




МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего профессионального образования
«Дальневосточный федеральный университет»
(ДВФУ)

ШКОЛА ЕСТЕСТВЕННЫХ НАУК

«СОГЛАСОВАНО»
Руководитель ОП Химия


(подпись) А.А. Капустина
(Ф.И.О. рук. ОП)
«26» июня 2015г.

«УТВЕРЖДАЮ»
Заведующая кафедрой
общей, неорганической и
элементоорганической химии

А.А. Капустина
(подпись) (Ф.И.О. зав. каф.)
«26» июня 2015г.

РАБОЧАЯ ПРОГРАММА УЧЕБНОЙ ДИСЦИПЛИНЫ
Элементоорганические высокомолекулярные соединения
Направление подготовки 04.03.01 - Химия
Профиль «Фундаментальная химия»
Форма подготовки очная

курс 4 семестр 7
лекции час.
практические занятия час.
лабораторные работы 72 час.
в том числе с использованием МАО лек. / пр. / лаб. 36 час.
в том числе в электронной форме лек. / пр. / лаб.
всего часов аудиторной нагрузки 72 час.
в том числе с использованием МАО 36 час.
самостоятельная работа 72 час.
в том числе на подготовку к экзамену час.
контрольные работы (количество)
курсовая работа / курсовой проект __7 семестр
зачет 7 семестр
экзамен ____ семестр

Рабочая программа составлена в соответствии с требованиями федерального государственного образовательного стандарта высшего образования, утвержденного приказом Министерства образования и науки РФ от 12.03.2015 № 210.

Рабочая программа обсуждена на заседании кафедры Общей, неорганической и элементоорганической химии ШЕН протокол № 11 от « 15 » июня 2015 г.

Заведующая кафедрой А.А. Капустина
Составитель : Либанов В.В

Оборотная сторона титульного листа РПУД

I. Рабочая программа пересмотрена на заседании кафедры:

Протокол от « _____ » _____ 201 г. № _____

Заведующий (ая) кафедрой _____
(подпись) (И.О. Фамилия)

II. Рабочая программа пересмотрена на заседании кафедры:

Протокол от « _____ » _____ 201 г. № _____

Заведующий (ая) кафедрой _____
(подпись) (И.О. Фамилия)

Аннотация к рабочей программе дисциплины «Элементоорганические высокомолекулярные соединения»

Рабочая программа учебной дисциплины «Элементоорганические высокомолекулярные соединения» разработана для студентов 4 курса по направлению 04.03.01 - Химия в соответствии с требованиями федерального государственного образовательного стандарта высшего образования, утвержденного приказом Министерства образования и науки РФ от 12.03.2015 № 210.

Дисциплина «Элементоорганические высокомолекулярные соединения» относится к разделу Б.1.В.ДВ.3 – дисциплины по выбору вариативной части.

Курсу «Элементоорганические ВМС» предшествуют необходимые для его понимания курсы неорганической, органической, физической и аналитической химии, квантовой химии и строение вещества. Для успешного освоения курса необходимы знания и умения по химии координационных соединений, физико-химическим методам исследования веществ, навыки и умение работать с химической литературой, электронными базами данных, навыки патентного поиска, умение работать с химическими программами по обработке данных физико-химического исследования вещества.

Трудоемкость дисциплины составляет 144 академических часа (4 зачетные единицы).

Учебным планом подготовки бакалавров по направлению 04.03.01 – Химия предусмотрено 72 часа лабораторных работ (из них 36 часов в интерактивной форме) и 72 часа самостоятельной работы.

Цель освоения дисциплины

Целями освоения дисциплины «Элементоорганические ВМС» являются формирование практических и теоретических систематических знаний в области синтеза высокомолекулярных элементоорганических соединений и исследования их свойств современными физико-химическими методами

Задачи:

1. Дать понятие о современном состоянии химии высокомолекулярных элементоорганических соединений, тенденции развития направления, возможности применения и использования получаемых соединений и материалов на их основе.

2. Научить синтезировать и исследовать высокомолекулярные элементоорганические соединения, осуществлять эксперимент по очистке и анализу полученных соединений. Первично самостоятельно анализировать полученный результат. Проводить литературный поиск.

3. Научить навыкам обработки полученных данных с помощью вспомогательных компьютерных программ (редакторы химических формул, данных хроматографии, спектроскопии и т.д).

Для успешного изучения дисциплины «Элементоорганические ВМС» у обучающихся должны быть сформированы следующие предварительные компетенции:

-Способность к самоорганизации и самообразованию;

-Способность использовать полученные знания теоретических основ фундаментальных разделов химии при решении профессиональных задач.

Планируемые результаты обучения по данной дисциплине (знания, умения, владения), соотнесенные с планируемыми результатами освоения образовательной программы, характеризуют этапы формирования следующих общепрофессиональных и профессиональных компетенций:

Код и формулировка компетенции	Этапы формирования компетенции	
ОПК-2. Владение навыками химического эксперимента, основными синтетическими и аналитическими методами получения и исследования химических веществ и реакций	Знает	Знание методик проведения химического эксперимента в области синтеза полиэлементоорганосилоксанов, методик синтеза исходных веществ, методов элементного и физико-химического анализа.
	Умеет	Выполнять химический эксперимент, использовать основные синтетические и аналитические методы для получения и исследования элементоорганических ВМС.
	Владеет	навыками химического эксперимента, основными синтетическими и аналитическими методами получения и исследования элементоорганических ВМС.
ОПК-6. Знание норм техники безопасности и умением реализовать их в лабораторных и технологических условиях	Знает	Нормы техники безопасности при работе с органическими, неорганическими и элементоорганическими веществами, электрическими приборами, химической посудой.
	Умеет	Безопасно обращаться с химическими реактивами, подготавливать их к эксперименту, качественно и безопасно планировать синтетическую и аналитическую часть синтезов.
	Владеет	навыками безопасного обращения с химическими реактивами, приборами и лабораторным оборудованием
ПК-4. Способность применять основные естественнонаучные законы и закономерности развития химической науки при анализе	Знает	Основные естественнонаучные законы и закономерности развития химической науки, в том числе химии элементоорганических ВМС.
	Умеет	интерпретировать полученные результаты на основе фундаментальных законов химии и закономерности развития химической науки

полученных результатов	Владеет	навыками применения основны естественнаучных законов и закономерностей развития химической науки при постановке и проведении химического эксперимента, его математической обработке..
------------------------	---------	---

Для формирования вышеуказанных компетенций в рамках дисциплины «Элементоорганические ВМС» применяются методы активного обучения: Исследовательский метод. Работа по индивидуальному заданию.

I. СТРУКТУРА И СОДЕРЖАНИЕ ТЕОРЕТИЧЕСКОЙ ЧАСТИ КУРСА

Не предусмотрена учебным планом.

II. СТРУКТУРА И СОДЕРЖАНИЕ ПРАКТИЧЕСКОЙ ЧАСТИ КУРСА

Лабораторные работы (72 час.)

Лабораторная работа № 1. Вводный инструктаж, техника безопасности. Подготовка рабочего места (4 час.)

Студентам отводится рабочее место, выдается лабораторная посуда, необходимые реактивы и оборудование. Изучаются правила химической и пожарной безопасности.

Задание на дом: Подготовка к синтезу и исследованию полифенилсилоксана.

Лабораторные работы №№ 2-4. Синтез полифенилсилоксана, определение его химического состава и строения (12 час.), с использованием метода активного обучения – исследовательский. Работа по индивидуальному заданию(12 час.).

Задание на дом: Подготовка к синтезу и исследованию металлокремнийорганических соединений.

Студенты синтезируют полифенилсилоксан по известной методике.

Синтезированный полифенилсилоксан сдают на ИК-спектроскопию и рентгенофазовый анализ, результаты которых описывают в отчетах.

Проводится элементный анализ на углерод, кремний. Определяются плотность, вязкость и молекулярная масса.

Лабораторные работы №№ 5, 6. Синтез исходных мономеров для получения металлокремнийорганических полимеров. Анализ полученных соединений (8 часов), с использованием метода активного обучения – исследовательский. Работа по индивидуальному заданию (8 час.).

Задание на дом: Подготовка сообщения о полученных результатах.

Синтезы осуществляются по известным методикам, которые при необходимости модифицируются.

Лабораторные работы №7, 8. Синтез исходных органосилоксанов для

получения металлокремнийорганических полимеров. Анализ полученных соединений (8 часов), с использованием метода активного обучения – исследовательский. Работа по индивидуальному заданию (8 час.).

Задание на дом: Подготовка сообщения о полученных результатах.

Синтезы осуществляются по известным методикам, которые при необходимости модифицируются.

Лабораторные работы № 9, 10. Получение полиметаллоорганосилоксанов в растворе и в условиях механохимической активации (8 часов), с использованием метода активного обучения – исследовательский. Работа по индивидуальному заданию (8 час.).

Задание на дом: Подготовка сообщения о полученных результатах.

Синтезы осуществляются по известным методикам, которые при необходимости модифицируются.

Лабораторные работы № 11, 12. Синтез исходных мономеров для получения полиметаллхелатоорганосилоксанов (8 часов).

Задание на дом: Подготовка сообщения о полученных результатах.

Синтезы осуществляются по известным методикам, которые при необходимости модифицируются.

Лабораторные работы № 13, 14. Синтез полиметаллхелатоорганилсилоксанов (ПМХС) в растворе и в условиях механохимической активации (8 часов).

Задание на дом: Подготовка сообщения о полученных результатах.

Синтезы осуществляются по известным методикам, которые при необходимости модифицируются.

Лабораторные работы № 15-18. Синтез элементоорганических соединений и исследование полученных веществ методами элементного анализа, РФА, ИК-, ЯМР-спектроскопии, ТГА (16 часов).

Работа проводится по заданию научного руководителя, оформляется в виде отчета.

Примерные тематики индивидуальных синтезов:

1. Взаимодействие полифенилсилоксана с соединениями олова в степенях окисления +2, +4 в растворе.

2. Взаимодействие полифенилсилоксана с соединениями олова в степенях окисления +2, +4 в условиях механохимической активации.

3. Синтез полимарганецфенилсилоксанов, содержащих марганец в высшей степени окисления.

4. Синтез полимолибденфенилсилоксанов взаимодействием полифенилсилоксана с ацетилацетонатом молибденила.

5. Изучение взаимодействия полифенилсилоксана с вольфрамовой

кислотой и оксидом вольфрама в растворе и в условиях механохимической активации.

6. Синтезы сульфенилхлоридов и их реакции с непредельными кремнийорганическими соединениями.

7. Взаимодействие силикохлороформа с непредельными органическими соединениями.

8. Синтез мезопористых функциональных сорбентов на основе элементоорганических соединений.

III. УЧЕБНО-МЕТОДИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ ОБУЧАЮЩИХСЯ

Учебно-методическое обеспечение самостоятельной работы обучающихся по дисциплине «Элементоорганические высокомолекулярные соединения» представлено в Приложении 1 и включает в себя:

- план-график выполнения самостоятельной работы по дисциплине, в том числе примерные нормы времени на выполнение по каждому заданию;
- характеристика заданий для самостоятельной работы обучающихся и методические рекомендации по их выполнению;
- требования к представлению и оформлению результатов самостоятельной работы;
- критерии оценки выполнения самостоятельной работы.

IV. КОНТРОЛЬ ДОСТИЖЕНИЯ ЦЕЛЕЙ КУРСА

№ п/п	Контролируемые разделы / темы дисциплины	Коды и этапы формирования компетенций		Оценочные средства - наименование	
				текущий контроль	промежуточная аттестация
1	Техника безопасности работы в лаборатории	ОПК-6	Знает	Допуск к выполнению работ, собеседование (УО-1), лаб. Работа (ПР-6)	Зачет Вопросы 21-27 Курсовая работа (ПР-5)
			Умеет	Устный опрос (УО-1)	Зачет Вопросы 21-27 Курсовая работа (ПР-5)
			Владеет	Устный опрос (УО-1)	Зачет Вопросы 21-27 Курсовая

					работа (ПР-5)
2	Навыки химического эксперимента, владение основными синтетическими и аналитическими методами получения и исследования химических веществ и реакций	ОПК-2	Знает	Письменные задания, тесты (ПР-1)	Зачет Вопросы 11-16, 19 Курсовая работа (ПР-5)
			Умеет	Лабораторные работы (ПР-6),	Зачет Вопросы 11-16, 19 Курсовая работа (ПР-5)
			Владеет	Отчеты к лабораторным работам (ПР-6)	Зачет Вопросы 11-16, 19 Курсовая работа (ПР-5)
3	Способность применять основные естественнонаучные законы и закономерности развития химической науки при анализе полученных результатов	ПК-4	Знает	Контрольная работа (ПР-2)	Зачет Вопросы 1-10, 17, 18, 20 Курсовая работа (ПР-5)
			Умеет	Отчеты к лабораторным работам (ПР-6)	Зачет Вопросы 1-10, 17, 18, 20 Курсовая работа (ПР-5)
			Владеет	Отчеты к лабораторным работам (ПР-6)	Зачет Вопросы 1-10, 17, 18, 20 Курсовая работа (ПР-5)

Типовые контрольные задания, методические материалы, определяющие процедуры оценивания знаний, умений и навыков и (или) опыта деятельности, а также критерии и показатели, необходимые для оценки знаний, умений, навыков и характеризующие этапы формирования компетенций в процессе освоения образовательной программы, представлены в Приложении 2.

V. СПИСОК УЧЕБНОЙ ЛИТЕРАТУРЫ И ИНФОРМАЦИОННО-МЕТОДИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ДИСЦИПЛИНЫ

Основная литература

(электронные и печатные издания)

1. Чернышев Е.А., Таланов В.Н. Химия элементоорганических мономеров и полимеров. М.: Колос, 2011-439 с. – Режим доступа: <http://lib.dvfu.ru:8080/lib/item?id=chamo:756739&theme=FEFU>

2. Жауэн Ж. Биометаллоорганическая химия Жауэн Ж./ М.: БИНОМ. Лаб. Знаний.- 2013. – 494с. – Режим доступа: <http://lib.dvfu.ru:8080/lib/item?id=chamo:760911&theme=FEFU>

3. Металлоорганическая химия [Электронный ресурс] / К. Эльшенбройх ; пер. с нем. -2-е изд. (эл.). -М. : БИНОМ. Лаборатория знаний, 2014.- 746 с. : ил. <http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785996313327.html>

4. Федотов М.А. Ядерный магнитный резонанс в неорганической и координационной химии. Растворы и жидкости. - М.: ФИЗМАТЛИТ, 2010. - 384 с. - ISBN 978-5-9221-1202-4 <http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785922112024.html>

5. Кленин, В.И. Высокомолекулярные соединения [Электронный ресурс] : учебник / В.И. Кленин, И.В. Федусенко. — Электрон. дан. — СПб. : Лань, 2013. — 509 с. — Режим доступа: http://e.lanbook.com/books/element.php?pl1_id=5842 — Загл. с экрана.

Дополнительная литература

(печатные и электронные издания)

1. Шапкин Н.П., Капустина А.А., Аликовский А.В., Свистунова И.В., Поляков В.Ю./ Общий практикум по химии неорганических и элементоорганических соединений. Учебное пособие.- Владивосток, Изд. ДВГУ, 2003. – Кафедра общей, неорганической и элементоорганической химии ШЕН ДВФУ, лаборатория L656 <http://lib.dvfu.ru:8080/lib/item?id=chamo:4747&theme=FEFU>

2. Шапкин Н.П., Капустина А.А., Свистунова И.В. Баженов В.В./ Практикум по химии элементоорганических соединений. Учебное пособие. – Владивосток, Изд. ДВГУ, 2009. – Кафедра общей, неорганической и элементоорганической химии ШЕН ДВФУ, лаборатория L656 <http://lib.dvfu.ru:8080/lib/item?id=chamo:279868&theme=FEFU>

3. Гринвуд Н. Химия элементов. Гринвуд Н., Эрншо А. / М.: БИНОМ. Лаб.знаний.- 2008.- 607 с. – Режим доступа: <http://lib.dvfu.ru:8080/lib/item?id=chamo:274592&theme=FEFU>

4. Шишонок, М.В. Высокомолекулярные соединения [Электронный ресурс] : учеб. пособие / М.В. Шишонок. - Минск: Выш. шк., 2012. - 535 с.: ил. - ISBN 978-985-06-1666-1. <http://znanium.com/catalog.php?item=booksearch&code=%D0%BF%D1%80%D0%>

Перечень ресурсов информационно-телекоммуникационной сети «Интернет»

1. <http://e.lanbook.com/>
2. <http://www.studentlibrary.ru/>
3. <http://znanium.com/>
4. <http://www.nelbook.ru/>
5. Химия элементоорганических соединений./ Интернет-книга Иркутского государственного университета www.chem.isu.ru/eos/index.html
6. База данных о веществах и их свойствах <http://www.chemspider.com/>
7. База данных о веществах и их свойствах <http://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/>
8. Поисковая система печатных материалов <http://www.scopus.com>

VI. МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОСВОЕНИЮ ДИСЦИПЛИНЫ

Рекомендации по планированию и организации времени, отведенного на изучение дисциплины

Время, отведённое на самостоятельную работу, должно быть использовано обучающимся планомерно в течение семестра.

Планирование – важнейшая черта человеческой деятельности. Для организации учебной деятельности эффективным вариантом является использование средств, напоминающих о стоящих перед вами задачах, и их последовательности выполнения. В роли таких средств могут быть IT-технологии (смартфоны, планшеты, компьютеры и т.п.), имеющие приложения/программы по организации распорядка дня/месяца/года и сигнализирующих о важных событиях, например, о выполнении заданий по дисциплине «Элементоорганические высокомолекулярные соединения».

