

Документ подписан простой электронной подписью  
Информация о владельце:  
ФИО: Локтионова Оксана Геннадьевна  
Должность: проректор по учебной работе  
Дата подписания: 20.08.2023 10:18:38  
Уникальный программный ключ:  
0b817ca911e6668abb13a5d426d39e5f1c11eabbf73e943df4a4851fda56d089

**МИНОБРАЗОВАНИЯ РОССИИ**  
**Федеральное государственное бюджетное образовательное**  
**учреждение высшего образования**  
**«Юго-Западный государственный университет»**  
**(ЮЗГУ)**  
**Кафедра фундаментальной химии и химической технологии**

УТВЕРЖДАЮ

Проректор по учебной работе  
**ОГ Локтионова**  
«*ОГ*» 2019 г.



**Физическая химия**

методические рекомендации к выполнению курсовой работы для студен-  
тов направления 18.03.01 –Химическая технология

Курск 2019

УДК 620.171.3; 67.03

Составители: С.Д. Пожидаева, А.М. Иванов

Рецензент

Кандидат химических наук, доцент *Н.А. Борщ*

Физическая химия: методические рекомендации к выполнению курсовой работы для студентов направления 18.03.01 –Химическая технология// Юго-Зап. гос. ун-т; сост.: С.Д. Пожидаева, А.М. Иванов. Курск, 2019. 34 с. табл.б. рис.

Содержат сведения для систематизации материала, полученного при выполнении курсовой работы, рекомендации к применению изученных в курсе «Физическая химия» теоретических основ и практических навыков. Указывается порядок выполнения курсовой работы, подходы к решению ряда практических задач и правила оформления курсовой работы, а также некоторые методики выполнения эксперимента, а также рекомендуемые формы таблиц для записи получаемых результатов

Методические указания соответствуют требованиям программы.

Текст печатается в авторской редакции

Подписано в печать

Формат 60x84 1/16.

Усл. печ. л. 1,98. Уч.-изл. 1,79. Тираж 50 экз. Заказ. Бесплатно.

Юго-Западный государственный университет.

305040, г. Курск, ул. 50 лет Октября, 94.

## Содержание

	стр
1 Подготовка курсовой работы	4
2 Структура текста курсовой работы	6
3 Язык и стиль курсовой работы	8
4 Оформление курсовой работы	9
5 Защита курсовой работы	10
5.1 Порядок защиты курсовой работы	11
5.2 Критерии оценки курсовой работы	11
6 Задание на курсовую работу	12
Приложение 1	13
Приложение 2	14
Приложение 3	33

Курсовая работа – одна из форм учебной работы студента. Она представляет собой учебное исследование, выполненное по утвержденной теме.

Цель курсовой работы – углубление и расширение знаний и умений студента, овладение навыками научно-методического исследования, определение круга научных интересов.

По характеру аналитической и исследовательской деятельности курсовая работа может быть реферативно-теоретической, практической или опытно-экспериментальной. Отличия заключаются в следующем:

- в курсовой работе реферативно-теоретического характера на основе сравнительного анализа изученной литературы рассматриваются теоретические основы темы, приводится история вопроса, показывается уровень разработанности проблемы в теории и практике;

- в курсовой работе практического характера кроме теоретических основ разрабатываемой темы представляются иллюстрации практического применения

теоретических положений в каком-либо виде (дидактические материалы, методические или проектные разработки и т.п.);

- в курсовой работе опытно-экспериментального характера предполагается проведение эксперимента или его фрагмента с обязательным анализом результатов и рекомендаций по практическому применению.

По объему курсовая работа должна занимать от 15 до 30 страниц текста.

## **1 Подготовка курсовой работы**

Научный руководитель консультирует студента по теме курсовой работы, помогает в формулировке темы, целей и задач исследования, контролирует ход подготовки работы, но не предлагает готовых решений и выводов. Курсовая работа есть самостоятельная работа студента, показывающая степень готовности студента к аналитической и исследовательской деятельности.

При подготовке курсовой работы целесообразно руководствоваться:

- своими научными интересами и возможностями;
- глубиной знаний по выбранному направлению;
- желанием выполнить работу реферативного, практического или экспериментального характера;
- возможностью преемственности курсовой работы с выпускной работой.

Вторым этапом подготовки курсовой работы является изучение источников и литературы по теме. Оно имеет своей задачей проследить характер постановки и решения определенной проблемы разными авторами, ознакомиться с аргументацией их выводов и обобщений, с тем, чтобы на основе анализа, систематизации, осмысления полученного материала выяснить современное состояние проблемы.

На этом этапе рекомендуется:

- не ограничиваться поиском только монографических изданий или сборников статей по теме, а тщательно просмотреть материалы научно-методической периодики (журналы, газеты и т.п.), материалы научно-методических конференций, семинаров, педагогических чтений и т.п.;

- не забывать фиксировать полное библиографическое описание публикаций и изданий, следить, чтобы это описание сразу же соответствовало требованиям стандарта, -это существенно облегчит дальнейшую работу по составлению библиографического списка;

- помнить, что записи являются лучшим способом накопления и первичной обработки материалов, и фиксировать свои замечания, выводы по поводу источника письменно, причем делать это кратко и обозримо;

- использовать разнообразные формы записи необходимого материала (план, тезисы, конспект, выписки, а также картотеку идей, цитат методик) для облегчения в дальнейшем классификации и систематизации полученной информации, при этом обязательно указывать источник полученных сведений.

Результатом работы на этом этапе должен стать библиографический список, который желательно показать руководителю.

Третьим этапом подготовки курсовой работы является анализ выявленных материалов, определение степени изученности темы, необходимости более детального исследования отдельных ее аспектов. На этом же этапе осуществляется систематизация имеющейся информации, сопоставление различных точек зрения, выявление возможных противоречий и причин их появления.

На основе систематизации выявленных материалов составляется план теоретической части курсовой работы. Конкретное содержание плана и определение ее структуры зависит от поставленных целей и задач. План работы обязательно необходимо обсудить с руководителем работы.

Содержание четвертого и последующих этапов зависит от характера работы. Если работа имеет практический характер, то следующим этапом будет разработка приложений, если опытно-экспериментальный – то подготовка плана эксперимента и его осуществление.

Разработанные приложения, и, особенно, план эксперимента целесообразно обсудить с руководителем.

Заключительный этап – составление текста курсовой работы.

При составлении текста курсовой работы нельзя ограничиваться

переписыванием фрагментов текста подобранной литературы, необходимо стремиться к проявлению самостоятельности в сравнениях, обобщениях и выводах.

## **2 Структура текста курсовой работы**

Текст курсовой работы должен быть четко структурирован – разделен на отдельные части, выделение которых обусловлено внутренней логикой исследования. В каждой курсовой работе должны присутствовать следующие обязательные разделы: реферат; введение, основная часть работы (разделенная по необходимости на главы, параграфы или пункты), заключение, библиографический список использованных источников и литературы.

В работу могут быть введены и дополнительные разделы:

- Приложения.
- Тезаурус (терминологический словарь).
- Список сокращений.

