

红外光谱

1、仪器信息

仪器名称：红外光谱仪；**品牌：**Thermo Fisher；**型号：**Nicolet 6700

性能指标：光谱范围 $12000\text{-}350\text{ cm}^{-1}$ ；信噪比优于 $50000:1$ ；分辨率优于 0.09 cm^{-1} ；波数精度优于 0.01 cm^{-1} 。附件可分别进行中红外和近红外区扫描。配有超过 20000 张标准谱图透射（手动/自动压片机、可变光程液体池、石英比色皿），ATR（Ge 晶体），Linkman 垂直变温透射附件， $0\text{-}90^\circ$ 可变角透射附件红外偏振附件，热压膜压机和控制器，检测器，DTGS 室温检测器。

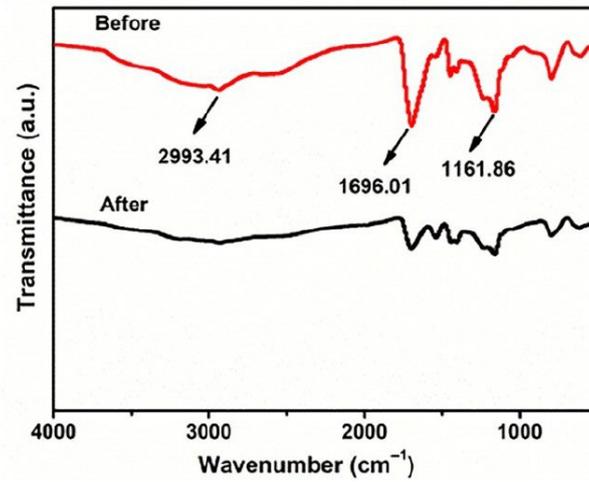


样品要求：

- ① 样品应尽量干燥，固体或冻干粉样品，如易吸潮，自备干燥器。冻干粉样品送样量 $10\text{-}20\text{mg}$ ，如与溴化钾研磨反应样品要事先告知，研磨或者接触空气变质样品要事先告知。薄膜样品尺寸大于 $2\text{*}2\text{cm}$ ，厚度大于 $15\mu\text{m}$ ，标明测试面及测试位置。
- ② 来样需注明样品保存条件（干燥、冷冻、冷藏、避光或其他）。贵重样品、强酸、强碱、有毒、放射性样品、易挥发、升华、容易变质、损坏样品请事先说明，必要时注明保存条件。

2、测试图举例

红外测试结果如图所示。



3、送样说明

确定测试项目（压片/ATR；中红外积分球；近红外积分球；谱库比对）、检测要求。

紫外可见分光光度计

1、仪器信息

(1) 品牌：岛津；型号：UV-2600

性能指标：波长范围 185-900nm；分辨率 0.1nm；波长准确性 $\pm 0.3\text{nm}$ ；谱带范围 0.1、0.2、0.5、1、2、5nm；测光方式：双光束方式；杂散光 (S.L.)：0.005%以下；检测器：光电倍增管 R-928；测光范围：-5~5Abs；比色池：1cm；光源：50W 卤素灯、氘灯；单色器：切尼耳-特纳单色器；主电压：AC100V~240V；主频率：50~60Hz



(2) 品牌：安捷伦；型号：Agilent Cary 3500

性能指标：波长范围 190-1100nm；谱带范围 0.1-5.0nm；测光方式：双光束方式；测光范围：4Abs；比色池：1cm；光源：脉冲式氘灯 (250Hz)；波长扫描速率：150000 nm/min