Регулярность – первое условие поисков более эффективных способов работы. Рекомендуется выбрать день/дни недели для регулярной подготовки по дисциплине «Элементоорганические высокомолекулярные соединения», это позволит морально настроиться на выполнение поставленных задач, подготовиться к ним и выработать правила выполнения для них, например, сначала проработка материала лекций, чтение первоисточников, затем выделение и фиксирование основных идей. Рекомендуемое среднее время два часа на одно занятие.

Описание последовательности действий, обучающихся при изучении дисциплины

В соответствии с целями и задачами дисциплины студент изучает на

занятиях и дома разделы лекционного курса, готовится к практическим занятиям, проходит контрольные точки текущей аттестации, включающие разные формы проверки усвоения материала (собеседование, тестирование и др.).

Освоение дисциплины включает несколько составных элементов учебной деятельности:

1. Внимательное чтение рабочей программы учебной дисциплины (помогает целостно увидеть структуру изучаемых вопросов). В ней содержится перечень контрольных испытаний для всех разделов и тем, включая экзамен; указаны сроки сдачи заданий, предусмотренных учебной программой курса дисциплины «Элементоорганические высокомолекулярные соединения».

2. Неотъемлемой составной частью освоения курса является самостоятельное изучение теоретического материала и его конспектирование. Глубокому освоению теоретического материала способствует предварительная подготовка, включающая работу с учебниками.

3. Регулярная подготовка к практическим занятиям и активная работа на них, включающая:

- знакомство с планом занятия и списком основной и дополнительной литературы, с рекомендациями по подготовке к занятию;
- изучение научных сведений по данной теме в разных учебных пособиях;
- чтение первоисточников и предлагаемой дополнительной литературы;
- посещение консультаций с целью выяснения возникших сложных вопросов при подготовке к практическим занятиям.

4. Подготовка к зачету (в течение семестра), повторение материала всего курса дисциплины.

Рекомендации по работе с литературой

Изучение дисциплины следует начинать с проработки тематического плана лекций, уделяя особое внимание структуре и содержанию темы и основных понятий. Изучение «сложных» тем следует начинать с составления логической схемы основных понятий, категорий, связей между ними. Целесообразно прибегнуть к классификации материала, в частности при изучении тем, в которых присутствует большое количество незнакомых понятий, категорий, теорий, концепций, либо насыщенных информацией типологического характера.

При работе с литературой обязательно выписывать все выходные данные по каждому источнику. Можно выписывать кратко основные идеи автора и иногда приводить наиболее яркие и показательные цитаты (с указанием страниц). Ищите аргументы «за» или «против» идеи автора.

Чтение научного текста является частью познавательной деятельности. Ее

цель – извлечение из текста необходимой информации. От того на сколько осознанна читающим собственная внутренняя установка (найти нужные сведения, усвоить информацию полностью или частично, критически проанализировать материал и т.п.) во многом зависит эффективность осуществляемого действия.

Используйте основные установки при чтении научного текста:

1. информационно-поисковая (задача – найти, выделить искомую информацию);

2. усваивающая (усилия читателя направлены на то, чтобы как можно полнее осознать и запомнить как сами сведения излагаемые автором, так и всю логику его рассуждений);

3. аналитико-критическая (читатель стремится критически осмыслить материал, проанализировав его, определив свое отношение к нему);

4. творческая (создает у читателя готовность в том или ином виде – как отправной пункт для своих рассуждений, как образ для действия по аналогии и т.п. – использовать суждения автора, ход его мыслей, результат наблюдения, разработанную методику, дополнить их, подвергнуть новой проверке).

Для работы с научными текстами применяйте следующие виды чтения:

1. библиографическое – просматривание карточек каталога, рекомендательных списков, сводных списков журналов и статей за год и т.п.;

2. просмотрное – используется для поиска материалов, содержащих нужную информацию, обычно к нему прибегают сразу после работы со списками литературы и каталогами, в результате такого просмотра читатель устанавливает, какие из источников будут использованы в дальнейшей работе;

3. ознакомительное – подразумевает сплошное, достаточно подробное прочтение отобранных статей, глав, отдельных страниц, цель – познакомиться с характером информации, узнать, какие вопросы вынесены автором на рассмотрение, провести сортировку материала;

4. изучающее – предполагает доскональное освоение материала; в ходе такого чтения проявляется доверие читателя к автору, готовность принять изложенную информацию, реализуется установка на предельно полное понимание материала;

5. аналитико-критическое и творческое чтение – два вида чтения близкие между собой тем, что участвуют в решении исследовательских задач. Первый из них предполагает направленный критический анализ, как самой информации, так и способов ее получения и подачи автором; второе – поиск тех суждений, фактов, по которым или в связи с которыми, читатель считает нужным высказать собственные мысли.

Основным для студента является изучающее чтение – именно оно

позволяет в работе с учебной литературой накапливать знания в профессиональной области.

При работе с литературой можно использовать основные виды систематизированной записи прочитанного:

1. Аннотирование – предельно краткое связное описание просмотренной или прочитанной книги (статьи), ее содержания, источников, характера и назначения.

2. Планирование – краткая логическая организация текста, раскрывающая содержание и структуру изучаемого материала.

3. Тезирование – лаконичное воспроизведение основных утверждений автора без привлечения фактического материала.

4. Цитирование – дословное выписывание из текста выдержек, извлечений, наиболее существенно отражающих ту или иную мысль автора.

5. Конспектирование – краткое и последовательное изложение содержания прочитанного.

Подготовка к лабораторным занятиям

При подготовке к лабораторным занятиям рекомендуется пользоваться рекомендованной литературой и ресурсами интернет. Вопросы, которые вызывают затруднение при подготовке, должны быть заранее сформулированы и озвучены во время занятий в аудитории для дополнительного разъяснения преподавателем. Ответы, выносимые на обсуждение, должны быть тщательно подготовлены и по ним составлена схема (план), которой студент пользуется на занятии. При ответе надо логически грамотно выражать и обосновывать свою точку зрения, свободно оперировать понятиями и категориями. При самостоятельном решении задач нужно обосновывать каждый этап решения, исходя из теоретических положений курса.

При составлении отчета о проделанной работе, студент обязан в журнале лабораторных работ указывать следующие сведения:

1. Дата проведения эксперимента;
2. Номер и тема лабораторной работы;
3. Необходимые для работы реактивы и лабораторная посуда;
4. В случае, если работа выполняется с использованием опасных (токсичных, огне- и взрывоопасных) веществ, необходимо указывать меры предосторожности при работе с данными реактивами;
5. Необходимые расчеты и уравнения реакций;
6. Последовательный и обоснованный ход работы, наблюдаемые эффекты;
7. Расчет и обоснование полученных результатов;
8. Выводы о проделанной работе.

Подготовка к зачету

В процессе подготовки к зачету, следует ликвидировать имеющиеся пробелы в знаниях, углубить, систематизировать и упорядочить знания. Особое внимание следует уделить организации подготовки к экзаменам. Для этого важны следующие моменты - соблюдение режима дня: сон не менее 8 часов в сутки; занятия заканчивать не позднее, чем за 2-3 часа до сна; прогулки на свежем воздухе, неутомительные занятия спортом во время перерывов между занятиями. Наличие полных собственных конспектов теоретического материала является необходимым условием успешной сдачи зачета. Необходимо обдумать тему, устранить возникшие вопросы, чтобы запоминание материала было осознанным. Следует помнить, что при подготовке к зачету вначале надо просмотреть материал по всем вопросам сдаваемой дисциплины, далее отметить для себя наиболее трудные вопросы и обязательно в них разобраться. В заключение еще раз целесообразно повторить основные положения.

VII. МАТЕРИАЛЬНО-ТЕХНИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ДИСЦИПЛИНЫ

Для выполнения студентами лабораторных и курсовых работ им предоставляется возможность использовать следующее материально-техническое обеспечение:

Лаборатория, оснащенная соответствующими реактивами, химической посудой, электронагревательными приборами

Химическая лаборатория. Стандартный набор оборудования химических лабораторий: реактивы, стеклянная посуда, весы, плитки, рефрактометры, рН-метры, ротор-испаритель. Спектрометр ядерного магнитного резонанса высокого разрешения AVANCE 400МГц (Bruker); жидкостной хроматограф 1200 Agilent Technologies. США; жидкостной хроматограф 1100 Agilent Technologies. США; газовые хроматографы 6890 с детектором 5975N; газовый хроматограф 6890 с детектором 5973N, газовый хроматограф 6850 с пламенно –ионизационным детектором и детектором по теплопередачи; ИК-Фурье спектрофотометр Vertex 70 с приставкой комбинационного рассеивания RAM II и ИК- микроскопом Hyperion 1000 (Bruker); ИК-Фурье спектрометр Spektrum BX (PerkinElmer), двулучевой сканирующий спектрофотометр УФ\видимого диапазона Cintra 5 (JBC Scientific equipment), анализатор углерода, водорода и азота(Thermo finnigan), микроволновая система Discoveri, а также иное научное оборудование в центрах коллективного пользования ДВФУ и ДВО РАН.



МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего профессионального образования
«Дальневосточный федеральный университет»
(ДВФУ)

ШКОЛА ЕСТЕСТВЕННЫХ НАУК

**УЧЕБНО-МЕТОДИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ
РАБОТЫ ОБУЧАЮЩИХСЯ**
по дисциплине «Элементоорганические ВМС»
Направление подготовки 04.03.01 Химия
Профиль «Фундаментальная химия»
Форма подготовки очная

**Владивосток
2015**

План-график выполнения самостоятельной работы по дисциплине

№ п/п	Дата/сроки выполнения	Вид самостоятельной работы	Примерные нормы времени на выполнение	Форма контроля
1	2-3 недели	Подготовка к лабораторной работе, сбор научной информации по теме «Полифенилсилоксан и методы его исследования» Подготовка отчета о проделанной работе, выполнение домашнего задания	6 часов	Устный опрос (УО-1), отчет к работе, тестовый контроль(ПР-1)
2	4-5 недели	Подготовка к лабораторной работе, сбор научной информации по теме «Ацетилацетонаты металлов, способы синтеза» Подготовка отчета о проделанной работе, выполнение домашнего задания	6 часов	Устный опрос (УО-1), отчет к работе тестовый контроль(ПР-1)
3	6-7 недели	Подготовка к лабораторной работе, сбор научной информации по теме «Полиорганосилоксаны, содержащие различные радикалы у атома кремния» Подготовка отчета о проделанной работе, выполнение домашнего задания	6 часов	Устный опрос (УО-1), отчет к работе тестовый контроль(ПР-1)
4	8-9 недели	Сбор информации по теме «Твердофазный синтез элементоорганических соединений» Подготовка отчета о проделанной работе, выполнение домашнего задания	6 часов	Устный опрос (УО-1), отчет к работе тестовый контроль(ПР-1)
5	10-11 недели	Подготовка к лабораторной работе, сбор научной информации по теме «Синтез мономеров для получения полиметаллхелатоорганосилоксанов» Подготовка отчета о проделанной работе, выполнение домашнего задания	6 часов	Устный опрос (УО-1), отчет к работе тестовый контроль(ПР-1)
6	12-13 недели	Подготовка к лабораторной работе, сбор научной информации по теме «Синтез полиметаллхелатоорганосилоксанов в растворе и методом механохимической активации» Подготовка отчета о проделанной работе, выполнение домашнего задания	6 часов	Устный опрос (УО-1), отчет к работе тестовый контроль(ПР-1)
7	14-18 недели	Литературный поиск по теме	36 часов	Отчет,

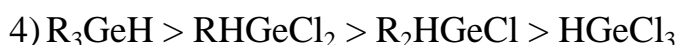
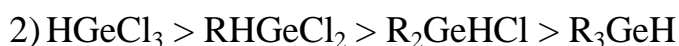
		исследования (тема определяется научным руководителем) Подготовка отчета о проделанной работе, выполнение домашнего задания		защита отчета на кафедре
--	--	--	--	--------------------------

При самостоятельной подготовки к лабораторным работам студенты должны знать методики проведения химического эксперимента, методы синтеза элементоорганических ВМС, их химический и физико-химический анализ; методы контроля протекания химических реакций при синтезе элементоорганических ВМС, основные естественнонаучные законы и закономерности развития химической науки.

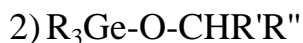
В процессе выполнения работ студенты умеют подготавливать исходные вещества, растворители, проводить синтез элементоорганических ВМС, проводить выделение и очистку полученных соединений, проводить химический анализ полученных продуктов, устанавливать строение, химические и физические свойства элементоорганических ВМС, проводить расчеты при анализе полученных соединений, опираясь на основные естественнонаучные законы, делать выводы о строении и составе полученных соединений.

Тестовые задания для самоподготовки

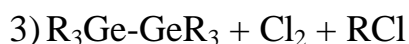
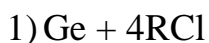
1. Реакционная способность гидрогалогенорганилгерманов в реакциях присоединения падает в ряду:



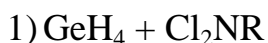
2. Взаимодействие R_3GeH с кетонами приводит к



3. Реакция $\text{GeCl}_4 + \text{R}_4\text{Ge}$ протекает с образованием



4. Реакция $\text{H}_3\text{GeCl} + \text{H}_2\text{NR} \rightarrow$ протекает с образованием





5. Соединения $\text{R}_2\text{P(O)H}$ относятся к классу по Косолапову

1) фосфатов

2) фосфиноксидов

3) фосфитов

4) фосфинов

6. Соединения $(\text{RO})_2\text{PSSH}$ относятся к классу

1) фосфонатов

2) фосфитов

3) фосфинатов

4) тиофосфатов

7. Соединение $\text{C}_6\text{H}_5(\text{C}_2\text{H}_5\text{O})\text{P(S)SH}$ носит название

1) О,этил-фенилтиофосфит

2) О-этил,фенилдитиофосфонат

3) фенил,этилфосфат

4) О-этил,фенилфосфинат

8. Соединение $\text{P}(\text{C}_6\text{H}_5)_5$ относится к классу

1) фосфатов

2) фосфоратов

3) фосфинатов

4) фосфоранов

9. Соединение $(\text{C}_6\text{H}_5)_3\text{P=O}$ относится к классу

1) фосфонатов

2) фосфиноксидов

3) фосфоринанов

4) фосфитов

10. Соединение $(\text{C}_2\text{H}_5\text{O})(\text{Me})\text{P(O)SCH}_2\text{CH}_2\text{N}(\text{CH}_3)_2$ называется

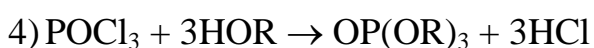
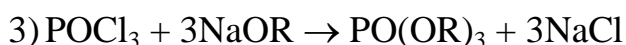
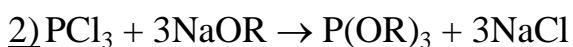
1) О-этил,метилтиоэтилдиметиламинофосфат

2) О-этил,S(β-диметиламино)этилметилфосфонат

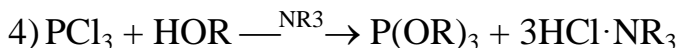
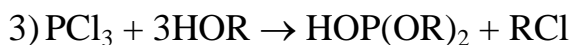
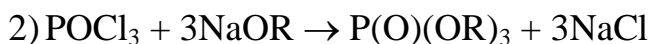
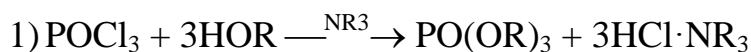
3) О-этил,S(β-диметиламино)этилметилфосфинат

4) О-этил,S(β-диметиламино)этил,метилфосфин

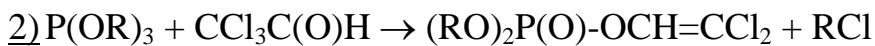
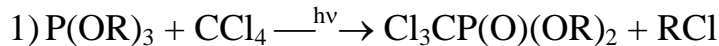
11. Реакцией Арбузова является



12. Реакцией получения средних фосфитов является



13. Реакцией Перкова является



14. Название $(\text{C}_4\text{H}_9\text{O})_2\text{P}(\text{O})\text{H}$

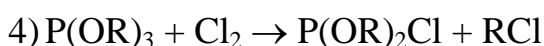
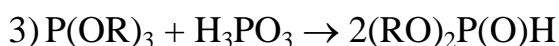
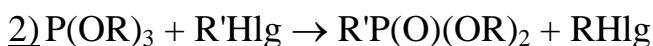
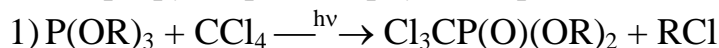
1) О,О,дибутилфосфиноксид

2) О,О,дибутилфосфит

3) О,О,дибутилфосфонит

4) О,О,дибутилфосфинит

15. Перегруппировка Арбузова протекает по схеме



16. Перегруппировка Арбузова протекает через образование интермедната

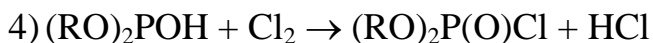
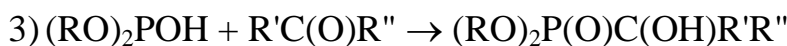
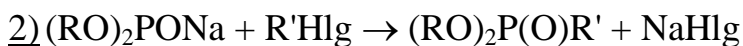
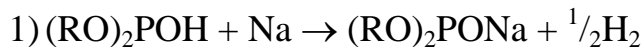
1) фосфоранового типа

2) фосфоренанового типа

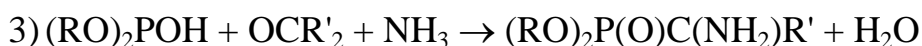
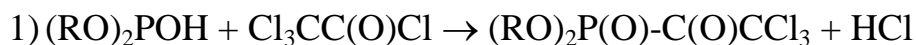
3) квазифосфониевого типа

4) фосфатного типа

17. Реакция Михаэлиса-Беккера протекает по схеме



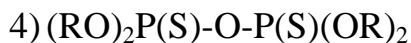
18. Реакция Кабачника-Филдса протекает по схеме