Введение – это вступительная часть работы, в которой необходимо показать актуальность темы, степень ее изученности в науке, раскрыть ее практическую значимость (описание актуальности должно быть немногословным, т.е. нет необходимости начинать издалека); тезисно сформулировать цель исследования, которая не должна совпадать с названием работы (следует помнить, что цель – это прогнозируемый результат работы); сформулировать задачи исследования, которые отражают основные этапы пути к цели (т.е. по сути задачи – планируемые действия); раскрыть структуру работы.

Если по данной теме выполнять опытно-экспериментальную работу, то, кроме перечисленных задач, должна быть поставлена задача апробации подготовленной методической разработки и анализа результатов.

Основная часть работы – изложение результатов исследования, проведенного студентом. Как правило, в этой части предполагается обзор источников и литературы по избранной теме, изложение современного состояния вопроса, его краткой истории, формулировка выводов и их аргументация. Здесь же дается сравнительный анализ и оценка различных подходов к решению поставленной

проблемы различными авторами. Однако, в обзоре не следует стремиться к изложению всего и всякого изученного материала, перечисляя одну за другой прочитанные книги и статьи. Необходимо раскрыть существо вопроса, главные положения и ведущие идеи в соответствии с поставленными задачами. Таким образом, обзор должен носить не хронологический, а проблемный характер.

В работах практического и опытно-экспериментального характера описание практической части, анализ результатов эксперимента и рекомендации по их использованию следует выделить в отдельную часть.

В соответствии с логикой исследования основная часть делится на параграфы или пункты. Названия параграфов не должны совпадать с названием работы, соответственно названия пунктов не должны совпадать с названием параграфа. Все названия должны представлять собой повествовательные предложения. Не рекомендуется называть параграфы курсовой работы в стиле газетной или журнальной публицистики – вопросительными или восклицательными предложениями. Название любой части должно отражать ее содержание.

Отдельные параграфы должны представлять собой логически завершенные разделы работы. Если возможно, то каждый раздел работы заканчивается краткими выводами, изложенными в нескольких коротких предложениях. Выводы не должны быть цитатами из документов или изученной литературы – их следует формулировать самостоятельно. Следует учесть, что иногда материалы раздела не требуют выводов.

Заключение курсовой работы служит для подведения итогов, для изложения результатов исследования, выводов, к которым пришел автор и рекомендаций. Здесь не следует пересказывать содержание работы, выводы должны быть краткими и соответствовать сформулированным во Введении цели и задачам курсовой работы. Желательно подчеркнуть, что нового автор смог выявить в ходе исследования. Каждый вывод рекомендуется выделить в отдельный абзац.

Список использованных источников и литературы представляет собой перечисление всех документов, монографий, книг, статей и других публикаций, использованных при работе над темой. В Список необходимо включать все работы,

использованные при подготовке курсовой работы, не зависимо от того, приводились ли в тексте работы цитаты из этих публикаций или нет.

Книги и статьи размещаются в Списке по мере использования и упоминания в тексте. Если автор курсовой работы изучал сборник статей, но использовал при подготовке работы лишь одну статью, он должен поставить в Список лишь эту статью, а не весь сборник в целом. Все публикации, включенные в Список, нумеруются. Нумерация должна быть сквозной.

Приложения к курсовой работе обычно включают вспомогательные и дополнительные материалы: схемы, таблицы, графики, дидактические материалы и другие примеры и иллюстрации к основному тексту. Иногда в приложение включают документы или фрагменты текстов литературы, имеющие концептуальный характер.

Каждая систематизированная группа материалов, прилагаемая к работе, считается отдельным приложением. Приложения нумеруются по порядку, каждому дается самостоятельное название, характеризующее его, и каждое оформляется на отдельных листах.

Тезаурус – индивидуальный словарь автора, в который включаются научные термины, использованные в работе.

Список сокращений чаще всего включает стандартные аббревиатуры, принятые в научной литературе. Не рекомендуется без особой необходимости использовать нестандартные сокращения. Абсолютно недопустимо вводить новые сокращения, совпадающие со стандартными аббревиатурами.

### **3 Язык и стиль курсовой работы**

Для написания курсовой работы используется так называемый «научный стиль» изложения материала. Такой стиль подразумевает отказ от «разговорных» речевых оборотов и речевых штампов, излишних вводных слов. Текст работы не должен быть эмоционально окрашен – он должен показывать объективность авторского подхода к исследуемым явлениям.

Научные работы принято писать в безличной форме, поэтому без крайней необходимости не следует употреблять авторское личное местоимение «Я».



Работу следует писать точными и лаконичными предложениями, избегая перегруженности текста сложными грамматическими структурами с множеством вводных предложений. Четкость формулировок является одним из важнейших требований к языку.

В работе необходимо соблюдать единообразие терминологии. Не рекомендуется без острой необходимости вводить свои собственные термины. В курсовой работе следует избегать неоправданных повторов, двусмысленных слов и выражений.

#### **4 Оформление курсовой работы**

Оформление курсовой работы проводится в соответствии с Общими требованиями к структуре и оформлению СТУ 04.02.030 – 2015 [https://www.swsu.ru/omk/normative\\_documents](https://www.swsu.ru/omk/normative_documents).

Графическая часть: не предусмотрена.

Экспериментальные результаты, результаты первичной и последующих обработок приводить в форме таблиц и графического материала. Результирующие цифры из таблиц на одном произвольном примере нужно проводить подробно, с промежуточными вычислениями и текстовыми пояснениями, а также указанием исходных расчетных формул и уравнений. При получении численного результата, необходимо внимательно подумать, не противоречит ли он здравому смыслу или закону природы: нередко студенты, делают грубые математические ошибки или получают абсурдный результат из-за путаницы в размерности используемых величин. Очевидно, что такие погрешности полностью обесценивают практический итог вычислений. По имеющимся кинетическим кривым распознавать возможный тип химического взаимодействия. Бессмысленное переписывание материала из учебника при выполнении курсовой работы не требуется.

Необходимые для вычислений величины должны быть найдены студентом в доступных справочниках или вычислены приближенно по данным справочной литературы. Для успешного поиска справочных величин используются как содержание, так и предметный указатель литературы, кроме того, следует внимательно прочесть предисловие к справочным таблицам, их название, обратить

внимание на размерность приведенных величин и сноски.

За разъяснением трудных и непонятных вопросов, возникающих при выполнении курсовой работы, студент может обратиться к преподавателю на предусмотренных для этих целей консультациях.

Обязательным требованием к оформлению является наличие библиографических ссылок на источники цитируемых материалов. Библиографическая ссылка содержит сведения об источниках информации, содержащейся в работе, и подтверждает, что данный материал выявлен автором курсовой работы в документе, монографии или другой публикации. Ссылаться можно только на издания, реально использованные автором курсовой работы при ее подготовке.

## **5 Защита курсовой работы**

Курсовая работа представляется к защите в установленные учебным планом сроки до начала экзаменационной сессии. График защиты курсовых работ утверждается решением кафедры, на которой выполняется работа и согласовывается с деканатом.

