

## **Требования к образцам, передаваемым для испытаний в ЦКП ИХА.**

Заявка должна быть полностью оформлена и содержать то количество образцов, которое передается на испытание.

Сотрудники ЦКП ИХА (ответственные за испытание, руководство) после ее рассмотрения вправе отказать заявителю в случае несоблюдения требований, оформления заявки не надлежащим образом, поломки оборудования. Причина отказа указывается на заявке. Форму заявки можно взять с официального сайта ЦКП РГУ МИРЭА в разделе «Документы»:  
<https://ckp.mirea.ru/documents>.

В заявке (если требуется) указывается дополнительная информация, согласно требованиям на метод, или прикладывается дополнительный документ.

Образцы должны быть упакованы в тару, обеспечивающую их сохранность.

Образцы хранятся в ЦКП ИХА в течении 14 дней после их предоставления, а по истечении указанного периода утилизируются.

## 1. Анализатор элементный EA 1112

Проводится определение следующих элементов: С, Н, N, S.

### ***Общие требования и требования к условиям эксперимента:***

В отдельном документе, либо в заявке, указывается:

- Индивидуальное краткое обозначение образца (шифр образца).
- Название либо класс вещества/материала (если применимо).
- Брутто-формула (если образец не является индивидуальным веществом – перечень химических элементов, которые могут в нем содержаться).
- Теоретический расчет массовых долей (%) химических элементов, содержащихся в образце (при невозможности точного расчета указание примерных ожидаемых диапазонов (масс. %) содержания каждого элемента в образце).
- Наличие серо-, фосфор- или галогенсодержащих веществ (от исходного реагента, растворителя и т.д., если применимо).

### ***Требования к образцам:***

Тип образца - твердые вещества.

Образец должен быть высушен и гомогенизирован: измельчен до состояния однородного порошка. Если это невозможно (например, некоторые полимерные материалы) – образец должен быть нарезан на как можно более мелкие кусочки.

Масса образца: 10-150 мг.

## **2. Анализатор общего углерода и общего связанного азота универсальный multi N/C 2100S**

### ***Общие требования и требования к условиям эксперимента:***

В отдельном документе, либо в заявке, указывается:

- Индивидуальное краткое обозначение образца (шифр образца).
- Перечень растворенных в воде веществ (если применимо).
- Перечень компонентов, концентрацию которых необходимо измерить: общий углерод, общий неорганический углерод, общий органический углерод, общий связанный азот.
- Примерный ожидаемый диапазон концентраций в образце (мг/л) определяемых компонентов (если известно).

### ***Требования к образцам:***

Тип образца: водные растворы.

Объем образца: 100-1000 мл.

### 3. Спектрофотометр двухлучевой UV-2600i

#### **Общие требования и требования к условиям эксперимента:**

В отдельном документе, либо в заявке, указывается:

- Индивидуальное краткое обозначение образца (шифр образца).
- Название либо класс исследуемого вещества/материала.
- Структурная формула исследуемого вещества (если применимо).
- Концентрация раствора (моль/л или г/л) (если применимо).
- Наименование растворителя (если применимо).
- Вид спектра.
- Интервал длин волн (нм).
- Температура регистрации спектра (°C) (только для растворов, если необходимо).

Для записи спектра относительного зеркального отражения необходимо предоставить стандартный образец сравнения – алюминиевое зеркало.

#### **Требования к образцам:**

1. Регистрация спектра поглощения или пропускания:

##### Растворы, суспензия:

Объем образца – не менее 2,5 мл.

Объем чистого растворителя, примененного для приготовления рабочего раствора, – не менее 2,5 мл (применяется в качестве образца сравнения).

Твердые материалы (пленка, стекло, прозрачный акрил, бумага, ткань и т.д.)

Размер образца - не более 60x50x5 мм.

2. Регистрация спектров относительного отражения:

##### Порошки:

Объем образца - не менее 0,16 мл.

##### Твердые материалы:

Размер образца - не более 70x70x12 мм.

#### **Рекомендации:**

Для регистрации спектра поглощения или пропускания рекомендуемая концентрация раствора образца - порядка  $1 \cdot 10^{-4}$  моль/л.

