



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

**ШКОЛА ЕСТЕСТВЕННЫХ НАУК**

«СОГЛАСОВАНО»  
Руководитель ОП

С.Г. Красицкая

« 18 » сентября 2018г.

«УТВЕРЖДАЮ»  
Заведующая кафедрой  
Общей, неорганической и элементоорганической химии  
(название кафедры)

А.А. Капустина

« 18 » сентября 2018г.

**РАБОЧАЯ ПРОГРАММА УЧЕБНОЙ ДИСЦИПЛИНЫ**

Твердофазный синтез

Направление подготовки 04.04.01 Химия

Магистерская программа «Фундаментальные химические исследования веществ и процессов»

Форма подготовки очная

курс 1 семестр 1

лекции 4 час.

практические занятия \_\_\_\_\_ час.

лабораторные работы 32 час.

в том числе с использованием МАО лек. 4 /пр. \_\_\_\_\_ /лаб. \_\_\_\_\_ час.

в том числе в электронной форме лек. \_\_\_\_\_ /пр. \_\_\_\_\_ /лаб. \_\_\_\_\_ час.

всего часов аудиторной нагрузки 36 час.

в том числе с использованием МАО 4 час.

в том числе в электронной форме \_\_\_\_\_ час.

самостоятельная работа 72 час.

в том числе на подготовку к экзамену 45 час.

курсовая работа / курсовой проект \_\_\_\_\_ семестр

зачет \_\_\_\_\_ семестр

экзамен 1 семестр

Рабочая программа составлена в соответствии с требованиями образовательного стандарта, самостоятельно устанавливаемого ДВФУ, утвержденного приказом ректора ДВФУ № 12-13-592 от 04.04.2016.

Рабочая программа обсуждена на заседании кафедры Общей, неорганической и элементоорганической химии ШЕН протокол № 15 от «06» июля 2018 г.

Заведующая кафедрой

Общей, неорганической и элементоорганической химии ШЕН к.х.н., доцент Капустина А.А.

Составитель: к.х.н., доцент Капустина А.А.

**Оборотная сторона титульного листа РПУД**

**I. Рабочая программа пересмотрена на заседании кафедры:**

Протокол от «\_\_\_\_\_» \_\_\_\_\_ 20\_\_ г. № \_\_\_\_\_

Заведующий кафедрой \_\_\_\_\_  
(подпись) (И.О. Фамилия)

**II. Рабочая программа пересмотрена на заседании кафедры:**

Протокол от «\_\_\_\_\_» \_\_\_\_\_ 20\_\_ г. № \_\_\_\_\_

Заведующий кафедрой \_\_\_\_\_  
(подпись) (И.О. Фамилия)

## ABSTRACT

**Bachelor's/Specialist's/Master's degree in 04.04.01 Chemistry**  
**Study profile/ Specialization/ Master's Program "The fundamental chemical research materials and processes"**

**Course title:** Solid-phase synthesis of organometallic compounds

**Variable part of Block,** 3 credits

**Instructor:** Kapustina A.A.

**At the beginning of the course a student should be able to:**

the ability to perform standard operations on the proposed methods;  
possession of basic skills in the use of modern equipment for scientific research;

ownership system of fundamental chemical concepts;

ability to apply basic laws of natural science and the laws of development of chemical science in the analysis of the results obtained;

**Learning outcomes:**

the ability to use and develop the theoretical foundations of traditional and new sections of chemistry in solving professional problems (GPC-1);

the ability to implement safety standards in laboratory and process conditions(GPC-3);

the ability to conduct scientific research on the subject formulated independently prepare research plan and to obtain new scientific and applied results(PC-1);

possession of the theory and practical skills in the chosen field of chemistry (PC-2).

**Course description:**

Contents covers the following issues: Features and types of solid-phase synthesis. The method of mechanical activation and its use for the synthesis of organometallic compounds. Review and analysis of research in this area.

**Main course literature:** (*список основной литературы*)

1. Akulenok, Andreev V.M., Gromov D.G. etc. Vvedenie v processi integral'nih mikro- I nanotekhnologiy [Introduction to the processes of integrated micro- and nanotechnology. Textbook for High Schools: 2 t] / under total.. Ed. N. Korkishko. - M.: Binom. Knowledge Laboratory, 2010-2011. - (Nanotechnology). ISBN 978-5-9963-0341-0 T. 2: Technological aspects / [M. B. Akulenok, VM Andreev, DG Gromov et al.]. - 2011. - 252 p. <http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785996303366.html>

2. Jaroslavtsev, A.B. Himiya tverdogo tela [Solid State Chemistry] / AB Jaroslavtsev. M.: Science World, 2009. - 327 p.

<http://lib.dvfu.ru:8080/lib/item?id=chamo:287546&theme=FEFU>

3. Leucine V. Modelirovanie svyazannih processov v reagiruyuchsih sredah [Modelling of processes related to the reacting media] / V. Leucine, MA Dmitriev; Baltic Federal University. Kaliningrad: Izd Baltic Federal University. 2012.-240 p. <http://e.lanbook.com/view/book/59566/page511/>

4. Magomedov M.N. Izuchenie megatomnogo vzaimodeystviy [The study of interatomic interaction, formation of vacancies and self-diffusion in crystals]. - M .: FIZMATLIT 2010. - 544s. <http://e.lanbook.com/view/book/59566/page511/>

5. Gusev, A.I. Nestihiometriya [Nonstoichiometry, confusion and long-range order in the solid tele].- M .: FIZMATLIT, 2007. – 857p. <http://e.lanbook.com/view/book/2681/page1/>

6. Boldyrev, V.V. fundamental'nie osnovi mehanicheskoy aktivacii, mehanosinteza I mehanohimicheskikh tehnologiy [Fundamentals of mechanical activation and mechanochemical mechanical synthesis technology], [electronic resource] / Boldyrev VV, AVVAKUMOV EG, Boldyrev E.V.- Electron. text dannye.- Novosibirsk, Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences, 2009.- 343p. <http://lib.dvfu.ru:8080/lib/item?id=IPRbooks:IPRbooks-15822&theme=FEFU>

**Form of final knowledge control:** exam.

**Аннотация к рабочей программе дисциплины  
«Твердофазный синтез элементоорганических соединений»**

Рабочая программа учебной дисциплины «Твердофазный синтез элементоорганических соединений» разработана для магистрантов, обучающихся по направлению подготовки 04.04.01 – Химия, образовательной программе «Фундаментальные химические исследования веществ и процессов».

При разработке рабочей программы учебной дисциплины использован Образовательный стандарт ВО ДВФУ направлению подготовки 04.04.01 – Химия, утвержденный приказом ректора ДВФУ от 04.04.2016 № 12-13-592. и учебный план направлению подготовки по данной образовательной программе.

Дисциплина «Твердофазный синтез элементоорганических соединений» относится к вариативной части учебного плана, разделу «дисциплины по выбору»: Б1.В.ДВ.02.02.

Трудоемкость дисциплины составляет 3 зачетных единицы (108 час.). Дисциплина включает 4 час. лекций, 32 час. лабораторных работ и 72 час. самостоятельной работы, из которых 45 часов отводится на подготовку к экзамену. Реализуется дисциплина в 1 семестре. Форма промежуточной аттестации: экзамен (1 семестр).

Содержание дисциплины охватывает следующий круг вопросов: Особенности и виды твердофазного синтеза. Метод механохимической активации и его использование для синтеза элементоорганических соединений. Обзор и анализ научных исследований в этой области.

Предварительные компетенции, которыми должны обладать студенты для освоения данной дисциплины:

способностью выполнять стандартные операции по предлагаемым методикам;

владением базовыми навыками использования современной аппаратуры при проведении научных исследований;

владением системой фундаментальных химических понятий;

способностью применять основные естественнонаучные законы и закономерности развития химической науки при анализе полученных результатов;

Целями освоения дисциплины является освоение законов твердофазного синтеза, как одного из современных методов, на примере элементоорганических соединений.

**Задачи:**

1. Приобретение знаний об особенностях твердофазного синтеза.

2. Усвоение знаний о влиянии условий механохимической обработки на состав и свойства получаемых продуктов;

3. Знакомство с термодинамическими и кинетическими факторами твердофазных процессов.