Подготовленная и правильно оформленная курсовая работа предварительно (не позднее, чем за неделю до срока защиты, установленного соответствующим графиком) представляется научному руководителю для предварительной оценки и решения вопроса о представлении к публичной защите.

Защита производится на открытом заседании комиссии, в состав которой входят 2-3 преподавателя кафедр факультета. На заседании имеют право присутствовать все желающие, включая студентов младших курсов.

Примерный график выполнения по неделям:

1-10 неделя - подготовка курсовой работы, изучение источников и литературы по теме, анализ выявленных материалов, определение степени изученности темы, необходимости более детального исследования отдельных ее аспектов, разработка приложений, подготовка плана эксперимента; отработка методик анализов, выполнение эксперимента и расчетной части, составление текста курсовой работы.

11 неделя - защита курсовой работы.

### **5.1 Порядок защиты курсовой работы**

Краткое (5-7 минут) сообщение автора курсовой работы о проведенном исследовании и его основных результатах с использованием презентации. В сообщении должны быть представлены: формулировка темы, обоснование актуальности; цели и задачи работы; степень изученности темы; основные результаты работы и выводы автора.

Защита включает обсуждение сообщения автора курсовой работы и вопросы к докладчику. Участвовать в обсуждении и задавать вопросы имеют право все присутствующие на защите.

Оценка курсовой работы комиссией, которая осуществляется на закрытом заседании по завершении прослушивания и обсуждения всех представленных к защите работ. Нужно иметь в виду, что окончательная отметка зависит от защиты и может оказаться как выше, так и ниже предварительной. Результаты работ объявляются публично и вносятся руководителем в зачетную книжку студента.

### **5.2 Критерии оценки курсовой работы**

При оценивании курсовой работы учитываются следующие признаки:

Содержание работы: обоснование актуальности работы; глубина раскрытия; наличие элементов новизны теоретического или практического характера; соответствие содержания работы теме, целям.

Результаты работы: объем выполненного эксперимента; правильность и полнота разработки проблемы; обоснованность сделанных выводов; значимость выводов для последующей практической деятельности; уровень самостоятельности обобщений и выводов.

Оформление работы: логичность; грамотность; соответствие стандартам.

Защита работы: умение ориентироваться в исследуемой теме; умение правильно излагать свои мысли; умение аргументировано отвечать на вопросы.

## **6 Задание на курсовую работу.**

В процессе работы получить ответы на следующие вопросы:

1. Влияние на константу скорости (определить одним из известных методов) в полном объеме: начальных концентраций реагентов; температуры; других базовых условий проведения.
2. Временной и концентрационный порядок реакции.
3. Растворимости компонентов друг в друге.
4. Изменение гетерогенности процесса по ходу протекания процесса. Фазовые равновесия и их характеристики.
5. Оценка методов воздействия на ход процесса.
6. Разделение реакционных смесей.
7. Термодинамический расчет направлений протекания процесса.

Выполняя работу, студент должен соблюдать следующие правила:

1. При проведении эксперимента необходимо особое внимание уделять правильности его выполнения с соблюдением правил безопасной работы и использованием студентами практических навыков и умений в области ФХМА.
2. Внимательно и аккуратно выполнять эксперимент, не ходить по лаборатории без цели, не оставлять работающую установку без присмотра.
3. Полученные экспериментальные данные проверять у руководителя.
4. Убирать свое рабочее место после окончания эксперимента и сдавать полученные приборы, термометры и посуду лаборанту.
5. Оформлять графики на миллиметровой бумаге.
6. В отчете представлять все схемы установок, рисунки приборов, электродов, используемых в работе.

## ПРИЛОЖЕНИЕ 1.

### Примерная тематика курсовых работ (опытно-экспериментальных) по кафедре фундаментальная химия и химическая технология

Влияние концентрации кислоты на растворимость солей металлов (II) в органических растворителях и (или) в растворах органических и минеральных кислоты

Влияние концентрации кислоты на растворимость солей металлов (IV) в органических растворителях и (или) в растворах органических и минеральных кислоты

Изучение кинетики взаимодействия оксидов и гидроксидов переходных металлов с минеральными и органическими кислотами в органических средах

Поиск факторов управления процессом растворения продуктов окисления металлов в органических жидких средах

Изучение кинетики взаимодействия оксидов и гидроксидов переходных металлов с кислыми реагентами

Изучение кинетики получения солей металлов путем взаимодействия металлов с кислыми реагентами в присутствии окислителей

Изучение условий взаимной растворимости водного раствора минеральной кислоты в органических растворителях

Определение составов насыщенных растворов и построение диаграммы - изотермы растворимости водного раствора минеральной кислоты в органических растворителях

и т.д.

## ПРИЛОЖЕНИЕ 2

Некоторые методики выполнения эксперимента, а также рекомендуемые формы таблиц для записи получаемых результатов

### Методика

#### **окисления солей олова(II) пероксидом водорода в модельных условиях**

Реактор –бисерная мельница.

В ее корпус загружают последовательно расчетные количества перетирающего агента, водного пероксида водорода, кислоты, растворителя жидкой фазы (скорее всего уайт-спирита) и соли олова (II).

Загрузку ведут таким образом, чтобы водный(ые) раствор(ы) хорошо смочили твердую фазу перетирающего агента, что в дальнейшем позволяет более легко создавать и поддерживать эмульсию водной фазы в органической. (Обычно так: перетирающий агент, растворы перекиси, кислоты, растворитель, далее соли и металл).

Корпус реактора с загрузкой помещают на свое место стационарной установки, соединяют с крышкой с высокооборотной (1440 об/мин) мешалкой, проверяют работу последней ручным прокручиваем. После чего запускают механическое перемешивание и ведут окислительный процесс. По его ходу, не прекращая механического перемешивания, отбирают пробы реакционной смеси, которые анализируют на содержание солей олова(II) и, возможно, пероксида водорода и кислоты. Отобранные пробы без промедления превращают в навеску(и) оговоренного(ых) анализа(ов) и выполняют последний(е). При достаточных навыках работы можно выборочно делать и анализ на содержание солей олова (IV).

При приближении содержания двухвалентного олова к нулю процесс прекращают, отсоединяют корпус реактора от его крышки с мешалкой, давая возможность реакционной смеси с мешалки и других элементов как можно больше стечь (3-5 мин). После этого содержимое корпуса подвергают фильтрованию через сетку в качестве фильтрующей перегородки. На сетке остается перетирающий агент. Его внимательно осматривают на наличие пленки отложений и, если последняя не-большая или отсутствует, твердую фазу перетирающего агента промывают, сушат, взвешивают и направляют на загрузку повторного процесса.

Отделенную от перетирающего агента реакционную смесь (РС) подвергают вакуум-фильтрованию с созданием вакуума с помощью насоса Камовского. Осадок твердой фазы на фильтре промывают, а емкость с остатками РС отмывают от последних с помощью возвратного фильтрата. После того, как все остатки РС перенесены на фильтр, эту операцию завершают. Фильтрат аккуратно сливают в предварительно взвешенную емкость и определяют его массу, а также наличие расслоения на водную и органическую фазы. Фазы нужно разделить, используя должным образом подобранную делительную воронку, о чем нужно позаботиться заблаговременно. А далее каждую фазу нужно проанализировать на содержание: остаточной кислоты, пероксида водорода и соединений олова (II), соединений олова (IV). Методики анализов должны быть на рабочем месте.