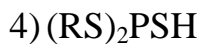
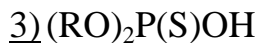
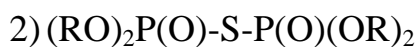
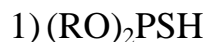
19. Реакция $(\text{RO})_2\text{POH} + \text{S}_2\text{Cl}_2$ протекает с образованием ФОС

1) $(\text{RO})_2\text{P}(\text{O})\text{Cl}$

2) $(\text{RO})_2\text{P}(\text{O})\text{SCl}$



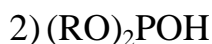
20. Реакция $(RO)_2POH$ с серой протекает с образованием ΦOC



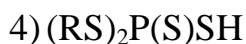
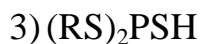
21. Реакция $(RO)_2POH$ с $R'MgX$ после гидролиза протекает с образованием ΦOC



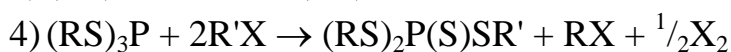
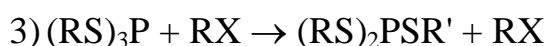
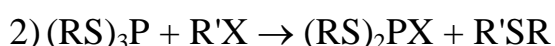
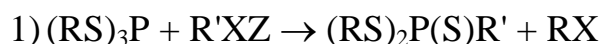
22. Реакция H_3PO_3 с недостатком ROH протекает с образованием ΦOC



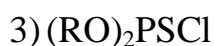
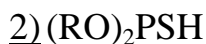
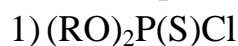
23. Реакция PCl_3 с $3HSR$ протекает с образованием ΦOC



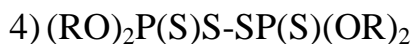
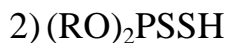
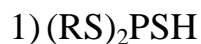
24. Перегруппировка протекает по схеме



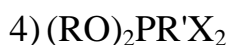
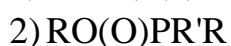
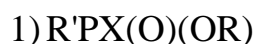
25. Реакция диалкилхлорфосфита с сероводородом в присутствии амина приводит к образованию ΦOC



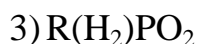
26. Взаимодействие $(RO)_2PSH$ с S приводит к образованию ΦOC



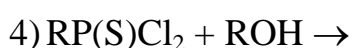
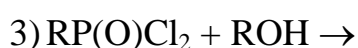
27. Взаимодействие $(RO)_2PR + R'X$ приводит к образованию ФОС



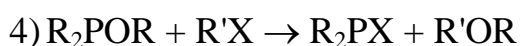
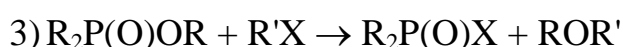
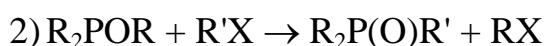
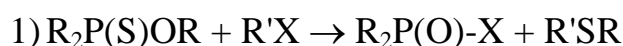
28. При взаимодействии $RCH=CH_2 + NaH_2PO_2$ получается ФОС



29. Полные эфиры фосфонистых кислот получают по схеме



30. Полные эфиры фосфинистых кислот взаимодействуют с галоидалкилами по схеме



Методические рекомендации для подготовки к вопросам по лабораторным работам

Большая часть учебного материала должна быть проработана студентом самостоятельно, вне аудиторных занятий. Самостоятельная работа студентов является неотъемлемой составной частью процесса подготовки специалистов.

Под самостоятельной работой студента понимается часть учебной планируемой работы, которая выполняется по заданию и при методическом руководстве преподавателя, без его непосредственного участия. Самостоятельная работа направлена на усвоение системы научных и профессиональных знаний, формирование умений и навыков, приобретение опыта самостоятельной творческой деятельности.

Самостоятельная работа студентов включает в себя подготовку к лабораторным работам, описание проделанной экспериментальной работы с приведением расчетов, графиков, таблиц и выводов, подготовка к защите теории по работе, самоконтроль знаний по теме работы с помощью вопросов к каждой работе, подготовка к коллоквиумам, индивидуальное написание и защиту реферата.

Для качественного выполнения лабораторных работ каждый студент должен заранее подготовиться к очередной работе. Подготовка складывается из изучения цели, задач и содержания лабораторной работы, повторения теоретического материала, относящегося к работе, и теоретическом ознакомления со свойствами химических веществ до выполнения работы. Результаты подготовки отражаются студентами в рабочих тетрадях, куда записываются перечень необходимых измерительных приборов и аппаратура, план выполнения лабораторной работы, расчетные формулы и зарисовываются схемы установок, таблицы для записи опытных и расчетных данных. Все записи в рабочих тетрадях как при подготовке к работе, так и в процессе выполнения ее должны вестись аккуратно.

В начале занятия преподаватель путем опроса и ознакомления с записями в рабочих тетрадях проверяет подготовленность каждого студента. Неподготовленные студенты к выполнению лабораторной работы не допускаются.

Требования к представлению и оформлению результатов самостоятельной работы

Подготовка к лабораторным работам оценивается в ходе устного опроса по пятибалльной системе.

Отчеты по лабораторным работам составляются студентами индивидуально и защищаются устно, оцениваются по пятибалльной системе.

Отчеты по лабораторным работам представляются в электронной форме, подготовленные как текстовые документы в редакторе MSWord.

Отчет по работе должен быть обобщающим документом, включать всю информацию по выполнению заданий, в том числе, уравнения реакций, таблицы, методику проведения лабораторных опытов, список литературы, расчеты и т. д.

Структурно отчет по лабораторной работе, как текстовый документ, комплектуется по следующей схеме:

Титульный лист – обязательная компонента отчета, первая страница отчета, по принятой для лабораторных работ форме (титульный лист отчета должен размещаться в общем файле, где представлен текст отчета).

Исходные данные к выполнению заданий – обязательная компонента отчета, с новой страницы, содержат указание варианта, темы и т.д.).

Основная часть – материалы выполнения заданий, разбивается по рубрикам, соответствующих заданиям работы, с иерархической структурой: пункты – подпункты и т. д.

Рекомендуется в основной части отчета заголовки рубрик (подрубрик) давать исходя из формулировок заданий, в форме отглагольных

существительных.

Выводы – обязательная компонента отчета, содержит обобщающие выводы по работе (какие задачи решены, оценка результатов, что освоено при выполнении работы).

Список литературы – обязательная компонента отчета, с новой страницы, содержит список источников, использованных при выполнении работы, включая электронные источники (список нумерованный, в соответствии с правилами описания библиографии).

Оформление плана-конспекта занятия и отчета по лабораторной работе. План-конспект занятия и отчет по лабораторной работе относится к категории «письменная работа», оформляется по правилам оформления письменных работ студентами ДВФУ.

Необходимо обратить внимание на следующие аспекты в оформлении отчетов работ:

- набор текста;
- структурирование работы;
- оформление заголовков всех видов (рубрик-подрубрик-пунктов-подпунктов, рисунков, таблиц, приложений);
- оформление перечислений (списков с нумерацией или маркировкой);
- оформление таблиц;
- оформление иллюстраций (графики, рисунки, фотографии, схемы);
- набор и оформление математических выражений (формул);
- оформление списков литературы (библиографических описаний) и ссылок на источники, цитирования.

Набор текста осуществляется на компьютере, в соответствии со следующими требованиями:

- печать – на одной стороне листа белой бумаги формата А4 (размер 210 на 297 мм.);
- интервал межстрочный – полуторный;
- шрифт – Times New Roman;
- размер шрифта - 14 пт., в том числе в заголовках (в таблицах допускается 10-12 пт.);
- выравнивание текста – «по ширине»;
- поля страницы - левое – 25-30 мм., правое – 10 мм., верхнее и нижнее – 20 мм.;
- нумерация страниц – в правом нижнем углу страницы (для страниц с книжной ориентацией), сквозная, от титульного листа до последней страницы, арабскими цифрами (первой страницей считается титульный лист, на котором номер не ставится, на следующей странице проставляется цифра «2» и т. д.).

– режим автоматического переноса слов, за исключением титульного листа и заголовков всех уровней (перенос слов для отдельного абзаца блокируется средствами MSWord с помощью команды «Формат» – абзац при выборе опции «запретить автоматический перенос слов»).

Если рисунок или таблица размещены на листе формата больше А4, их следует учитывать как одну страницу. Номер страницы в этих случаях допускается не проставлять.

Список литературы и все приложения включаются в общую сквозную нумерацию страниц работы.

Критерии оценки самостоятельной работы

Подготовка к лабораторным работам оценивается в ходе устного опроса по пятибалльной системе.

Отчеты по лабораторным работам составляются студентами индивидуально и защищаются устно, оцениваются по пятибалльной системе.

По теме для самостоятельного изучения студенты опрашиваются устно на консультациях согласно графику, оцениваются по пятибалльной системе.

Оценка «Отлично»

- А) Задание выполнено полностью.
- Б) Отчет/ответ составлен грамотно.
- В) Ответы на вопросы полные и грамотные.
- Г) Материал понят, осознан и усвоен.

Оценка «Хорошо»

- А), Б) - те же, что и при оценке «Отлично».
- В) Неточности в ответах на вопросы, которые исправляются после уточняющих вопросов.
- Г) Материал понят, осознан и усвоен.

Оценка «Удовлетворительно»

- А), Б) - те же, что и при оценке «Отлично».
- В) Неточности в ответах на вопросы, которые не всегда исправляются после уточняющих вопросов.
- Г) Материал понят, осознан, но усвоен не достаточно полно.

Оценка «Неудовлетворительно»

- А) Программа не выполнена полностью.
- Б) Устный отчет и ответы на вопросы не полные и не грамотные.
- В) Материал не понят, не осознан и не усвоен.

Методические рекомендации для подготовки к коллоквиуму

Коллоквиум является одной из составляющих учебной деятельности студента по овладению знаниями. Целью коллоквиума является определение качества усвоения лекционного материала и части дисциплины, предназначенной для самостоятельного изучения.

Задачи, стоящие перед студентом при подготовке и написании коллоквиума:

1. закрепление полученных ранее теоретических знаний;
2. выработка навыков самостоятельной работы;
3. выяснение подготовленности студента к будущей практической работе.

Коллоквиум проводится под наблюдением преподавателя. Тема коллоквиума известна и проводится она по сравнительно недавно изученному материалу, в соответствии с перечнем тем и вопросов для подготовки.

Преподаватель готовит задания либо по вариантам, либо индивидуально для каждого студента. По содержанию работа может включать теоретический материал, задачи, тесты, расчеты и т.п. выполнению работы предшествует инструктаж преподавателя.

Ключевым требованием при подготовке к коллоквиуму выступает творческий подход, умение обрабатывать и анализировать информацию, делать самостоятельные выводы, обосновывать целесообразность и эффективность предлагаемых рекомендаций и решений проблем, четко и логично излагать свои мысли. Подготовку к коллоквиуму следует начинать с повторения соответствующего раздела учебника, учебных пособий по данной теме и конспектов лекций.

Самостоятельная работа студентов по изучению отдельных тем дисциплины включает поиск учебных пособий по данному материалу, проработку и анализ теоретического материала, самоконтроль знаний по данной теме с помощью контрольных вопросов и заданий.



МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего профессионального образования
«Дальневосточный федеральный университет»
(ДВФУ)

ШКОЛА ЕСТЕСТВЕННЫХ НАУК

ФОНД ОЦЕНОЧНЫХ СРЕДСТВ
по дисциплине «Элементоорганические ВМС»
Направление подготовки 04.03.01 Химия
Профиль «Фундаментальная химия»
Форма подготовки очная

Владивосток
2015

I. Паспорт оценочных средств по дисциплине «Элементоорганические ВМС»

Код и формулировка компетенции	Этапы формирования компетенции	
ОПК-2. Владение навыками химического эксперимента, основными синтетическими и аналитическими методами получения и исследования химических веществ и реакций	Знает	Знание методик проведения химического эксперимента в области синтеза полиэлементоорганосилоксанов, методик синтеза исходных веществ, методов элементного и физико-химического анализа.
	Умеет	Выполнять химический эксперимент, использовать основные синтетические и аналитические методы для получения и исследования элементоорганических ВМС.
	Владеет	навыками химического эксперимента, основными синтетическими и аналитическими методами получения и исследования элементоорганических ВМС.
ОПК-6. Знание норм техники безопасности и умением реализовать их в лабораторных и технологических условиях	Знает	Нормы техники безопасности при работе с органическими, неорганическими и элементоорганическими веществами, электрическими приборами, химической посудой.
	Умеет	Безопасно обращаться с химическими реактивами, подготавливать их к эксперименту, качественно и безопасно планировать синтетическую и аналитическую часть синтезов.
	Владеет	навыками безопасного обращения с химическими реактивами, приборами и лабораторным оборудованием
ПК-4. Способность применять основные естественнонаучные законы и закономерности развития химической науки при анализе полученных результатов	Знает	Основные естественнонаучные законы и закономерности развития химической науки, в том числе химии элементоорганических ВМС.
	Умеет	интерпретировать полученные результаты на основе фундаментальных законов химии и закономерности развития химической науки
	Владеет	навыками применения основных естественнонаучных законов и закономерностей развития химической науки при постановке и проведении химического эксперимента, его математической обработке..

№ п/п	Контролируемые разделы / темы дисциплины	Коды и этапы формирования компетенций		Оценочные средства - наименование	
				текущий контроль	промежуточная аттестация
1	Техника безопасности работы в лаборатории	ОПК-6	Знает	Допуск к выполнению работ (УО-1), лаб. Работа (ПР-6)	Зачет Вопросы 21-27 Курсовая работа (ПР-5)
			Умеет	Устный опрос (УО-1)	Зачет Вопросы 21-27 Курсовая работа (ПР-5)
			Владеет	Устный опрос (УО-1)	Зачет Вопросы 21-27 Курсовая работа (ПР-5)
2	Навыки химического эксперимента, владение основными синтетическими и аналитическими методами получения и исследования химических веществ и реакций	ОПК-2	Знает	Письменные задания, тесты (ПР-1)	Зачет Вопросы 11-16, 19 Курсовая работа (ПР-5)
			Умеет	Лабораторные работы (ПР-6),	Зачет Вопросы 11-16, 19 Курсовая работа (ПР-5)
			Владеет	Отчеты к лабораторным работам (ПР-6)	Зачет Вопросы 11-16, 19 Курсовая работа (ПР-5)
3	Способность применять основные естественнонаучные законы и закономерности развития химической науки при анализе полученных результатов	ПК-4	Знает	Контрольная работа (ПР-2)	Зачет Вопросы 1-10, 17, 18, 20
			Умеет	Отчеты к лабораторным работам (ПР-6)	Зачет Вопросы 1-10, 17, 18, 20 Курсовая работа (ПР-5)
			Владеет	Отчеты к лабораторным работам (Зачет Вопросы 1-10, 17, 18, 20 Курсовая

II. Шкала оценивания уровня сформированности компетенций по дисциплине «Элементоорганические высокомолекулярные соединения»

Код и формулировка компетенции	Этапы формирования компетенции		критерии	показатели
ОПК-2. Владение навыками химического эксперимента, основными синтетическими и аналитическими методами получения и исследования химических веществ и реакций	знает (пороговый уровень)	Знание методик проведения химического эксперимента в области синтеза полиэлементоорганических соединений, методик синтеза исходных веществ, методов элементного и физико-химического анализа.	Знать методики проведения и контроля химического эксперимента, методов синтеза элементоорганических ВМС, их физико-химического анализа	Знание методик синтеза элементоорганических ВМС, методов их химического и физико-химического анализа; методов контроля протекания химических реакций при синтезе элементоорганических ВМС.
	умеет (продвинутый)	Выполнять химический эксперимент, использовать основные синтетические и аналитические методы для получения и исследования элементоорганических ВМС.	Уметь получать исходные соединения, очищать растворители для синтеза элементоорганических ВМС; проводить синтезы элементоорганических ВМС, их очистку и выделение; проводить химический анализ полученных соединений.	Умение готовить исходные вещества и растворители; Умение проводить синтез, выделение и очистку элементоорганических ВМС; умение проводить анализ полученных продуктов, устанавливать строение, химические и физические свойства элементоорганических ВМС.

	владеет (высокий)	навыками химического эксперимента, основными синтетическими и аналитическими методами получения и исследования элементоорганических ВМС.	Владеть навыками химического эксперимента, основными синтетическими и аналитическими методами получения и исследования элементоорганических веществ и реакций по их получению.	Способность выбрать оптимальную методику синтеза и исследования элементоорганических ВМС, исходных мономерных соединений, подготовку растворителей; Способность проводить очистку полученных соединений, их всесторонний анализ.
ОПК-6. Знание норм техники безопасности и умением реализовать их в лабораторных и технологических условиях	знает (пороговый уровень)	Нормы техники безопасности при работе с органическими, неорганическими и элементоорганическими веществами, электрическими приборами, химической посудой.	Знать нормы техники безопасности при работе с электрооборудованием, нагревательными приборами, химической посудой. Разбирается в классах опасности неорганических и органических соединений	Знание норм техники безопасности при работе с органическими, неорганическими и элементоорганическими соединениями, химической посудой и приборами.
	умеет (продвинутый)	Безопасно обращаться с химическими реактивами, подготавливать их к эксперименту, качественно и безопасно планировать синтетическую и аналитическую часть синтезов.	Уметь обращаться с химическими реактивами и оборудованием, выполнять синтетическую и аналитическую часть работы с учетом норм техники безопасности	Умение безопасно обращаться с химическими веществами, умение применять нормы техники безопасности при проведении эксперимента.