В результате изучения данной дисциплины у обучающихся формируются следующие общепрофессиональные и профессиональные компетенции:

Код и формулировка компетенции	Этапы формирования компетенции	
ОПК-1, способность использовать и развивать теоретические основы традиционных и новых разделов химии при решении профессиональных задач	Знает	Достоинства и недостатки твердофазных процессов. Зависимость состава и структуры получающихся соединений от природы исходных веществ и условий синтеза.
	Умеет	Предлагать или предполагать механизмы протекающих процессов.
	Владеет	Базовыми знаниями, необходимыми для интерпретации полученных результатов.
ОПК-3, способность реализовать нормы техники безопасности в лабораторных и технологических условиях	Знает	Правила обращения с химическими реактивами, посудой, правила работы с механохимическим активатором.
	Умеет	Осуществлять очистку и получение химических веществ с соблюдением правил техники безопасности.
	Владеет	Навыками обращения с химическими реактивами, посудой, механохимическим активатором.
ПК-1, способность проводить научные исследования по сформулированной	Знает	Методологию проведения твердофазного синтеза и исследования в области элементоорганической химии.
	Умеет	Определять цель и задачи исследования,

тематике, самостоятельно составлять план исследования и получать новые научные и прикладные результаты		планировать и осуществлять экспериментальное исследование;
	Владеет	Навыками поиска и критического анализа информации по тематике проводимых исследований; навыками планирования научного исследования, анализа получаемых результатов и формулировки выводов; навыками представления и продвижения результатов интеллектуальной деятельности.
ПК-2, владение теорией и навыками практической работы в избранной области химии	Знает	Теоретические основы твердофазных процессов. Методы синтеза твердофазных материалов, в том числе метод механохимической активации, физические и химические методы гомогенизации исходной смеси, методы получения монокристаллов. Методы получения тонких пленок.
	Умеет	Выбирать наиболее рациональный метод осуществления твердофазного синтеза.
	Владеет	Навыками работы с механохимическим активатором.

Для формирования вышеуказанных компетенций в рамках дисциплины «Твердофазный синтез элементоорганических соединений» применяются следующие методы активного/ интерактивного обучения: проблемные лекции, исследовательские лабораторные работы.

## 1. СТРУКТУРА И СОДЕРЖАНИЕ ТЕОРЕТИЧЕСКОЙ ЧАСТИ КУРСА

### Раздел 1. Процессы дефектообразования и механизм твердофазных реакций (2 час.)

#### Тема 1. Процессы дефектообразования и механизм твердофазных реакций (2 час.) MAO – лекция-беседа (2 час.)

Процессы дефектообразования и механизм твердофазных реакций. Явления разноточения в кристаллах. Взаимодействие точечных дефектов. Физико-химические факторы, определяющие механизм твердофазных реакций. Механизм твердофазных превращений без изменения состава.

#### Тема 2. Линейные (дислокации) и планарные дефекты (*изучается самостоятельно*).

Краевая дислокация. Вектор Бюргерса. Плотность дислокаций. Теория твердофазного взаимодействия.

### Раздел 2. Метод механохимической активации – 2 час.

#### Тема 1. Кинетика и энергетический баланс в механохимических превращениях (1 час.) MAO – лекция-беседа (1 час.)

Основные понятия и методы изучения кинетики твердофазных реакций. Энергия активации твердофазных реакций.

**Тема 2. Механохимическое активирование индивидуальных реагентов и их смесей (1 час.) МАО – лекция-беседа (1 час.)**

Механохимическое активирование индивидуальных реагентов и их смесей. Природа активного состояния твердых тел. Физические основы механохимии и механохимической активации. Кинетика механохимических превращений.

**Тема 3. Синтез органических и элементоорганических соединений в условиях механохимической активации (изучается самостоятельно).**

Условия механохимической активации. Время синтеза, соотношение исходных веществ, масса насадки и полезной загрузки, тип активатора.

**Тема 4. Механохимический синтез полиэлементоорганосилоксанов (изучается самостоятельно).**

Синтез мономерных и полимерных соединений. Особенности синтезов, в зависимости от применяемых реакций, природы исходных веществ, условий активации. Синтез полиметаллоорганосилоксанов методом механохимической активации. Достоинства и недостатки метода. Правила техники безопасности при работе в химической лаборатории. Правила оказания первой помощи в химической лаборатории.

**Раздел 3. Методы синтеза твердофазных материалов. Классификация методов (изучается самостоятельно).**

**Тема 1. Синтезы с использованием физических методов гомогенизации исходной смеси.**

Керамический метод. Самораспространяющийся высокотемпературный метод. Синтез с использованием высокотемпературного нагрева.

**Тема 2. Синтезы с использованием химических методов гомогенизации исходной смеси.**

Золь-гель метод. Распылительная сушка. Сублимационная сушка.

**Тема 3. Методы получения монокристаллов и тонких пленок.**

Методы получения монокристаллов. Методы получения тонких пленок.

**II. СТРУКТУРА И СОДЕРЖАНИЕ ПРАКТИЧЕСКОЙ ЧАСТИ КУРСА**

**Лабораторные работы (32 час.)**

**Занятия №№1-12. Проведение механохимического синтеза вещества. Выделение продукта, его очистка и фракционирование. (24 час.)**

**Метод:** Исследовательский. Работа по индивидуальному заданию.

**Занятия №№ 13 – 16. Изучение зависимости выхода продуктов от различных факторов. Изучение состава и структуры полученных соединений. Обсуждение полученных результатов (8 час.)**

**Метод:** Исследовательский. Работа по индивидуальному заданию.

**Задание на дом:** Подготовка сообщения о полученных результатах.

**Метод:** Научная дискуссия. Групповое обсуждение результатов.

Примеры вопросов для обсуждения:

1. Почему полученное в продуктах соотношение элементов отличается от заданного?

2. Отличается ли состав продуктов, полученных вами в условиях механохимической активации от аналогичных продуктов, полученных в растворе?
3. Можете ли вы предложить механизм процесса?

### III. УЧЕБНО-МЕТОДИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ ОБУЧАЮЩИХСЯ

Учебно-методическое обеспечение самостоятельной работы обучающихся по дисциплине «Твердофазный синтез элементоорганических соединений» 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.	Раздел 1. Процессы дефектообразования и механизм твердофазных реакций. Тема 1. Процессы дефектообразования и механизм твердофазных реакций. Процессы дефектообразования и механизм твердофазных реакций. Явления разноточия в кристаллах. Взаимодействие точечных дефектов. Физико-химические факторы, определяющие механизм твердофазных	способностью использовать и развивать теоретические основы традиционных и новых разделов химии при решении профессиональных задач (ОПК-1)	<b>Знает:</b> Достоинства и недостатки твердофазных процессов. Зависимость состава и структуры получающихся соединений от природы исходных веществ и условий синтеза.	Проверка отчета по лабораторным работам №№ 13-16. (ПР-6), Собеседование (УО-1). Тестирование (ПР-1).	Сдача коллоквиумов №2 (УО-2) (в соответствии с рейтинговой оценкой знаний). Экзаменационные вопросы №№ 1-20
			<b>Умеет:</b> Предлагать или предполагать механизмы протекающих процессов.		

	реакций. Механизм твердофазных превращений без изменения состава. Тема 2. Линейные (дислокации) и планарные дефекты. Краевая дислокация. Вектор Бюргерса. Плотность дислокаций. Теория твердофазного взаимодействия.		<b>Владеет:</b> Базовыми знаниями, необходимыми для интерпретации полученных результатов.	Проверка отчета по лабораторным работам №№ 13-17. (ПР-6), Собеседование (УО-1). Тестирование (ПР-1).	Сдача коллоквиумов №2 (УО-2) (в соответствии с рейтинговой оценкой знаний). Экзаменационные вопросы №№1-20
2.	Раздел 2. Метод механохимической активации. Тема 4. Механохимический синтез полиэлементоорганических осилоксанов. Правила техники безопасности при работе в химической лаборатории. Правила оказания первой помощи в химической лаборатории.	способностью реализовать нормы техники безопасности в лабораторных и технологических условиях (ОПК-3)	<b>Знает:</b> Правила обращения с химическими реактивами, посудой, правила работы с механохимическим активатором.	Собеседование перед выполнением лабораторных работ (УО-1). Тестирование (ПР-1).	Сдача коллоквиумов №2 (УО-2) (в соответствии с рейтинговой оценкой знаний). Экзаменационные вопросы №№29-30
			<b>Умеет:</b> Осуществлять очистку и получение химических веществ с соблюдением правил техники безопасности.	Проверка отчета по лабораторным работам №№ 13-17.	Сдача коллоквиумов №2 (УО-2) (в соответствии с рейтинговой оценкой знаний). Экзаменационные вопросы №№29-30
			<b>Владеет:</b> Навыками обращения с химическими реактивами, посудой, механохимическим активатором.	Проверка отчета по лабораторным работам №№ 13-17.	Сдача коллоквиумов №2 (УО-2) (в соответствии с рейтинговой оценкой знаний). Экзаменационные вопросы №№29-30
3.	Раздел 2. Метод механохимической активации. Тема 1. Кинетика и энергетический баланс	способностью проводить научные исследования по сформулирова	<b>Знает:</b> Методологию проведения синтеза и исследования в области	Проверка отчета по лабораторной работе № 18. (ПР-6), Собеседование	Сдача коллоквиумов №2 (УО-2) (в соответствии с рейтинговой оценкой