Осадок продукта(ов) по согласованию с руководителем следует промыть органическим растворителем (либо на фильтре, либо с предварительным переносом с фильтром в специальную емкость, где можно хорошо и в течение более длительного времени перемешивать и затем повторно отфильтровать). Промывной растворитель следует собрать и проанализировать по пунктам анализа фильтрата. Осадок вместе с фильтром снять в чашку Петри, высушить на воздухе и проанализировать на содержание соединений олова (II) и (IV). Результаты согласовать с руководителем и получить указания на дальнейшие действия.

Результаты наблюдения, текущего контроля, переработки РС и анализов вносить по мере получения в рекомендованную форму записи.

### **Методика**

#### **окисления металлов пероксидом водорода в обводненных органических средах**

Растворители: уайт-спирит, а также другие углеводородные и прочие среды, в которых практически нерастворима вода. Вода поступает в систему с водосодержащими реагентами: пероксидом водорода и водными растворами минеральных кислот. Окислительный процесс протекает на поверхности металла. Следовательно другие реагенты ( $H_2O_2$ ,  $HNO_3$  и т.д.) должны соответственно доставляться в это место из объемной фазы путем адсорбции по ходу протекающего процесса.

В реактор (корпус бисерной мельницы) загружают перетирающий агент (бисер и т.д.) и раздробленный металл. Далее их тщательно смачивают водосодержащими агентами (пероксидом водорода, раствором кислоты и т.д.). По предварительным данным последовательность смачивания ( $H_2O_2$ , кислота и т.д.) принципиального значения не играют, пока не будет экспериментально подтверждено, что это не так. После этого вводят расчетные количества растворителя объемной фазы (уайт-спирита и т.д.) и различных добавок (молекулярного йода и т.д.). При дробной загрузке реагентов (прежде всего водосодержащих) описанный порядок выполняется только при начальной загрузке. Завершив загрузку, корпус соединяют с другими элементами реактора, помещают на свое место на каркасной раме, должным образом крепят, проверяют ручную работу мешалки и запускают механическое перемешивание. Этот момент принимают за начало процесса.

По ходу процесса отбирают пробы реакционной смеси на текущий контроль за ходом протекания. Пробы отбирают без прекращения интенсивного перемешивания. Это предопределено тем, что объемная фаза реакционной смеси представляет собой эмульсию (воды или водных фаз) в растворителе, а также суспензию твердых реагентов (кроме тяжелых частиц металла) и продуктов процесса в том же растворителе. Эмульсия-раствор-суспензия в отсутствие перемешивания в пределах нескольких сек расслаивается с быстрым осаждением твердой и водной фаз. Поэтому в пробу будет попадать какое-то количество плохо контролируемого промежуточного состояния расслоения и отстаивания РС, что существенно снизит надежность и точность результатов текущего контроля.

Недопустимость остановки механического перемешивания требуется соблюдать и при дробном вводе одного или нескольких, особенно водосодержащих, реагентов. Иными словами обозначенную остановку следует рассматривать как нежелательную, вызванную неконтролируемыми факторами (отключение электроэнергии и т.д.) и далее изучить, как за как можно более короткое время выходить из такой ситуации (т.е. поднимать и распределять по объему осевшие, а еще хуже попавшие в мертвые зоны фазы).



По достижении момента завершения окислительного процесса (это могут быть результаты текущего контроля, либо согласованное с преподавателем время, либо ...) останавливают механическое перемешивание, реактор вынимают из рабочего гнезда каркасной рамы, отсоединяют корпус от крышки с мешалкой, давая возможность реакционной смеси стечь из отсоединяемых элементов в корпус, последний переносят в зону нахождения установки для фильтрования и его содержимое выливают в приемник узла фильтрования с сеткой с отверстиями  $0,3 \times 0,3$  мм. Эмульсия-суспензия и ее отдельные фазы проваливаются в приемную емкость, а на сетке остается перетирающий агент и непрореагировавший металл. Их можно промыть осветленной частью провалившейся реакционной смеси, а по указанию преподавателя и чистым растворителем. Но делать это лучше не на сетке, а с переносом твердой фазы в колбу или корпус реактора, перемешиванием вручную или иным способом и в дальнейшем повторным отделением непрореагировавшего металла и перетирающего агента. Далее металл от перетирающего агента отделяют вручную, сушат, взвешивают и при необходимости определяют количество поверхностных отложений на нем (по дополнительной методике). Аналогичные действия проводят и с перетирающим агентом.

Провалившуюся через сетку реакционную смесь разделяют на фазы. Сначала отделяют твердую фазу путем фильтрования, ведя промывку осветленной (углекислотной) частью фильтрата. По согласованию с преподавателем возможна промывка осадка на фильтре (или вне фильтра) и чистым растворителем, но со сбором промывного растворителя в отдельную емкость. После промывки осадок отжимают на фильтре, далее вместе с фильтром переносят в предварительно взвешенную чашку Петри, взвешивают и сушат на воздухе, периодически измельчая несколько раз вплоть до получения порошкообразного состояния. На этом пути осадок несколько раз взвешивают, добиваясь достижения постоянного значения. После этого сушку прекращают, полученный продукт подвергают анализам, главным из которых определение эквивалента. Рекомендуемые анализы и их методики согласуются с преподавателем. Это, прежде всего, анализ на основной продукт, на остаточные содержания кислоты и пероксида, а также йод и йодиды.

Полученный фильтрат взвешивают, после чего с использованием делительной воронки разделяют на водную и органическую фазы, каждую из которых взвешивают и проводят анализы на остаточные пероксид и кислоту, на содержание основного продукта превращения металла, на другие продукты превращения металла, включая и йодид(ы).

Выполненные анализы твердой и жидкой фаз фиксируются в табл. Они, наряду с количеством прореагировавшего металла, служат основанием для составления материального баланса выполненного опыта.

Таблица анализов, которые нужно выполнить:

По ходу процесса:

- а) на содержание  $Me^{2+}$  (свинец, олово);
- б) на йод и йодид в объемной фазе (каждый третий по режиму по п. «а»);
- в) на кислоту и  $H_2O_2$ , а также  $Sn^{4+}$  (второй, четвертый, пятый) по режиму п. «а».

При разделении РС:

- 1) массы перетирающего агента и непрореагировавшего металла;
- 2) твердый осадок – массы мокрого и после высыхания; анализы на  $Me^{2+}$  и  $Me^{4+}$ , эквивалентная масса, наличие и содержание йодидов;
- 3) фильтрат (масса, разделение на водную и органическую, массы каждой);
- 4) анализы фаз по п. 3 на соединения  $Me^{2+}$ ,  $Sn^{4+}$ , йодидов, йода (если окрашена в бурый цвет), остаточных  $HA$ ,  $H_2O_2$ .

