

Документ подписан простой электронной подписью

Информация о владельце:

ФИО: Локтионова Оксана Геннадьевна

Должность: проректор по учебной работе

Дата подписания: 23.01.2023 23:37:34

Уникальный программный ключ:

0b817ca911e6668abb10e1d692a511e666670875d12a9c0175e1089

## МИНОБРАЗОВАНИЯ РОССИИ

Федеральное государственное бюджетное образовательное  
учреждение высшего образования  
«Юго-Западный государственный университет»  
(ЮЗГУ)

Кафедра фундаментальной химии и химической технологии



### **НИР СТУДЕНТОВ. Часть 2. ЗАПИСЬ И ПЕРВИЧНАЯ СИСТЕМАТИЗАЦИЯ РЕЗУЛЬТАТОВ ПРИ ИЗУЧЕНИИ НИЗКОТЕМПЕРАТУРНОГО РАЗРУШЕНИЯ МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ В ПРИСУТСТВИИ СОДЕРЖАЩИХ ОКИСЛИТЕЛИ ОБЪЕМНЫХ ФАЗ.**

Методические указания к выполнению НИР при подготовке бакалавров и магистров направлений 18.03.01 и 18.04.01 - Химическая технология

Курск 2016



## Содержание

	стр
Введение	3
Рекомендации по ведению записей в лабораторном журнале	5
1 Фиксирование типов и размеров выбранного реактора	
2 Порядок записи выбранных загрузок реакторов и среды, хода протекания процесса, текущего контроля, внешних воздействий и возникающих нештатных ситуаций	6
3 Записи при выполнении переработки полученной реакционной смеси	8
4 Записи при выполнении переработки реакционных смесей (РС) путем смешения ряда фильтратов и промывных растворов	10
5 Записи при подготовке образцов полученных продуктов и самого металла (сплава) к дополнительному анализу	10
6 Как предложенная форма записи способствует интенсификации НИР	11

### **ВВЕДЕНИЕ**

НИР предполагает не только получение конкретной информации в решении задач, вытекающих из поставленной цели, но и сохранение этой информации на длительное (по крайней мере, на весь срок проведения конкретного этапа НИР с оформлением результатов в рамках КР, ВКР, магистерской диссертации, доклада на конференции, статьи, заявки на патент и т.д.) время, а также обеспечение удобства отыскания и пользования ею в любой момент времени, причем не только самого исполнителя НИР, но и его научного руководителя, а также и иных лиц (при необходимости в этом). Последовательное изложение результатов в хронологическом порядке получения крайне неудобно. Информация поступает неравномерно в течение довольно больших промежутков времени. Это в указанном изложении предопределяет ее фиксацию в различных местах, что очень сложно для отыскания и занимает много времени. К тому же исполнитель, в зависимости от своей квалификации и опыта работы, может далеко не все зафиксировать, исполь-

зовать собственные обозначения и сокращения без должной расшивки и т.д., что ведет к затруднениям пользоваться такими записями не только другим лицам, но и самому исполнителю (то, что хорошо помнится сегодня-завтра, через неделю-месяц может быть полностью вычеркнуто из памяти, не говоря уже об более длительном времени). Положение осложняется еще и тем, что многие исполнители первичные результаты записывают на шпаргалках, чтобы затем перенести в журнал в более «чистом» систематизированном и упорядоченном виде. Но шпаргалки обладают свойством теряться, а их систематизация, упорядочение и перенос в журнал может по каким-то причинам отложиться во времени. Как следствие происходят не только дополнительные затраты времени на эти по существу лишние и в целом никому не нужные операции, но и потеря информации как таковой, что снижает коэффициент полезной работы исполнителя, причем часто значительно (в разы!).

Ниже предлагается табличный вариант записи результатов для каждого проведенного опыта и НИР в целом, обеспечивающий единое место сосредоточения получаемой информации по конкретным направлениям в разное время не только при выполнении конкретного опыта, но и в пределах работы с полученными реакционными смесями, их фазами и т.д.(т.е. в течение дней, недель, месяцев и более). Одновременно предполагается и выполнение первичной обработки, в частности перевод результатов выполняемых по методикам анализов (например мл. пошедшего титранта на пробу и т.д.) в соответствующие концентрации того или иного компонента и т.д..

