

**ХИМИКОТЕХНОЛОГИЧЕН И МЕТАЛУРГИЧЕН
УНИВЕРСИТЕТ**

**ЦЕНТРАЛНА
НАУЧНО-ИЗСЛЕДОВАТЕЛСКА ЛАБОРАТОРИЯ
/ЦНИЛ/**

**КАТАЛОГ
2016г.**

ЦНИЛ - ПРОФИЛ НА ДЕЙНОСТ

ЦНИЛ е специализирана лаборатория за аналитично обслужване и научни изследвания в областта на органичния и неорганичен анализ, използваща съвременни инструментални и химични аналитични методи.

ЦНИЛ разполага с лаборатории по: атомна спектрометрия, молекулна спектрометрия, термохимия и топлофизични изпитания, елементарен органичен анализ, силикатен анализ.

Основните дейности и функции на ЦНИЛ и реда за ползване на услугите и съдействието на ЦНИЛ са следните:

1. Дейност на ЦНИЛ:

1.1. Сервизни (рутинни) анализи за определяне елементарен състав, химична структура, фазов състав и фазови преходи на веществата, както и определяне състава на химични смеси от вещества.

1.2. Разработка на аналитични методи за решаване на специфични задачи.

1.3. Изследователска работа върху проблеми на органичния и неорганичен анализ и структурни задачи.

1.4. Изследователска работа върху разкриване състава и структурата на промишлени образци, включваща комплексен анализ чрез химични и физични методи.

1.5. Учебна работа по съвременни методи на хим.изследване.

2. Ред за ползване съдействието на ЦНИЛ:

2.1. Сервизни анализи.

Специфичните условия необходими за ползване на отделните лаборатории на ЦНИЛ са посочени в приложението. Тук привеждаме само някои общи положения.

2.1.1. Подаване на заявки за анализ.

Заявки за анализ може да се подават всеки работен ден от 10-12 часа в съответното звено на ЦНИЛ, при водещия го специалист. Заявката се подписва от съответния ръководител (на катедра, договор по НИС, институт,фирма). В интерес на високото ниво на изпълнение на сервиза и постигане на максимална информация от анализа, необходимо е заявките да се представят от компетентно по решаването на задачата лице.

2.1.2. След уточняване на очакваната от анализа информация и изискванията към пробите за анализ, уговорените проби могат да се предадът наведнъж или на части от всяко лице в приемните часове на лабораториите. С представянето на пробите те се записват в лабораторния дневник (пред приносящия пробата) и по реда на записването се извършват исканите определения. При замяна на проби, реда на изпълнение се определя от времето на записване на новата проба.

2.1.3. Предоставените проби трябва да бъдат в опаковка съгласно специфичните изисквания и с подпис в съгласие с посочената в заявката маркировка (условен шифър).

2.1.4. Всички получени резултати се дават в аналитично свидетелство или се предава съответния спектър. Лицето получило свидетелството(респ.спектъра) се подписва за получател. Ако има необходимост от коментар от специалиста извършил анализа по отношение на някои особености на пробата или особени случаи в тълкуването на резултатите, то това се прави само на компетентно по решаваната задача лице.

2.1.5. Анализи по спешност се разрешават само от ръководителя на ЦНИЛ по мотивирано в заявката искане.

2.1.6. Ред за нестабилни проби се запазва само със заявка, но с разрешение на ръководителя на ЦНИЛ или на лабораторията.

2.1.7. При заявка на много голям брой еднотипни анализи, затрудняващи ритмичното обслужване на други възложители ползващи услугите на ЦНИЛ, ръководството на ЦНИЛ има право на ограничаване или удължаване срока за изпълнение на анализите, съгласувано с ръководителя на съответното звено(тема).

2.1.8. Оспорване качеството на анализа:

2.1.8.1. При констатиране на всяка нередност от страна на лабораториите на ЦНИЛ, констатиралите ги лица следва да информират незабавно ръководителя на ЦНИЛ.

2.2. Разработване на аналитични методи.