## Методика

### **окисления смесей меди с другими металлами и сплавов меди пероксидом водорода**

До момента завершения практически полного расходования реагента в недостатке аналогично описанному в методике окисления отдельных металлов.

Как только результаты текущего контроля показывают, что введенный пероксид водорода практически израсходован (содержание йода в объемной фазе падает, в пределе стремясь к нулевому значению; другие окислители по своей эффективности во взаимодействии с йодидами значительно уступают  $H_2O_2$ ) через газовую зону реакционного аппарата организуют проток воздуха, что дает возможность продол-

жить процесс с окислением металла(ов) соединениями меди (II) и регенерацией их путем окисления соединений меди (I) растворенным кислородом в присутствии кислоты как реагента и для создания кислой среды. Если последняя также на данный момент израсходована более чем на 75-90%, проводят восполнение запасов кислоты путем дробного ввода согласованного с руководителем количества (а возможно и природы). Выполнив обозначенные операции, продолжают окислительный процесс до достижения оговоренного с преподавателем момента прекращения (по времени, по достижении определенного значения параметра из области текущего контроля и т.д.).

После прекращения процесса (остановки потока воздуха и прекращения механического перемешивания) корпус реактора отсоединяют от других элементов установки, а его содержимое переносят на фильтр с мелкой сеткой в качестве фильтровальной перегородки. Проводят вакуум-отделение в основном органической составляющей с некоторыми примесями водной фазы. Измеряют массу этой фазы, при необходимости и возможности ее делят на органическую и водную фазы, измеряют массы каждой, после чего обе подвергают соответствующим анализам (перечень приводится ниже).

Сетку-фильтр со смоченными органической и водной фазами твердыми перетирающим агентом и непрореагировавшими металлами или сплавами, а также других компонентов реакционной смеси переносят в рабочую емкость на 0,5-0,75 л, в дробном варианте добавляют дистиллированную воду. Содержимое периодически тщательно перемешивают и также дают отстаиваться, наблюдая, насколько легко и быстро оседают частицы непрореагировавших металлов или сплава, т.е. насколько подвижны они оказываются в такой среде. По достижении приемлемого отделения обозначенных твердых фаз от остальной реакционной смеси (либо наоборот) проводят фильтрацию полученной композиции через сетку с малыми ячейками. На ней остаются перетирающий агент и непрореагировавший(е) металл(ы) или сплав, а остальная суспензия-эмульсия проваливается в приемную емкость. Там она отстаивается и осветленную часть ее можно использовать на промывку твердых фаз на сетке-фильтре.

Отделенные таким образом крупные по размерам частиц твердые фазы подсушивают, металл(ы) или сплав отделяют вручную с использованием соответствующего пинцета, затем их досушивают, взвешивают и используют в повторном процессе. В отдельных случаях перед использованием определяют содержание поверхностных отложений на металле (сплаве) по соответствующей методике.

Провалившуюся в приемную емкость предшествующей операции суспензию-эмульсию реакционной смеси после водной обработки подвергают вакуум-фильтрованию через обычный фильтр. На нем остается осадок продуктов превращения, а осветленная часть становится фильтратом. Часть фильтрата может быть использована для промывки осадка на фильтре, а также смыва оставшейся на стеклах твердой фазы и за счет этого обеспечивать снижение потерь ее. По завершении этой операции осадок с фильтром переносят в предварительно взвешенную чашку Петри, взвешивают и оставляют на воздушную сушку на соответствующее время. По ходу такой сушки осадок периодически измельчают, добиваясь того, чтобы к концу сушки он превратился в мелкодисперсный порошок. Периодически проводят взвешивание. Конец сушки определяется как независимость массы сохнувшего осадка от дальнейшего времени сушки. После этого высохший осадок собирают в отдельную емкость и готовят к анализам.

Осветленный фильтрат взвешивают и тщательно рассматривают на предмет наличия остатков водно-растворимой органики и цветовых переходов. При большом содержании остаточной водно-растворимой органики, проводят ее отделение с определением массы.

Таблицы анализов, которые нужно выполнить с компонентами реакционной смеси: по ходу процесса: а) на медь (II) и входящий в состав сплава (или добавляемый к меди) другой(ие) металл(ы); б) на йод в объемной фазе (каждый третий по режиму анализов по п. «а»); в) на кислоту и  $H_2O_2$  (2<sup>й</sup> и 4<sup>й</sup> по режиму по п. «а»); г) на  $Cu^{1+}$  (после ввода протока воздуха, прекратив выполнение по п. «б» и «в»).

При разделении реакционной смеси: 0) массы перетирающего агента и непрореагировавшего(их) сплава, металлов; отфильтрованная органическая фаза (с при-

месями водной) – масса (до отделения и после отделения водной), масса отделенной водной;

- 1) анализы каждой фазы на: йодид металла(ов), молекулярный йод, соединения  $\text{Cu}^{2+}$ , соединения  $\text{Sn}^{2+}$  и  $\text{Sn}^{4+}$  или  $\text{Zn}^{2+}$ ;
- 2) анализ промывного растворителя (делается по типу п.1, но один раз на объект (бронзу, латунь));
- 3) масса отфильтрованного осадка (до и после высыхания);
- 4) анализ высохшего осадка (на  $\text{Cu}^{1+}$ , на  $\text{Me}^{2+}$ ,  $\text{Me}^{4+}$  (для олова), на  $\text{Cu}^{2+}$ , НА);
- 5) анализ водного фильтрата (на  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Me}^{2+}$ , остаточную НА).

### Методика

#### по определению температурного хода растворимости

Изучение кинетики растворения проводится следующим образом: в колбу, с помещенной в него телом вращения, или стеклянный реактор бисерной мельницы вертикального типа вводят одновременно соль, раствор кислоты в соответствующем растворителе (исходя из предварительно определенного значения растворимости) и бисер. Включают перемешивание, этот момент принимают за начало процесса. По ходу процесса через определенные промежутки времени отбирают пробы массой ~0,1 г, отфильтровывают при необходимости и взвешивают. Количественно переносят в стеклянный стакан для определения концентрации соли.

Результаты заносят в таблицу записи первичных результатов, форма которой представлена в виде таблицы 1

Таблица 1 - Таблица записи первичных результатов при  $T = \text{ }^\circ\text{C}$

$\tau$ , час	$\tau$ , мин	$m_1$ , г	$m_2$ , г	$\Delta m$ , г	V, мл	C, моль/кг	Примечание

Построить кинетические кривые растворения соли в координатах  $C=f(\tau)$ .

### Методика

#### поиска факторов управления процессом растворения продуктов взаимодействия в органических средах

Оценка растворимостей вещества в различных растворителях в условиях

естественного растворения при эпизодических перемешиваниях и анализе осветленной жидкой фазы проводится следующим образом:

1). Выбираются 10-20 растворителей (таблица 2), которые дозируют примерно по 10 мл в соответствующие пробирки или флаконы с плоским дном.