#### 4. Спектрометр флуоресцентный Cary Eclipse Fluorescence Spectrophotometer

##### ***Общие требования и требования к условиям эксперимента:***

В отдельном документе, либо в заявке, указывается:

- Индивидуальное краткое обозначение образца (шифр образца).
- Название, либо класс исследуемого вещества/материала (если применимо).
- Структурная формула исследуемого вещества (если известно).
- Концентрация раствора (моль/л или г/л) (если применимо).
- Наименование растворителя (если применимо).
- Вид спектра.
- Длина волны максимального поглощения образца, нм.

##### ***Требования к образцам:***

###### Растворы:

Объем образца – не менее 3,5 мл.

Объем чистого растворителя примененного для приготовления рабочего раствора – не менее 10 мл (применяется в качестве образца сравнения).

###### Порошок; единичный кристалл; пленки; прочие объекты:

Размер образца - не более 50x50x6 мм.

##### ***Рекомендации:***

Для регистрации спектра рекомендуемая концентрация раствора образца - порядка  $1 \cdot 10^{-4}$  моль/л.

## **5. ЯМР-спектрометр высокого разрешения AVANCE DPX**

### ***Общие требования и к условиям эксперимента:***

К ампуле с растворенным веществом прикладывается заполненный дополнительный сопровождающий документ, шаблон которого можно скачать с ftp сервера: <ftp://nmr.cheshkov.ru/nich> в документе NMR\_lists или применять приложение 1.

### ***Требования к образцам:***

Образцы принимаются в имеющих целостность, чистых снаружи ампулах, плотно закрытые крышками, обеспечивающими герметичность. Требования к ампулам: 178мм x 5мм (ВхД). (Например: ДИА-М арт. 231700314).

Высота столба жидкости в ампуле должна находиться в пределах 5 см. Раствор в ампуле должен быть прозрачный и не иметь осадка.

### ***Рекомендации:***

Для приготовления образца необходимо растворить ~25 мг вещества (для ПМР) или ~50 мг (для остальных видов спектра) в подходящем дейтерированном растворителе (~650 мкл).

## 6. Аппаратно-программный комплекс для хромато-масс-спектрометрических исследований

### 6.1. ГХ-МС

#### **Общие требования и требования к условиям эксперимента:**

В отдельном документе, либо в заявке, указывается:

- Индивидуальное краткое обозначение образца (шифр образца).
- Название, либо класс исследуемого вещества/материала (если применимо).
- Структурная формула исследуемого вещества (если известно).
- Наименование растворителя.

#### **Требования к образцам:**

К испытаниям принимаются вещества с  $MM < 400$  Да и  $T_{кип} < 250$  °С и  $T_{пл} < 150$  °С.

Тип образца: раствор вещества в органическом растворителе.

Концентрация: 5-10 мг/мл.

Объем образца: 0,5-1,5 мл.

Тара: виала (ВхД: 32мм x 12мм) с герметичной крышкой (Например, ДИА-М арт. С0000962).

Растворы образцов не должны содержать минеральных солей, кислот и оснований, а также полимеров и смол.

Растворы образцов не должны иметь взвешенных частиц и мути.

#### **Рекомендации:**

Предпочтительно использование таких растворителей как метанол, гексан, бензол, толуол, хлороформ.

### 6.2. ВЭЖХ-МС

Регистрация осуществляется в диапазоне от 200 Да до 1400 Да.

#### **Общие требования и требования к условиям эксперимента:**

В отдельном документе, либо в заявке, указывается:

- Индивидуальное краткое обозначение образца (шифр образца).
- Название либо, класс исследуемого вещества/материала (если применимо).
- Структурная формула исследуемого вещества (если известно).
- Наименование растворителя.

#### **Требования к образцам:**

Тип образца: раствор вещества в растворителе.

Объем образца: 0,5-1,5 мл.

Концентрация раствора 0,5-1,0 г/л.

Тара: виала (ВхД: 32мм x 12мм) с герметичной крышкой (Например: ДИА-М арт. С0000962).

Растворы образцов не должны содержать детергентов (ПЭГ и др.) подавляющих ионизацию аналита, а также сильных кислот и оснований.

Растворы образцов не должны иметь взвешенных частиц и мути.

***Рекомендации:***

Предпочтительно использование таких растворителей как спирты, ацетонитрил, вода.

Желательно предоставлять на анализ образцы, представляющие собой предварительно очищенные (индивидуальные) соединения.

