological and Information Technologies, FSUE «VNIIFTRI». Mendeleev, Moscow Region, Russian Federation. e-mail: prokunin@vniiftri.ru

**Alexey A. Stakheev** – Ph.D (Eng.), Researcher, FSUE «VNIIFTRI». Mendeleev, Moscow Region, Russian Federation.