ЦНИЛ препоръчва на всички ръководители на звена, научни лаборатории, институти и фирми да ползват максимално капацитета на специалистите в ЦНИЛ за разработване на аналитични методи и при разрешаване на специфични проблеми, възникнали в научно-изследователската и внедрителска дейност.

2.3. Следдипломно обучение

2.3.1. Обучение на индивидуални специализанти по теория и приложение на всички застъпени в лабораториите на ЦНИЛ методи.

ЦЕНТРАЛНА НАУЧНО-ИЗСЛЕДОВАТЕЛСКА ЛАБОРАТОРИЯ

Апаратура, възможности и изисквания към пробите

ЛАБОРАТОРИЯ „АТОМНА СПЕКТРОМЕТРИЯ”

Лабораторията разполага с апаратура за извършване на атомно-абсорбционен анализ и оптична емисионна спектрометрия с индуктивно свързана плазма (ОЕС-ICP).

1. АТОМНО-АБСОРБЦИОНЕН СПЕКТРАЛЕН АНАЛИЗ

Атомно-абсорбционният анализ е широко използван, аналитичен метод за количествено определяне на метални примеси в различни обекти. Той се отличава с висока чувствителност, селективност, точност и бързина на определенията. Подходящ е за анализ на ниски концентрации - до 10^{-2} mg/l в пламък и до 10^{-9} mg/l в графитна пещ.

Извършвани определения:

В лабораторията чрез атомно-абсорбционен спектрален анализ се извършва количествено определяне на примеси от Cu, Ca, Mg, Mn, Pb, Zn, Cr, Co, Ni, Fe, Cd, Ag, Au, Na, K, Li, Sr, Bi, Sb и Cs в следните обекти: метали, сплави, минерални суровини, торове, химически чисти реактиви, електролити, води, почви, фармацевтични, козметични и хранителни продукти, безалкохолни и алкохолни напитки, текстилни материали, багрила, проби от растителен и животински произход и отпадъци.

Използвана апаратура:

- Атомно-абсорбционен спектрофотометър “Perkin-Elmer” 5000 с модул за работа в пламък C_2H_2 / въздух

Изисквания към заявителя:

- да се провежда предварителна консултация с отговорника на лабораторията във връзка с химическата подготовка на пробите, които трябва да бъдат приведени в разтвор чрез подходяща методика;

- нефилтрувани, колоидни и разтвори с киселинност, по-голяма от 1 моларна, не се приемат за анализ;

- желателно е разтворите да бъдат предавани за анализ в пластмасови съдове;

- пробите трябва да бъдат надписани с шифър, дата и инициали на заявителя

тел:02 8163 171;

специалист: инж.хим. Веселина Каменарова

2. АТОМНО-ЕМИСИОНЕН СПЕКТРАЛЕН АНАЛИЗ

Атомно-емисионният спектрален анализ е метод за установяване на елементния състав на веществата. Високата чувствителност и възможното едновременно възбуждане на 72 елемента, главно метали и металоиди, правят емисионната спектрометрия особено подходяща за бърз обзорен анализ на елементното съдържание на малки проби при нива от около $10\mu\text{g/g}$ и дори по-ниски. Емисионната спектрометрия е широко използвана както за качествен, така и за количествен анализ.

Извършвани определения:

В лабораторията чрез оптична емисионна спектрометрия с индуктивно свързана плазма (OAS-ICP) се извършва качествен и количествен анализ на повече от 70 елемента (алкални, алкалоземни, преходни, редкоземни метали, S и P) приведени в разтвори.

Използвана апаратура:

Използва се спектрометър „High Dispersion ICP-OES Prodigy” на компанията Teledyne Leeman Labs-САЩ с двойно наблюдение на плазмата (аксиално и/или радиално) и т.н. „free running” RF генератор, който осигурява мощност до 2 kW. Конструкцията на оптичната система „Eshelle” и детекторът „L-PAD” (Large Format Programmable Array Detector) осигуряват ниски граници на откриване (ppt), висока разделителната способност (0.007nm) и непрекъснат спектрален диапазон (от 165 до 1100 nm). Спектрометърът е високо производителен и подходящ за серийни проби поради възможността за едновременно регистриране на анализирани сигнали.

Точност на метода: 0.01 – 0.02% относителна стандартна грешка.