## **7. Рентгеновский дифрактометр XRD-6000**

### ***Общие требования и требования к условиям эксперимента:***

В отдельном документе, либо в заявке, указывается:

- Индивидуальное краткое обозначение образца (шифр образца).
- Название исследуемого вещества/материала (если известно).

### ***Требования к образцам:***

Тип образца: порошок.

Объем образца: достаточный для того, чтобы плотно заполнить лунку держателя (материал алюминий) и спрессовать порошок (размер лунки - диаметром 25 мм и глубиной 2 мм).

Образец должен быть высушен до постоянной массы.

Так же для исследования может применяться спрессованная из порошка таблетка указанных размеров.

### ***Рекомендации:***

Образец необходимо тщательно измельчить (перетереть) перед анализом.

## 8. Термоанализатор синхронный STA 449F3, совмещенный с масс-спектрометром QMS 403

### *Общие требования и к условиям эксперимента:*

**При проведении эксперимента образец не должен взаимодействовать с материалом тигля (Pt, Al, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)!**

В отдельном документе, либо в заявке, указывается:

- Индивидуальное краткое обозначение образца (шифр образца).
- Название исследуемого вещества/материала.
- Структурная формула исследуемого вещества.
- Полный химический состав образца.
- Исследуемый диапазон температур, °С.
- Среда эксперимента.
- Скорость нагрева, град/мин.
- Необходимость идентификации газовой фазы.
- Молярный вес молекул идентифицируемых веществ, г/моль (если применимо).

Необходимо приложить статью с описанием эксперимента изучения термических свойств подобного (идентичного) соединения.

### *Требования к образцам:*

Тип образца: твердые вещества.

Количество образца: 30-50 мг.

### *Рекомендации:*

Необходимо обеспечить однородность образца.

## 9. Спектрометр атомно-абсорбционный AAnalyst мод. 200

Проводится определение следующих элементов: Ag, Au, Cd, Co, Cu, Fe, Ga, K-Na, Ni, Mg, Mn, Pb, Pd, Pt, Rh, Ru.

### **Общие требования и к условиям эксперимента:**

В отдельном документе, либо в заявке, указывается:

- Индивидуальное краткое обозначение образца (шифр образца).
- Название либо класс исследуемого вещества/материала (если применимо).
- Структурная формула исследуемого вещества/веществ (если применимо).
- Наличие или отсутствие органических примесей и/или неорганических кислот в растворе.
- Наименование органических примесей и/или неорганических кислот в растворе и их концентрация (если применимо).
- Концентрация раствора.
- Наименование элементов для определения.
- Ожидаемая концентрация определяемого элемента в образце (в %, в мг/дм<sup>3</sup>) (если известно).

Для определения Ga, Rh, Ru необходимо предоставить стандартный образец (СО, ГСО) на определяемый элемент вместе с образцом.

### **Требования к образцам:**

Тип образца: растворы (водные или кислые).

Количество образца: не менее 30 мл.

Растворы должны быть прозрачные, без осадка.

Твердые образцы принимаются только при отсутствии у заказчика технической возможности провести пробоподготовку.

В данном случае заказчик предоставляет методику по пробоподготовке.

Масса твердого образца - не менее 0,1 г.

## 10. Спектрометр эмиссионный с индуктивно-связанной плазмой Avio 200

Проводится определение следующих элементов: Ag, Au, Al, As, Ba, Be, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Mo, Na, Ni, P, Pb, Pd, S, Si, Sb, Se, Sn, Sr, Ti, Tl, V, Zn, Y, Ga, Eu, Gd, Sc, Li, La, Os, Cs.

### ***Общие требования и к условиям эксперимента:***

В отдельном документе, либо в заявке, указывается:

- Индивидуальное краткое обозначение образца (шифр образца).
- Название либо класс исследуемого вещества/материала (если применимо).
- Структурная формула исследуемого вещества/веществ (если применимо).
- Наличие или отсутствие органических примесей и/или неорганических кислот в растворе.
- Наименование органических примесей и/или неорганических кислот в растворе и их концентрация (если применимо).
- Концентрация раствора.
- Наименование элементов для определения.
- Ожидаемая концентрация определяемого элемента в образце (в %, в мг/дм<sup>3</sup>) (если известно).