	<p>механохимических превращениях.</p> <p>Тема 2. Механохимическое активирование индивидуальных реагентов и их смесей.</p> <p>Тема 3. Синтез органических и элементорганических соединений в условиях механохимической активации.</p> <p>Тема 4. Механохимический синтез полиэлементорганических осилоксанов.</p>	<p>ной тематике, самостоятельно составлять план исследования и получать новые научные и прикладные результаты (ПК-1)</p>	<p>элементорганической химии.</p>	<p>(УО-1).</p>	<p>знаний). Экзаменационные вопросы №№14-24</p>
			<p><b>Умеет:</b> Определять цель и задачи исследования, планировать и осуществлять экспериментальное исследование;</p>	<p>Проверка отчета по лабораторной работе № 18. (ПР-6), Собеседование (УО-1). Выполнение творческого задания (ПР-13). Участие в групповой дискуссии (УО-4).</p>	<p>Сдача коллоквиумов №2 (УО-2) (в соответствии с рейтинговой оценкой знаний). Экзаменационные вопросы №№14-24</p>
			<p><b>Владеет:</b> Навыками поиска и критического анализа информации по тематике проводимых исследований; навыками планирования научного исследования, анализа получаемых результатов и формулировки выводов; навыками представления и продвижения результатов интеллектуальной деятельности.</p>	<p>Проверка отчета по лабораторной работе № 18. (ПР-6), Собеседование (УО-1). Выполнение творческого задания (ПР-13)</p>	<p>Сдача коллоквиумов №2 (УО-2) (в соответствии с рейтинговой оценкой знаний). Экзаменационные вопросы №№14-24</p>
4.	<p>Раздел 3. Методы синтеза твердофазных материалов.</p> <p>Классификация методов.</p> <p>Тема 1. Синтезы с использованием физических методов</p>	<p>владением теорией и навыками практической работы в избранной области химии (ПК-2)</p>	<p><b>Знает:</b> Теоретические основы твердофазных процессов. Методы синтеза твердофазных материалов, в том числе метод</p>	<p>Проверка отчета по лабораторной работе №18. (ПР-6), Собеседование (УО-1). Участие в групповой</p>	<p>Сдача коллоквиумов №2 (УО-2) (в соответствии с рейтинговой оценкой знаний). Экзаменационные вопросы</p>

<p>гомогенизации исходной смеси. Керамический метод. Самораспространяющийся высокотемпературный метод. Синтез с использованием высокотемпературного нагрева. Тема 2. Синтезы с использованием химических методов гомогенизации исходной смеси. Золь-гель метод. Тема 3. Методы получения монокристаллов и тонких пленок.</p>	<p>механохимической активации, физические и химические методы гомогенизации исходной смеси, методы получения монокристаллов. Методы получения тонких пленок.</p>	<p>дискуссии (УО-4).</p>	<p>№№14-24</p>
	<p><b>Умеет:</b> Выбирать наиболее рациональный метод осуществления твердофазного синтеза.</p>	<p>Проверка отчета по лабораторной работе № 18.(ПР-6), Собеседование (УО-1). Выполнение творческого задания (ПР-13) Участие в групповой дискуссии (УО-4).</p>	<p>Сдача коллоквиумов №2 (УО-2) (в соответствии с рейтинговой оценкой знаний). Экзаменационные вопросы №№14-24</p>
	<p><b>Владеет:</b> Навыками работы с механохимическим активатором.</p>	<p>Проверка отчета по лабораторной работе № 18. (ПР-6), Собеседование (УО-1). Выполнение творческого задания (ПР-13) Участие в групповой дискуссии (УО-4).</p>	<p>Сдача коллоквиумов №2 (УО-2) (в соответствии с рейтинговой оценкой знаний). Экзаменационные вопросы №№14-24</p>

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

*а) основная литература:*

1. Акуленок, В. М. Андреев, Д. Г. Громов и др. Введение в процессы интегральных микро- и нанотехнологий : учебное пособие для вузов : в 2 т. / под общ. ред. Ю. Н. Коркишко. - М. : БИНОМ. Лаборатория знаний, 2010-2011. - (Нанотехнологии). ISBN 978-5-9963-0341-0 Т. 2 : Технологические аспекты / [М. В. Акуленок, В. М. Андреев, Д. Г. Громов и др.]. - 2011. - 252 с.  
<http://www.student library.ru/book/ISBN9785996303366.html>
  2. Ярославцев, А. Б. Химия твердого тела / А. Б. Ярославцев. М.: Научный мир, 2009.-327 с. <http://lib.dvfu.ru:8080/lib/item?id=chamo:287546&theme=FEFU>
  3. Моделирование связанных процессов в реагирующих средах / В. Н. Лейцин, М. А. Дмитриева ; Балтийский федеральный университет. Калининград: Изд-во Балтийского федерального университета. 2012.-240 с.  
<http://lib.dvfu.ru:8080/lib/item?id=chamo:690271&theme=FEFU>
  4. Магомедов М.Н. Изучение межатомного взаимодействия, образования вакансий и самодиффузии в кристаллах. – М.: ФИЗМАТЛИТ,2010. – 544с.  
<http://e.lanbook.com/view/book/59566/page511/>
  5. Гусев, А.И. Нестехиометрия, беспорядок и дальний порядок в твердом теле.- М.: ФИЗМАТЛИТ, 2007. - 857с.  
<http://e.lanbook.com/view/book/2681/page1/>
  6. Болдырев, В.В. Фундаментальные основы механической активации, механосинтеза и механохимических технологий [Электронный ресурс]/ Болдырев В.В., Аввакумов Е.Г., Болдырева Е.В.— Электрон. текстовые данные.— Новосибирск: Сибирское отделение РАН, 2009.—343с.  
<http://lib.dvfu.ru:8080/lib/item?id=IPRbooks:IPRbooks-15822&theme=FEFU>
- б) дополнительная литература:*
1. Мелихов, И.В. Физико-химическая эволюция твердого вещества / И. В. Мелихов. М.: БИНОМ. Лаборатория знаний.-2006г. 309с.  
<http://lib.dvfu.ru:8080/lib/item?id=chamo:277606&theme=FEFU>
  2. Шапкин, Н. П. Практикум по химии элементоорганических соединений. Учебное пособие / Н. П. Шапкин, А. А. Капустина, И. В. Свистунова, В. В. Баженов. - Владивосток : Изд-во Дальневост. ун-та, 2009. – 57 с.  
<http://lib.dvfu.ru:8080/lib/item?id=chamo:279868&theme=FEFU>
  3. Барамбойм,Н.К. Механохимия высокомолекулярных соединений. /Н.К.Барамбойм. - М.: Химия, 1971.- 364с.  
<http://lib.dvfu.ru:8080/lib/item?id=chamo:328636&theme=FEFU>
  4. Полубояров, В.А. Механохимические аппараты и методы оценки их эффективности/ В.А. Полубояров- Новосибир.: НГТУ, 2010. - 86 с.  
<http://znanium.com/bookread2.php?book=546114>
  5. Куприянов, М.Ф. Физико-химические основы создания активных материалов: учебник / Куприянов М.Ф., Кабиров Ю.В., Рудская А.Г. - Ростов-на-Дону:Издательство ЮФУ, 2011. - 278 с  
<http://znanium.com/bookread2.php?book=556287>

**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/>

## **Перечень информационных технологий и программного обеспечения**

### **VI. МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОСВОЕНИЮ ДИСЦИПЛИНЫ**

#### **1. Подготовка к сдаче коллоквиумов**

При подготовке к сдаче коллоквиумов воспользуйтесь материалами лекций и рекомендованной литературой.

#### **2. Подготовка к лабораторным работам**

**Лабораторные работы №№ 1-12. Проведение механохимического синтеза вещества. Выделение продукта, его очистка и фракционирование.**

**Задание на дом :**

Просмотреть материал лекций, монографии, научные статьи методическое пособие к лабораторным занятиям и подготовиться:

- К проведению механохимического синтеза вещества, предложенного преподавателем;
- Продумать способы его фракционирования и очистки;
- Подобрать методики синтеза исходных веществ;
- Проанализировать условия техники безопасности при проведении эксперимента. Подготовиться к ответу на вопросы: **1. Меры предосторожности при работе в лаборатории. 2. Способы оказания первой помощи.**

**Лабораторные работы №№ 13 – 16. Изучение зависимости выхода продуктов от различных факторов. Изучение состава и структуры полученных соединений**

**Задание на дом :**

Просмотреть материал лекций, монографии, научные статьи методическое пособие к лабораторным занятиям и подготовиться:

- К изучению зависимости выхода продуктов от различных факторов: времени активации, природы исходных веществ, массы насадки и других.
- Изучению состава и структуры полученных соединений, используя элементный и физико-химические методы анализа;

#### **Обсуждение полученных результатов**

**Метод:** Научная дискуссия. Групповое обсуждение результатов.

**Задание на дом :**

- Подготовка сообщения о полученных результатах.
- Подготовка к обсуждению полученных результатов на научном семинаре.

**Примеры вопросов для обсуждения:**

1. Почему полученное в продуктах соотношение элементов отличается от заданного?

2. Отличается ли состав продуктов, полученных вами в условиях механохимической активации от аналогичных продуктов, полученных в растворе?
3. Можете ли вы предложить механизм процесса?

## **VII. МАТЕРИАЛЬНО-ТЕХНИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ДИСЦИПЛИНЫ**

Учебная химическая лаборатория, снабженная вытяжной системой. Химическая посуда и химические реактивы, сушильные шкафы, муфельные печи, ротор-испаритель, гель-хроматографическая колонка длиной 980 мм, диаметром 12 мм, заполненная сополимером полистирола и 4% дивинилбензола, диаметр зерен 0.08-1 мм. Механохимический активатор, планетарная мономельница «Pulverisette 6». Оборудование Лаборатории молекулярного анализа для проведения физико-химических исследований: ИК-спектрометр HEWLETT PACKARD Series 1110 MSD; дифрактометр Bruker - AXS "D8" Advanced; ЯМР- спектрометр высокого разрешения Avance 400 МГц (Bruker) и др.



