

УДК 006.91.544.6

## **О ХОДЕ ВЫПОЛНЕНИЯ ПИЛОТНОГО СЛИЧЕНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ВОДОРОДНОГО ПОКАЗАТЕЛЯ ФОСФАТНОГО БУФЕРА**

**А.В. Апрельев, В.И. Добровольский, В.А. Звездина, С.В. Прокунин**

*ФГУП «ВНИИФТРИ», Менделеево, Московская область  
mera@vniiftri.ru*

*Данная публикация посвящена проведению пилотного сличения по определению водородного показателя фосфатного буфера со значением  $pH=7,00$ . Аттестация проб для сличений была проведена на государственном первичном эталоне показателя  $pH$  активности ионов водорода в водных растворах ГЭТ 54-2011.*

*This publication is devoted to pilot comparison for defining the hydrogenous parameter of phosphate buffer with value – 17.00. Certification of samples for comparison was carried out at the State primary standard of the  $pH$  parameter of hydrogen ions activity in water solutions SS-542011.*

*Ключевые слова: водородное сличение, водородный показатель, фосфатный буфер.*

*Key words: pilot comparison, hydrogenous parameter, phosphate buffer.*

Пилотные сличения проводятся в рамках проекта КООМЕТ № 655/RU/15. Сличения зарегистрированы в КООМЕТ 19 января 2015 г. Проект сличений был представлен на заседании рабочей группы по электрохимическому анализу (EAWG) при Консультационном Комитете по количеству вещества (CCQM) 16 апреля 2016 г. в Париже и согласован Секретариатом КООМЕТ 25 октября 2016 г. Подобное сличение проводилось ранее в 2008 году (Проект КООМЕТ 421/RU/08 «Дополнительные сличения рабочих эталонов  $pH$ ») [1].

Цель сличений – поддержка измерительных и калибровочных возможностей лабораторий – участников. Координатором сличения выступил ФГУП «ВНИИФТРИ»

Для участия в сличении было зарегистрировано 8 национальных зарубежных метрологических институтов, 3 ведущих российских метрологических института и 7 Центров стандартизации и метрологии России.

Сличения проводятся по радиальной схеме. Лабораторией-координатором из гидрофосфата натрия  $Na_2HPO_4$  (Panreac, >99,5 %), калия дигидрофосфата  $KH_2PO_4$  (Panreac, >99,5 %) и деионизованной воды (Metrohm, Class 1) 1 августа 2016 г. был приготовлен и охарактеризован буферный раствор со значением  $pH$  около 7,0, который затем рассылался участникам. Массовая доля воды в буферном растворе составила  $w = 0,99288$ . Было приготовлено 35 л

буферного раствора. После приготовления раствор был расфасован в чистые пластиковые бутылки объемом 0,5 л с плотно завинчивающимися крышками. Бутылки были пронумерованы, взвешены по 3 раза и запаяны в фольгированные пакеты, снабженные zip-лок замком. На каждый пакет и на каждую бутылку была наклеена этикетка с указанием названия сличения и номера бутылки. Пакеты с бутылками помещали в картонную транспортную тару. Каждый участник сличений в зависимости от заявленного метода проведения измерений получал 2 или 4 бутылки.

Для проверки гомогенности приготовленного образца было случайным образом отобрано 3 бутылки (№ 06, 22, 52). Для каждой из отобранных бутылок было определено значение функции кислотности ( $p_a^0$ ) с применением Государственного первичного эталона показателя рН активности ионов водорода в водных растворах ГЭТ 54-2011. Результаты измерений приведены на рисунке 1 и в таблице 1. Обнаружено, что существенные расхождения в результатах измерений отсутствуют.