Изисквания към пробите за анализ:

- Количество: 3g за сухи проби или 20ml за разтвори;
- Не се приемат колоидни разтвори;
- Разтворените проби да не бъдат в среда на HF или органични разтворители;

Допълнителни изисквания:

- Предварителна консултация с лабораторията за налични стандарти и срок за изпълнение на заявката.

тел: 02 8163 171;

специалист: ас. д-р инж. Даря Илиева

ЛАБОРАТОРИЯ „МОЛЕКУЛНА СПЕКТРОМЕТРИЯ”

Лабораторията разполага с апаратура за извършване на спектрометрични изследвания в ултравиолетовата, видимата и инфрачервената област на спектъра..

1. УЛТРАВИОЛЕТОВА И ВИДИМА (UV-VIS) СПЕКТРОМЕТРИЯ

UV-VIS спектрометрията позволява да се определят успешно ниски и средни концентрации в сложни неорганични и органични смеси. Методът дава информация за строежа на веществата на атомно и молекулно ниво.

С появата на усъвършенстваната компютърна апаратура и въвеждането на нови реагенти, се откриха нови възможности за бърз спектрофотометричен анализ на многокомпонентни системи, както и за провеждането на кинетични и други физикохимични изследвания.

Извършвани определения:

- Качествен и количествен анализ на органични и неорганични съединения
- Абсорбционни измервания при определени дължини на вълната
- Изследване на кинетични зависимости
- Регистриране на абсорбционни спектри на веществата в ултравиолетовата и видима област

Използвана апаратура:

-Двуканален UV-VIS спектрофотометър, модел " Cary -100" на фирма "VARIAN", със спектрален обхват (190÷900)nm.

Изисквания към пробите за анализ:

Разтворите трябва да бъдат прозрачни.

тел:02 8163 453;

специалист: инж.хим.Ина Карадашка

2. ИНФРАЧЕРВЕНА СПЕКТРОМЕТРИЯ С ФУРИЕ ТРАНСФОРМАЦИЯ (FTIR)

Инфрачервените спектри възникват в резултат на вибрационно и отчасти ротационно движение на молекулите при поглъщане на лъчение в дадения диапазон на светлинния спектър. Това предизвиква преходи на атомните групи на даденото съединение, от основно в междинно или възбудено електронно състояние.

По броя и разположението на абсорбционните ивици на регистрираните ИЧ спектри може да се направят изводи за природата на изследваното съединение (качествен анализ), а по интензитета на ивиците на поглъщане - за количеството на даденото вещество (количествен анализ).

Методът позволява да се третират както органични, така и неорганични вещества, съчетано с различно прецизиране на данните.

Извършвани определения:

Извършване на качествен и количествен анализ на органични и неорганични вещества чрез изследване абсорбцията им в средната ($400 - 4000 \text{ cm}^{-1}$) и далечна ($400 - 50 \text{ cm}^{-1}$) инфрачервена област.

Използвана апаратура:

- Двуканален FTIR спектрофотометър на фирма "VARIAN" от серията 600, с широк вълнови диапазон ($79000 \div 50 \text{ cm}^{-1}$) и спектрална резолюция не по-лоша от $0,07 \text{ cm}^{-1}$.

Възможности за подготовка на образци:

- Таблетки в KBr
- Суспензия в нуйол
- Вещества (основно полимерни) разтворени в летливи разтворители, позволяващи изготвяне на филми
- Фолия получени чрез пресоване под налягане (приготвени от клиентите)

Изисквания към пробите за анализ:

- Пробите да не съдържат влага, висши алкохоли, киселини и други вещества, които взаимодействат с алкални халогениди (KBr и NaCl).
- Твърдите проби да бъдат в прахообразно състояние.