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

---

**ШКОЛА ЕСТЕСТВЕННЫХ НАУК**

**УЧЕБНО-МЕТОДИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ  
РАБОТЫ ОБУЧАЮЩИХСЯ**

**по дисциплине «Твердофазный синтез элементоорганических  
соединений»**

**Направление подготовки 04.04.01 Химия**

**Магистерская программа «Фундаментальные химические исследования  
веществ и процессов»**

**Форма подготовки очная**

**Владивосток  
2018**

## План-график выполнения самостоятельной работы по дисциплине

№ п/п	Дата/сроки выполнения	Вид самостоятельной работы	Примерные нормы времени на выполнение	Форма контроля/контактные часы
1.	1-3 неделя	Подготовка к сдаче коллоквиума №1	5 часа	Сдача коллоквиума (УО-2). Тестирование по вопросам, вынесенным на самостоятельное изучение (ПР-1)./ 6 часов
2.	4-6 неделя	Подготовка к выполнению лабораторных работ №№ 1-5, выполнение отчета по ним	7 часов	Опрос перед началом занятия (УО-1). Принятие отчета о выполнении в ходе лабораторных работ экспериментального задания (ПР-6). Тестовый контроль (ПР-1)/10 часов
3.	7-9 неделя	Подготовка к сдаче коллоквиума №2	5 часа	Сдача коллоквиума (УО-2)./ 6 часов
4.	8-12 неделя	Подготовка к выполнению лабораторных работ №№ 6-17, выполнение отчета по ним	7 часов	Опрос перед началом занятия (УО-1). Принятие отчета о выполнении в ходе лабораторных работ экспериментального задания (ПР-6). Групповая дискуссия (УО-4)./ 10 часов
5.	13-17 неделя	Подготовка к сообщению на научном семинаре	3 часа	Доклад (УО-3)/ 4 часа
5.	18 неделя	Подготовка к экзамену	45 часов	Беседа по темам к сдаче экзамена
Итого:			72 час	72 час

### 1. Подготовка к сдаче коллоквиумов

При подготовке к сдаче коллоквиумов воспользуйтесь материалами лекций и рекомендованной литературой.

## 2. Подготовка к лабораторным работам

**Лабораторные работы №№ 1-12. Проведение механохимического синтеза вещества. Выделение продукта, его очистка и фракционирование.**

**Задание на дом :**

Просмотреть материал лекций, монографии, научные статьи методическое пособие к лабораторным занятиям и подготовиться:

- К проведению механохимического синтеза вещества, предложенного преподавателем;
- Продумать способы его фракционирования и очистки;
- Подобрать методики синтеза исходных веществ;
- Проанализировать условия техники безопасности при проведении эксперимента. Подготовиться к ответу на вопросы: **1. Меры предосторожности при работе в лаборатории. 2. Способы оказания первой помощи.**

**Лабораторные работы №№ 13-17. Изучение зависимости выхода продуктов от различных факторов. Изучение состава и структуры полученных соединений**

**Задание на дом :**

Просмотреть материал лекций, монографии, научные статьи методическое пособие к лабораторным занятиям и подготовиться:

- К изучению зависимости выхода продуктов от различных факторов: времени активации, природы исходных веществ, массы насадки и других.
- Изучению состава и структуры полученных соединений, используя элементный и физико-химические методы анализа;

Примеры методик механохимического синтеза приведены в Приложении 3.

**Лабораторная работа № 18. Обсуждение полученных результатов на научном семинаре**

**Метод:** Научная дискуссия. Групповое обсуждение результатов.

**Задание на дом :**

- Подготовка сообщения о полученных результатах.
- Подготовка к обсуждению полученных результатов на научном семинаре.

Примеры вопросов для обсуждения:

3. Почему полученное в продуктах соотношение элементов отличается от заданного?
4. Отличается ли состав продуктов, полученных вами в условиях механохимической активации от аналогичных продуктов, полученных в растворе?
5. Можете ли вы предложить механизм процесса?

## Структура отчета по лабораторной работе

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:

Требования к презентации:

- На первом слайде представляется тема выполненного исследования, фамилия, инициалы автора, фамилия, инициалы преподавателя.
- На втором слайде дается обоснование актуальности изучаемой темы.
- Третий слайд указывает цель и задачи работы.
- На 4-10 слайдах приводится содержание работы. Могут размещаться схемы, таблицы, графики, фотографии, снабженные необходимой для понимания краткой текстовой информацией.
- На последнем слайде приводятся выводы по выполненной работе.
- Количество слайдов, посвященных описанию работы и полученных результатов, может меняться и окончательно определяется автором в зависимости от имеющихся материалов.
- *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).

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 в сквозную нумерацию страниц работы.

### **3. Темы для самостоятельного изучения**

1. Классификация твердофазных материалов: по составу, по структурному признаку, по свойствам и функциям.
2. Химическая связь и структура твердых тел.
3. Элементарные кристаллы.
4. Ковалентные кристаллы. Ионные кристаллы.
5. Интерметаллиды.
6. Стекла.
7. Полимеры.
8. Термодинамика твердофазных реакций.
9. Термодинамическая оценка возможности твердофазного взаимодействия.
10. Термодинамика фазовых равновесий. Фазовые диаграммы.

## **Критерии оценки выполнения самостоятельной работы**

Оценивание отчета по лабораторным работам проводится по критериям:

Полнота и качество выполненных заданий;

Теоретическое обоснование полученного результата;

Качество оформления отчета, использование правил и стандартов оформления текстовых и электронных документов;

Отсутствие фактических ошибок, связанных с пониманием темы.



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

---

---

**ШКОЛА ЕСТЕСТВЕННЫХ НАУК**

**ФОНД ОЦЕНОЧНЫХ СРЕДСТВ**

**по дисциплине «Твердофазный синтез элементоорганических соединений»**  
**Направление подготовки 04.04.01 Химия**  
Магистерская программа «Фундаментальные химические исследования веществ и процессов»  
**Форма подготовки очная**

**Владивосток**  
**2018**

**I. Паспорт фонда оценочных средств по дисциплине  
«Твердофазный синтез элементоорганических соединений»**

<b>Код и формулировка компетенции</b>	<b>Этапы формирования компетенции</b>	
способностью использовать и развивать теоретические основы традиционных и новых разделов химии при решении профессиональных задач (ОПК-1)	Знает	Достоинства и недостатки твердофазных процессов. Зависимость состава и структуры получающихся соединений от природы исходных веществ и условий синтеза.
	Умеет	Предлагать или предполагать механизмы протекающих процессов.
	Владеет	Базовыми знаниями, необходимыми для интерпретации полученных результатов.
способностью реализовать нормы техники безопасности в лабораторных и технологических условиях (ОПК-3)	Знает	Правила обращения с химическими реактивами, посудой, правила работы с механохимическим активатором.
	Умеет	Осуществлять очистку и получение химических веществ с соблюдением правил техники безопасности.
	Владеет	Навыками обращения с химическими реактивами, посудой, механохимическим активатором.
способностью проводить научные исследования по сформулированной тематике, самостоятельно составлять план исследования и получать новые научные и прикладные результаты (ПК-1)	Знает	Методологию проведения твердофазного синтеза и исследования в области элементоорганической химии.
	Умеет	Определять цель и задачи исследования, планировать и осуществлять экспериментальное исследование;
	Владеет	Навыками поиска и критического анализа информации по тематике проводимых исследований; навыками планирования научного исследования, анализа получаемых результатов и формулировки выводов; навыками представления и продвижения результатов интеллектуальной деятельности.
владением теорией и навыками практической работы в избранной области химии (ПК-2)	Знает	Теоретические основы твердофазных процессов. Методы синтеза твердофазных материалов, в том числе метод механохимической активации, физические и химические методы гомогенизации исходной смеси, методы получения монокристаллов. Методы получения тонких пленок.
	Умеет	Выбирать наиболее рациональный метод осуществления твердофазного синтеза.
	Владеет	Навыками работы с механохимическим активатором.