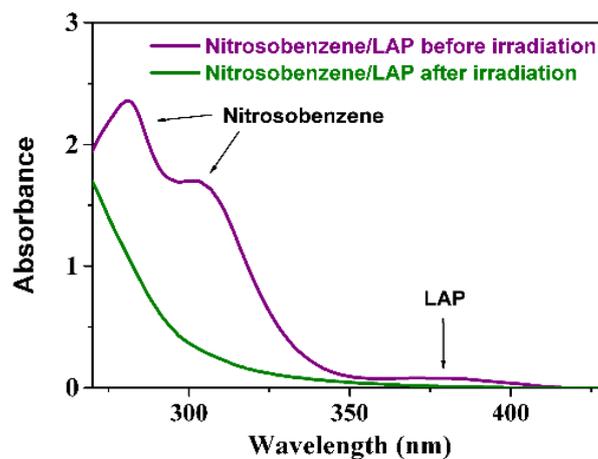


2、送样说明

- ① 需确定检测波长范围（如无要求，为全波长范围扫描）和特征吸收峰（如上图所示，LAP 特征吸收峰为 380nm 左右，Nitrosobenzene 特征吸收峰为 280nm 和 310nm 左右）。
- ② 样品可以固体、液体形式提供。固体样品：需告知溶解样品的溶剂和溶解浓度。液体样品：溶液澄清透明，告知溶剂类型以便扫基线。如进行定量测试，需提前告知。
- ③ 测试标准曲线，需提供标准品、溶解溶剂及 5 个梯度溶解浓度。
- ④ 实验室可提供常规溶剂，如乙醇、甲醇、乙腈、四氢呋喃、DCM、DMF、DPBS 等，如为特殊溶剂（如不同比例的混合溶液），需随样提供足量溶剂（单次测试溶剂量约 3mL）。

3、测试图举例

紫外测试结果如图所示。



核磁共振波谱仪

1、仪器信息

设备 1：400MHz 核磁共振波谱仪；品牌：Bruker；型号：Avance III

性能指标：质子共振频率 400.13 MHz；主磁场 9.4 Tesla（超导）



设备 2：600MHz 核磁共振波谱仪；品牌：Bruker；型号：Avance III

性能指标：质子共振频率 600.13 MHz；主磁场 14.09 Tesla（超导）



设备 3：600MHz 固体核磁共振波谱仪；品牌：Bruker；型号：AVANCE NEO

性能指标：质子共振频率 600.13 MHz；主磁场 14.09 Tesla（超导）



2、送样要求

- ① 样品需干燥，纯度大于 95%，无杂质。
- ② 液体核磁：样品用氘代试剂溶解后置于核磁管内送样。如需我司制样，氢谱样品量大于 10mg；碳谱及二维谱样品量大于 20mg，如为高分子，样品量大于 50mg，并确定可完全溶解的氘代试剂类型（加收氘代试剂及核磁管费用）和详细溶解方法。如样品溶解后粘度较大，提供的样品量需翻倍以免转移过程中损耗。
- ③ 固体核磁：样品性状应为很细的干燥粉末，研磨时无颗粒感；样品无磁性或导电性，以及无腐蚀性；测定 15N 核磁，样品需要用同位素标记；特殊性样品最好能提供相类似材料的固体核磁测试文献以便参考，包括转速，使用的脉冲宽度，弛豫延迟时间等。样品量大于 0.3g。如样品珍贵稀少，提前沟通。

3、测试说明

确定测试仪器、测试项目（氢谱、碳谱或其他杂核谱，HSQC/HMBC/COSY/NOESY/TOCSY）、扫描时间、检测要求（变温）。明确样品保存要求。

凝胶渗透色谱仪(GPC)

1、设备信息

仪器一：常温凝胶渗透色谱仪；品牌：东曹；型号：EcoSEC HLC-8320GPC；溶剂体系：**THF**

性能指标：泵温箱：40-50°C；UV 检测器：195-350nm；UV 检测池：2μL；波长精度：2nm；RI 检测器：双流路；RI 检测池：2.5μL；RI 基线噪音： 2.0×10^{-9} RIU(THF)；RI 基线漂移： 1.0×10^{-7} RIU/h



主要应用：高分子聚合物 M_n 、 M_w 、 M_z 分子量的测定；线性高分子化合物多分散指数（PDI）的测定；聚合物稳定性的评价及降解过程分析；高分子材料产品质量控制。