тел:02 8163 453;

специалист: инж.хим. Милена Недкова

ЛАБОРАТОРИЯ “ТЕРМОХИМИЯ И ТОПЛОФИЗИЧНИ ИЗПИТВАНИЯ”

Термохимичните методи за изследване на веществата се характеризират с извънредно голямо разнообразие и включват всички възможности за непрекъснат или поетапен контрол на състава и свойствата на изследваната проба в условията на термично третиране. Широко приложение са получили различните методи на динамичния термоанализ, като най-често използваните са:

- термогравиметрия (TG), представлява количествено определяне изменението на масата на изследваната проба при квазистационарен режим на нагряване.
- диференциален термичен анализ (DTA), метод основаващ се на полуколичествено определяне на топлинните ефекти на протичащите химически процеси и физически превръщания.
- диференциална сканираща калориметрия (DSC), най-общо може да се разглежда като аналогичен метод на DTA, позволяващ количествено определяне измененията на енталпията на измервания пробен образец.

Видове анализ

1. Диференциален-термичен анализ (TG-DTA-DTG)

Методът на термичния анализ включва симултантно регистриране на измененията в масата на образца (TG) и диференциалната температура (DTA), съпроводено с изменения в скоростта на термичните реакции (DTG) за съответните температурни интервали (ΔT) с времето.

Възможности на метода:

Определя:

- а) чистота на веществата и наличието на примеси в тях;
- б) термичното поведение на изследвания образец или серия от образци в програмиран режим на работа, включващо получаване на данни за:
 - температурните интервали на превръщане на различните фази от изследвания образец;
 - отчитане на междинните масови загуби в отделните етапи и общите масови загуби в края на процеса на термично разлагане на изследвания образец;
 - изчисляване на зависимостта $dm/dT = f(t)$ (DTG) и определяне на инфлексните точки на протеклите реакции;
- в) температури на фазови преходи;
- г) термична стабилност на изследвания образец;
- д) механизма на термичното поведение на изследвания образец: реакции на дехидратация, разлагане, фазови преходи, редукция и окисление и др. в зависимост от природата на веществата и подбора на конкретните експериментални условия;

2. Диференциална-сканираща калориметрия (DSC)

Регистрация на разликите в топлинния поток като функция от времето $\Delta H = f(t)$

Възможности на метода:

Определя:

- а) количество топлина, отделена (погълната) при протичане на даден процес;
- б) топлина на реакцията;
- в) специфичен топлинен капацитет на изследвания образец;
- г) топлина на фазовите и химически превръщания;

ЗАБЕЛЕЖКА:

Допълнителна, специфична обработка на получените резултати (кинетичен анализ, интерпретация на резултатите и др.) се регламентира като възможност за включване в научна разработка или допълнително заплащане (по споразумение, в зависимост от вида и количеството на допълнителната аналитична дейност)

Възможности на апаратурата

1. Дериватографски анализ – Апарат-STA PT1600 TG-DTA/DSC (STA Simultaneous Thermal Analysis), произведен от LINSEIS Messgeräte GmbH, Germany

- Температурен интервал : $20 \div 1550$ °C (до 1000 °C в статична газова среда);
- Скорост на нагряване: $0,1 \div 100$ °C/min;
- Вид на образца: прахови образци с едрина на частиците не по-голяма от **0,5 mm**;
- Количество на образца: **50-100 mg**;
- Газова среда: **статична въздушна газова среда**, поток от инертен газ или вакуум (за момента апаратът работи само във въздушна газова среда);
- Определят се **DTA, TG и DTG**;
- Вид на тигела: стабилизирани **корундови** и **платинови** тигли;



2. Сканираща калориметрия -

Апарат-STA PT1600 TG-DTA/DSC (STA Simultaneous Thermal Analysis), произведен от LINSEIS Messgeräte GmbH, Germany

- Температурен интервал : $20 \div 1550$ °C (до 1000 °C в статична газова среда);
- Скорост на нагряване: $0,1 \div 100$ °C/min;
- Вид на образца: прахови образци с едрина на частиците не по-голяма от **0,5 mm**;
- Количество на образца: **50-100 mg**;
- Газова среда: **статична въздушна газова среда**, поток от инертен газ или вакуум (за момента апаратът работи само във въздушна газова среда);
- Вид на тигела: **Type S (Pt10%/Pt-Rh)** - стабилизирани корундови и платинови тигли;

Изисквания

1. Предварителен разговор за уточняване на типа и количеството на пробите, график на изпълнение на заявката, уточнение на условията и др.
2. Попълване на заявка – Заявителят възможно най-точно описва вида на образца за анализ:
 - температурен интервал;
 - скорост на нагряване;
 - предполагаеми загуби на маса;

- предполагаеми топлинни ефекти и тяхната интензивност;
- изисквания към газовата среда;
- допълнителни подходящи данни от други методи (РФА, ИЧ, ИСР, Елементен анализ, Химичен анализ и др.)