Таблица 2 - Исходные данные для загрузки при изучении растворимости продуктов взаимодействия соединений меди с кислыми реагентами

Кол-во продукта, г	Органическая жидкая фаза				Температура, °С			
	природа растворителя	добавка [НА]			10±2	20±2	30±2	>30
		природа	кол-во, мл (г)	моль/кг				
1	2	3	4	5	6	7	8	9
	Спирты:							
	этиловый	-	-	-				
	н-пропиловый	-	-	-				
	изо-пропиловый	-	-	-				
	изо-амиловый	-	-	-				
	этилцеллозольв	-	-	-				
	этиленгликоль	-	-	-				
	глицерин	-	-	-				
	прочие	-	-	-				
	этилацетат	-	-	-				
	бутилацетат	-	-	-				
	толуол	-	-	-				
	гептан	-	-	-				
	ДМФА							
	формаמיד							
	вода							
	четырёххлористый углерод							
	ксилол	-	-	-				

Продолжение таблицы 2

1	2	3	4	5	6	7	8	9
Влияние количества вводимой кислоты (на 3 растворителях)								
			0,1 мл		-		-	-
			0,2 мл		-		-	-
			0,5 мл		-		-	-
			1,0 мл		-		-	-
			2,0 мл		-		-	-
			0,1 мл		-		-	-
			0,2 мл		-		-	-
			0,5 мл		-		-	-
			1,0 мл		-		-	-
			2,0 мл		-		-	-
			0,1 мл		-		-	-
			0,2 мл		-		-	-
			0,5 мл		-		-	-
			1,0 мл		-		-	-
			2,0 мл		-		-	-
Влияние природы кислоты (на 3 растворителях)								
		HNO <sub>3</sub>	1,0 мл		-		-	-
		HCl			-		-	-
		УК			-		-	-
		H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>			-		-	-
		HBr			-		-	-
		NaHSO <sub>4</sub>			-		-	-
		HNO <sub>3</sub>			-		-	-
		HCl			-		-	-
		УК			-		-	-
		H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>			-		-	-
		HBr			-		-	-
		NaHSO <sub>4</sub>			-		-	-
		HNO <sub>3</sub>			-		-	-
		HCl						
		УК						

## Окончание таблицы 2

1	2	3	4	5	6	7	8	9
		H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>			-		-	-
		HBr			-		-	-
		NaHSO <sub>4</sub>			-		-	-

2). В каждый из них вносят по 0,3-0,5 г осадка продукта. Большой точности при взвешивании добиваться не следует. Желательно лишь попасть в указанный диапазон и не более. Далее пробирку или флакон тщательно закрывают соответствующей пробкой, после чего содержимое взбалтывают. Подписать все пробирки.

3). Заправленные указанным путем емкости оставляют стоять в течение 7-10 дней, а возможно и более. Ежедневно заправленные указанным путем емкости (флаконы) осматривают (смотрят изменение цвета жидкой фазы, изменения введенного осадка (убыль, набухание и т.д.)) и делают соответствующие записи в журнале наблюдений. После осмотра содержимое пробирки или флакона взбалтывают и оставляют отстаиваться.

4). Указанные взбалтывания нужно проводить несколько дней. Если твердая фаза в какой-либо емкости полностью исчезла, ее вводят вновь, повторяя описанные выше операции. На 3<sup>й</sup> или последующий день стояния, когда визуальный осмотр не зафиксировал какие-то серьезные изменения, аккуратно берут пробу отстоянной жидкости и делают анализ на растворенное в них вещество (по приведенной ниже методике). Если подходящего анализа нет, определяют сухой остаток отобранной пробы. Полученные результаты заносят в таблицу 3. Одновременно при каждом отборе пробы фиксируют температуру на рабочем месте.

Если одновременно выполняются несколько анализов, отбираемые пробы делятся на пробы для каждого анализа. Содержание растворенного вещества рассчитывается по каждому из выполненных анализов. Это предоставляет возможность сравнивать результаты и делать соответствующие выводы и рекомендации.

**Внимание:** *когда бы не произошло исчезновение твердой фазы растворенного вещества и даже сильное уменьшение его количества, требуется добавка новой порции этого вещества.*



Таблица 3 Результаты анализа растворимостей

№ п/п	время отбора пробы, месяцев, число, время	отобранная проба					температура на рабочем месте в момент отбора проб
		на анализ		содержание растворенного вещества в жидкой фазе, моль/кг	на сухой остаток		
		количество, г	результат анализа		количество, г	результат анализа	

Описанное выше определение содержания в жидкой фазе вещества выполняют в дальнейшем ежедневно, пока не убедятся, что содержание продукта в жидкой фазе не окажется неизменным (рисунок). Нужно позаботиться о том, чтобы это было именно так: в области убеждения должно быть не менее 3-4 точек.

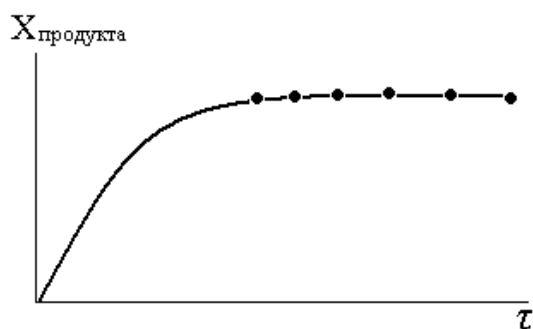


Рисунок Кривая накопления растворяемого вещества в выбранном растворителе при комнатной температуре

Длительность рассматриваемого варианта может быть существенно сокращена, если пробирки или флаконы установить на платформу механического встряхивателя и перемешивание фаз в них вести непрерывно. Тогда через 1-2 часа встряхивания следует последнее прекратить на 1-1,5 часа (определяется экспериментально), чтобы дать время на осветление жидких фаз в емкостях и отбора проб из них. После этого перемешивание возобновляют, снова прекращают. Снова возобновляют. И так продолжают до тех пор, пока не будет достигнуто надежное убеждение в том, что достигнута величина искомой растворимости вещества.

Указанным способом удастся оценить растворимость вещества и при нескольких температурах. Для этого емкости с растворяющимся веществом помещают в соответствующие термостаты, где удастся надежно поддержать температуру в камере на заданном уровне довольно длительное время. Встряхивание емкостей периодическое. Отбор проб на анализ ведется только из осветленной жидкой фазы, т.е. до ее перемешивания путем встряхивания.

## Методика

### изучения кинетики взаимодействия оксида меди с кислотными реагентами в водных средах

1. Получить исходное контрольное задание на эксперимент. В частности: сведения о природе кислотного реагента, общую массу загрузки, мольные содержания компонентов в исходной загрузке, тип реактора.

2. Ознакомиться с рабочим местом для проведения эксперимента и проверить его оснащение. Провести расчет загрузки компонентов реакционной смеси и выполнить другие подготовительные операции. При расчете количества кислоты учесть ее концентрацию, если кислота жидкая.

3. Взвесить и загрузить в реактор необходимое количество исходных компонентов. Включить перемешивание и зафиксировать начало процесса.

4. По ходу процесса отбирать пробы и анализировать на содержание кислоты и солей меди (II) по методике, полученные результаты занести в таблицу 4.