	владеет (высокий)	навыками безопасного обращения с химическими реактивами, приборами и лабораторным оборудованием	Владение навыками безопасного обращения с химическими реактивами, приборами и лабораторным оборудованием	Способность безопасно обращаться с химическими реактивами, химической посудой, электрическими приборами. Способность оказывать первую помощь при возникновении травм и ранений; Способность планировать эксперимент с учетом техники безопасности, прогнозировать возможные негативные явления и устранять во время планирования эксперимента возможность их появления.
ПК-4. Способность применять основные естественнонаучные законы и закономерности развития химической науки при анализе полученных результатов	знает (пороговый уровень)	Основные естественнонаучные законы и закономерности развития химической науки, в том числе химии элементоорганических ВМС.	Знать основные законы химии и закономерности развития химической науки, в том числе химии элементоорганических ВМС.	Знание основных законов химии, и закономерностей развития химической науки, в том числе химии элементоорганических ВМС.
	умеет (продвинутый)	интерпретировать полученные результаты на основе фундаментальных законов химии и закономерности развития химической науки	Уметь применять основные естественнонаучные законы и закономерности развития химической науки при анализе полученных результатов	Умение на основании законов естественнонаучных дисциплин рассчитывать необходимые параметры и осуществлять синтез элементоорганических соединений, делать выводы о строении и составе полученного вещества, его свойствах.
	владеет (высокий)	навыками применения основных естественнонаучных законов и закономерностей развития химической	Владеть навыками постановки и проведения химического эксперимента, его математической обработки и	Способность применять основные естественнонаучные законы и закономерности развития химической науки при расчетах, планировании и проведении

		науки при постановке и проведении химического эксперимента, его математической обработке..	обсуждение опытных данных.	эксперимента; анализе и обобщении результатов проделанной работы, выводах о строении и составе полученных соединений.
--	--	--	----------------------------	---

Методические рекомендации, определяющие процедуры оценивания результатов освоения дисциплины

I. Промежуточная аттестация студентов. Промежуточная аттестация студентов по дисциплине проводится в соответствии с локальными нормативными актами ДВФУ и является обязательной. К зачету допускаются студенты, выполнившие все лабораторные работы и сдавшие отчеты по ним.

1. Зачет - вопросы к зачету.

2. Курсовая работа (ПР-5). (Продукт самостоятельной работы обучающегося, представляющий собой краткое изложение в письменном виде полученных результатов теоретического анализа определенной научной (учебно исследовательской) темы, где автор раскрывает суть исследуемой проблемы, приводит различные точки зрения, а также собственные взгляды на нее.) - Темы курсовых работ. Требования к курсовым работам.

Вопросы к зачету:

1. Классификация элементоорганических высокомолекулярных соединений.

2. Номенклатура элементоорганических высокомолекулярных соединений.

3. Значение элементоорганических высокомолекулярных соединений в фундаментальном и прикладном плане.

4. Сероорганические полимеры.

5. Фосфоразоторганические полимеры.

6. Гомоцепные и гетероцепные боруглеродные полимеры.

7. Карборансодержащие полимеры.

8. Полиарелены, полиамиды, фенолформальдегиды, эпоксины., полигетероциклы, содержащие бор.

9. Поликарбосиланы, бисурендосиланы, полиорганосульфиды, содержащие бор.

10. Гетероцепные бор-азот (бор-кислород)содержащие полимеры .

11. Введение в химию кремнийорганических полимеров. Классификация, номенклатура. Способы получения.
12. Реакции анионной и катионной полимеризации.
13. Гидролитическая и гетерофункциональная поликонденсация.
14. Синтез кремнийорганических полимеров. Реакции замещения, присоединения.
15. Полиметаллоорганосилоксаны. Строение, Свойства.
16. Полиметаллоорганилсилозаны. Строение, Свойства.
17. Термоокислительная устойчивость полигетеросилоксанов.
18. Практическое применение кремнийорганических ВМС в промышленности.
19. Синтез полиметаллхелатоорганосилоксанов.
20. Строение и свойства полиметаллхелатоорганосилоксанов.
21. Правила работы с органическими растворителями
22. Правила работы со взрывчатыми и легковоспламеняющимися веществами
23. Правила работы с неорганическими кислотами, щелочами, токсичными соединениями.
24. Техника безопасности при работе с лабораторным стеклом, приборами высокого и низкого давления.
25. Оказание первой помощи при отравлениях
26. Оказание первой помощи при термических и химических ожогах
27. Оказание первой помощи при травмах

Темы курсовых работ

1. Синтез и исследование марганецфенилсилоксанов, содержащих марганец в высшей степени окисления.
2. Синтез и исследование полиядерных ацетилаце-тонатных комплексов.
3. Исследование возможности определения степени окисления атомов марганца в составе полимарганецфе-нилсилоксанов.
4. Использование полиэлементоорганического и оксидного катализаторов для низкотемпературного пиролиза природных органических масел.
5. Изучение взаимодействия полифенилсилоксана с вольфрамовой кислотой методом механохимической активации.
6. Изучение возможности синтеза поливанадий -фенилсилоксана в условиях механохимической активации.
7. Синтез полимагнийфенилсилоксанов на основе моонатриевой и тринатриевой солей.
8. Взаимодействие полифенилсилоксана с соединениями олова в степенях окисления +2, +4 в растворе.

9. Взаимодействие полифенилсилоксана с соединениями олова в степенях окисления +2, +4 в условиях механохимической активации.

10. Синтез полимарганецфенилсилоксанов, содержащих марганец в высшей степени окисления.

11. Синтез полимолибденфенилсилоксанов взаимодействием полифенилсилоксана с ацетилацетонатом молибдена.

12. Изучение взаимодействия полифенилсилоксана с вольфрамовой кислотой и оксидом вольфрама в растворе и в условиях механохимической активации.

13. Синтезы сульфенилхлоридов и их реакции с непредельными кремнийорганическими соединениями.

14. Взаимодействие силикохлороформа с непредельными органическими соединениями.

15. Синтез мезопористых функциональных сорбентов на основе элементоорганических соединений.

Требования к курсовым работам

Выполнение курсовой работы студентами рассматривается как вид промежуточной аттестации. По своему содержанию курсовая работа приближается к самостоятельной исследовательской работе, где должно найти отражение не только полученная сумма знаний по курсу учебной программы, но и новые решения актуальных вопросов. Курсовая работа играет исключительно важную роль в обучении студентов, в подготовке их к практической деятельности. Курсовая работа представляет собой самостоятельный научно-исследовательский труд, позволяющий определить способности студента решать научные и практические проблемы изучаемых дисциплин, логически правильно и последовательно излагать результаты своего исследования. Выполнение курсовых работ способствует выработке у студентов умения творчески изучать учебную дисциплину, тесно увязывать теоретические положения с практикой, вести конкретные самостоятельные исследования. Подготовка курсовой работы способствует приобретению студентами методических навыков выполнения элементов научного исследования, составления плана работы и библиографии по теме, изучение литературы и других источников, помогает развитию навыков по сбору и анализу собранного материала и литературному изложению результатов исследования.

К курсовой работе предъявляются следующие требования:

- курсовая работа должна быть написана на достаточно высоком теоретическом уровне;
- работа должна быть написана самостоятельно;

– работа должна быть написана четким и грамотным языком и правильно оформлена;

– работа выполняется в сроки, определенные учебным планом.

Подготовка курсовой работы включает следующие этапы:

– выбор темы исследования;

– выбор методов достижения целей курсовой работы;

– подбор и первоначальное ознакомление с литературой по избранной теме;

– изучение отобранных литературных источников;

– составление окончательного варианта плана;

– практическое выполнение работы, согласно ранее утвержденным руководителем планом, обработка полученных данных; сравнение полученных данных с результатами, найденными в ранее опубликованных источниках, а также их систематизация и обобщение;

– написание текста курсовой работы;

– защита курсовой работы на кафедре.

Требование к оформлению курсовой работы.

Отчет о практике объемом до 60 машинописных страниц включает в себя:

- введение, где обоснована тема работы, ее актуальность, прописаны цели и задачи в соответствии с полученным от руководителя заданием;

- содержание работы, в котором находят отражение следующие вопросы: литературный обзор по теме исследования, обсуждение полученных результатов и сравнение их с ранее проведенными синтезами (если таковые имелись), методы синтеза, химические и физико-химические методы анализа полученных соединений;

- выводы;

- список литературы;

- приложение.

Курсовая работа оформляется в соответствии с требованиями ГОСТ И 7.0.5.-2008.

Набор текста осуществляется на компьютере, в соответствии со следующими требованиями:

- печать – на одной стороне листа белой бумаги формата А4 (размер 210x297 мм);

- межстрочный интервал – полуторный;

- шрифт – Times New Roman;

- размер шрифта - 14 пт, в том числе в заголовках (в таблицах допускается 10-12 пт);

- выравнивание текста – «по ширине»;
- поля страницы: левое – 30 мм, правое – 10 мм, верхнее и нижнее – 20 мм;

- нумерация страниц – в правом нижнем углу страницы (для страниц с книжной ориентацией), сквозная, от титульного листа до последней страницы, арабскими цифрами (первой страницей считается титульный лист, на котором номер не ставится, на следующей странице проставляется цифра «2» и т. д.).

- режим автоматического переноса слов, за исключением титульного листа и заголовков всех уровней (перенос слов для отдельного абзаца блокируется средствами MSWord с помощью команды «Формат» – абзац при выборе опции «запретить автоматический перенос слов»).

Если рисунок или таблица размещены на листе формата больше А4, их следует учитывать как одну страницу. Номер страницы в этих случаях допускается не проставлять. Список литературы и все приложения включаются в общую в сквозную нумерацию страниц работы.

Отчет открывается титульным листом. Титульный лист не нумеруется. На втором листе печатается содержание отчета с указанием страниц, отвечающих началу каждого раздела. Слово «Содержание» записывают посередине листа с прописной буквы без точки.

Таблицы оформляются в удобном формате и размере. Допускается применять размер шрифта в таблице меньший, чем в тексте. Таблицы обязательно имеют номер и название. Таблицы следует нумеровать арабскими цифрами сквозной нумерацией. Допускается нумеровать таблицы в пределах раздела, тогда номер таблицы состоит из номера раздела и порядкового номера таблицы в разделе, разделенных точкой. Таблицу следует располагать непосредственно после текста, в котором она упоминается впервые. Название таблицы должно отражать ее содержание, быть точным, кратким. Название таблицы следует помещать над таблицей слева, без абзацного отступа в одну строку с ее номером через тире. Для всех величин, приведенных в таблице, должны быть указаны единицы измерения. Если в конце страницы таблица прерывается и ее продолжение буде на следующей странице, то в первой части таблицы нижнюю горизонтальную черту, ограничивающую таблицу, не проводят. На следующей странице пишут слова «Продолжение таблицы» или «Окончание таблицы», повторяют шапку таблицы или нумерацию граф таблицы.

Уравнения и формулы из текста выделяют отдельными строками. Выше и ниже каждой формулы должен быть оставлен пробел не менее одной строки. Расшифровку символов и значений числовых коэффициентов следует давать под формулой. Обозначения символов дают подряд, через точку с запятой.

Все рисунки рекомендуется размещать непосредственно после текста, в котором на него впервые ссылаются или на следующей странице. При этом следует писать «...в соответствии с рисунком 1». Нумерация рисунков может быть сквозная или по разделам. Слово «Рисунок» с его номером и наименованием через тире помещают под рисунком.

Сведения о различных видах источников, таких как книги, статьи, отчеты и т.п. следует располагать в алфавитном порядке, оформленным согласно требованиям ГОСТ Р 7.0.5.-2008. Источники иностранной литературы вписываются на языке оригинала в алфавитном порядке в том виде, в каком они приводятся на титульном листе или в периодическом издании в конце списка литературы.

Приложения формируются по порядку появления ссылок в тексте. В приложении приводят второстепенный либо вспомогательный материал. Им могут быть инструкции, методики, протоколы и акты испытаний, вспомогательные материалы, некоторые таблицы и пр. В тексте обязательно должны быть ссылки на приложения. Приложения помещаются после списка использованной литературы. Каждое приложение оформляется на отдельной странице, которая нумеруется. Наверху посередине страницы пишется слово «Приложение» с прописной буквы. Если приложений несколько, их обозначают заглавными буквами русского алфавита, начиная с А.

После проверки научным руководителем работа выносится на защиту, в случае его соответствия предъявленным требованиям, в противном случае – возвращается на доработку студенту.

Защита курсовой работы проходит на заседании кафедры.

На защите студент должен ориентироваться в содержании работы, подробно отвечать на вопросы теоретического и практического характера.

По курсовой работе выставляется дифференцированный зачет.

II. Текущая аттестация студентов. Текущая аттестация студентов по дисциплине проводится в соответствии с локальными нормативными актами ДВФУ и является обязательной.

Примерный перечень оценочных средств (ОС)

I. Устный опрос

1. Собеседование (УО-1) (Средство контроля, организованное как специальная беседа преподавателя с обучающимся на темы, связанные с изучаемой дисциплиной, и рассчитанное на выяснение объема знаний обучающегося по определенному разделу, теме, проблеме и т.п.) - Вопросы по темам/разделам дисциплины.

Вопросы собеседований

Раздел «Техника безопасности при работе в химической лаборатории»

1. Правила работы с органическими растворителями
2. Правила работы со взрывчатыми и легковоспламеняющимися веществами
3. Правила работы с неорганическими кислотами, щелочами, токсичными соединениями.
4. Техника безопасности при работе с лабораторным стеклом, приборами высокого и низкого давления.
5. Оказание первой помощи при отравлениях
6. Оказание первой помощи при термических и химических ожогах
7. Оказание первой помощи при травмах

Раздел «Навыки химического эксперимента»

1. Введение в химию кремнийорганических полимеров. Классификация, номенклатура. Способы получения.
2. Реакции анионной и катионной полимеризации.
3. Гидролитическая и гетерофункциональная поликонденсация.
4. Синтез кремнийорганических полимеров. Реакции замещения, присоединения.
5. Полиметаллоорганосилоксаны. Строение, Свойства.
6. Полиметаллоорганилсилозаны. Строение, Свойства.
7. Синтез полиметаллхелатоорганосилоксанов.

Раздел «Способность применять основные естественнонаучные законы и закономерности развития химической науки»

1. Классификация элементоорганических высокомолекулярных соединений.
2. Номенклатура элементоорганических высокомолекулярных соединений.
3. Значение элементоорганических высокомолекулярных соединений в фундаментальном и прикладном плане.
4. Сероорганические полимеры.
5. Фосфоразоторганические полимеры.
6. Гомоцепные и гетероцепные боруглеродные полимеры.
7. Карборансодержащие полимеры.
8. Полиарелены, полиамиды, фенолформальдегиды, эпоксины., полигетероциклы, содержащие бор.
9. Поликарбосиланы, бисурендосиланы, полиорганосульфиды, содержащие бор.
10. Гетероцепные бор-азот (бор- кислород)содержащие полимеры .
11. Термоокислительная устойчивость полигетеросилоксанов.

12. Практическое применение кремнийорганических ВМС в промышленности.

13. Строение и свойства полиметаллхелатоорганосилоксанов.

II. Письменные работы

1. Тест (ПР-1). (Система стандартизированных заданий, позволяющая автоматизировать процедуру измерения уровня знаний и умений обучающегося) - Фонд тестовых заданий.

3. Лабораторные работы (ПР-6). (Средство для закрепления и практического освоения материала по определенному разделу.) Комплект лабораторных работ представлен в разделе «Методические указания» и тексте рабочей программы.

ТЕСТОВЫЕ ЗАДАНИЯ

для проверки остаточных знаний по курсу

ОБВЕДИТЕ КРУЖКОМ НОМЕР ПРАВИЛЬНОГО ОТВЕТА:

1. (75%) *СОЕДИНЕНИЯ ОБЩЕЙ ФОРМУЛЫ $SiH_{4-n}Hlg_n$ НАЗЫВАЮТСЯ*

- 1) органосиланы
- 2) галогенсиланы
- 3) органогалогенсиланы
- 4) гидроксосиланы

2. (75%) *СОЕДИНЕНИЯ ОБЩЕЙ ФОРМУЛЫ $R_nSi(OH)_{4-n}$ НАЗЫВАЮТСЯ*

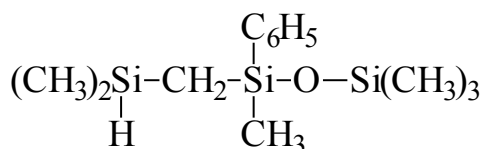
- 1) органосиланы
- 2) органогалогенсиланы
- 3) органогидроксосиланы
- 4) органосилоксаны

3. (75%) *СОЕДИНЕНИЕ $CH_3Si(C_6H_5)(NH_2)_2$ НАЗЫВАЕТСЯ*

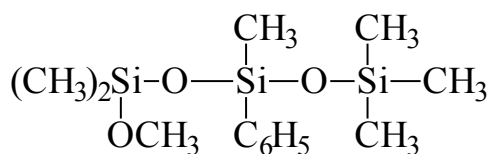
- 1) метилфенилсиланилдиамин
- 2) метилдиаминосилилбензол
- 3) метилфенилдиаминосилан
- 4) метилфенилдисилазан

4. (75%) *СОЕДИНЕНИЕ 111,555-гексаметил-3-фенил-3-метилтрисилоксан ОТВЕЧАЕТ ФОРМУЛЕ*

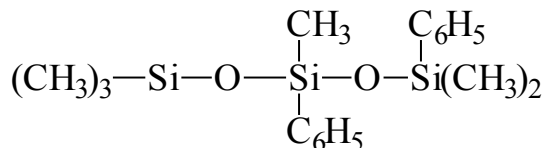
1)



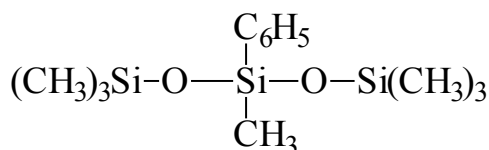
2)



3)



4)



5. (75%) СОЕДИНЕНИЕ ФОРМУЛЫ

$(\text{CH}_3)_3\text{SiCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{C}(\text{O})-\text{CH}_2-\text{C}(\text{O})\text{C}_6\text{H}_5$ НАЗЫВАЕТСЯ