Предлагаемый вариант предполагает предварительную заготовку и тиражирование таблиц и определение их мест расположения как в пределах отведенного для каждого опыта, так и для каждой серии, опытов и всего этапа НИР в целом. Наличие последних способствует систематизации материала сразу по ходу его получения, сокращает время на запись (вносится только число без подробных разъяснений), позволяет отказаться от промежуточных шпаргалок и в целом дисциплинирует исполнителя.

Структура таблиц зависит от профиля проводимой НИР. Ниже в качестве примера представлен вариант для НИР в области глубокого разрушения металлов и сплавов. Рекомендации по ведению записей в лабораторном журнале для этого случая целесообразно выполнять в указанной последовательности в определенные, предва-


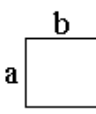

рительно набранные на компьютере и распечатанные на отдельных листах А4 таблицы.

## РЕКОМЕНДАЦИИ ПО ВЕДЕНИЮ ЗАПИСЕЙ В ЛАБОРАТОРНОМ ЖУРНАЛЕ

### 1 ФИКСИРОВАНИЕ ТИПОВ И РАЗМЕРОВ ВЫБРАННОГО РЕАКТОРА

Нужно все выбранные для использования реактора должным образом описывать в обязательной увязке с типом и размерами перемешивающего устройства. Если меняется либо первое, либо второе – это новый реактор. Все реакторы нужно занумеровать и составить таблицу 1.

Таблица 1 – Характеристики используемых в работе реакторов

Преактора, причина перехода на новый реактор	Корпус реактора					Перемешивающее устройство			
	сечение		высота		Диаметр входного отверстия корпуса реактора $\varnothing$ , мм	Материал	лопасть		Использование бисера (иной твердой фазы) и ее количество
	профиль	Размеры, мм.	профиль	Размеры, мм			Размеры	материал	
1		d=							
2		a = b =							
3									
4									
...									
...									
...									
...									

Эта таблица предваряет весь цикл исследований, располагается впереди и заполняется постепенно по мере смены реактора, типа перемешивания в нем, замены корпуса по причине его разрушения или смены материала (стекла на пластик, металл и т.д.) и т.д. Желательно после соответствующего номера указывать дату и причину (плановое исследование, разрушение корпуса, замена лопасти мешалки, смена вала мешалки и т.д.). Следовательно, конец заполнения данной таблицы совпадает с завершением исследований по конкретной тематике.

Данные первого столбца п.1 необходимо своевременно вносить в начальные условия проведения каждого выполненного опыта. Например, опыт №1 реактор №1; опыт №21 реактор №24. Возможны и добавления, не вошедшие в таблицу 1. Например, опыт №... реактор №3 в отсутствие барботажа (протока) воздуха и т.д., опыт №39 реактор №4, без барботажа воздуха, но с бисером в качестве перетирающего агента, а также с охлаждением по ходу корпуса мокрой тряпкой и т.д.

## 2 ПОРЯДОК ЗАПИСИ ВЫБРАННЫХ ЗАГРУЗОК РЕАКТОРОВ И СРЕДЫ, ХОДА ПРОТЕКАНИЯ ПРОЦЕССА, ТЕКУЩЕГО КОНТРОЛЯ, ВНЕШНИХ ВОЗДЕЙСТВИЙ И ВОЗНИКАЮЩИХ НЕШТАТНЫХ СИТУАЦИЙ

Следующая группа таблиц относится к результатам фиксации загрузки, хода протекания процесса и прочих этапов работы в рамках конкретного опыта. Они расположены на одном или нескольких листах и начинаются с обозначения № опыта. Прежде всего нужно должным образом упорядочить записи исходных условий на проведение эксперимента. Здесь нужно ориентироваться на предлагаемую таблицу с предшествующими ей следующими сведениями (таблица 2).