Таблица 4 - Форма таблицы для представления полученных результатов

$\tau$ , час	$\tau$ , мин	Масса пробы, г	$V_{тр}$ , мл	$[Cu^{2+}]$ , моль/кг	Масса пробы, г	$V_{ш}$ , мл	$[HA]$ , моль/кг	$\Delta[HA]_0-[HA]$ , моль/кг

5. Продолжать опыт до количественного расходования реагента в недостатке.

6. Перемешивание остановить, отфильтровать осадок через воронку с предварительно взвешенным фильтром, данные в таблицу 5.

7. Взвесить мокрый фильтр с осадком и поставить высушивать, данные в таблицу 5. Взвесить высушенный осадок, данные в таблицу 5.

8. Взвесить массу фильтрата и проанализировать его на содержание кислоты и соли. Полученные данные внести в таблицу 5.

9. Построить график зависимости накопления солей меди (II) и кислоты  $\Delta[HA]_0-[HA]$  от времени.

Форма записи полученных данных представлена в таблице 6.

Таблица 5. Таблица проведения экспериментов, наблюдений за ходом протекания и первичной переработки получаемых реакционных смесей  
Начало таблицы

№	оксид меди		Кислый реагент		Растворитель жидкой фазы		Масса загрузки, г	Тип мешалки	Би-сер, г	Т, °С
	количество, моль	количество, г	Природа	Количество	природа	количество, г				
				г	моль					

Продолжение таблицы

№ опыта	Масса исходной загрузки, г	Масса стеклянного бисера, г	Соотношение масс бисера и загрузки	Длительность процесса по заданию, мин	Органолептические наблюдения за ходом протекания процесса			Масса мокрого осадка, г	Масса фильтра, г	Масса осадка после высушивания, г	Анализ фильтрата	
					Изменение температуры по ходу	Цветовые переходы	Изменения фазового состояния				Кислота, моль/кг	Cu <sup>2+</sup> , моль/кг
1												

Таблица 6. Исходные данные для загрузки при изучении растворимости продуктов взаимодействия соединений меди с кислыми реагентами

Продукт		Органическая жидкая фаза				Тип реактора	Результаты				
		растворитель		[НА],			τ <sub>пр</sub> , мин	[Cu <sup>2+</sup> ] <sub>max</sub> , моль/кг	Растворился	Цвет раствора	
природа	кол-во, г	природа	кол-во, г	природа	моль/кг						

## ПРИЛОЖЕНИЕ 2

Некоторые методики выполнения анализов, а также рекомендуемые формы таблиц для записи получаемых результатов

### Анализ на йодиды металлов

В колбу объемом 50 мл вводят 5-10 мл 0,05-0,10 н  $H_2SO_4$ , взвешенную пробу реакционной смеси (фильтрата, промывного растворителя, твердого продукта до и после высухания и(или) перекристаллизации) в количестве до 0,05 г и 1 мл 5%-ной  $H_2O_2$ . Колбу закрывают пробкой, хорошо взбалтывают и оставляют в темном месте на 20-30 мин. По истечении данного времени в данную колбу добавляют несколько капель крахмала (при необходимости разбавляют водой) и титруют 0,03-0,05 н раствором тиосульфата натрия до исчезновения синей окраски. Расчет ведут

$$X_{MeJ_2} = \frac{V_{т.} \cdot N_{т.}}{m_{пр}},$$

где  $V_{т.}$  и  $N_{т.}$  – объем и нормальная концентрация пошедшего на титрование пробы тиосульфата натрия;

$m_{пр.}$  – масса пробы анализируемого объекта в г.

### Анализ на содержание йода в реакционной смеси

Выполняется, если отбираемые пробы реакционной смеси окрашены в фиолетово-бурые, иногда грязно бурые цвета.

В колбу для титрования объемом ~ 50 мл вносят 5 мл 0,05-0,10 н  $H_2SO_4$ , пробу реакционной смеси, несколько капель крахмала, после чего титруют 0,03-0,05 н раствором тиосульфата натрия до исчезновения синей окраски крахмала. Расчет ведут по формуле

$$X_{J_2} = \frac{V_{т.} \cdot N_{т.}}{m_{пр}},$$

где обозначения приведены в предшествующей методике.

При необходимости аналогичным образом анализируют фильтраты, промывные растворители, мокрые, высушенные или перекристаллизованные твердые фазы продуктов.

## Анализ

### на содержание перекиси водорода в реакционной смеси

Отобранную по ходу процесса пробу реакционной смеси сразу же (без каких-либо промедлений!) вносят в колбу для титрования с 5 мл 0,05-0,1 н  $H_2SO_4$ , добавляют 0,1-0,2 г KI, хорошо перемешивают, закрывают колбу и оставляют в темном месте на 20-30 мин. Выделившийся йод титруют 0,03-0,05 н раствором тиосульфата натрия. Расчет ведут по формуле в методике для йодидов.

## Методика

### бромидного анализа соединений двухвалентной меди

Пробу реакционной смеси, содержащую соль меди вводят в 10 мл насыщенного раствора бромида натрия и тщательно взбалтывают. После этого в данный раствор вводят следы йодида и несколько капель крахмала. Титруют раствором тиосульфата до исчезновения синей окраски.

Расчет ведут по формуле (1):

$$X_{CuA} = \frac{V_T \cdot M_T}{m_{pc}}$$

где  $V_T$  – количество мл тиосульфата, пошедшее на титрование;

$M_T$  – концентрация раствора тиосульфата, моль/л;

$m_{pc}$  – масса пробы реакционной смеси, г

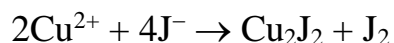
## Методика

### смешанного роданид-йодидного анализа

В колбу для титрования вводят 5 мл 0,1н. раствора серной кислоты, содержащую соединения меди (II) пробу композиции (PC, фильтрата) в количестве 0,5-1 г и тщательно перемешивают. Соединения меди (II) подвергаются этому анализу только в том случае, если они переходят в водный раствор. Растворимость их в водном растворе сильно увеличивается в присутствии кислот. Поэтому тщательное перемешивание пробы с раствором серной кислоты следует рассматривать как экстракцию соединений меди (II) из органической в водную фазу. Ясно, чем лучше она проведена, тем легче и надежнее

пойдет дальнейший анализ.