№ п/п	Контролируемые разделы / темы дисциплины	Коды и этапы формирования компетенций	Оценочные средства - наименование		
			текущий контроль	промежуточная аттестация	
1.	<p>Раздел 1. Процессы дефектообразования и механизм твердофазных реакций. Тема 1. Процессы дефектообразования и механизм твердофазных реакций. Процессы дефектообразования и механизм твердофазных реакций. Явления разноточения в кристаллах. Взаимодействие точечных дефектов. Физико-химические факторы, определяющие механизм твердофазных реакций. Механизм твердофазных превращений без изменения состава. Тема 2. Линейные (дислокации) и планарные дефекты. Краевая дислокация. Вектор Бюргерса. Плотность дислокаций. Теория твердофазного взаимодействия.</p>	<p>способностью использовать и развивать теоретические основы традиционных и новых разделов химии при решении профессиональных задач (ОПК-1)</p>	<p><b>Знает:</b> Достоинства и недостатки твердофазных процессов. Зависимость состава и структуры получающихся соединений от природы исходных веществ и условий синтеза.</p>	<p>Проверка отчета по лабораторным работам №№13-17. (ПР-6), Собеседование (УО-1). Тестирование (ПР-1).</p>	<p>Сдача коллоквиумов №2 (УО-2) (в соответствии с рейтинговой оценкой знаний). Экзаменационные вопросы №№ 1-20</p>
			<p><b>Умеет:</b> Предлагать или предполагать механизмы протекающих процессов.</p>	<p>Проверка отчета по лабораторным работам №№13-17. (ПР-6), Собеседование (УО-1). Тестирование (ПР-1).</p>	<p>Сдача коллоквиумов №2 (УО-2) (в соответствии с рейтинговой оценкой знаний). Экзаменационные вопросы №№ 1-20</p>
			<p><b>Владеет:</b> Базовыми знаниями, необходимыми для интерпретации полученных результатов.</p>	<p>Проверка отчета по лабораторным работам №№13-17. (ПР-6), Собеседование (УО-1). Тестирование (ПР-1).</p>	<p>Сдача коллоквиумов №2 (УО-2) (в соответствии с рейтинговой оценкой знаний). Экзаменационные вопросы №№1-20</p>
2.	<p>Раздел 2. Метод механохимической активации. Тема 4. Механохимический синтез полиэлементоорганических осилоксанов.</p>	<p>способностью реализовать нормы техники безопасности в лабораторных и технологических условиях</p>	<p><b>Знает:</b> Правила обращения с химическими реактивами, посудой, правила работы с механохимическими реактивами.</p>	<p>Собеседование перед выполнением лабораторных работ (УО-1). Тестирование (ПР-1).</p>	<p>Сдача коллоквиумов №2 (УО-2) (в соответствии с рейтинговой оценкой знаний).</p>

	<p>Правила техники безопасности при работе в химической лаборатории.</p> <p>Правила оказания первой помощи в химической лаборатории.</p>	(ОПК-3)	ким активатором.		Экзаменационные вопросы №№29-30
			<p><b>Умеет:</b></p> <p>Осуществлять очистку и получение химических веществ с соблюдением правил техники безопасности.</p>	Проверка отчета по лабораторным работам №№13-17.	Сдача коллоквиумов №2 (УО-2) (в соответствии с рейтинговой оценкой знаний). Экзаменационные вопросы №№29-30
			<p><b>Владеет:</b></p> <p>Навыками обращения с химическими реактивами, посудой, механохимическим активатором.</p>	Проверка отчета по лабораторным работам №№13-17.	Сдача коллоквиумов №2 (УО-2) (в соответствии с рейтинговой оценкой знаний). Экзаменационные вопросы №№29-30
3.	<p>Раздел 2. Метод механохимической активации.</p> <p>Тема 1. Кинетика и энергетический баланс в механохимических превращениях.</p> <p>Тема 2. Механохимическое активирование индивидуальных реагентов и их смесей.</p> <p>Тема 3. Синтез органических и элементоорганических соединений в условиях механохимической активации.</p> <p>Тема 4. Механохимический синтез полиэлементоорганических соединений.</p>	<p>способностью проводить научные исследования по сформулированной тематике, самостоятельно составлять план исследования и получать новые научные и прикладные результаты (ПК-1)</p>	<p><b>Знает:</b></p> <p>Методологию проведения синтеза и исследования в области элементоорганической химии.</p>	Проверка отчета по лабораторной работе №18. (ПР-6), Собеседование (УО-1).	Сдача коллоквиумов №2 (УО-2) (в соответствии с рейтинговой оценкой знаний). Экзаменационные вопросы №№14-24
			<p><b>Умеет:</b></p> <p>Определять цель и задачи исследования, планировать и осуществлять экспериментальное исследование;</p>	Проверка отчета по лабораторной работе №9 (ПР-6), Собеседование (УО-1). Выполнение творческого задания (ПР-13). Участие в групповой дискуссии (УО-4).	Сдача коллоквиумов №2 (УО-2) (в соответствии с рейтинговой оценкой знаний). Экзаменационные вопросы №№14-24

			<p><b>Владеет:</b>          Навыками поиска и критического анализа информации по тематике проводимых исследований; навыками планирования научного исследования, анализа получаемых результатов и формулировки выводов; навыками представления и продвижения результатов интеллектуальной деятельности.</p>	<p>Проверка отчета по лабораторной работе №18 (ПР-6),          Собеседование (УО-1).          Выполнение творческого задания (ПР-13)</p>	<p>Сдача коллоквиумов №2 (УО-2) (в соответствии с рейтинговой оценкой знаний).          Экзаменационные вопросы №№14-24</p>
4.	<p>Раздел 3. Методы синтеза твердофазных материалов.          Классификация методов.          Тема 1. Синтезы с использованием физических методов гомогенизации исходной смеси.          Керамический метод.          Самораспространяющийся высокотемпературный метод. Синтез с использованием высокотемпературного нагрева.          Тема 2. Синтезы с использованием химических методов гомогенизации</p>	<p>владением теорией и навыками практической работы в избранной области химии (ПК-2)</p>	<p><b>Знает:</b>          Теоретические основы твердофазных процессов.          Методы синтеза твердофазных материалов, в том числе метод механохимической активации, физические и химические методы гомогенизации исходной смеси, методы получения монокристаллов. Методы получения тонких пленок.</p>	<p>Проверка отчета по лабораторной работе №18 (ПР-6),          Собеседование (УО-1).          Участие в групповой дискуссии (УО-4).</p>	<p>Сдача коллоквиумов №2 (УО-2) (в соответствии с рейтинговой оценкой знаний).          Экзаменационные вопросы №№14-24</p>
			<p><b>Умеет:</b>          Выбирать наиболее</p>	<p>Проверка отчета по лабораторной</p>	<p>Сдача коллоквиумов №2 (УО-2)</p>

	исходной смеси. Золь-гель метод. Тема 3.Методы получения монокристаллов и тонких пленок.		рациональный метод осуществления твердофазного синтеза.	работе №18 (ПР-6), Собеседование (УО-1). Выполнение творческого задания (ПР-13) Участие в групповой дискуссии (УО- 4).	(в соответствии с рейтинговой оценкой знаний). Экзаменационн ые вопросы №№14-24
			<b>Владеет:</b> Навыками работы с механохимичес ким активатором.	Проверка отчета по лабораторной работе №18 (ПР-6), Собеседование (УО-1). Выполнение творческого задания (ПР-13) Участие в групповой дискуссии (УО- 4)	Сдача коллоквиумов №2 (УО-2) (в соответствии с рейтинговой оценкой знаний). Экзаменационн ые вопросы №№14-24

## II. Шкала оценивания уровня сформированности компетенций по дисциплине «Твердофазный синтез элементоорганических соединений»

Код и формулировка компетенции	Этапы формирования компетенции		критерии	показатели	баллы
способностью использовать и развивать теоретические основы традиционных и новых разделов химии при решении профессиональных задач (ОПК-1)	знает (пороговый уровень)	Знания о достоинствах и недостатках твердофазных процессов	Уровень сформированности, прочности и глубины знаний о достоинствах и недостатках твердофазных процессов	Способность квалифицированно рассказать о достоинствах и недостатках твердофазных процессов; зависимости состава и структуры получающихся соединений от природы исходных веществ и условий синтеза.	61-75

	умеет (продвинутой)	Умение предлагать или предполагать механизмы протекающих процессов.	Уровень сформированности умения предполагать механизмы протекающих процессов.	Способность предлагать или предполагать механизмы протекающих процессов. Умение объяснять зависимости состава и структуры получающихся соединений от природы исходных веществ и условий синтеза	76-85
	владеет (высокий)	Базовыми знаниями, необходимым и для интерпретации и полученных результатов.	Уровень сформированности навыка интерпретации полученных результатов.	Способность интерпретации полученных экспериментальных результатов на основе теоретических разделов курса.	86-100
способностью реализовать нормы техники безопасности в лабораторных и технологических условиях (ОПК-3)	знает (пороговый уровень)	Правила обращения с химическими реактивами, посудой, правила работы с механохимическим активатором.	Уровень сформированности, прочности и глубины знаний о правилах техники безопасности при работе с химическими реактивами, посудой, механохимическим активатором	Способность сформулировать правила обращения с химическими реактивами, посудой, правила работы с механохимическим активатором.	61-75

	умеет (продвинутый)	Осуществлять очистку и получение химических веществ с соблюдением правил техники безопасности.	Уровень сформированности умения осуществлять очистку и получение химических веществ с соблюдением правил техники безопасности.	Способность осуществлять очистку и получение химических веществ в условиях твердофазного синтеза с соблюдением правил техники безопасности.	76-85
	владеет (высокий)	Навыками обращения с химическими реактивами, посудой, оборудованием.	Уровень сформированности навыка обращения с химическими реактивами, посудой, оборудованием.	Сформированные навыки обращения с химическими реактивами, посудой, механохимическим активатором.	86-100
способностью проводить научные исследования по сформулированной тематике, самостоятельно составлять план исследования и получать новые научные и прикладные результаты (ПК-	знает (пороговый уровень)	методологию проведения твердофазного синтеза и исследований в области элементоорганической химии	Уровень сформированности, прочности и глубины знаний о методологию проведения твердофазного синтеза.	Способность объяснить методологию проведения твердофазного синтеза и исследований в области элементоорганической химии	61-75