- 1) 2,2-диметилсилокси-8-фенил-нона-6,8-дион
- 2) 1,1-триметилсиллил-7-фенилокта-5,7-дион
- 3) 2,2-диметилсила-8-фенилокта-6,8-дион
- 4) триметилсиллилпропилфенилпропандион

6. (75%) СОЕДИНЕНИЕ 1,3,3,5,5-пентаметил-7,7-дифенил-1-триметил-силоксициклотетрасилоксан ОТВЕЧАЕТ ФОРМУЛЕ

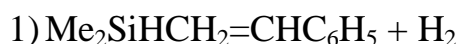
1)	
2)	
3)	
4)	$ \begin{array}{c} \text{CH}_3 \quad \text{C}_6\text{H}_5 \\ \quad \\ (\text{CH}_3)_3-\text{Si}-\text{O}-\text{Si}-\text{O}-\text{Si}(\text{CH}_3)_2 \\ \\ \text{C}_6\text{H}_5 \end{array} $

7. (75%) ПРИ ВЗАИМОДЕЙСТВИИ $\text{R}'_3\text{SiH} + \text{ROC}(\text{O})\text{H} \rightarrow$ ПОЛУЧАЮТСЯ

- 1) $\text{R}'_2\text{Si}(\text{H})\text{OR} + \text{RCHO}$
- 2) $\text{R}'_3\text{Si}-\text{COOR} + \text{H}_2$
- 3) $\text{R}'_3\text{SiOCHO} + \text{RH}$
- 4) $\text{R}'_3\text{Si}-\text{O}-\text{CH}(\text{OR})(\text{OH})$

8. (75%) ПРИ ВЗАИМОДЕЙСТВИИ $\text{Me}_2\text{SiH}_2 + \text{C}_6\text{H}_5=\text{CH}_2 \rightarrow$

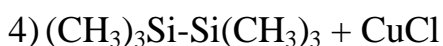
ПОЛУЧАЮТСЯ ПРОДУКТЫ



ПОЛУЧАЮТСЯ ПРОДУКТЫ



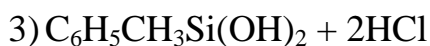
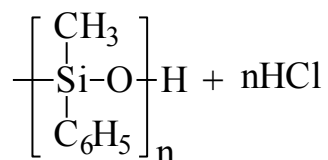
ПРОДУКТЫ



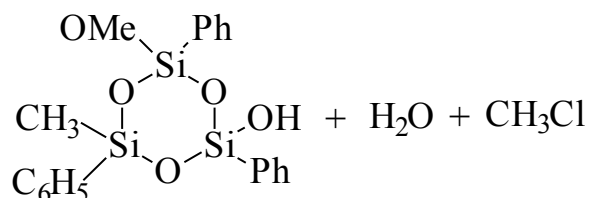
11. (75%) ФЕНИЛМЕТИЛДИХЛОРСИЛАН ГИДРОЛИЗУЮТ ВОДОЙ ПРИБИ НАГРЕВАНИИ С ПОЛУЧЕНИЕМ ПРОДУКТОВ



2)



4)



12. (75%) ПРИБИ ВЗАИМОДЕЙСТВИИ $\text{GeH}_4 + \text{Na}$ ОБРАЗУЮТСЯ ПРОДУКТЫ

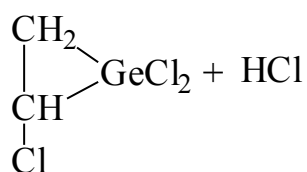


ОБРАЗОВАНИЕМ ПРОДУКТОВ

- 1) $\text{GeCl}_4 + \text{H}_2$
- 2) $\text{Cl}_3\text{Ge}-\text{GeCl}_3 + \text{H}_2$
- 3) $\text{H}_2[\text{GeCl}_6] + \text{H}_2$
- 4) $\text{HGeCl}_3 + \text{H}_2$

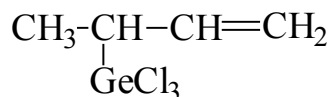
14. (75%) РЕАКЦИЯ HGeCl_3 и $\text{Cl}-\text{CH}=\text{CH}_2$ ПРОТЕКАЕТ С ОБРАЗОВАНИЕМ ПРОДУКТОВ

- 1) $\text{Cl}_3\text{GeCH}=\text{CH}_2 + \text{HCl}$
- 2) $\text{Cl}_3\text{GeCH}-\text{CH}_2\text{Cl}$
- 3) $\text{GeCl}_4 + \text{ClCH}_2\text{CH}_2$
- 4)

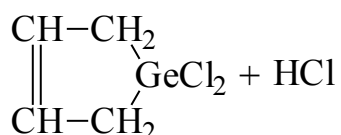


15. (75%) РЕАКЦИЯ HGeCl_3 С БУТАДИЕНОМ ПРОТЕКАЕТ С ОБРАЗОВАНИЕМ ПРОДУКТОВ

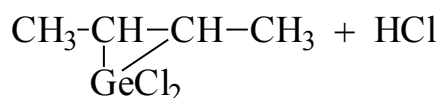
- 1) $\text{CH}_3-\text{CH}=\text{CH}-\text{CH}_2\text{GeCl}_3$
- 2)



3)



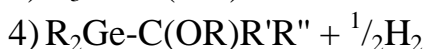
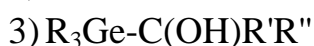
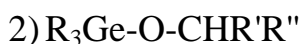
4)



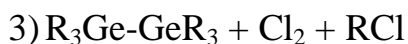
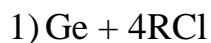
16. (75%) РЕАКЦИОННАЯ СПОСОБНОСТЬ ГИДРОГАЛОГЕНОРГАНИЛГЕРМАНОВ В РЕАКЦИЯХ ПРИСОЕДИНЕНИЯ ПАДАЕТ В РЯДУ

- 1) $\text{RHGeCl}_2 > \text{R}_2\text{HGeCl} > \text{R}_3\text{GeH} > \text{HGeCl}_3$
- 2) $\text{HGeCl}_3 > \text{RHGeCl}_2 > \text{R}_2\text{GeHCl} > \text{R}_3\text{GeH}$
- 3) $\text{R}_2\text{HGeCl} > \text{RHGeCl}_2 > \text{R}_3\text{GeH} > \text{HGeCl}_3$
- 4) $\text{R}_3\text{GeH} > \text{RHGeCl}_2 > \text{R}_2\text{HGeCl} > \text{HGeCl}_3$

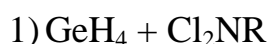
17. (75%) ВЗАИМОДЕЙСТВИЕ R_3GeH С КЕТОНАМИ ПРИВОДИТ К



18. (75%) РЕАКЦИЯ $GeCl_4 + R_4Ge$ ПРОТЕКАЕТ С ОБРАЗОВАНИЕМ



19. (75%) РЕАКЦИЯ $H_3GeCl + H_2NR \rightarrow$ ПРОТЕКАЕТ С
ОБРАЗОВАНИЕМ



20. (75%) СОЕДИНЕНИЯ $R_2P(O)H$ ОТНОСЯТСЯ К КЛАССУ ПО
КОСОЛАПОВУ

1) фосфатов

2) фосфиноксидов

3) фосфитов

4) фосфинов

21. (75%) СОЕДИНЕНИЯ $(RO)_2PSSH$ ОТНОСЯТСЯ К КЛАССУ

1) фосфонатов

2) фосфитов

3) фосфинатов

4) тиофосфатов

22. (75%) СОЕДИНЕНИЕ $C_6H_5(C_2H_5O)P(S)SH$ НОСИТ НАЗВАНИЕ

1) О,этил-фенилтиофосфит

2) О-этил,фенилдитиофосфонат

3) фенил,этилфосфат

4) О-этил,фенилфосфинат

23. (75%) СОЕДИНЕНИЕ $P(C_6H_5)_5$ ОТНОСИТСЯ К КЛАССУ

1) фосфатов

2) фосфоратов

3) фосфинатов

4) фосфоранов

24. (75%) СОЕДИНЕНИЕ $(C_6H_5)_3P=O$ ОТНОСИТСЯ К КЛАССУ

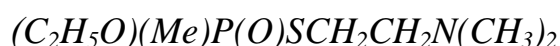
1) фосфонатов

2) фосфиноксидов

3) фосфоринанов

4) фосфитов

25. (75%)СОЕДИНЕНИЕ



НАЗЫВАЕТСЯ

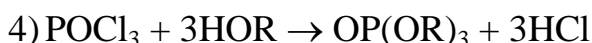
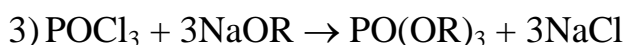
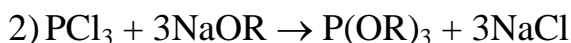
1) О-этил,метилтиоэтилдиметиламинофосфат

2) О-этил,S(β-диметиламино)этилметилфосфонат

3) О-этил,S(β-диметиламино)этилметилфосфинат

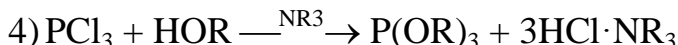
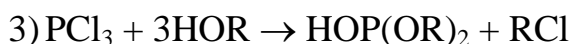
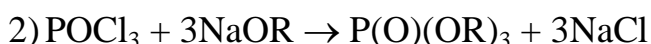
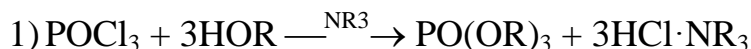
4) О-этил,S(β-диметиламино)этил,метилфосфин

26. (75%)РЕАКЦИЕЙ АРБУЗОВА ЯВЛЯЕТСЯ

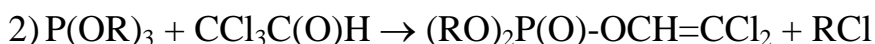
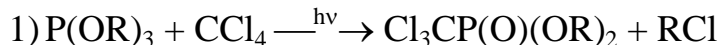


27. (75%)РЕАКЦИЕЙ ПОЛУЧЕНИЯ СРЕДНИХ ФОСФИТОВ

ЯВЛЯЕТСЯ



28. (75%)РЕАКЦИЕЙ ПЕРКОВА ЯВЛЯЕТСЯ



29. (75%)НАЗВАНИЕ $(C_4H_9O)_2P(O)H$

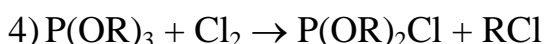
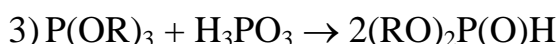
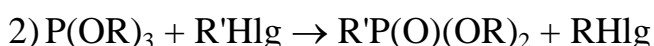
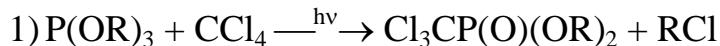
1) О,О,дибутилфосфиноксид

2) О,О,дибутилфосфит

3) О,О,дибутилфосфонит

4) О,О,дибутилфосфинит

30. (75%)ПЕРЕГРУППИРОВКА АРБУЗОВА ПРОТЕКАЕТ ПО СХЕМЕ



31. (75%)ПЕРЕГРУППИРОВКА АРБУЗОВА ПРОТЕКАЕТ ЧЕРЕЗ

ОБРАЗОВАНИЕ ИНТЕРМЕДНАТА

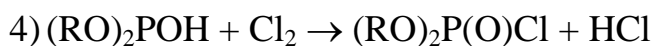
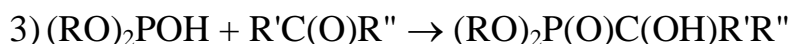
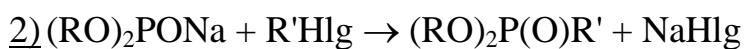
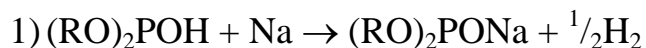
1) фосфоранового типа

2) фосфоренанового типа

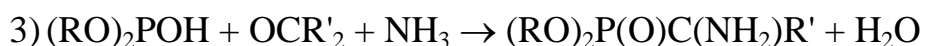
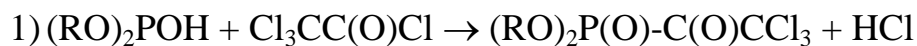
3) квазифосфониевого типа

4) фосфатного типа

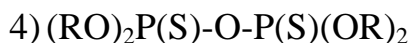
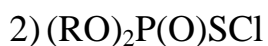
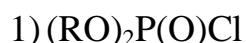
32. (75%) РЕАКЦИЯ МИХАЭЛИСА-БЕККЕРА ПРОТЕКАЕТ ПО СХЕМЕ



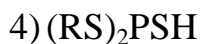
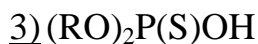
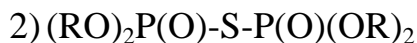
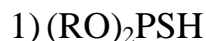
33. (75%) РЕАКЦИЯ КАБАЧНИКА-ФИЛДСА ПРОТЕКАЕТ ПО СХЕМЕ



34. (75%) РЕАКЦИЯ $(RO)_2POH + S_2Cl_2$ ПРОТЕКАЕТ С
ОБРАЗОВАНИЕМ ФОС



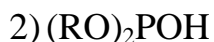
35. (75%) РЕАКЦИЯ $(RO)_2POH$ С СЕРОЙ ПРОТЕКАЕТ С
ОБРАЗОВАНИЕМ ФОС



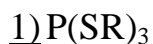
36. (75%) РЕАКЦИЯ $(RO)_2POH$ С $R'MgX$ ПОСЛЕ ГИДРОЛИЗА
ПРОТЕКАЕТ С ОБРАЗОВАНИЕМ ФОС

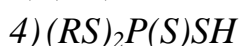
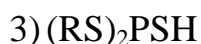


37. (75%) РЕАКЦИЯ H_3PO_3 С НЕДОСТАТКОМ ROH ПРОТЕКАЕТ С
ОБРАЗОВАНИЕМ ФОС

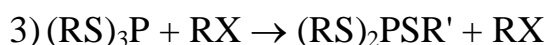
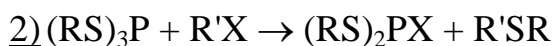
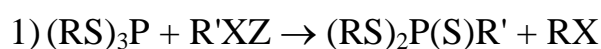


38. (75%) РЕАКЦИЯ PCl_3 С $3HSR$ ПРОТЕКАЕТ С ОБРАЗОВАНИЕМ ФОС

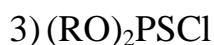
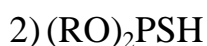
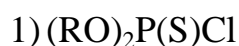




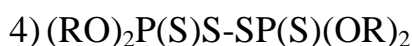
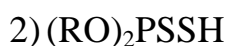
39. (75%) ПЕРЕГРУППИРОВКА ПРОТЕКАЕТ ПО СХЕМЕ



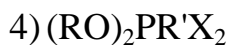
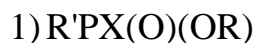
40. (75%) РЕАКЦИЯ ДИАЛКИЛХЛОРОФОСФИТА С СЕРОВОДОРОДОМ В ПРИСУТСТВИИ АМИНА ПРИВОДИТ К ОБРАЗОВАНИЮ ФОС



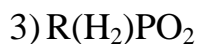
41. (75%) ВЗАИМОДЕЙСТВИЕ $(RO)_2PSH$ с S ПРИВОДИТ К ОБРАЗОВАНИЮ ФОС



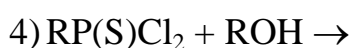
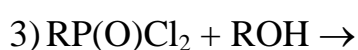
42. (75%) ВЗАИМОДЕЙСТВИЕ $(RO)_2PR + R'X$ ПРИВОДИТ К ОБРАЗОВАНИЮ ФОС



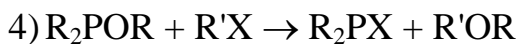
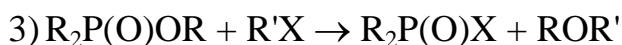
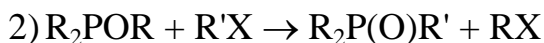
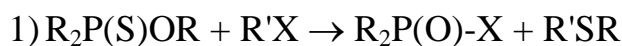
43. (75%) ПРИ ВЗАИМОДЕЙСТВИИ $RCH=CH_2 + NaH_2PO_2$ ПОЛУЧАЕТСЯ ФОС



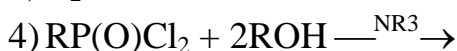
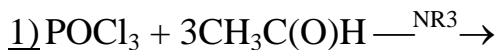
44. (75%) ПОЛНЫЕ ЭФИРЫ ФОСФОНИСТЫХ КИСЛОТ ПОЛУЧАЮТСЯ ПО СХЕМЕ



45. (75%) ПОЛНЫЕ ЭФИРЫ ФОСФИНИСТЫХ КИСЛОТ
ВЗАИМОДЕЙСТВУЮТ С ГАЛОИДАЛКИЛАМИ ПО СХЕМЕ



46. (75%) ПОЛНЫЕ ЭФИРЫ ФОСФОРНЫХ КИСЛОТ ПОЛУЧАЮТСЯ
ПО СХЕМЕ



47. (75%) СОЕДИНЕНИЕ $C_2H_5O(CN)P(O)-N(CH_3)_2$ НАЗЫВАЕТСЯ

1) О,этил,N-диметиламидоцианофосфат

2) О-этил,N-диметиламидоцианофосфонат

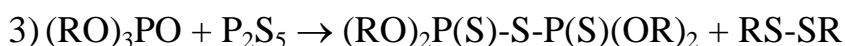
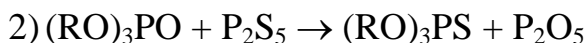
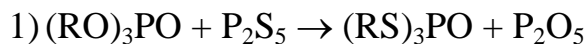
3) О-этил,N-диметиламидоцианофосфинат

4) О-этил,N-диметиламидоцианофосфиноксид

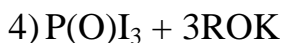
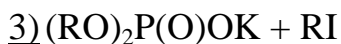
48. (75%) СОЕДИНЕНИЕ О-ИЗОПРОПИЛМЕТИЛФТОРФОСФОНАТ