Таблица 2- Форма записи предварительных сведений о процессе

Тип реактора № по табл.1	<i>с протоком воздуха через газовое пространство, с периодическим отводом тепла через стенки; с использованием бисера (иной раздробленной твердой фазы) в количестве... и т.д., т.е. указываются все значимые особенности, неотмеченные в таблице реакторов №1</i>
Металл (сплав)	<i>Листовой, деталь (наименование, желательно фотография), деталь с покрытием (указывается каким), раздробленный (стружка, куски и т.д.) с максимальным линейным размером ... мм, либо после опыта №... с удаленными поверхностными отложениями (без удаления поверхностных отложений) в количестве ... г. Краткое описание поверхности (монотонные... цвета; с пятнами разных размеров ...цвета; с вкраплениями элементов...цвета и т.д. Т.е. нужно дать представление о чистоте разрушаемого объекта, прочие необходимые для понимания сведения. Сказанное выше в полной мере относится и к непрореагировавшему в конкретном опыте металлу. Если берется и БУ, и свежий, указывается массовое соотношение.</i>
Дата и время проведения опыта	<i>Это очень важные характеристики по той причине, что реакционная смесь либо ее фазы (жидкая, т.е. фильтрат (чаще всего) и твердая (свежеотфильтрованная или после высыхания до постоянного веса) могут быть использованы в качестве добавок или же основы для формирования объемной фазы в последующих опытах. А для этого нужно знать, какое время и в каких условиях они хранились до момента использования.</i>
<i>начало (отмечается сразу) промежуточное прекращение (по принятому решению с указанием причины либо из-за нештатной ситуации) возобновление (указывается по факту)</i>	

завершение (указывается по факту)

Для фиксации используемых компонентов объемной фазы загрузки и их количества используют форму записи, представленную в виде таблицы 3.

Таблица 3 – Таблица фиксации в журнале первоначальной загрузки объемной фазы

Масса, г	реагенты				Добавки*		Растворитель (природа, количество, г)	Порядок загрузки компонентов в реактор	Изменяемый параметр и другие особенности опыта **
	окислитель		кислота		соль				
	природа	Количество, г; (моль/кг)	природа	Количество, г; (моль/кг)	природа	Количество, г; (моль/кг)			

\* При наличии нескольких добавок, для каждой предусматриваются свои столбцы; \*\* - фактически указывается цель проведения данного опыта

При использовании иного принципа формирования объемной фазы вводится согласованная с научным руководителем иная таблица. При этом обязательно указывается

Тип эксперимента:

- по времени  $n$  часа (начало, окончание, перерыв на... час, продолжение: начало... окончание и т.д.);

- кинетический (сопровождается таблицей отбора проб и проведенного их анализа (группы анализов); начало... окончание (по часам) и т.д.

Запись результатов текущего контроля рекомендуется проводить в форме таблицы 4.

Таблица 4 – Текущий контроль хода проводимого опыта

Время отбора пробы РС		Текущий контроль											
		компонента 1 (указывается какой)			компонента 2 (указывается какой)			компонента 3 (указывается какой)			компонента 4 (указывается какой)		
по часам	От начала опыта, мин	проба, г	результат по методике; ...	X <sub>1</sub> , моль/кг	проба, г	результат по методике; ...	X <sub>2</sub> , моль/кг	проба, г	результат по методике; ...	X <sub>3</sub> , моль/кг	проба, г	результат по методике; ...	X <sub>4</sub> , моль/кг

Примечания:

1. Число компонентов зависит от того, сколько на данный момент

времени готово (разработано, подработано) методик анализа и сколько способен выполнить исполнитель. В таблицу вносятся только выполненные исполнителем. По ходу НИР количество анализируемых компонентов может расти. Соответственно меняется и число столбцов в таблице.

2. В оговоренном с руководителем месте фиксируется название методик для текущего контроля и источник информации, откуда они взяты.

3 Записи при выполнении переработки полученной реакционной смеси

Выполняются в следующей последовательности

3.1 Удаление разрушаемого изделия и перечень операций с ним (с указанием режимов): промывка (чем, где, в каком количестве, сколько раз и т.д.); сушка (в течение какого времени, в каких условиях), взвешивание, удаление поверхностных отложений (каким образом), взвешивание и т.д.), дальнейшее использование, фотографирование, микрофотографирование и т.д.

3.2. Удаление стеклянного бисера (промывка, взвешивание, сушка и т.д.)