1)	умеет (продвинутый)	проводить научные исследования по сформулированной тематике, самостоятельно составлять план исследования и получать новые научные и прикладные результаты	Уровень сформированности умения определять цель и задачи исследования, планировать и осуществлять экспериментальное исследование, получать новые результаты;	Способность определять цель и задачи исследования, планировать и осуществлять экспериментальное исследование, получать новые результаты;	76-85
	владеет (высокий)	Навыками поиска и критического анализа информации; планирования научного исследования, анализа получаемых результатов и формулировки выводов;	Уровень сформированности навыков поиска и критического анализа информации, планирования научного исследования, анализа получаемых результатов и формулировки выводов;	Способность поиска и критического анализа информации по тематике проводимых исследований; Способность планирования научного исследования, анализа получаемых результатов и формулировки выводов;	86-100
владением теорией и навыками практической работы в избранной области химии (ПК-2)	знает (пороговый уровень)	Теория и практика твердофазного синтеза	Уровень знаний по теории и практике твердофазного синтеза	Способность объяснить: теоретические основы твердофазных процессов. Методы синтеза твердофазных материалов, в том числе метод механохимической активации, физические и химические методы гомогенизации исходной смеси, методы получения	61-75

				монокристаллов. Методы получения тонких пленок.	
	умеет (продвинутый)	Умение выбирать метод синтеза и выполнять его.	Уровень сформированности умения выбирать и осуществлять наиболее рациональный метод твердофазного синтеза.	Способность выбирать и осуществлять наиболее рациональный метод твердофазного синтеза.	76-85
	владеет (высокий)	навыками практической работы в избранной области химии	Навыками работы с механохимическим активатором.	Способность осуществлять механохимический синтез элементоорганических соединений.	86-100

### 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.

### **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.

2. Коллоквиум (УО-2) (Средство контроля усвоения учебного материала темы, раздела или разделов дисциплины, организованное как учебное занятие в виде собеседования преподавателя с обучающимися.)- Вопросы по темам/разделам дисциплины.

4. Доклад (УО-3) Продукт самостоятельной работы обучающегося, представляющий собой публичное выступление по представлению полученных результатов решения определенной учебно-практической, учебноисследовательской или научной задачи.

3. Групповая дискуссия (УО-4) (Групповая дискуссия – рассмотрение, анализ различных позиций, точек зрения ученых на содержание той или иной проблемы, концепции выбора путей практической реализации стоящих перед обучающимися задач.) - Тема, вопросы для обсуждения. Задания для подготовки.

4. Экзамен (Средство промежуточного контроля) – Вопросы к экзамену, образцы билетов.

### **Вопросы к экзамену**

#### **Вопросы к экзамену**

1. Классификация твердофазных материалов по составу
2. Классификация твердофазных материалов по структурному признаку
3. Классификация твердофазных материалов по свойствам и функциям.
4. Элементарные кристаллы.
5. Ионные кристаллы.
6. Ковалентные кристаллы.

7. Интерметаллиды.
8. Стекла.
9. Полимеры.
10. Термодинамическая оценка возможности твердофазного взаимодействия.
11. Термодинамика фазовых равновесий. Фазовые диаграммы.
12. Процессы дефектообразования и механизм твердофазных реакций.
13. Явления разноточения в кристаллах. Взаимодействие точечных дефектов.
14. Физико-химические факторы, определяющие механизм твердофазных реакций.
15. Механизм твердофазных превращений без изменения состава.
16. Кинетика твердофазных реакций. Основные понятия и методы изучения кинетики твердофазных реакций.
17. Энергия активации твердофазных реакций.
18. Природа активного состояния твердых тел.
19. Физические основы механохимии и механохимической активации.
20. Кинетика механохимических превращений.
21. Механохимический синтез элементоорганических соединений.
22. Влияние условий механической обработки на синтез и свойства химических соединений.
23. Вопросы теории и применения механохимического синтеза неорганических и органических соединений
24. Методы синтеза твердофазных материалов.
25. Синтезы с использованием физических методов гомогенизации исходной смеси.
26. Синтезы с использованием химических методов гомогенизации исходной смеси.
27. Методы получения монокристаллов.
28. Методы получения тонких пленок.
29. Правила техники безопасности при работе в химической лаборатории.
30. Правила оказания первой помощи в химической лаборатории.

### **Вопросы собеседований при проверке готовности к лабораторным работам:**

#### **Тема: Меры предосторожности при работе в лаборатории**

1. Где необходимо производить все опыты с ядовитыми, неприятно пахнущими веществами, упаривание кислот и растворов?
2. Где необходимо производить опыты с легко воспламеняющимися веществами?
3. Какие правила необходимо соблюдать при работе с натрием и другими щелочными металлами?
4. При нагревании растворов в пробирке как следует ее держать?

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

6. Как определить запах пахучих веществ, в том числе и выделяющихся газов?

7. Какие правила необходимо соблюдать при работе с твердыми щелочами (измельчение крупных кусочков, наполнение щелочью осушительных колонок, приготовление смесей для сплавления и т.д.)?

8. Какие правила необходимо соблюдать при разбавлении концентрированных кислот, особенно серной?

9. Какие правила необходимо соблюдать при работе с легко воспламеняющимися жидкостями?

10. Какие правила необходимо соблюдать при работе с остатками соединений ртути, других токсичных веществ, а также соединений редких и ценных металлов?

11. Какие правила необходимо соблюдать при работе со стеклянными приборами, содержащими остатки белого и красного фосфора?

12. Какие правила необходимо соблюдать при работе со стеклянной посудой?

13. Какие правила необходимо соблюдать при работе на ротор-испарителе?

14. Какие правила необходимо соблюдать при работе на механо-химическом активаторе?

### **Оказание первой помощи в лаборатории**

1. Что необходимо делать при попадании на кожу (рук, лица и т.д.) концентрированных кислот (серной, азотной, уксусной и т.д.)?

2. Что необходимо делать при ожоге кожи растворами щелочей или кислот?

3. Что необходимо делать при попадании брызг кислоты или щелочи в глаза?

4. Что необходимо делать при ожоге горячими предметами (стекло, металлы и т.д.)?

6. Что необходимо делать при отравлении хлором, бромом, сероводородом, окисью углерода?

### **Вопросы собеседований при проверке теоретического материала**

#### **Раздел 1. Процессы дефектообразования и механизм твердофазных реакций**

1. Явления разночтения в кристаллах.

2. Взаимодействие точечных дефектов.

3. Физико-химические факторы, определяющие механизм твердофазных реакций.

4. Механизм твердофазных превращений без изменения состава.

5. Краевая дислокация.

6. Вектор Бюргерса.
7. Плотность дислокаций.
8. Теория твердофазного взаимодействия.

### **Раздел 2. Метод механохимической активации**

1. Основные понятия и методы изучения кинетики твердофазных реакций.
2. Энергия активации твердофазных реакций.
3. Механохимическое активирование индивидуальных реагентов и их смесей.
4. Природа активного состояния твердых тел.
5. Физические основы механохимии и механохимической активации.
6. Кинетика механохимических превращений.
7. Условия механохимической активации. Время синтеза, соотношение исходных веществ, масса насадки и полезной загрузки, тип активатора.
8. Синтез мономерных и полимерных соединений.
9. Особенности синтезов, в зависимости от применяемых реакций, природы исходных веществ, условий активации.
10. Синтез полиметаллоорганосилоксанов методом механохимической активации. Достоинства и недостатки метода.

### **Раздел 3. Методы синтеза твердофазных материалов.**

#### **Классификация методов.**

1. Синтезы с использованием физических методов гомогенизации исходной смеси.
2. Синтезы с использованием химических методов гомогенизации исходной смеси.
3. Методы получения монокристаллов.
4. Методы получения тонких пленок.
5. Физико-химические методы исследования элементоорганических соединений.

#### **Вопросы коллоквиумов**

##### **Раздел 1. Процессы дефектообразования и механизм твердофазных реакций**

#### **План коллоквиума № 1**

1. Классификация твердофазных материалов по составу
2. Классификация твердофазных материалов по структурному признаку
3. Классификация твердофазных материалов по свойствам и функциям.
4. Элементарные кристаллы.
5. Ионные кристаллы.
6. Ковалентные кристаллы.
7. Интерметаллиды.
8. Стекла.
9. Полимеры.
10. Термодинамическая оценка возможности твердофазного взаимодействия.
11. Термодинамика фазовых равновесий. Фазовые диаграммы.

12. Процессы дефектообразования и механизм твердофазных реакций.
13. Явления разноточения в кристаллах. Взаимодействие точечных дефектов.
14. Физико-химические факторы, определяющие механизм твердофазных реакций.