1) $iC_3H_7OP-CH_3$ F	3) $iC_3H_7OP-CH_2F$ H
2) $iC_3H_7O-P(=O)-CH_3$ F	4) $iC_3H_7-O-P(OH)(F)-CH_3$

49. (75%) ВЗАИМОДЕЙСТВИЕ ПОЛНЫХ ЭФИРОВ
ПЯТИВАЛЕНТНОГО ФОСФОРА С P_2S_5 ПРОТЕКАЕТ ПО СХЕМЕ



50. (75%) ПРИ ВЗАИМОДЕЙСТВИИ ПОЛНОЗАМЕЩЕННЫХ
ФОСФАТОВ С ИОДИДОМ КАЛИЯ ОБРАЗУЮТСЯ ПРОДУКТЫ



51. (75%) ПЕРЕГРУППИРОВКА ПИЦИМУКИ ПРОТЕКАЕТ ПО СХЕМЕ

- 1) $(RO)_3PS + R'X \rightarrow (RO)_2P(S)R' + RX$
- 2) $(RO)_3PS + R'X \xrightarrow{FeCl_3} (RO)_2P(O)SR' + RX$
- 3) $(RO)_3PS + R'X \xrightarrow{FeCl_3} (RO)_3P(S)X + R'OR$
- 4) $(RO)_3PS + R'X \rightarrow (R'S)(RO)_2PX + ROR$

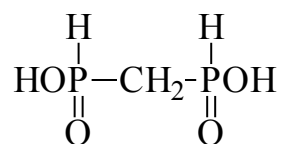
52. (75%) СИНТЕЗ $C_2H_5P(O)(OC_2H_5)_2$ ПРОТЕКАЕТ ПО СХЕМЕ

- 1) $OP(OC_2H_5)_3 + C_2H_5I \rightarrow$
- 2) $P(OC_2H_5)_3 + I_2 \rightarrow$
- 3) $(C_2H_5O)_2POH + CH_2=CH_2 \rightarrow$
- 4) $(C_2H_5O)_3PO + KI \rightarrow$

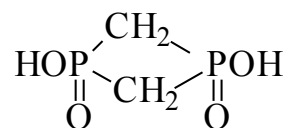
53. (75%) ПРИ ВЗАИМОДЕЙСТВИИ H_3PO_2 с CH_2O ПОЛУЧАЮТСЯ

ФОС

- 1) $(CH_3)_2P(O)OH$
- 2) $(HOCH_2)_2P(O)OH$



- 3)
- 4)



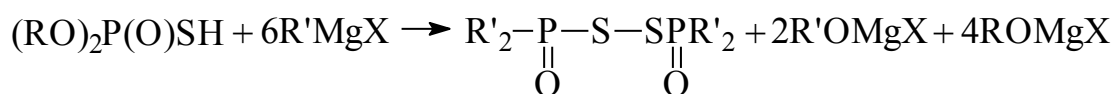
54. (75%) СОЕДИНЕНИЕ $C_2H_5SP(S)(C_3H_7)_2$ НАЗЫВАЕТСЯ

- 1) S-этил,дипропилфосфит
- 2) S-этил,дипропилтионфосфат
- 3) S-этил,дипропилтиофосфонат
- 4) S-этилдипропилтионфосфинат

55. (75%) ВЗАИМОДЕЙСТВИЕ $(RO)_2P(O)SH + (\text{избыток}) RMgX \rightarrow$

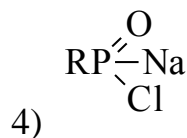
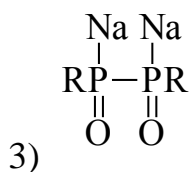
ПРОТЕКАЕТ ПО УРАВНЕНИЮ

- 1) $(RO)_2P(O)SH + R'MgX \rightarrow (RO)_2PSH + R'OMgX$
- 2) $(RO)_2P(O)SH + 2R'MgX \rightarrow R'_2P(O)SH + 2ROMgX$
- 3) $(RO)_2P(O)SH + R'MgX \rightarrow R'_2P(S)-P(S)R'_2 + 2R'H + 4(RO)MgX$
- 4)

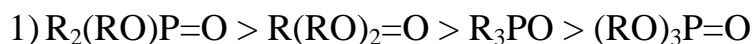


56. (75%) ВЗАИМОДЕЙСТВИЕ $RP(O)Cl_2 + Na$ ПРИВОДИТ К
ОБРАЗОВАНИЮ

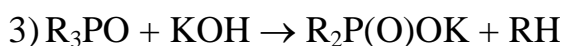
- 1) $RP(O)-Na$
- 2) $RPNa_2$



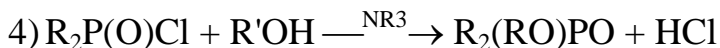
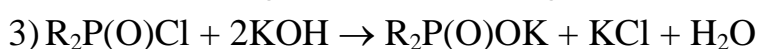
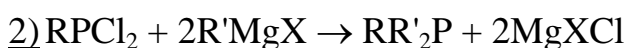
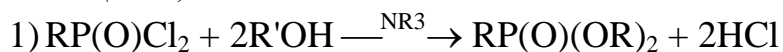
57. (75%) *КООРДИНИРУЮЩАЯ СПОСОБНОСТЬ К ИОНАМ МЕТАЛЛОВ УМЕНЬШАЕТСЯ В РЯДУ*



58. (75%) *ПОЛУЧЕНИЕ ФОСФИЛА КАЛИЯ ОПИСЫВАЕТСЯ СХЕМОЙ*



59. (75%) *СИНТЕЗ ТРЕТИЧНЫХ ФОСФИНОВ ПРОТЕКАЕТ ПО СХЕМЕ*



Лабораторные работы приведены в Приложении 3.

Требования к отчетам по лабораторным работам

При самостоятельной подготовки к лабораторным работам студенты должны знать методики проведения химического эксперимента, методы синтеза элементоорганических ВМС, их химический и физико-химический анализ; методы контроля протекания химических реакций при синтезе элементоорганических ВМС, основные естественнонаучные законы и закономерности развития химической науки.

В процессе выполнения работ студенты умеют подготавливать исходные вещества, растворители, проводить синтез элементоорганических ВМС, проводить выделение и очистку полученных соединений, проводить химический анализ полученных продуктов, устанавливать строение, химические и физические свойства элементоорганических ВМС, проводить расчеты при анализе полученных соединений, опираясь на основные естественнонаучные законы, делать выводы о строении и составе полученных соединений.

Студент допускается к сдаче зачета по дисциплине после выполнения всех лабораторных работ и сдачи письменных отчетов по ним.

Требования к оформлению отчёта по лабораторной работе

Отчёт по лабораторной работе выполняется на листах белой бумаги формата А4 в печатном или рукописном виде.

При оформлении отчёта используется сквозная нумерация страниц, считая титульный лист первой страницей. Номер страницы на титульном листе не ставится. Номера страницы ставятся по центру вверху.

Студенты имеют право оформлять отчёт как в рукописном варианте, так и использовать для оформления и печати ЭВМ.

При оформлении отчёта в печатном виде желательно соблюдать следующие требования. Для заголовков: полужирный шрифт, 14 пт, центрированный. Для основного текста: нежирный шрифт, 14 пт, выравнивание по ширине. Во всех случаях тип шрифта – Times New Roman, отступ абзаца 1.25 см, полуторный междустрочный интервал. Поля: левое – 3 см, правое – 1 см, верхнее и нижнее – 2 см.

Отчёт формируется в следующем порядке:

1. Титульный лист.
2. Цель работы.

Цель работы показывает, для чего выполняется работа, например, для получения или закрепления каких навыков, изучения каких явлений, законов и т.п.

3. Основные теоретические положения.

В разделе приводится краткое описание исследуемых явлений (с иллюстрациями, таблицами, схемами, графиками), основные теоретические положения (в том числе – математический аппарат, описывающий исследуемые явления), схемы измерений, сведения об используемом при проведении работы лабораторном оборудовании, описание моделей, методов и алгоритмов, необходимых для обработки полученных данных.

4. Экспериментальные результаты.

Приводятся экспериментальные данные, в том числе результаты расчетов (в виде таблиц и/или графиков).

5. Обработка результатов эксперимента.

Приводятся результаты обработки экспериментальных данных, результаты расчетов, графики полученных зависимостей, иные требуемые методическими указаниями данные.

6. Выводы.

Оценивается степень соответствия полученных результатов расчетов и экспериментов с теоретическими данными. Дается объяснение полученных в ходе работы зависимостей и результатов.

Критерии оценивания курсовой работы

Оценка «Отлично» (зачтено)

А) Задание по курсовой работе выполнено полностью.

Б) Руководитель оценил на «Отлично» теоретические и практические компетенции, отношение к работе.

В) Отчет составлен грамотно, в полном соответствии с требованиями, в том

числе с требованиями к оформлению списка литературы.

Г) Отчет представлен в установленные сроки руководителю от кафедры.

Д) Устный отчет и ответы на вопросы полные и грамотные.

Е) Материал понят, осознан и усвоен.

Оценка «Хорошо» (зачтено)

А), В), Г)-те же , что и при оценке «Отлично».

Б) Руководитель оценил на «Хорошо» теоретические и практические компетенции, отношение к работе.

Д) Шероховатость в изложении материала, неточности в ответах на вопросы, которые исправляются после уточняющих вопросов.

Е) Материал понят, осознан и усвоен.

Оценка «Удовлетворительно» (зачтено)

А), В), Г)-те же , что и при оценке «Отлично».

Б) Руководитель оценил на «Удовлетворительно» теоретические и практические компетенции, отношение к работе.

Д) Шероховатость в изложении материала, неточности в ответах на вопросы, которые не всегда исправляются после уточняющих вопросов.

Е) Материал понят, осознан, но усвоен не достаточно полно.

Оценка «Неудовлетворительно» (не зачтено)

А) Программа практики не выполнена полностью.

Б) Руководитель оценил на «Неудовлетворительно» теоретические и практические компетенции, отношение к работе.

В) Отчет не составлен или составлен не грамотно,

Г) Отчет не представлен в установленные сроки руководителю от кафедры.

Д) Устный отчет и ответы на вопросы не полные и не грамотные.

Е) Материал не понят, не осознан и не усвоен.

Критерии оценки знаний умений и навыков при текущей проверке

I. Оценка устных ответов:

Отметка "Отлично"

1. Дан полный и правильный ответ на основе изученных теорий.
2. Материал понят и изучен.

3. Материал изложен в определенной логической последовательности, литературным языком.

4. Ответ самостоятельный.

Отметка "Хорошо"

1, 2, 3, 4 – аналогично отметке "Отлично".

5. Допущены 2-3 несущественные ошибки, исправленные по требованию учителя, наблюдалась "шероховатость" в изложении материала.

Отметка "Удовлетворительно"

1. Учебный материал, в основном, изложен полно, но при этом допущены 1-2 существенные ошибки (например, неумение применять законы и теории к объяснению новых фактов).

2. Ответ неполный, хотя и соответствует требуемой глубине, построен несвязно.

Отметка "Неудовлетворительно"

1. Незнание или непонимание большей или наиболее существенной части учебного материала.

2. Допущены существенные ошибки, которые не исправляются после уточняющих вопросов, материал изложен несвязно.

Примеры тестов для проверки сформированности компетенций:

ОПК-2

1. Для веществ с температурой кипения более 120°C используют _____ холодильник:
 - А) Холодильник Либиха;
 - Б) Воздушный холодильник;
 - В) Холодильник не используется вовсе.
2. Для перегонки веществ в вакууме следует использовать:
 - А) Только круглодонные колбы;
 - Б) Только грушевидные колбы;
 - В) Конические и плоскодонные колбы.
3. Экстракцию смеси твердых веществ с помощью аппарата Сокслета проводят
 - А) В течение 2-4 часов;
 - Б) До изменения цвета элюента;
 - В) До прекращения изменения массы нерастворимой фракции;
 - Г) По усмотрению экспериментатора.
4. Поглощение воды поверхностью сорбента при ее удалении из растворителей или продуктов реакции называется:
 - А) Высаливание;
 - Б) Абсорбция;
 - В) Адсорбция;
 - Г) Хемосорбция.

ОПК-6

1. Как следует поступить учащемуся, если работа не может быть выполнена в течение занятия?

- А) Не начинать работу;
- Б) Обговорить с преподавателем этап, на котором можно прервать работу.

2. Можно ли нагревать закупоренные (т.е. не сообщающиеся с атмосферой) аппараты и сосуды?

- А) Да, можно;
- Б) Нет, нельзя;
- В) Можно только в тех, которые специально для этого приспособлены.

3. К выполнению лабораторных работ не допускаются студенты в случае, если они:

- А) Не сдали зачет по технике безопасности;
- Б) Грубо нарушили правила работы в лаборатории;
- В) Нарушили нормы техники безопасности;
- Г) Все вышеперечисленное является поводом для отстранения студентов от выполнения работ.

4. Перегонку серного эфира осуществляют

- а. При нагревании на водяной бане
- б. При нагревании на плитке
- в. Способ нагрева не имеет значения

ПК-4

1. К основному методу количественного анализа гидроксильных групп относят:

- А) Метод Чугаева-Церевитинова;
- Б) Метод Фишера;
- В) ИК-спектроскопию.

2. Уравнение Марка-Куна-Хаувинка описывает зависимость _____ вязкости от молекулярной массы

- А) относительной;
- Б) удельной;
- В) приведенной;
- Г) характеристической.

3. Гельпроникающей хроматографией можно определить

- А) Молекулярную массу;
- Б) Степень полидисперсности;
- В) Молекулярно-массовое распределение.

Г) Все ответы верны

4. Качественный рентгенофазовый анализ позволяет определять:

- А) Состояние твердого тела;
- Б) Параметры элементарной ячейки неизвестного вещества;
- В) Исследовать фазовые переходы;
- Г) Исследовать фазовый состав вещества;
- Д) Всё вышеперечисленное.



МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего профессионального образования
«Дальневосточный федеральный университет»
(ДВФУ)

ШКОЛА ЕСТЕСТВЕННЫХ НАУК

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
по дисциплине «Элементоорганические ВМС»
Направление подготовки 04.03.01 Химия
Профиль «Академический бакалавриат»
Форма подготовки очная

Владивосток
2015

Занятие №1. Техника безопасности. Общие приемы работы по элементоорганическому синтезу. Техника лабораторных работ. Ведение лабораторного журнала. (5 час.)

Метод: Исследовательский. Работа по индивидуальному заданию.

Задание на дом: Подготовка сообщения о проведенном литературном поиске.

Порядок работы в лаборатории

1. Работать в лаборатории разрешается только после основательной подготовки. Студент должен прочитать в учебнике материал, относящийся к данной теме, просмотреть по руководству к практическим занятиям, какие опыты он должен сделать, написать уравнения соответствующих реакций, произвести необходимые расчеты, обдумать, как действует тот или иной прибор, какие опыты опасны, какие вещества ядовиты, взрывчаты и т.д. Студенту должны быть ясны цель работы и план ее выполнения.

2. Студенту в лаборатории отводится постоянное место (рабочий стол), поддерживаемое им в полной чистоте и порядке. На рабочем столе должны находиться только те предметы, которые нужны в данное время для работы. Все работы, за небольшим исключением, выполняются студентом индивидуально.

3. Необходимые для работы реактивы выставляются на полки, находящиеся над лабораторными столами, или же на специальные полки. Исключение составляют концентрированные кислоты и пахнущие вещества, которые хранятся в вытяжных шкафах.

4. Студентам не разрешается уносить из вытяжных шкафов реактивы на свои рабочие места.

5. Сухие реактивы требуется брать чистым шпателем или специальной ложечкой.

6. При наливании растворов из склянок следует держать последние таким образом, чтобы этикетка была повернута вверх.

7. Если в руководстве не указано, какое количество вещества необходимо взять для проведения в пробирке того или иного опыта, предлагается брать сухое вещество в количестве, закрывающем дно пробирки, в раствор - не более $1/6$ объема пробирки.

8. Неизрасходованные реактивы ни в коем случае не должны высыпаться (выливаться) обратно в материальные склянки, а должны сдаваться лаборанту.

9. Крышки и пробки от реактивных банок и склянок требуется класть на стол поверхностью, не соприкасающейся с реактивом.

10. Все работы с вредными или пахнущими веществами проводить в вытяжном шкафу.

Рабочий журнал

Все наблюдения и выводы по экспериментальной работе заносятся в рабочий журнал, являющийся документом, отражающим всю работу студента. На обложке или первой странице журнала должны быть написаны фамилия студента, его инициалы, номер группы и название практикума. Записи в журнале производятся только чернилами, лаконично, аккуратно, непосредственно после проведения опыта. Категорически запрещается иметь черновики. Необходима аккуратная зарисовка применяемых приборов или вычерчивание их схемы. Все расчеты должны проводиться в журнале. Рекомендуются следующая форма записи:

- 1) дата,
- 2) наименование темы,
- 3) название опыта,
- 4) наблюдения, уравнения реакций, таблицы, графики,
- 5) выводы.

Меры предосторожности при работе в лаборатории

1. Все опыты с ядовитыми, неприятно пахнущими веществами, упаривание кислот и растворов производить в вытяжном шкафу.

2. Опыты с легко воспламеняющимися веществами необходимо проводить вдали от огня.

3. При работе с натрием и другими щелочными металлами остерегаться воды. Обрезки щелочных металлов сдавать лаборанту и ни в коем случае не бросать в урну для мусора.

4. При нагревании растворов в пробирке всегда следует держать ее таким образом, чтобы отверстие было направлено в сторону от работающего или его соседей по рабочему столу. Особенно важно соблюдать это в случае, когда нагреваемой жидкостью являются концентрированные кислоты или растворы щелочей.