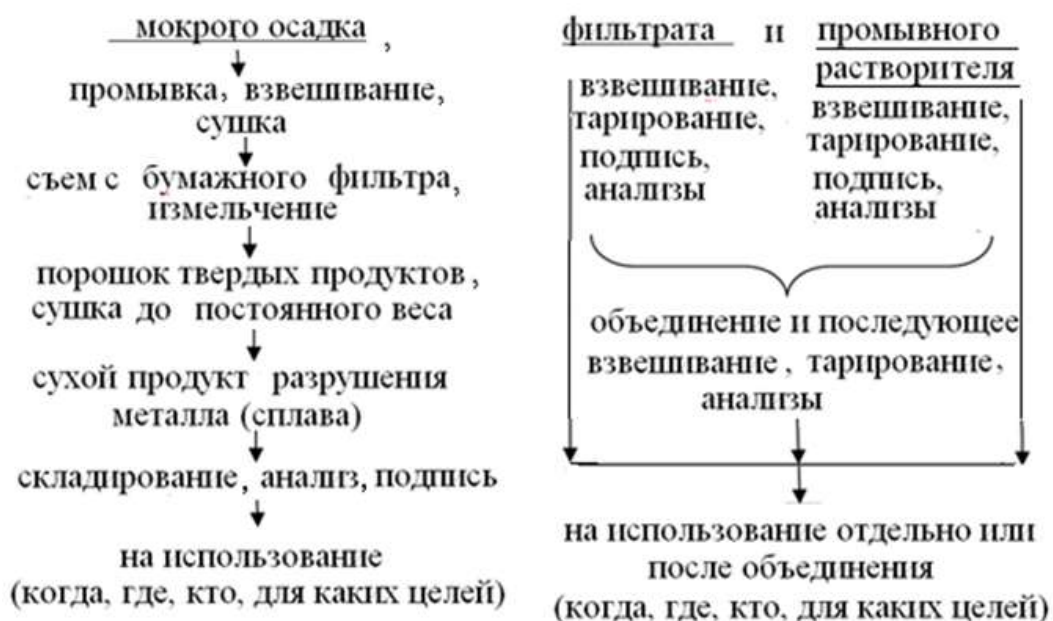
3.3. Удаление стеклянного бисера и раздробленного разрушаемого металла (сплава) с последующими операциями по схеме 3.1 и разделением на металл (сплав) и стеклянный бисер вручную или иным способом.

*Примечание:* выполняется либо 3.1, либо 3.3 +3.1, либо 3.2 самостоятельно.

3.4. Отделение фильтрованием (или иным способом) твердой фазы РС от жидкой с получением мокрого осадка, фильтрата и промывного растворителя по схеме в части I методических указаний.

Схема записей при выполнении переработки полученной (РС)





Если какие-то операции по какой-то причине не выполнялись и выяснено, что это имело принципиальное значение, указывается специально!

Результаты работы по подпунктам «3i» есть смысл сводить в таблицу результатов, форма которой представлена в виде таблицы 5.

Таблица 5 – Таблица результатов переработки РС опыта №

$\Delta m_{\text{ме}}$ (сплава), г		масса твердых продук- тов, г	Состав твер- дых продук- тов	Характеристика фильтрата и его состав, моль/кг	Характеристики про- мывного растворителя (указывается какого, т.е. дистиллированной во- ды, раствора соли в во- де, уайт-спирита и т.д.) и состав продуктов	Характеристика смеси фильтрата и промывного растворителя																
с ПО	без ПО	До высухания (свежеотфильтрованного и промывного)	После высухания	$m_{\text{осадка}}, \text{г}$	$X_{\text{Cu}}^{1+}$	$X_{\text{Cu}}^{2+}$	$X_{\text{Ni}}^{2+}$	$m_{\text{ф}}, \text{г}$	$X_{\text{Cu}}^{2+}$	$X_{\text{Cu}}^{1+}$	...	pH	масса, г	$X_{\text{Cu}}^{1+}$	$X_{\text{Cu}}^{2+}$	pH	...	...	$m, \text{г}$	$X_{\text{Cu}}^{1+}$	$X_{\text{Cu}}^{2+}$	pH

*Состав компонентов фильтрата и промывного растворителя до и после объединения может отличаться от приведенного в таблице и зависит от природы разрушаемого сплава, что ведет к изменениям в количестве столбцов и их обозначениям.*

#### 4 ЗАПИСИ ПРИ ВЫПОЛНЕНИИ ПЕРЕРАБОТКИ РЕАКЦИОННЫХ СМЕСЕЙ (РС), ПУТЕМ СМЕШЕНИЯ РЯДА ФИЛЬТРАТОВ И ПРОМЫВНЫХ РАСТВОРИТЕЛЕЙ

Если объемная фаза планируемого опыта готовится на основе смешения ряда фильтратов и промывных растворителей, данные по приготовлению такой смеси сводятся в таблицу 6.