ЗАБЕЛЕЖКА:

С попълването и подписването на заявката, Заявителят се задължава да поеме финансово заплащането на ремонта при евентуално настъпили повреди на части или модули от апаратурата, в резултат на подадена от него неточна предварителна информация.

3. Предаване на резултатите – след предварително уточнение със Заявителя относно желания вид и начин на обработка на резултатите (ASCII и/или графичен файл; протокол)
4. За серийни образци – не повече от 8-10 броя.

Допълнителни уточнения и забележки:

1. Не се допуска работа на апарата в статична газова среда над 1000 °С.
2. Не се допуска приемане на проби за анализ без предварително уточняване на условията.
3. Не се допуска извършване на анализ на проби, които замърсяват или повреждат части/модули на апарата
4. При необратимо замърсяване на тигел, същият се заплаща или възстановява от Заявителя на пробата.
5. За констатирани повреди на апарата, в резултат на невярна и некоректна предварителна информация подадена от Заявителя, се издава протокол. В него се описват настъпилите дефекти и се уточняват финансовите задължения от страна на Заявителя.

тел:02 8163 174;

специалист: гл.ас. д-р инж.Екатерина Серафимова

ЛАБОРАТОРИЯ “ЕЛЕМЕНТЕН ОРГАНИЧЕН АНАЛИЗ”

Лабораторията извършва:

I. Количествен елементен анализ на твърди и течни проби за въглерод, азот, водород, сяра и кислород в автоматичен анализатор EA 3000 на италианската фирма Euro Vector. Анализират се органични материали, почви, метали (фин прах с едрина под 150 микрона).

Метод за анализ: изгаряне на пробата при висока температура (980-1100°С) и определяне на компонента посредством газова хроматография.

Изисквания към пробите за анализ: пробата да бъде с количество мин.30 mg, предварително стрита и суха; да не е летлива и хогроскопична.

Точност на анализа: $\pm 0,01\%$ абсолютна грешка;

Времетраене на анализа: 1раб. ден в зависимост от изисквания анализ и характера на пробата.

Допълнителни изисквания:

- предварителна консултация с лабораторията за характера на пробата и необходимия анализ.

- поради техническите особености на апаратурата и необходимостта от оптимална употреба на консумативите, анализите ще се изпълняват при следния график:

1-15 число на всеки месец – анализ на въглерод, азот, водород;

16-30 число на всеки месец – анализ на сярата.

II. Класически елементен анализ

Полумикроанализ на азот, сярата, халогени (хлор, бром), фосфор в твърди и течни проби от органични материали.

Използвани методи за анализ:

1. *Азот (N)*- метод на Келдал. Разлагане на пробата в сярна киселина при наличие на катализатор; алкализиране в апарат на Парнас-Вагнер; улавяне на дестилирания амоняк в наситен р-р на борна киселина и киселинно титруване;
2. *Сярата (S)*– метод на Шрьодингер. Изгаряне на пробата в кислородна среда с платинов катализатор при наличие на водороден прекис за привеждане на сярата в йонно състояние – сулфатни/сулфидни йони, които се определят с класически обемен анализ;
3. *Халогени (Cl, Br)*. Изгаряне на пробата в кислородна среда с платинов катализатор при наличие на водороден прекис за привеждане на халогените в йонно състояние. Определяне на халогенните йони чрез меркуриметрия;
4. *Фосфор (P)* – разлагане на пробата в смес на сярна и азотна киселина в келдалова колба за привеждане на фосфора във фосфатна форма. Определяне на получения фосфат спектрофотометрично (UV-VIS).

Изисквания към пробите за анализ: пробата да бъде с количество мин. 1 g, предварително стрита (едрина – под 0,1 mm) и суха; да не е летлива и хогроскопична.