## **Раздел 2. Метод механохимической активации**

### **План коллоквиума № 2**

1. Механизм твердофазных превращений без изменения состава.
2. Кинетика твердофазных реакций. Основные понятия и методы изучения кинетики твердофазных реакций.
3. Энергия активации твердофазных реакций.
4. Природа активного состояния твердых тел.
5. Физические основы механохимии и механохимической активации.
6. Кинетика механохимических превращений.
7. Механохимический синтез элементоорганических соединений.
8. Влияние условий механической обработки на синтез и свойства химических соединений.
9. Вопросы теории и применения механохимического синтеза неорганических и органических соединений
10. Методы синтеза твердофазных материалов.
11. Правила техники безопасности при работе в химической лаборатории.
12. Правила оказания первой помощи в химической лаборатории.

### **Перечень дискуссионных тем для групповой дискуссии**

**Тема: Обсуждение результатов проведенного твердофазного синтеза на научном семинаре.**

**Метод:** Научная дискуссия. Групповое обсуждение результатов.

Примеры вопросов для обсуждения:

1. Почему полученное в продуктах соотношение элементов отличается от заданного?
2. Отличается ли состав продуктов, полученных вами в условиях механохимической активации от аналогичных продуктов, полученных в растворе?
3. Можете ли вы предложить механизм процесса?
4. Предложите способы увеличения выхода продукта.

## **II. Письменные работы**

1. Тест (ПР-1) (Система стандартизированных заданий, позволяющая автоматизировать процедуру измерения уровня знаний и умений обучающегося) - Фонд тестовых заданий.
2. Творческое задание (ПР-13) (Частично регламентированное задание, имеющее нестандартное решение и позволяющее диагностировать умения, интегрировать знания различных областей, аргументировать собственную точку зрения) - Темы индивидуальных творческих заданий по подготовке урока.

4. Лабораторная работа (ПР -6).(Средство для закрепления и практического освоения материала по определенному разделу) - Комплект лабораторных заданий представлен в приложении 3.

### Тестовые задания для текущей проверки

**Тема: Механохимия и механохимическая активация твердых тел**

**Выберите правильные ответы:**

1. Термин «механохимия» относится к:
  - а) механическим реакциям между твёрдыми веществами и жидкостями;
  - б) механическим реакциям с веществами во всех агрегатных состояниях;
  - в) механическим реакциям между твёрдыми веществами и газами;
  - г) механическим реакциям между твёрдыми веществами.
2. В каких центрах проводятся исследования по механохимии:
  - а) институт кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН;
  - б) институт физической химии и химической физики РАН;
  - в) институт физики твёрдого тела РАН;
  - г) физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН;
  - д) физико-технологический институт РАН.
3. В основу работ, посвящённых использованию мельниц для проведения механической активации, положены принципы:
  - а) при механической обработке поле напряжений возникает во всём объёме твёрдой частицы;
  - б) при механической обработке поле напряжений возникает не во всём объёме твёрдой частицы;
  - в) чередование процессов возникновения поля напряжений и его релаксации;
  - г) одновременное протекание процессов возникновения поля напряжений и его релаксации.
4. Реакция относится к механической активации, если:
  - а) время механического воздействия и формирования поля напряжений больше времени химической реакции;
  - б) время механического воздействия и формирования поля напряжений меньше времени химической реакции;
  - в) время механического воздействия и формирования поля напряжений равно времени химической реакции.
5. Мягкий механохимический синтез по Е.Г. Аввакумову это:
  - а) использование реагентов с низкой твёрдостью;
  - б) использование в качестве реагентов кристаллогидратов;
  - в) проведение синтеза при низкой температуре;
  - г) проведение синтеза при низком давлении.
6. Какими процессами сопровождается релаксация поля напряжений:
  - а) исчезновение дефектов в кристаллах
  - б) поглощение тепла;
  - в) выделение тепла;

**Тема: «Процессы дефектообразования и механизм твёрдофазных реакций»**

**Выберите правильные ответы:**

1. К появлению структурных дефектов ведёт
  1. Повышение температуры.
  2. Понижение температуры.
  3. Повышение давления.
2. Символ  $A_i$  используется для обозначения:
  1. Атом  $A$ , занимающий регулярный узел.
  2. Свободное междоузлие.
  3. Атом  $A$  в междоузлие.
3. В простейшем бинарном кристалле  $AB$  возможно образование:
  1.  $V_A$ ,  $V_B$  и  $A_i$ ,  $B_i$ .
  2. Только  $V_A$  и  $V_B$ .
  3. Только  $A_i$  и  $B_i$ .
4. Атомные дефекты это:
  1. Вакансии.
  2. «Внедрённые атомы».
  3. Границы зёрен.
5. «Внедрённые атомы» это:
  1. Вид точечного дефекта.
  2. Ориентационное разупорядочение.
  3. Дислокация.
6. Если атом, покидая регулярные узлы решётки, переходит на поверхность кристалла, достраивая его, то образуется вид дефектов:
  1. Экстраплоскость.
  2. Вакансия.
  3. «Внедрённый атом».
7. В решётке бинарного кристалла вакансии в металлической подрешётке являются:
  1. Акцепторами или донорами.
  2. Только донорами.
  3. Только акцепторами.

**Тема: Кинетика и энергетический баланс в механохимических превращениях**

**Закончите выражения:**

1. Термодинамическая оценка возможности твёрдофазного взаимодействия заключается в следующем...
2. Термодинамика фазовых равновесий заключается в следующем...
3. Фазовые диаграммы – это....
4. Процессы дефектообразования заключаются в следующем...
5. Механизм твёрдофазных реакций заключается в следующем...
6. Явления разнотечения в кристаллах заключается в следующем...
7. Взаимодействие точечных дефектов заключается в следующем...

8. Физико-химические факторы, определяющие механизм твердофазных реакций –это...
9. Механизм твердофазных превращений без изменения состава заключается в следующем...
10. Кинетика твердофазных реакций заключается в следующем...
11. Основные понятия и методы изучения кинетики твердофазных реакций – это...
12. Энергия активизации твердофазных реакций заключается в следующем...
13. Природа активного состояния твердых тел заключается в следующем...
14. Физические основы механохимии и механохимической активации заключаются в следующем...
15. Кинетика механохимических превращений заключается в следующем...
16. Механохимический синтез элементоорганических соединений применен для следующих классов соединений...
17. Влияние условий механической обработки на синтез и свойства химических соединений заключается в следующем...

**Тема: Методы синтеза твердофазных материалов. Классификация методов.**

**Закончите выражения:**

1. Методы синтеза твердофазных материалов –это...
2. Синтезы с использованием физических методов гомогенизации исходной смеси заключаются в следующем...
3. Синтезы с использованием химических методов гомогенизации исходной смеси заключается в следующем...
4. Методы получения монокристаллов заключается в следующем...
5. Методы получения тонких пленок заключается в следующем...

**Тесты для проверки тем, вынесенных на самостоятельное изучение**

**Закончите выражения:**

1. . Классификация твердофазных материалов по составу заключается в следующем...
2. Классификация твердофазных материалов по структурному признаку заключается в следующем...
3. Классификация твердофазных материалов по свойствам и функциям заключается в следующем...
4. Элементарные кристаллы – это...
5. Ионные кристаллы – это...
6. Ковалентные кристаллы –это...
7. Интерметаллиды –это...
8. Стекла – это...
9. Полимеры –это...

**Темы индивидуальных творческих заданий/проектов**

**Индивидуальные творческие задания (проекты):**

## **Тема №1. Проведение механохимического синтеза вещества. Выделение продукта.**

**Метод:** Исследовательский. Работа по индивидуальному заданию.  
Индивидуальное задание:

- Проведение механохимического синтеза вещества; формула вещества и количество вещества согласуются с преподавателем. Методика синтеза подбирается, исходя из природы вещества и анализа литературных источников.
- Изучение зависимости выхода продуктов от различных факторов: времени активации, природы исходных веществ, массы насадки и других.
- Изучение состава и структуры полученных соединений.

## **Темы №2 Изучение состава и структуры полученных соединений**

**Метод:** Исследовательский. Работа по индивидуальному заданию.

При исследовании структуры использовать современные физико-химические методы.

**Задание на дом:** Подготовка сообщения о полученных результатах ,с их презентацией.

План сообщения:

1. Цели и задачи исследования;
2. Результаты и их обсуждение;
3. Выводы.



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

---

**ШКОЛА ЕСТЕСТВЕННЫХ НАУК**

## **МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ**

**по дисциплине «Твердофазный синтез элементоорганических соединений»**  
**Направление подготовки 04.04.01 Химия**  
Магистерская программа «Фундаментальные химические исследования веществ и процессов»  
**Форма подготовки очная**

**Владивосток**  
**2018**

**Н.П. Шапкин, А.А. Капустина, И.В. Свистунова, В.В. Баженов**

**МЕТОДИЧЕСКОЕ ПОСОБИЕ ПО ХИМИИ НЕОРГАНИЧЕСКИХ И  
ЭЛЕМЕНТООРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ**

Учебное пособие

Владивосток  
2009

**Н.П. Шапкин, А.А. Капустина, И.В. Свистунова, В.В. Баженов**

**МЕТОДИЧЕСКОЕ ПОСОБИЕ ПО ХИМИИ НЕОРГАНИЧЕСКИХ И  
ЭЛЕМЕНТООРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ**

Учебно-методическое пособие

Владивосток  
ИЗДАТЕЛЬСТВО ДАЛЬНЕВОСТОЧНОГО УНИВЕРСИТЕТА  
2009

**Рецензент Н.Н. Жамская профессор кафедры неорганической химии  
Дальневосточного технического рыбохозяйственного университета, к.х.н.,  
профессор.**

**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. – 47 с.

Пособие составлено преподавателями кафедры неорганической и элементоорганической химии Института химии и прикладной экологии ДВГУ. В нем кратко рассмотрены теоретические представления о синтезе и реакционной способности некоторых элементоорганических соединений, в том числе  $\beta$ -дикетонатов металлов. Приведены методики получения широкого круга этих соединений. Содержание методического пособия соответствует программе спецкурсов по химии элементоорганических соединений и химии неорганических полимеров.