Таблица 6 –Примеры приготовления объемных фаз РС из фильтратов и других компонентов РС проведенных ранее опытов

Взято на смешивание					Получено					
Фильтраты (реакционные смеси) опытов NN..	Кол-во, г	$X_{Cu^{2+}}$ ; моль/кг	$X_{Cu^{1+}}$ ; моль/кг	$X_i$ ; моль/кг	рН	Масса жидкой фазы после объединения	рН до корректировки	рН после корректировки добавкой кислоты	некорректируемые характеристики $X_i$ ; моль/кг	скорректированные добавки характеристиками $X_j$ ; моль/кг
Пример: Фильтрат опыта №7 Промывной растворитель опыта №2 Реакционная смесь* опыта №14 *- где опыт не пошел или нет твердых продуктов								Указывается, какой, в какой концентрации, в каком количестве и в каком режиме	Определяются анализом	Указываются какие, какими добавками, в каком количестве и в каком режиме

#### 5 ЗАПИСИ ПРИ ПОДГОТОВКЕ ОБРАЗЦОВ ПОЛУЧЕННЫХ ПРОДУКТОВ И САМОГО МЕТАЛЛА (СПЛАВА) К ДОПОЛНИТЕЛЬНОМУ АНАЛИЗУ

Подготовка образцов полученных продуктов разрушения металла (сплава) как и самого разрушаемого металла (сплава) к дополнительному контролю в том числе и вне лаборатории (кафедры) предполагает фиксирование и учет следующих моментов.

Предполагаемый анализ: микрофотография поверхности при определенном увеличении (в .... раз); снятие спектров (каких?) и т.д.

*Выбор на анализ (какой?) материала (продуктов превращения).*

*Например: изделие после опыта №13 на микрофотографии до очистки от поверхностных отложений, либо после очистки от поверхностных отложений, либо и первое, и второе.*

*Или изделие опыта № .... для снятия спектров Рамана.*

*Или продукты опыта № ... для рентгеноструктурного анализа и т.д.*

Далее указываются в каком виде, в каком количестве, какую прошел подготовку, сколько и в каких условиях хранятся и т.д.

Приводятся сведения когда, куда и кому передан для проведения анализа, когда выполнен анализ и каковы результаты (указываются полученные результаты контроля и их расшифровка, шифр (присваивается исполнителем) и место постоянного хранения до использования (в статье или обработке результатов, при написании КР, ВКР, магистерских диссертаций и т.д.).

## **6 КАК ПРЕДЛОЖЕННАЯ ФОРМА ЗАПИСИ СПОСОБСТВУЕТ ИНТЕНСИФИКАЦИИ НИР**

Приведенная форма записи текущего входного и выходного контроля за ходом процесса конкретного опыта и переработки получаемой РС позволяет одновременно накапливать материал по следующим направлениям:

- кинетике расходования металла и накопления продуктов;
- кинетике накопления соединений меди (I) и меди (II) в реакционной смеси;
- массам конечной реакционной смеси;
- массам свежееотфильтрованного, промытого растворителем и в дальнейшем высушенного определенным образом осадка продуктов;
- массам фильтрата, его цвета и других особенностей;
- массам промывного растворителя и его характеристика;
- рН фильтрата и промывного растворителя;
- содержаниям продукта(ов) в фильтрате, промывном растворителе и в сухом остатке;

- содержаниям соединений меди (I) и меди (II) в фильтрате, промывном растворителе и в сухом остатке;
- содержаниям поверхностных отложений на непрореагировавшем металле и стеклянном бисере;
- массам металла (сплава) с поверхностными отложениями;
- фотографий детали с поверхностными отложениями;
- массам металла (сплава) без поверхностных отложений;
- микрофотографий(и) объекта после удаления поверхностных отложений;
- массам объекта после удаления поверхностных отложений;
- возможностей возврата фильтрата (промывного растворителя) в повторные процессы;
- прочих (по согласованию с руководителем) характеристик (спектры и т.д.);
- об использовании фаз (компонентов фаз) в различных целях;
- специальных характеристик.

Следует отчетливо понимать, что многие из перечисленных первичных характеристик получают вне времени, отведенного на кинетический или иной эксперимент, т.е. спустя часы, дни, недели и даже месяцы после завершения эксперимента. Но они должны найти должное отражение по месту, отводимому в журнале на конкретный опыт. Тогда поиск информации и ее использование значительно облегчается как и выявление, что по той или иной причине не доделано или не сделано, что можно восполнить, каким образом и как быстро, естественно без постановки дублирующего опыта или нескольких серий опытов.