5. Не наклонять лицо над нагреваемой жидкостью или выделяемыми веществами во избежание брызг на лицо.

6. Не следует вдыхать пахучие вещества, в том числе и выделяющиеся газы, близко наклоняясь к сосуду с этими веществами. Необходимо легким движением руки направить струю воздуха от отверстия к себе и осторожно вдохнуть.

7. При работе с твердыми щелочами (измельчение крупных кусочков, наполнение щелочью осушительных колонок, приготовление смесей для сплавления и т.д.) обязательно надевать защитные очки. Брать кусочки щелочи разрешается только щипцами или пинцетом. Необходимо тщательно убирать остатки щелочи с рабочего места.

8. При разбавлении концентрированных кислот, особенно серной, вливать кислоту в воду, а не наоборот.

9. Работу со ртутью производить над специальными противнями с высокими стенками.

10. Остатки соединений ртути, а также соединений редких и ценных металлов сливать в особые банки.

11. Стеклянные приборы, содержащие остатки белого и красного фосфора, перед мытьем опускать в ванны, наполненные раствором сульфата меди (взять у лаборанта).

Оказание первой помощи в лаборатории

1. При попадании на кожу (рук, лица и т.д.) концентрированных кислот (серной, азотной, уксусной и т.д.) следует немедленно промыть сильной струей воды обожженное место в течение 3-5 минут, после чего наложить повязку из ваты, смоченной спиртовым раствором таннина или 3%-ным раствором перманганата калия. При сильных ожогах после оказания первой помощи обратиться немедленно к врачу.

2. При ожоге кожи растворами щелочей промывать водой обожженный участок кожи до тех пор, пока не перестанет быть скользкой на ощупь, после чего наложить повязку из спиртового раствора таннина или 3%-ного раствора перманганата калия.

3. При попадании брызг кислоты или щелочи в глаза немедленно промыть поврежденный глаз большим количеством воды комнатной температуры, после чего сейчас же обратиться к врачу.

4. При ожоге горячими предметами (стекло, металлы и т.д.) наложить сначала повязку из спиртового раствора таннина или раствора перманганата калия, а затем жирную повязку (мазь от ожогов).

5. При ожогах фосфором необходимо наложить на обожженное место повязку, смоченную 2%-ным раствором сульфата меди.

6. При отравлении хлором, бромом, сероводородом, окисью углерода необходимо вывести пострадавшего на воздух.

7. При отравлении соединениями ртути немедленно обратиться к врачу.

Порядок работы в лаборатории неорганической химии, меры предосторожности при работе, оказание первой помощи должны быть хорошо изучены студентами. Руководитель лабораторных работ, убедившись в знании правил работы в лаборатории студентом, сделает об этом отметку в его рабочем журнале. Студенты должны являться на лабораторные занятия в хлопчатобумажных халатах (черных или белых).

Литература:

Практикум по неорганической химии / Под ред. В.И.Спицина.- М.: Изд-во

МГУ, 1986.

Воскресенский П.И. Техника лабораторных работ. - М.: Госхимиздат, 1962, 1969.

Юрьев Ю.К. Практические работы по органической химии. - М.: Химия, 1961.

Занятия №№2 - 3. Подготовка растворителей и твердых реагентов. (10 час.)

Очистка растворителей. Перекристаллизация твердых веществ.

Метод: Исследовательский. Работа по индивидуальному заданию.

Задание на дом: Подготовка сообщения об одном из изученных методов очистки элементоорганического соединения..

Краткая теория

Наиболее употребительным методом очистки является для твердых веществ перекристаллизация и возгонка, для жидкостей - фильтрование от нерастворимых примесей и перегонка, для газов - отделение примесей путем поглощения их различными химическими реагентами.

Перекристаллизация

а) **Очистка дихромата калия (сульфата калия и натрия).** Пользуясь таблицей растворимости, высчитайте, какое количество дихромата калия необходимо, чтобы получить насыщенный при 60° раствор, исходя из объема воды 25 мл. Отвесьте на технико-химических весах рассчитанное количество растертого в ступке загрязненного дихромата калия. Высыпьте навеску соли в химический стакан, отмерьте цилиндром 25 мл воды и перелейте ее в стакан с дихроматом калия. Нагрейте стакан с содержимым через асбестовую сетку почти до кипения, помешивая раствор стеклянной палочкой. Для отделения нерастворимых примесей горячий раствор профильтруйте в другой стакан через складчатый фильтр, пользуясь воронкой для горячего фильтрования. Непрерывно помешивая, охладите фильтрат до комнатной температуры, а затем в бане со льдом до 0°. Почему меняется интенсивность окраски раствора?

Выпавшие кристаллы отфильтруйте на воронке Бюхнера.

Маточный раствор исследуйте на присутствие в нем примеси сульфат-иона. Для этого к 2-3 мл маточного раствора, разбавленного 5-10 мл дистиллированной воды, прибавьте 1-2 капли концентрированной соляной кислоты и раствор хлорида бария. Аналогичным образом определите, присутствует ли примесь сульфат-иона в выделенном твердом дихромате калия.

Перенесите дихромат калия в фарфоровую чашку или на часовое стекло и поставьте ее на 30-40 минут в сушильный шкаф (100°). После охлаждения взвесьте на технико-химических весах. Высушивание вести до постоянной

массы. Определите выход дихромата калия по отношению к исходной навеске.

б) **Очистка хлорида аммония (натрия, калия).** Приготовьте насыщенный при 60° раствор хлорида аммония, взяв для этого 25 мл воды и рассчитанное количество соли. Нагретый почти до кипения раствор профильтруйте через воронку для горячего фильтрования, фильтрат перелейте в фарфоровую чашку, поставьте на водяную баню и упарьте до половины начального объема.

Почему в этом опыте часть воды удаляется упариванием? Перенесите чашку в ванну со льдом. Выпавшие кристаллы профильтруйте и высушите на воздухе до постоянной массы. Подсчитайте выход от взятого количества.

Очистка жидкостей

Получение дистиллированной воды. Соберите для перегонки воды (рис. 2) прибор. В колбу (1) налейте раствор медного купороса и поместите в нее длинные капиллярные трубки (для чего?). Заполните холодильник (2) водой (ток воды подается снизу вверх).

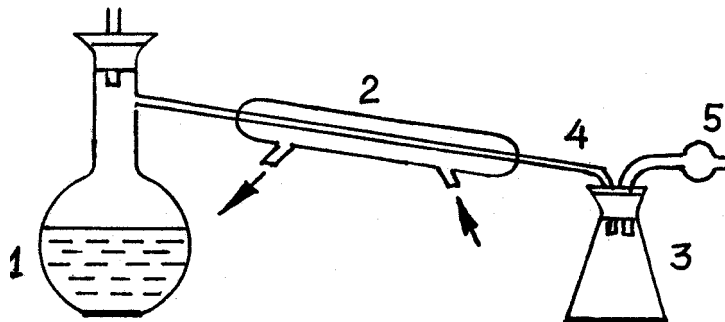


Рис. 2. Прибор для перегонки жидкости

Приемник (3) закройте плотно пробкой, снабженной аллонжем (4) и хлоркальциевой трубкой с натронной известью (5). Закройте колбу пробкой с термометром (6), нагрейте раствор до кипения, заметьте температуру, измерьте внешнее давление, отгоните 100-150 мл воды. Как проверить, не содержит ли она сульфата меди? Определите показатель преломления воды по рефрактометру. Сделайте вывод о степени чистоты воды.

Примеры методик очистки растворителей:

Метод очистки бензола:

Бензол токсичен, легко воспламеняется. $T_{\text{кип}}=79-80^{\circ}\text{C}/760$ мм рт. ст., n_D^{20} 1,5007. Для удаления воды бензол кипятят с насадкой Дина-Старка в течение 4 часов, выдавливают в него натриевую проволоку, еще раз кипятят с обратным холодильником и отгоняют при нормальном давлении. Если требуется особо сухой растворитель (например, в металлоорганических реакциях) его кипятят с обратным холодильником над натриевой проволокой с добавлением небольшого количества бензофенона до образования кетила бензофенона (синее окрашивание). Затем бензол отгоняют при нормальном давлении и хранят над натриевой проволокой.

Метод очистки диэтилового эфира

Диэтиловый эфир очень легко воспламеняется. $T_{\text{кип}}=34-35^{\circ}\text{C}/760$ мм рт. ст., n_D^{20} 1,3527. Растворитель высушивают 2 дня над безводным хлоридом кальция, фильтруют, выдавливают в него натриевую проволоку и после добавления небольшого количества бензофенона кипятят с обратным холодильником до появления синего окрашивания (кетил бензофенона). Если образование кетила не начинается, растворитель отогнать, выдавить в него свежую натриевую проволоку и повторить операцию. Затем отгоняют и хранят над натриевой проволокой.

Очистка соединений методом перегонки под вакуумом:

Перегонка под вакуумом – способ разделения смеси жидких веществ, основанный на различной температуре кипения компонентов смеси в вакууме. Особое значение имеет при перегонке термолабильных веществ. В вакууме вещества кипят гораздо с меньшей температурой.

Перегонка под вакуумом применяется для:

1. Разделения жидких смесей веществ, различающихся по температуре кипения (менее 60°C – [с дефлегматором](#), с более 60°C – [простая перегонка](#)) и имеющих высокую температуру кипения. **Пример:** выделение ДМСО из смеси ацетон (т. кип. 56°C)/диметилсульфоксид (ДМСО) (т. кип. 189°C с разложением при 1 атм., $\sim 60^{\circ}\text{C}$ в вакууме водоструйного насоса без разложения).

2. Отделения высоко кипящего жидкого вещества от нелетучих примесей (твердых компонентов). **Пример:** перегонка ДМСО над гидридом кальция (не летуч).

3. Разделения смесей неразделимых при атмосферном давлении. **Пример:** разделение азеотропной смеси этанол/вода. Этанол кипит при 70 мм. рт. ст. при 28°C без образования азеотропа с водой.

4. Часто перегонка под вакуумом используется для очистки продажных высоко кипящих растворителей, реактивов, для очистки и выделения термолабильных или высоко кипящих продуктов реакций.

Важно! Все шлифы прибора должны быть смазаны вакуумной смазкой для получения высокого вакуума. Применяют колбы только с круглым дном. Все работы под вакуумом проводятся в очках, в вытяжном шкафу.

Следует помнить, что в вакууме обычные кипелки не работают и необходимо использовать капилляр, деревянную палочку (перегонка на венике) или магнитную мешалку.

При правильной скорости перегонки на термометре всегда удерживается капля жидкости, если ее нет – раствор перегрет. Нормальная скорость перегонки, если из холодильника стекает 1 капля в 2-3 сек. При длительных

перегонках приемные колбы помещают в охлаждающие бани. Если вещество начинает кристаллизоваться при перегонке охлаждение следует отключить, чтобы горячие пары вещества растворили выпавший осадок.

После окончания перегонки охлаждают прибор и лишь потом отключают вакуум. При этом сначала впускают в прибор воздух (или инертный газ) и лишь затем выключают насос.

Очистка газов

Очистка углекислого газа. Познакомьтесь с устройством аппарата Киппа

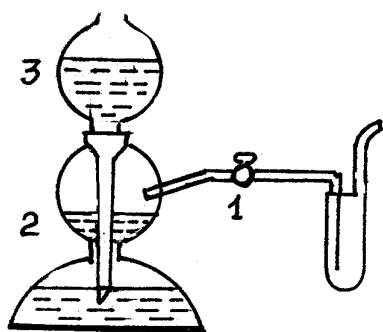


Рис. 3. Аппарат Киппа

(рис. 3). Зарядите аппарат Киппа для получения углекислого газа. Выньте пробку с краном (1), загрузите средний шар (2) мрамором. Закройте отверстие среднего резервуара (2) пробкой с газоотводной трубкой и откройте кран (1). В верхний шар воронки (3) налейте такое количество 20%-ной соляной кислоты, чтобы она, заполнив нижнюю часть аппарата Киппа, покрыла часть

мрамора, находящегося в среднем резервуаре (2), после этого закройте кран (1). Что наблюдается? Напишите уравнение химической реакции, протекающей в аппарате Киппа. Чем может быть загрязнен получающийся при этом углекислый газ? Присоедините к аппарату Киппа промывалку, содержащую небольшой объем дистиллированной воды, и пропустите слабый ток углекислого газа в течение 10-15 минут. Исследуйте содержимое промывной склянки на содержание соляной кислоты. Отнесите промывалку. Присоедините к аппарату Киппа хлоркальциевую трубку, содержащую обезвоженный сульфат меди. Пропустите через нее ток углекислого газа. Наблюдайте происходящие явления. Как получить чистый, сухой углекислый газ?

Ход занятия:

- Студенты получают индивидуальные задания по литературному поиску оптимальных методик очистки растворителей и твердых веществ.
- производится выбор оптимальной методик;
- студент собирает лабораторную установку для очистки растворителя;
- студент производит очистку полученного образца растворителя по выбранной методике;
- определение чистоты полученного растворителя;
- студент производит очистку твердого вещества по выбранной методике;

Литература:

Практикум по неорганической химии / Под ред. В.И.Спицина.- М.: Изд-во МГУ, 1986.

Воскресенский П.И. Техника лабораторных работ. - М.: Госхимиздат, 1962, 1969.

Юрьев Ю.К. Практические работы по органической химии. - М.: Химия, 1961.

Занятия №№ 4-11. Синтез исходных веществ и конечных продуктов(40 час.)

Метод: проектов.

Метод позволяет ранжировать конкретные задачи и этапы достижения цели, что в свою очередь помогает правильно сформулировать и откорректировать саму цель. Способствует развитию понятийного мышления у студентов, умению правильно формулировать свои мысли. Совершенствует навыки для правильной организации учебной и научно-исследовательской работы.

Помогает студенту структурировать проблемы и проблемные ситуации и вырабатывать адекватный алгоритм их решения. Позволяет студенту выработать навык установления причинно-следственных отношений. Помогает преподавателю сформировать у студентов представления в соотнесении цели, задач и механизмов, нацеленных на достижение поставленной цели.

Задание на дом: Проведение литературного поиска оптимальных методик синтеза и сведений о температурах кипения, плавления и прочих характеристик соединений.

Примеры методик синтеза:

Синтез тетрахлорида кремния.

В кварцевую трубку, диаметром 10-15 мм, помещают 50 г ферросилиция, предварительно размолотого до зерен диаметром 1-3 мм. Трубку помещают в трубчатую печь, подключенную к автотрансформатору. Над ферросилицием пропускают ток хлора, высушенного над серной кислотой.

Ток хлора должен быть достаточно интенсивным, с тем, чтобы начавшаяся экзотермическая реакция не прекратилась.

После того, как прореагирует весь ферросилиций, прибор разбирают, а в колбу с четыреххлористым кремнием приливают ртуть, высушенную над хлористым кальцием, и встряхивают до полного разрушения хлорного железа и посветления хлорида кремния.

Продукт фильтруют и разгоняют при атмосферном давлении, собирая фракцию 56-60°C. Затем продукт разгоняют вторично, собирая фракцию 57-58°C.

Синтез трифенилхлорсилана.

В трехгорлую колбу, снабженную механической мешалкой, обратным холодильником и капельной воронкой, загружается 12.5 г (0.52 моль) магниевых стружек, 125 мл абсолютного эфира и несколько кристаллов иода. Затем, при перемешивании, из капельной воронки прибавляют 8-10 мл смеси, состоящей из 83.2 г (0.55 моль) бромбензола и 84 мл абсолютного серного эфира. Смесь перемешивают до начала экзотермической реакции (можно немного подогреть на водяной бане), затем по каплям приливают остальной раствор бромбензола так, чтобы поддерживалось равномерное кипение реакционной смеси. По окончании экзотермической реакции смесь нагревают на водяной бане до полного растворения магния, затем к полученному раствору фенилмагнибромиде при перемешивании и охлаждении прибавляют по каплям раствор 52.9 г (...25 моль) в 50 мл серного эфира. Смесь перемешивают еще в течение 20 минут, заменяют холодильник на низходящий и отгоняют серный эфир, не прекращая перемешивание, сначала на водяной бане до температуры 100°C. Затем баню убирают и нагревают на открытой плитке до прекращения отгона летучих продуктов в приемник. Реакционную смесь охлаждают, прибавляют весь отогнавшийся эфир и перемешивают до тех пор, пока спекшаяся масса, образовавшаяся в результате реакции, не перейдет в суспензию. Осадок хлорбромистого магния отфильтровывают на воронке Бюхнера и промывают небольшим количеством абсолютного серного эфира. Эфир отгоняют, остаток подвергают вакуумной перегонке. Выход трифенилхлорсилана достигает 75%.

Синтез дифенилфосфиновой кислоты

Из 31.4 г C_6H_5Br и 4.86 г магния в 200 мл абсолютированного эфира получают C_6H_5MgBr . После того, как весь магний растворится, раствор разбавляют до 500 мл абсолютированным эфиром, отфильтровывают с защитой от кислорода, воздуха и добавляют медленно (в течение от одного до трех часов) к хорошо перемешиваемому и кипящему раствору 30.6 г $POCl_3$ в 500 мл абсолютированного эфира. Раствор отстаивается сутки, после чего декантируется с осадка и промывается 200-300 г ледяной воды. И к осадку, и к фильтрату приливается по одному литру 0.1 N NaOH. Теплый щелочной раствор фильтруется, фильтрат подкисляется соляной кислотой. Выделившиеся кристаллы $(C_6H_5)P(O)OH$ перекристаллизовываются из спирта (температура плавления – 190-192°C). Выход продукта составляет 12 г (55%).

Из эфирного раствора отгонкой растворителя выделяется трифенилфосфиноксид (температура плавления – 152-153°C).