仪器二：高温凝胶渗透色谱仪；品牌：东曹；型号：EcoSEC HLC-8321GPC/HT；溶剂体系：**邻二氯苯**

性能指标：柱温箱-温度范围：40-220°C；紫外检测器-噪声： $<1.5 \times 10^{-8}$ ；UV 检测器-波长范围：195-350nm；示差折光检测器-池容量：10 μL；RI 检测器-漂移： $<3 \times 10^{-7}$ RIU/h；泵-压力范围：0-15MPa；泵-流量范围：0.01-2.00 mL/min



主要应用：溶解温度高的 PE、PP、PPS 和聚噻吩 Mn、Mw 及 Mz 分子量的测定；聚合物多分散指数（PDI）的测定；工程塑料产品质量控制。

仪器三：水相凝胶渗透色谱仪；品牌：Waters；型号：Alliance E2695；溶剂体系：水



性能指标：柱温箱-温度范围：5-65°C；进样范围：0.1-100 μ L；检测器：示差折光检测器；RI 检测器-漂移： $\leq \pm 1.0 \times 10^{-7}$ RIU/h；泵-压力范围：0-15MPa；泵-流量范围：0.010-10.000 mL/min；检测分子量 ≤ 400000 。

主要应用：水溶性高分子聚合物 Mn、Mw、Mz 分子量的测定；线性高分子化合物多分散指数（PDI）的测定。

仪器四：常温凝胶渗透色谱仪；品牌：Waters；型号：Alliance E2695；溶剂体系：DMF

性能指标：柱温箱-温度范围：5-65°C；进样范围：0.1-100 μ L；检测器：示差折光检测器；RI 检测器-漂移： $\leq \pm 1.0 \times 10^{-7}$ RIU/h；泵-压力范围：0-15MPa；泵-流量范围：0.010-10.000 mL/min；检测分子量 100-600000。

2、送样要求

- ① 常温凝胶渗透色谱仪：确定样品的主要单体组成，大概分子量，样品可完全溶解于 **THF 或 DMF**，样品无水无其他溶剂。
- ② 高温凝胶渗透色谱仪：确定样品的主要单体组成，大概分子量，样品可完全溶解于 **邻二氯苯**，无水份，无其他溶剂。
- ③ 水相凝胶渗透色谱仪：确定样品的主要单体组成，大概分子量。样品可完全溶解于水，无其他溶剂。
- ④ 固体样品提供不少于 50mg；液体不少于 10mL。难溶性样品溶解后再送样，溶解后的样品透明均一，有机相样品过 0.45 μ m 滤膜，水相样品过 0.22 μ m 滤膜。样品浓度可参照下表（建议浓度为下表标示浓度的 10 倍）。

分子量范围	浓度	称重
MW < 1,000	0.20 - 0.30%	2~3mg/ml
MW 1,000 - 10,000	0.15 - 0.20%	1.5~2mg/ml
MW 10,000 - 100,000	0.10 - 0.15%	1~1.5mg/ml
MW 100,000 - 500,000	0.05 - 0.10%	0.5~1mg/ml
MW 500,000 - 1M	0.01 - 0.05%	0.1~0.5mg/ml
MW > 1M	0.005 - 0.01%	0.05~0.1mg/ml

- ⑤ 提供样品的保存要求、检测项目（Mn、Mw、Mz 分子量；PDI 等其他）。
- ⑥ 提供标准品（实验室可提供聚苯乙烯（分子量范围：210-451400）、聚乙二醇（范围：590-50400）、葡聚糖（分子量范围：10300-667800），需加收费用），确定流动相流动速度、洗脱时间，水相 GPC 还需提供水相类型（如无特殊要求，常规为 0.1M NaNO₃ 溶液）。