Для определения элементов, отсутствующих в списке (кроме Cl, F, S, N, H, O), необходимо предоставить стандартный образец (СО, ГСО) на этот элемент вместе с образцом.

### ***Требования к образцам:***

Тип образца: растворы (водные или кислые).

Количество образца: не менее 30 мл.

Растворы должны быть прозрачные, без осадка.

Твердые образцы принимаются только при отсутствии у заказчика технической возможности провести пробоподготовку.

В данном случае заказчик предоставляет методику по пробоподготовке.

Масса твердого образца - не менее 0,1 г.

## 11. Анализатор размеров частиц лазерный LS 13320

При первичном обращении с образцами необходимо предварительно (до оформления заявки) обратиться к ответственному за метод работнику ЦКП ИХА (Львовскому Александру Игоревичу, ауд. Т-121, ID 31248) для уточнения условий эксперимента, выбора модулей.

### ***Общие требования и к условиям эксперимента:***

В отдельном документе, либо в заявке, указывается:

- Индивидуальное краткое обозначение образца (шифр образца).
- Название, либо класс исследуемого вещества/материала (если применимо).
- Структурная формула исследуемого вещества/веществ (если применимо).
- Состав (масс. и объем%).
- Наличие или отсутствие ПАВ и других компонентов, которые могут повлиять на результаты эксперимента.
- Необходимость предварительной ультразвуковой обработки (да/нет).
- Способы и средства для промывки/очистки оборудования от возможных загрязнений, вносимых материалом образца.

### ***Требования к образцам:***

При повторном обращении образец необходимо предоставлять в количестве, определенном при первом (предварительном) обращении.

## 12. Анализатор размеров частиц лазерный DelsaNano

При первичном обращении с образцами необходимо предварительно (до оформления заявки) обратиться к ответственному за метод работнику ЦКП ИХА (Львовскому Александру Игоревичу, ауд. Т-121, ID 31248) для уточнения условий эксперимента, определения допустимой минимальной концентрации частиц в суспензии или эмульсии, ниже которой анализ невозможен или не будет достоверным.

### ***Общие требования и к условиям эксперимента:***

В отдельном документе, либо в заявке, указывается:

- Индивидуальное краткое обозначение образца (шифр образца).
- Название, либо класс исследуемого вещества/материала (если применимо).
- Структурная формула исследуемого вещества/веществ (если применимо).
- Состав (масс. и объем%).
- Наличие или отсутствие ПАВ и других компонентов, которые могут повлиять на результаты эксперимента.
- Необходимость предварительной ультразвуковой обработки (да/нет).
- Способы и средства для промывки/очистки оборудования от возможных загрязнений, вносимых материалом образца.

### ***Требования к образцам:***

При повторном обращении образец необходимо предоставлять в количестве, определенном при первом (предварительном) обращении.

### 13. Анализатор удельной поверхности SA 3100

#### **Общие требования и к условиям эксперимента:**

В отдельном документе, либо в заявке, указывается:

- Индивидуальное краткое обозначение образца (шифр образца).
- Название, либо класс исследуемого вещества/материала (если применимо).
- Структурная формула исследуемого вещества/веществ (если применимо).
- Максимальная температура нагревания образца при дегазации (до 350 °С).
- Возможное наличие летучих веществ в образце, которые могут выделяться при дегазации (нагрев и вакуумирование) и их наименование.

#### **Требования к образцам:**

Размер частиц образца - до 2 мм.

Масса образца для исследования определяется согласно таблицы ниже.

Предполагаемая площадь поверхности, м <sup>2</sup> /г	Масса образца, г
>30	0,1-0,2
10-30	0,3
3-9,9	1
1-1,4	3

## 14. Термоанализатор динамическо-механический ДМА 242С

### ***Общие требования и к условиям эксперимента:***

В отдельном документе, либо в заявке, указывается:

- Индивидуальное краткое обозначение образца (шифр образца).
- Название, либо класс исследуемого вещества/материала (если применимо).
- Способ нагружения образца (изгиб, растяжение, сжатие, проникновение).
- Частота нагружения.
- Температурный диапазон измерения.
- Скорость нагрева, град/мин.

### ***Требования к образцам:***

Размер и форма образца определяется в зависимости от способа нагружения (см. приложение 2).