Синтез Гриньяра

В четырехгорлую колбу, снабженную механической мешалкой, капельной

воронкой, обратным холодильником и газоподводящей трубкой, помещают 1 моль (2.4 г) магниевой стружки и наливают 700 мл эфира. Для инициирования реакции бросают кристаллик иода. При интенсивном перемешивании приливают 5-10 мл бромистого бутила. О начале реакции судят по обесцвечиванию и помутнению раствора. Затем добавляют бромистый бутил (137 г) с такой скоростью, чтобы обеспечить нормальное кипение эфира. После добавления всего бромистого бутила реакционную смесь кипятят на водяной бане до полного растворения магния. Синтез проводят в атмосфере сухого аргона.

Получение ацетилацетоната бериллия

В минимальном количестве воды растворить 10.5г (0.1 моль) сульфата бериллия, прилить 20г (0.2 моль) ацетилацетона. Постепенно при нагревании приливать насыщенный раствор 16.8г (0.2 моль) гидрокарбоната натрия. Синтез проводить в течение часа при кипении реакционной смеси. Выделившиеся мелкие кристаллы белого цвета отфильтровать и сушить сутки на воздухе. Затем 3 часа при пониженном давлении при температуре 70 °С.

Получение сульфенхлорида ацетилацетоната бериллия

К суспензии 1.46г (7.0 ммоль) мелкокристаллического ацетилацетоната бериллия в 5 мл н-гексана разогретого до 25-30 °С прилить по каплям при непрерывном перемешивании 2г (19.4 ммоль) двухлористой серы (двухкратный избыток). Двухлористую серу прикапывать небольшими каплями, чтобы не образовывался пластелинообразный осадок. После добавления последней капли дихлорида серы суспензия постепенно переходит в гомогенный раствор. При постоянном перемешивании по истечении 20 минут выпарить кристаллы желтого цвета. Реакционную смесь выдержать при температуре не менее 5 и не более 7 суток. После чего кристаллы желто-оранжевого цвета отфильтровать и сушить в течение 30 минут в вакуумном эксикаторе над оксидом фосфора (V).

Присоединение сульфенхлорида ацетилацетоната бериллия к триэтилвинилсилану

К 0.45г (1.6 ммоль) триэтилвинилсилана прилить раствор, содержащий 0.54г (1.6 ммоль) сульфенхлорида ацетилацетоната бериллия (II) в 3 мл хлороформа. В течение первой минуты синтеза наблюдать углубление желтой окраски и разогрев реакционной жидкости. Полученное соединение сушить при пониженном давлении при 50⁰С до постоянной массы.

Получение поливинилсилоксана

Раствор 80.7г (0.5 моль) винилтрихлорсилана в 150 мл серного эфира по каплям прибавлять к охлаждаемой смеси 150 мл серного эфира и 250 мл воды при перемешивании, поддерживая равномерное кипение. Органический слой

отделить, водный экстрагировать 3 раза 50 мл серного эфира. Эфирные вытяжки объединить, оставить на сутки над сульфатом натрия.

Получение поливинилэтилсилоксана

К раствору 77.5г (0.5 моль) винилэтилдихлорсилана в 150 мл толуола по каплям прибавили 20мл (избыток) воды при перемешивании, поддерживая равномерное кипение в течение 3 часов, после чего кипятили реакционную смесь с ловушкой Дина-Старка до окончания выделения воды. Затем растворитель отогнали, и досушивали полимер при пониженном давлении при 80 °С.

Синтез оловофенилсилоксана

методом механохимической активации

В активатор колебательного типа поместить 6.45 г (0.05 моль) полифенилсилоксана и 1.88 г (0.0125 моль) оксида олова. Соотношение Si/Sn равнялось 4:1. В качестве активирующей насадки использовать стальные шары диаметром 12 мм. Соотношение массы насадки к массе полезной загрузки составляет 1.8.

Активацию проводить при частоте 2.5 Гц: синтез 1¹ – 30 минут, синтез 1² – 1 час, синтез 1³ – 2 часа, синтез 1⁴ – 3 часа. Реакционную смесь делить на растворимую и нерастворимую фракции толуолом в аппарате Сокслета. Затем провести элементный анализ всех фракций.

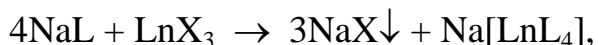
Синтез трис-хелатов лантанидов

Синтез протекает в водно-спиртовой среде в присутствии избытка щелочи (рН = 9-10), при этом получается смесь трис- и тетракис-хелатов РЗЭ. Индивидуальные трис-хелаты могут быть получены в гетерогенной среде (хлороформ-вода при рН = 6-7) по схеме:



Синтез тетракис-хелатов РЗЭ

Индивидуальные тетракис-хелаты, содержащие ионы щелочных металлов, получают в среде малополярных растворителей. Реакция идет в гетерогенной среде по схеме:



где: x = Cl, NO₃CH₃COO.

NaL получают кипячением раствора соответствующего β-дикетона в среде неполярного растворителя со стехиометрическим количеством щелочи.

В качестве растворителей используются бензол, гексан, петролейный эфир. После полного растворения щелочи в реакционную смесь вводят соль РЗЭ и продолжают нагревание до полного ее растворения. При этом выпадает осадок NaX, и чем полнее его осаждение, тем выше выход тетракис-хелата.

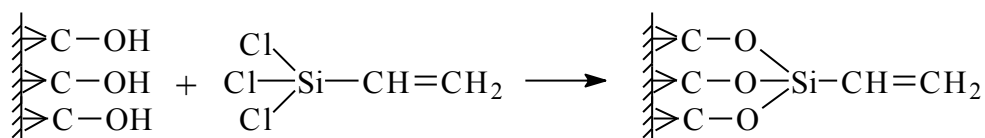
Целевой продукт выделяется при упаривании растворителя, очистка проводится вакуумной сублимацией. Выход колеблется от 50% до 70%.

Пример методики модификации поверхности элементоорганическими соединениями:

Методика обработки сорбента кремнийорганическим соединением.

100 г высушенного до постоянного веса сорбента помещают в круглодонную колбу на 500 мл и заливают абсолютным бензолом на треть выше поверхности сорбента. Затем приливают модифицирующий реагент - винилтрихлорсилан (перегнанный). Количество винилтрихлорсилана рассчитывается следующим образом:

обычная емкость угля - 3.6 ммоль/г, то есть 360 ммоль/100 г - это 0.36 моль/100 г.



На 3 функциональные группы сорбента приходится 1 моль $\text{C}_2\text{H}_3\text{SiCl}_3$, а на 0.36 моль - 0.12 моль $\text{C}_2\text{H}_3\text{SiCl}_3$.

Моль $\text{C}_2\text{H}_3\text{SiCl}_3 = 161.5$ у.е.

$0.12 \cdot 161.5 = 19.38$ г ($d = 1.264$ г/мл); $V = 19.38/1.264 = 15.3$ мл.

Таким образом, 15.3 мл винилтрихлорсилана прибавляют к 100 г углеродного сорбента в 250 мл бензола. После этого содержимое колбы кипятят с обратным холодильником в течение 10 часов. О прохождении реакции судят по выделению хлористого водорода. По окончании проведения реакции образец сорбента тщательно промывают бензолом, после чего сушат в вакуумном шкафу при $P = 1$ мм рт.ст. и $T = 150^\circ\text{C}$ в течение 4 часов. Затем уже сухой сорбент кипятят в дистиллированной воде. При этом вода постоянно меняется путем декантации. Кипячение ведут до тех пор, пока показатель преломления воды не станет равным показателю преломления дистиллированной воды. После полной отмывки сорбент сушат при 105°C до постоянного веса (провести анализ на Si).

Литература

1. Н.П. Шапкин, А.А. Капустина, И.В. Свистунова, В.В. Баженов//

Методическое пособие по химии неорганических и элементоорганических соединений. Учебное пособие. – Владивосток: Изд-во Дальневост. ун-та, 2009. – 71 с.

Занятия №№ 12-15. Химический и физико-химический анализ конечного продукта.(20 часов).

Метод: проектов.

Задание на дом: Подготовка сообщения о полученных результатах. Составление письменного отчета.

Примеры методик элементного анализа

Элементный анализ на кремний [1]

Содержание кремния определяли весовым методом путем мокрого озоления. Навеску помещали в стакан на 500 мл, приливали 25 мл концентрированной серной кислоты и 2 г иодата калия. Смесь выпаривали до прекращения выделения паров сернистого ангидрида. Стакан охлаждали, прибавляли 50 мл концентрированной соляной кислоты и 200 мл дистиллированной воды. После этого смесь кипятили 10-15 минут, горячий раствор фильтровали через фильтр «Белая лента». Фильтры сворачивали и переносили в предварительно взвешенные платиновые тигли и озоляли в муфельной печи в течение четырех часов до постоянной массы.

Содержание кремния $\omega(\text{Si})$ % определяли по формуле:

$$\omega(\text{Si}) = (0,4666 \cdot m \cdot 100) / g,$$

где 0,4666 – фактор перерасчета;

m – масса осадка, г;

g – масса навески, г.

Элементный анализ на натрий [1]

К двум параллельным навескам массой 0,2 г прибавляли 20,0 мл 0,1 N раствора соляной кислоты и доводили до кипения, охлаждали, добавляли 2-3 капли метилового оранжевого и титровали раствором гидроксида натрия заранее установленной нормальности до перехода окраски от розовой в желтую.

Содержание натрия $\omega(\text{Na})$ % определяли по формуле:

$$\omega(\text{Na}) = ((\mathcal{E}_{\text{Na}} \cdot 100(N_{\text{HCl}} V_{\text{HCl}} - N_{\text{NaOH}} V_{\text{NaOH}})) / (g \cdot 100)),$$

где \mathcal{E}_{Na} - эквивалентная масса натрия;

g – масса навески, г.

N_{HCl} - нормальность кислоты;

V_{HCl} - объем кислоты;

N_{NaOH} - нормальность щелочи;

V_{NaOH} - объем щелочи.

Элементный анализ на кобальт

Фильтрат, оставшийся после анализа на кремний, доводили до метки в мерной колбе на 1 л (раствор 1). Отбирали аликвоту на 100 мл и разбавляли водой в мерной колбе на 1 л (раствор 2). Из полученного раствора 2 определяли

кобальт на атомно-адсорбционном спектрофотометре "Shimadzu" AA-6601F в режиме пламенного атомно-адсорбционного анализа.

Содержание кобальта $\omega(\text{Co})$ % определяли по формуле:

$$\omega(\text{Co}) = (a \cdot 10 \cdot 10^{-3} \cdot 100) / g,$$

где a – содержание Co^{2+} в растворе 2, мг/л; g – масса навески, г.

Элементный анализ на бор [2]

Бор определяли титриметрически в фильтрате, оставшемся после анализа на кремний. Фильтрат каждой пробы упаривали и переносили в мерную колбу на 50 мл, доводили до метки дистиллированной водой.

Аликвоту объемом 10 мл титровали раствором гидроксида натрия заранее установленной нормальности с индикатором метилоранжем до бледно-желтого окрашивания, затем добавляли 10 мл глицерина, предварительно нагревая и охлаждая, и продолжали титровать в присутствии индикатора фенолфталеина до розового окрашивания.

Содержание бора $\omega(\text{B})$ % определяли по формуле:

$$\omega(\text{B}) = (10,48 \cdot 5 \cdot N \cdot V) / (g \cdot Al),$$

где V – объем щелочи, пошедшей на титрование, мл;

N – нормальность щелочи;

Al – аликвота, мл;

g – масса навески, г.

Элементный анализ на фтор [3]

Фтор определяли по методу Грееффа.

Навеску пробы, взятую с точностью до 0,002 г, растирали в фарфоровой ступке с 6-кратным избытком смеси соды и поташа и 2,5-кратного количества кремнекислоты по отношению к массе пробы. Смесь переносили в платиновый тигель емкостью 40-50 мл на дно которого предварительно насыпали слой в 1,5-2 мм смеси соды и поташа. Таким же слоем этой смеси засыпали пробу сверху. Тигель закрывали крышкой и постепенно нагревали в течение 20-30 минут. Содержимое тигля доводили до плавления. После расплавления массы через 25-30 мин выделение CO_2 прекращалось, после чего поднимали температуру до белого каления до получения прозрачного плава. После охлаждения плава тигель помещали в фарфоровую чашку емкостью 300-400 мл, содержащую 150 мл воды. Выщелачивали на водяной бане. При получении однородного плава разложение считалось законченным.

Содержимое чашки переносили в мерную колбу емкостью 250 мл и после охлаждения объем раствора доводили до метки. После тщательного взбалтывания содержимое колбы фильтровали через сухой фильтр в колбу. Из

фильтрата пипеткой отбирали 100 мл в коническую колбу для определения фтора. Нейтрализовали 1 N HCl по фенолфталеину до полного обесцвечивания раствора при слабом кипении. Затем добавляли несколько капель 0,1 N раствора NaOH и появившуюся окраску вновь устраняли несколькими каплями 0,1 N HCl. После охлаждения в раствор прибавляли 20 г NaCl, 5 мл 10 %-ного раствора NH₄CNS и титровали раствором хлорного железа до появления заметного желтого окрашивания. Затем прибавляли 20 мл смеси спирта с эфиром (1:1) и при сильном взбалтывании дотитровывали до слабо-розового окрашивания спиртово-эфирного слоя, не исчезающего при взбалтывании.

Содержание фтора $\omega(F)$ % определяли по формуле:

$$\omega(F) = (V \cdot T \cdot 2,5) / g,$$

где V – объем раствора хлорного железа, мл;

T – титр FeCl₃ по фтору;

g – масса навески, г.

Титрованный раствор хлорного железа готовили растворением 10 г FeCl₃ в 500 мл воды. Раствору давали отстояться 10-15 дней.

Элементный анализ на молибден

а) Фильтрат, оставшийся после анализа на кремний, доводили до метки в мерной колбе на 1 л (раствор 1). Отбирали аликвоту на 100 мл и разбавляли водой в мерной колбе на 1 л (раствор 2). Из полученного раствора 2 определяли молибден на приборе Атомно-эмиссионный спектрометр параллельного действия с индуктивно связанной плазмой ACPI 9000 фирмы Shimadzu.

Содержание молибдена $\omega(Mo)$ % определяли по формуле:

$$\omega(Mo) = (a \cdot 10 \cdot 10^{-3} \cdot 100) / g,$$

где a – содержание Mo⁶⁺ в растворе 2, мг/л;

g – масса навески, г.

б) Определение молибдена проводили фотометрическим методом с помощью фенилфлуорона [4].

Фильтрат, оставшийся после анализа на кремний, доводили до метки в мерной колбе на 1 л. Отбирали аликвоту на 5 мл и помещали в мерную колбу вместимостью 50 мл. Добавляли 5 мл этанола, 1 мл раствора желатина, 3 мл раствора фенилфлуорона и разбавляли водой до метки; pH раствора должен быть 2,15 – 2,18. Измеряли оптическую плотность при $\lambda=540$ в кювете длиной в 1 см по холостой пробе с реактивами. Растворы устойчивы в течение 10 минут.

Содержание молибдена определяли по формуле:

$$\omega(Mo) = (C \cdot V_1 \cdot V_2 \cdot 100\%) / (V_{ал} \cdot a),$$

где C, г/мл – концентрация молибдена в колбе вместимостью 50 мл, найденная из градуировочной прямой.

V₁ – объем колбы, в которой разводили до метки фильтрат, мл;

V_2 , – объём колбы, в которой разводят аликвоту, мл;

V_{al} – аликвота, мл;

a – масса навески, г.

Литература

1. Крешков, А. П. Руководство по анализу кремнийорганических соединений / А. П. Крешков. – М. : Госхимиздат, 1962. – 544 с.

2. Немодрук, А. А. Аналитическая химия бора / А. А Немодрук, З. К. Каралова – М. : Наука, 1964. – С. 62.

3. Аналитическая химия фтора. / Н. С. Николаев, С. Н. Суворова, Е. И. Гурович, И. Пека, Е. К. Корчемная – М. : Наука, 1970. – 196 с.

4. Коростелев, П. П. Фотометрический и комплексометрический анализ в металлургии / П. П. Коростелев – М. : Металлургия, 1984. – 272 с.

Исследование полученных ПМХС методами элементного анализа, РФА, ИК-, ЯМР-спектроскопии, ТГА.- 6 часов.

Оборудование:

ИК – спектроскопия

ИК-спектры записываются на спектрометре HEWLETT PACKARD Series 1110 MSD в бромиде калия.

Справочные материалы для интерпретации ИК -спектров[1]

Связь	Частота, см ⁻¹
Si(CH ₃) ₃	1250, 841, 756-754
Si(CH ₃) ₂	1259, 814-800
Si(CH ₃)	1259, 800
Si – C ₆ H ₅	1429, 1130-1090
Si-O-Si в цикле	
Тримеры	1020- 1010
Тетрамеры	1090- 1080
Большие кольца	1080- 1050
Si-OC и Si-O- Si (в открытой цепи)	1090- 1020
Si - H	2300 -2100
ОН – валентные колебания (несвязанная группа)	3650-3590, узкая полоса
Межмолекулярные водородные связи Соединения с одним мостиком Полимеры	3550-3450, узкая полоса

	3400 – 3200, широкая полоса
Внутримолекулярная водородная связь	
Соединения с одним мостиком	3570 – 3450
Сильные внутримолекулярные связи	3200- 2500
Кетоны с открытой цепью -CH ₂ -CO-CH ₂ и с пятичленным кольцом	1725 - 1705
С-Н валентные колебания	
CH ₃	2962 и 2872
CH ₂	2926 и 2853
CH (третичный)	2890

Ядерно-магнитный резонанс

Спектры ЯМР записываются на спектрометре высокого разрешения Avance 400 МГц (Bruker) на ядрах ¹³C, ¹H.

Рентгенофазовый анализ

Рентгенофазовый анализ проводится на приборе Bruker – AXS “D8”.

Литература

1. Беллами, Л Инфракрасные спектры сложных молекул. М: Иностранная литература, 1963.- 591с.