差示扫描量热仪（DSC）

1、设备信息

仪器一：差示扫描量热仪；品牌：美国 TA；型号：DSC 2500；温度范围：-90~400°C



仪器二：高温差示扫描量热仪；品牌：德国耐驰；型号：DSC 404 F3；温度范围：室温~1400°C



2、测试简介

用以研究材料在可控程序温度下的热效应，并可实现调制 DSC（MDSC）测试模式。可以测定无机材料的相转变、高分子材料的熔融与结晶、玻璃化转变、比热、药物的多晶型现象、油脂等食品的固/液相比例、金属及合金熔点等。

3、送样要求

- ① 请根据自己样品的性质及测试需求,自行查阅相关资料后,提供详细的测试条件(起始温度、终止温度、扫描速率、循环扫描或其他测试条件);
- ② 样品量不少于 5 mg。可以接受固体、液体、粉末、薄膜或纤维样品。块体样品,要求样品大小为直径<4 mm,厚度为 0.5 mm 以下,表面平整,边缘整齐。纤维样品长度≤4mm。薄膜样品直径≤4mm。粉末样品尽量磨细。
- ③ 明确标注样品成分。
- ④ 在测试温度范围内,样品不能分解,请提供热重测试结果,若不明确分解温度,请提前测试热重;
- ⑤ 在温度变化时,样品体积有膨胀现象,必须标注。升华或易挥发样品不得测试。会与铝坩埚发生反应的样品不得测试。
- ⑥ 对其它可能危害仪器的样品必须事先注明,并告知相关防护措施。

高效液相色谱仪（HPLC）

1、设备信息

仪器一

品牌：Waters；型号：Alliance E2695；色谱柱：XBridge C18 5 μ m 4.6*250mm。

性能指标：流量范围：0.000-10.000mL/min；流量精度：<0.075%RSD；温度范围：4°C-65°C；温控精度 0.1°C。紫外/可见光检测器 波长范围：190~700nm；光谱带宽：5nm；波长准确度： \pm 1nm。



仪器二

品牌：岛津；型号：LC-20A；色谱柱：WondaSil C18 5 μ m 4.6*250mm。

性能指标：紫外/可见光可变波长检测器 波长范围：SPD-20A 190-700nm、SPD-20AV 190-900nm；进样范围：0.1 μ L-100 μ L；最大耐压：40MPa；流速范围：0.0001mL/min-10.0000mL/min



2、测试简介

可用于药品杂质定性定量分析、药物代谢定量分析、食品安全检测分析（三聚氰胺，瘦肉精等化合物检测分析）、环境污染物分析（化妆品，涂料等污染物分析）、化妆品杂质定量分析。

3、样品要求

- ① 样品应为非极性或弱极性化合物，能溶于水、乙腈、甲醇、乙醇，在键合 C18 反相柱上保留，如使用其他色谱柱需自备。
- ② 样品须在紫外区域 190-700nm 有吸收，并提供紫外吸收波长。
- ③ 固体样品，需干燥过 60 目筛，以保证样品均匀，含分析物至少 10mg（须注明溶解使用的溶剂：水、乙腈、甲醇、乙醇及大概浓度）。
- ④ 溶液样品至少 1mL，分析物浓度应保证紫外吸收度 >0.01 （须注明溶剂及大概浓度）（约 100~1000ug/mL，根据样品吸收）。溶液预先用滤膜（0.22 μ m 或 0.45 μ m）过滤，过滤后样品澄清，不含有不可溶性颗粒，不含有蛋白质、核酸、多糖等大分子。样品溶液 pH 在 2-8。
- ⑤ 血样、尿样、细胞组织样、微生物培养液等样品，必须经过去除蛋白质、脂类和多糖的操作，然后用流动相溶解，经 15000rpm 离心 15min 以上或经过 0.22 μ m 膜过滤后待测（须注明前处理方法）。
- ⑥ 必须提供高纯度分析物标准品（至少 10mg）、分子结构式、紫外吸收。
- ⑦ 需说明样品保存条件、稳定性、溶解性、毒性等。

4、测试说明

需要客户提供检测波长、流动相、流动速度、测试时长、柱温。如需定量测试绘制标准曲线，需提供标准品、溶解溶剂及 5 个梯度溶解浓度。