После этого вводят 2-4 мл 10% раствора йодида калия при интенсивном перемешивании содержимого колбы для титрования. Полученную смесь титруют 0,01-0,1 н. раствором тиосульфата, пока коричневая окраска (зависящая от количества выделившегося йода по реакции



не ослабевает и становится светло-коричневой. Затем вводят несколько капель крахмала и продолжают аккуратно титровать до явного ослабления синей окраски. Далее приливают 10 мл 10% раствора роданида калия или (натрия) (синее окрашивание усиливается) и быстро заканчивают титрование. Расчет ведут по формуле

$$X_{\text{CuA}} = \frac{V_{\text{T}} \cdot C_{\text{T}}}{m_{\text{пр}}}, \text{ моль/кг.}$$

### **Методика**

#### **анализа соединений двухвалентного марганца**

Отбирают навеску раствора, содержащего соль марганца, взвешивают на аналитических весах, помещают в колбу, куда предварительно наливают 5-10 мл буферного раствора (аммиачно-тарtratного), аскорбиновую кислоту и индикатор (эриохром черный Т). По изменившейся окраске фиксируют точку эквивалентности. Концентрацию рассчитывают по формуле:

$$C_{\text{Mn}} = \frac{V_{\text{тпБ}} \cdot C_{\text{тпБ}}}{2m_{\text{нав}}}, \text{ моль/кг}$$

### **Методика**

#### **определения соединений двухвалентного свинца**

Соль свинца (II) с трилоном Б образует комплекс  $\text{PbYNa}_2$ . Реакция быстрая и может быть проведена в режиме титрования в аммиачной среде. Индикатор эриохром черный Т.

В колбу для титрования вводят 5-10 дистиллированной воды, 5 мл аммиачно-тарtratного буфера, тщательно перемешивают (колба закрыта проб-

кой), прибавляют индикатор и проводят титрование раствором трилона Б до перехода окраски из розовой в синюю. Расчет ведут по формуле:

$$X_{PbA_2} = \frac{V_{TpB} \cdot C_{TpB}}{m_{PC}},$$

где  $X_{PbA_2}$  - содержание соли свинца в пробе реакционной смеси, моль/кг;

$V_{TpB}$  – количество мл трилона Б, пошедшее на титрование;

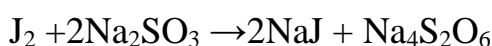
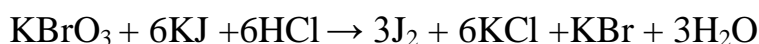
$C_{TpB}$  – концентрация раствора трилона Б, моль/л;

$m_{PC}$  – масса пробы реакционной смеси, г.

### Методика

#### определения бромата калия

Отобранную пробу реакционной смеси объемом 5 мл перенести в колбу, куда предварительно внесено 2,5 мл концентрированной соляной кислоты и на кончике шпателя йодида калия, добавить 2-3 капли молибдата аммония  $NH_4MoO_4$  и оттитровать выделившийся йод 0,1 н. раствором тиосульфата натрия, используя крахмал как индикатор, до исчезновения синей окраски



Концентрацию бромата калия находят по формуле

$$C_{KBrO_3} = \frac{C_T \cdot V_T}{6V_{PC}}, \text{ моль/л.}$$

### Методика

#### определения соединений одновалентной меди

В ёмкость для титрования вводят 5 мл водного раствора гидрокарбоната натрия и сегнетовой соли; пробу реакционной смеси в количестве 0,2 – 0,5 г и 10 мл 0,1н раствора йода. После ввода пробы реакционную смесь хорошо взбалтывают, а после ввода йода интенсивно взбалтывают и в таком режиме начинают титровать избыток йода тиосульфатом натрия.

При вводе пробы твёрдой фазы РС или же индивидуального соединения меди (I) количество вводимого раствора йода интенсивность и продолжительность взбалтывания увеличивают. Необходимость в этом легко устанавливается по обесцвечиванию смеси после ввода первой порции раствора йода.

Результаты анализа рассчитываются по формуле:

$$C_{\text{Cu}^{1+}} = \frac{C_{J_2} \cdot V_{J_2} - C_T \cdot V_T}{m_{\text{PC}}}, \text{ (моль/кг)}.$$

Для приготовления требуемого по мольному содержанию раствора бикарбоната натрия и сегнетовой соли растворяют в том же количестве воды 4,2 г  $\text{NaHCO}_3$  и 14,11 г  $\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_5 \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$ . Свои коррективы может внести наличие или отсутствие тех или иных реактивов.

### **Методика**

#### **удаления поверхностных отложений с поверхности меди**

Взвесить медное тело вращения;

В колбу внести 20 мл 0,1 н. раствора  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , 5 мл концентрированного водного раствора  $\text{H}_2\text{O}_2$ , закрыть крышкой и установить на приспособление для встряхивания на 60 мин;

При необходимости по ходу процесса отбирать пробы, в которых анализировать количество  $\text{Cu}^{2+}$  перешедшей в раствор. Как только значение содержания  $\text{Cu}^{2+}$  установится на одном уровне, т.е. перестанет изменяться, процесс прекратить.

Медь отделить, тщательно промыть дистиллированной водой, высушить путём промакивания фильтровальной бумагой и досушить на воздухе. Взвесить.

Определить массу фильтрата;

Определить содержание  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Cu}^{1+}$ , кислоты в фильтрате, результаты внести в соответствующую таблицу.



### ПРИЛОЖЕНИЕ 3

## Некоторые рекомендуемые формы таблиц для записи получаемых результатов

### Форма для записи

Дата:

Опыт №

Металл \_\_\_\_\_ г

Масса остальной загрузки \_\_\_\_\_ г

Растворитель \_\_\_\_\_ г  
(природа)

Окислитель II \_\_\_\_\_ г (если водный раствор, концентрацию вводимого раствора)  
(природа) моль/кг

Кислота \_\_\_\_\_ г (для водных растворов концентрацию вводимой кислоты ... моль/кг)  
(природа) моль/кг

Стимулирующая добавка \_\_\_\_\_ г  
(природа) моль/кг

Прочие добавки \_\_\_\_\_ г  
(природа) моль/кг

Перетирающий агент \_\_\_\_\_ г  
(природа)

Способ и время ввода окислителя II:

Другие особенности загрузки:

Контроль за ходом протекания

Время от начала, мин	Концентрация определяемого продукта, моль/кг							
	Анализ на НА		Анализ на Sn <sup>2+</sup>		Анализ на H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>			
	Определяемый компонент (по методике)	X <sub>НА</sub> , моль/кг	Определяемый компонент (по методике)	X <sub>Sn<sup>2+</sup></sub> , моль/кг	Определяемый компонент (по методике)	X <sub>H<sub>2</sub>O<sub>2</sub></sub> , моль/кг	Определяемый компонент (по методике)	
	V, мл/ m <sub>пр</sub> , г		V, мл/ m <sub>пр</sub> , г		V, мл/ m <sub>пр</sub> , г		V, мл/ m <sub>пр</sub> , г	

### Переработка конечной РС:

Масса с реактором \_\_\_\_\_ г

Отделение перетирающего агента:

Масса отделенного металла \_\_\_\_\_ г

Количество израсходованного металла \_\_\_\_\_ г

Масса перетирающего агента \_\_\_\_\_ г

Потеря массы перетирающего агента \_\_\_\_\_ г

Масса отделенной РС \_\_\_\_\_ г

Фильтрование:

Масса фильтрата \_\_\_\_\_ г

Результаты анализа твердой фазы:

Масса мокрого осадка \_\_\_\_\_ г

Масса сухого осадка \_\_\_\_\_ г

Эквивалент \_\_\_\_\_

Содержание основного продукта \_\_\_\_\_ моль/кг

Степень превращения реагента в недостаток

Селективность по целевому продукту