Таблица 1

Результаты проверки гомогенности образца		
№ бутылки	Значение $p_a^0$	U(k=2)
06	7,1137	0,0041
22	7,1139	0,0040
52	7,1135	0,0041

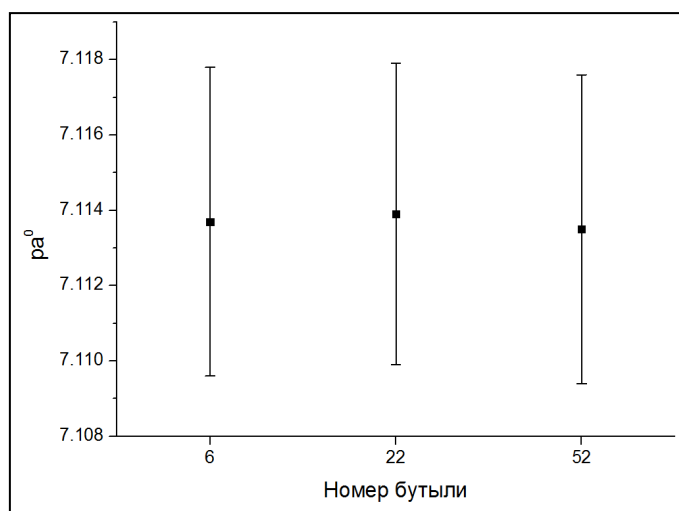


Рис. 1. Проверка гомогенности образца. Здесь и далее приведенные границы расширенной неопределенности, которые соответствуют  $k=2$

После получения образцов участники выдерживали их не менее 3 дней в лаборатории, где проводилось взвешивание, не извлекая образцы из транспортной тары.

Вскрывали транспортную тару и пакеты и извлекали из них ёмкости с образцами. Убеждались визуально в отсутствии механических повреждений ёмкостей, отсутствия течей, капель жидкости на внешних стенках или в пакетах, осадка. Не удаляя запечатывающую ленту и/или этикетку, проводили взвешивание бутылей. Рассчитывали массу бутылей с коррекцией на выталкивание, считая плотности бутыли и раствора равными  $1000 \text{ кг/м}^3$ .

Результаты взвешиваний и условия взвешивания (температура окружающей среды, атмосферное давление, влажность воздуха) заносили в форму-отчет и отправляли в лабораторию-координатор. Расхождение по результатам взвешиваний между массой образца перед отправкой и после получения, как правило, не превышало 0,2 г, что говорит об отсутствии каких-либо существенных изменений при транспортировке пробы.

Контроль стабильности образца осуществлялся первичным методом с использованием ячеек Харнеда. Измерения проводились не реже 1 раза в 2 недели в течение всего периода измерений после рассылки образцов. За весь период измерений, существенных расхождений относительно исходного значения  $p_a^0$ , измеренного сразу после приготовления буферного раствора, обнаружено не было (более  $\pm 0,003$  ед. рН). Результаты измерений приведены на рис. 2 и в таблице 2.

Таблица 2

Результаты проверки долговременной стабильности образца

Дата	№ бутыли	Значение $p_a^0$	$U(k=2)$
август 2016	6	7,1137	0,0041
сентябрь 2016	9	7,1136	0,0041
октябрь 2016	14	7,1136	0,0041
декабрь 2016	20	7,1137	0,0041
январь 2017	1	7,1134	0,0041



Рис. 2. Проверка долговременной стабильности образца

Выбор метода измерений, калибровочных стандартов, подготовка реактивов и оборудования были полностью оставлены на усмотрение участников. В ходе сличения участниками были использованы: первичный метод измерений (с использованием ячеек Харнеда), вторичный метод (дифференциальная потенциометрическая ячейка) и рабочий метод (измерительный преобразователь с комбинированным стеклянным электродом или с электродной системой, состоящей из электрода сравнения и стеклянного электрода). Подробное описание использованных методов соответствует описаниям в рекомендациях IUPAC от 2002 года [2].

В настоящее время сличения находятся в завершающей стадии, проводится математическая обработка результатов, присланных от участников и формирование отчета Б.

### Литература

1. Карпов О.В. и др. Сличения рабочих эталонов рН национальных метрологических институтов КОOMET // Измерительная техника, 2010, № 1, с. 27-33.
2. Buck R.P. et al. Measurement of pH. Definition, standards and procedures (IUPAC Recommendations 2002) // Pure and applied chemistry, 2002, т. 74, № 11, с. 2169-2200.