Пособие рекомендовано для студентов химического факультета, изучающих элементоорганическую химию и химию координационных соединений. Печатается по решению учебно-методического совета ДВГУ.

В данной РПУД приведено не все пособие, а лишь та его часть, которая касается твердофазного синтеза.

### **Синтез 1 ( $1^1-1^4$ )**

В активатор колебательного типа помещали 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 использовали стальные шары диаметром 12 мм. Соотношение массы насадки к массе полезной загрузки составило 1.8.

Активацию проводили при частоте 2.5 Гц: синтез  $1^1$  – 30 минут, синтез  $1^2$  – 1 час, синтез  $1^3$  – 2 часа, синтез  $1^4$  – 3 часа. Реакционную смесь делили на растворимую и нерастворимую фракции толуолом в аппарате Сокслета. Затем проводили элементный анализ всех фракций.

### **Синтез 2 ( $2^1-2^3$ )**

В активатор колебательного типа помещали 1.29 г (0.01 моль) полифенилсилоксана и 1.507 г (0.01 моль) оксида олова. Соотношение Si/Sn равнялось 4:1. В качестве активирующей насадки использовали стальные шары диаметром 12 мм. Соотношение массы насадки к массе полезной загрузки составило 1.8.

Активацию проводили при частоте 2.5 Гц: синтез  $2^1$  – 30 минут, синтез  $2^2$  – 1 час, синтез  $2^3$  – 2 часа. Реакционную смесь делили на растворимую и нерастворимую фракции толуолом в аппарате Сокслета. Затем проводили элементный анализ всех фракций.

### **Синтез 3 ( $3^1$ )**

В активатор колебательного типа помещали 1.313 г (0.0196 моль) полиметилсилоксана и 2.953 г (0.0198 моль) оксида олова. Соотношение Si/Sn равнялось 1:1. В качестве активирующей насадки использовали стальной шар диаметром 8 мм и массой 7.67 г. Соотношение массы насадки к массе полезной загрузки составило 1.8.

Активацию проводили при частоте 2.5 Гц: синтез  $3^1$  – 2 часа. Продукт синтеза  $3^1$  делили на растворимую и нерастворимую фракции экстракцией толуолом в аппарате Сокслета.

### **Синтез 4 ( $4^1-4^3$ )**

В вибрационную мельницу помещали 6.45 г (0.05 моль) полифенилсилоксана и 5.1 г (0.05 моль) оксида алюминия. Соотношение Si/Al равнялось 1:2. В качестве активирующей насадки использовали два стальных шара диаметром 10 мм и 12 мм, массой 11.3 г и 8.7 г соответственно. Соотношение массы насадки к массе полезной загрузки составило 1.8.

Механохимическую активацию проводили в вибрационной мельнице при частоте 200 оборотов в минуту в течение следующих промежутков времени: 30 минут (синтез  $4^1$ ), 1 час (синтез  $4^2$ ), 2 часа (синтез  $4^3$ ).

Реакционную смесь делили на растворимую и нерастворимую фракции экстракцией толуолом в аппарате Сокслета. Для экстракции бралась вся реакционная масса. Об окончании экстракции судили по прекращению уменьшения массы нерастворимой фракции. Далее из растворимой фракции

отгоняли толуол, сушили сначала на воздухе, а затем в вакуумном шкафу при температуре около 100°C до постоянной массы. Нерастворимую фракцию также сушили в вакуумном шкафу при тех же условиях.

При использовании центробежно-планетарной мельницы время активации составляет от 1 минуты до 5 минут.

#### **Синтез 5 (5<sup>1</sup>-5<sup>3</sup>)**

В центробежно-планетарную мельницу помещали 6.45 г (0.05 моль) полифенилсилоксана и 2.55 г (0.025 моль) оксида алюминия. Соотношение Si/Al равнялось 1:1. В качестве активирующей насадки использовали пластмассовые шары. Соотношение массы насадки к массе полезной загрузки составило 1.8.

Механохимическую активацию проводили при частоте 650 оборотов в минуту в течение следующих промежутков времени: 1 минута (синтез 5<sup>1</sup>), 2 минуты (синтез 5<sup>2</sup>), 3 минуты (синтез 5<sup>3</sup>).

Реакционную смесь делили на растворимую и нерастворимую фракции аналогично предыдущим синтезам.

#### **Синтез 6 (6<sup>1</sup>-6<sup>3</sup>)**

В активатор вибрационного типа помещали 1.94 г (0.015 моль) полифенилсилоксана и 0.67 г (0.005 моль) безводного хлорида алюминия(III). Соотношение Si/Co равнялось 3:1. В качестве активирующей насадки использовали стальной шар диаметром 8 мм и массой 4.9 г. Соотношение массы насадки к массе полезной загрузки составило 1.9.

Активацию проводили при частоте 200 оборотов в минуту в течение следующих промежутков времени: 1 час (синтез 6<sup>1</sup>), 2 часа (синтез 6<sup>2</sup>), 3 часа (синтез 6<sup>3</sup>).

Реакционную смесь делили на растворимую и нерастворимую фракции экстракцией толуолом в аппарате Сокслета. Для экстракции бралась вся реакционная масса. Об окончании экстракции судили по прекращению уменьшения массы нерастворимой фракции.

#### **Синтез 7 (7<sup>4</sup>-7<sup>6</sup>)**

В активатор вибрационного типа помещали 2.58 г (0.02 моль) полифенилсилоксана и 1.32 г (0.01 моль) хлорида кобальта(II). Соотношение Si/Co равнялось 2:1. В качестве активирующей насадки использовали стальной шар диаметром 10 мм и массой 7.5 г. Соотношение массы насадки к массе полезной загрузки составило 1.9.

Активацию проводили при частоте 200 оборотов в минуту в течение следующих промежутков времени: 1 час (синтез 7<sup>4</sup>), 2 часа (синтез 7<sup>5</sup>), 3 часа (синтез 7<sup>6</sup>).

Реакционную смесь делили на две части по 1.95 г. Одну часть делили на растворимую и нерастворимую фракции экстракцией толуолом в аппарате Сокслета. Для экстракции бралась вся реакционная масса. Об окончании экстракции судили по прекращению уменьшения массы нерастворимой фракции.

Вторую часть растворяли в диметилформамиде (ДМФА), выливали в воду и отфильтровывали выпавший осадок.

### ***Синтез 8***

В активатор колебательного типа помещали 5.0 г (0.0084 моль) комплекса хлорида кобальта с диметилсульфоксидом (ДМСО) и 3.2 г (0.018 моль) фенилсиланолята натрия. В качестве активирующей насадки использовали стальные шары массой 15.6 г и диаметром 11 мм. Соотношение массы насадки к массе полезной загрузки составило 1.8.

Активацию проводили в течение 4 часов. Реакционную смесь делили на растворимую и нерастворимую фракции экстракцией толуолом в аппарате Сокслета. Нерастворимую фракцию промывали горячей водой до отрицательной реакции на хлорид-ион.

При введении полифенилсилоксана и хлоридов металлов в центробежно-планетарную мельницу время активации варьируют от 1 минуты до 5 минут.

### ***Синтез 9***

В планетарную мельницу помещали 3.5 г (0.015 моль) фенилсиликоната натрия, 0.8 г (0.005 моль) безводного хлорида железа(III) и подвергали механохимической обработке в течение 5 минут. Соотношение массы насадки к массе полезной загрузки составило 10. В качестве насадки использовали стальные шары диаметром 5 мм.

Растворимую фракцию выделяли экстракцией толуолом в аппарате Сокслета. Образовалась только растворимая фракция.

### ***Синтез 10***

В вибрационную мельницу помещали 2.7 г (0.015 моль) полифенилсиликоната натрия, 1.35 г (0.005 моль) шестиводного хлорида железа(III). Механохимическую активацию вели в течение 3 часов. В качестве насадки использовали стальные шары диаметром 15 мм и общей массой 7.29 г. Соотношение массы насадки к массе полезной загрузки составляло 1.8.

Растворимую фракцию выделяли экстракцией толуолом в аппарате Сокслета. Нерастворимую – путем отделения от нее водорастворимой неорганической части (хлорида натрия) до отрицательной реакции на хлорид-ион.

Относительная массовая доля растворимой фракции – 52.4%, нерастворимой фракции – 47.6%