Точност на анализа: $\pm 0,03\%$ абсолютна грешка;

Времетраене на анализа: 2-5 раб. дни в зависимост от изисквания анализ и характера на пробата.

Допълнителни изисквания: предварителна консултация с лабораторията за характера на пробата и необходимия анализ.

тел:02 8163 177;

тел:02 8163 173;

специалист: инж.хим. Лина Варадинова

специалист: магистър Петя Атанасова

ЛАБОРАТОРИЯ “СИЛИКАТЕН АНАЛИЗ”

В лабораторията се извършава:

I. Класически анализ на силикатни материали – скали, руди, шлаки, цимент и пр.

Определяеми компоненти: влага, загуби при наляване (1000°C), SiO_2 , Al_2O_3 , CaO , MgO , Fe_2O_3 , Na_2O , K_2O , MnO , TiO_2 .

Използвани методи за анализ:

1. Влага, загуби при наляване (1000°C) – тегловен анализ;
2. SiO_2 – теловен анализ с алкална стопилка;

3. Al_2O_3 , CaO , MgO , Fe_2O_3 – предварително разделяне на отделните компоненти и комплексонометричен анализ или ОАЕ-ICP/ААА;
4. Na_2O , K_2O – предварително разделяне на компонентите и ААА;
5. MnO , TiO_2 - предварително разделяне на компонентите и ОАЕ-ICP/ААА.

Изисквания към пробите за анализ: пробата с количество мин. 5 g трябва да е предварително стрита в ахатов хаван (едрина – под 0,1 mm).

Точност на нализа: $\pm 0,01\%$;

Времетраене на анализа: 10 раб. дни.

II. Пробоподготовка на проби от различни материали за спектрометрични определения – ICP, AAS и пр.

Използвани методи за пробоподготовка: стопилки, киселинно разлагане, изгаряне, екстракция.

Изисквания към пробите за анализ: Количеството на пробата трябва да бъде от 0,5-5 g в зависимост от метода на анализ и концентрацията на определяемите компоненти. Пробата трябва да е предварително стрита в ахатов хаван (едрина – под 0,1 mm).

Времетраене на анализа: 1-4 дни в зависимост от метода на пробоподготовка.

Допълнителни изисквания: предварителна консултация с лабораторията за характера на пробата и необходимия анализ.

тел: 02 8163 173;

специалист: инж.хим. Лина Варадинова

ПРИЛОЖЕНИЯ:

1. Бланка за поръчка от Външни възложители- Юридически лица
2. Бланка за поръчка от Външни възложители- Физически лица

ВЪЗЛАГАТЕЛНО ПИСМО

От
(точно наименование на юридическото лице-възложител по съдебна регистрация)

адрес:
(пълен, актуален адрес, тел., факс, e-mail)

представявано от :.....
(трите имена на управител, изп. директор, ръководител)

упълномощено лице за контакти:
(трите имена на лицето с приложено нотариално заверено пълномощно)

г-н Ръководител на ЦНИЛ,

Моля за нуждите на нашата фирма да бъде извършен :.....

.....

.....

(посочва се вида на искания анализ)

на.....

.....

.....(посочва се
наименование на проба, брой и условия на провеждане на анализа ако има изискване за
такива, при необходимост информацията се записва на допълнителен лист)

Съгласен съм с предложената от Вас финансова оферта.

Прилагам следните документи и опитни образци:

.....

.....

.....

Дата:.....
гр.София

С уважение:.....
(свеж подпис на управителя и
свеж печат на фирмата)

ДО ХТМУ –София

ЦНИЛ

ВЪЗЛАГАТЕЛНО ПИСМО

От

адрес....., ЕИК.....

МОЛ.....

Контакти: тел.....; e-mail:.....

Моля да бъде направен анализ на:

Проби.....

Определяеми компоненти.....

Анализ:.....

Извършените анализи ще бъдат заплатени:

.....

Условия за извършване на анализа:

Срок.....

Цена.....

Други:.....

Приемаме офертата, вкл. предложената цена:.....(подпис)

Дата:

Подпис:.....