

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации
НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ТОМСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ (НИ ТГУ)

Химический факультет



Рабочая программа дисциплины

Специализированный практикум по адсорбции и катализу

по направлению подготовки

04.03.01 Химия

Направленность (профиль) подготовки:
«Химия»

Форма обучения
Очная

Квалификация
Бакалавр

Год приема
2021

Код дисциплины в учебном плане: Б1.В.ДВ.02.05.04

СОГЛАСОВАНО:
Руководитель ОП
Шелковников В.В. Шелковников
Председатель УМК
Хасанов В.В. Хасанов

Томск – 2022

1. Цель и планируемые результаты освоения дисциплины

Целью освоения дисциплины является ознакомление студентов с методами исследования текстурных, адсорбционных и каталитических свойств адсорбентов и катализаторов, получение студентами практических навыков проведения подобных исследований и формирование следующих компетенций:

– ОПК-1. Способен анализировать и интерпретировать результаты химических экспериментов, наблюдений и измерений.

– ОПК-2. Способен проводить с соблюдением норм техники безопасности химический эксперимент, включая синтез, анализ, изучение структуры и свойств веществ и материалов, исследование процессов с их участием.

– ПК-1. Способен выбирать и использовать технические средства и методы испытаний для решения исследовательских задач химической направленности, поставленных специалистом более высокой квалификации.

Результатами освоения дисциплины являются следующие индикаторы достижения компетенций:

ИОПК-1.1. Систематизирует и анализирует результаты химических экспериментов, наблюдений, измерений, а также результаты расчетов свойств веществ и материалов.

ИОПК-1.2. Предлагает интерпретацию результатов собственных экспериментов и расчетно-теоретических работ с использованием теоретических основ традиционных и новых разделов химии.

ИОПК-1.3. Формулирует заключения и выводы по результатам анализа литературных данных, собственных экспериментальных и расчетно-теоретических работ химической направленности.

ИОПК-2.1. Работает с химическими веществами с соблюдением норм техники безопасности.

ИОПК-2.2. Проводит синтез веществ и материалов разной природы с использованием имеющихся методик.

ИОПК-2.4. Проводит исследования свойств веществ и материалов с использованием серийного научного оборудования.

ИПК-1.1. Планирует отдельные стадии исследования при наличии общего плана НИР.

ИПК-1.2 Готовит элементы документации, проекты планов и программ отдельных этапов НИР.

ИПК-1.3. Выбирает технические средства и методы испытаний (из набора имеющихся) для решения поставленных задач НИР;

ИПК-1.4. Готовит объекты исследования.

2. Задачи освоения дисциплины

– Освоить работу на классических и современных приборах и установках по тематике дисциплины (кatalитических установках, хемосорбционных анализаторах, спектрофотометре, анализаторе размера частиц и дзета-потенциала).

– Научиться выбирать оптимальные методы и условия проведения экспериментов для исследования текстурных, адсорбционных и каталитических свойств материалов; определять и рассчитывать на основе полученных экспериментальных данных параметры, характеризующие поверхностные и каталитические свойства материалов (удельную поверхность, общий объем пор, распределение пор по размерам, конверсию, каталитическую активность, селективность, порядок реакции по компоненту, эффективную энергию активации и др.); проводить анализ полученных результатов, в том числе правильно сравнивать параметры, характеризующие поверхностные и каталитические свойства материалов, находить их взаимосвязь со структурой, фазовым составом и другими поверхностными и объёмными характеристиками исследуемых объектов.

3. Место дисциплины в структуре образовательной программы

Дисциплина относится к части образовательной программы, формируемой участниками образовательных отношений, предлагается обучающимся на выбор. Дисциплина является обязательной для изучения по профилю подготовки. Полученные студентами знания необходимы им в научно-исследовательской работе при выполнении курсовых, бакалаврских, дипломных работ и магистерских диссертаций.

4. Семестр освоения и форма промежуточной аттестации по дисциплине

Семестр 8, экзамен.

5. Входные требования для освоения дисциплины

Для успешного освоения дисциплины требуются результаты обучения по следующим дисциплинам: обязательной части профессионального цикла Б1.О.14 Неорганическая химия, Б1.О.15.01 Аналитическая химия, Б1.О.16 Органическая химия, Б1.О.17 Физическая химия; обязательной части общепрофессионального цикла Б1.О.11 Химическая технология, а также вариативной части профессионального цикла Б1.В.ДВ.02.05.01 Адсорбционные процессы, Б1.В.ДВ.02.05.02 Гетерогенный катализ учебного плана по программе бакалавриата 04.03.01 – Химия.

6. Язык реализации

Русский

7. Объем дисциплины

Общая трудоемкость дисциплины составляет 5 з.е., 180 часов, из которых:

- лекции: 0 ч.;
- семинарские занятия: 0 ч.
- практические занятия: 0 ч.;
- лабораторные работы: 80 ч.

в том числе практическая подготовка: 80 ч.

Объем самостоятельной работы студента определен учебным планом.

8. Содержание дисциплины, структурированное по темам

Тема 1. Определение каталитических свойств образца катализатора при разных временах контакта. Сравнение каталитических свойств образцов (скрининг).

Проточные методы исследования каталитических свойств твердых катализаторов: интегральный реактор, режим идеального вытеснения. Каталитическая активность, средняя скорость каталитической реакции, конверсия. Время контакта. Стационарное состояние катализатора. Влияние процессов массо- и теплопереноса: области внешней диффузии, внутренней диффузии, кинетическая область. Обеспечение «идеальных» условий протекания реакции на катализаторе. Скрининг катализаторов. Сравнение активности катализаторов.

Тема 2. Определение скорости гетерогенной каталитической реакции в проточном реакторе. Определение порядка реакции по компоненту

Проточные методы исследования каталитических свойств твердых катализаторов: дифференциальный реактор, режим идеального смешения. Проточно-циркуляционная установка. Дифференциальный режим в проточном реакторе. Удельная каталитическая активность. Ошибка определения скорости реакции. Порядок реакции: общий, частный порядок. Методы определения порядков реакции.

Тема 3. Окислительное дегидрирование пропана в пропилен: определение основных параметров, скрининг, сведение баланса

Проточные методы исследования каталитических свойств твердых катализаторов: интегральный реактор, режим идеального вытеснения. Каталитическая активность, средняя скорость каталитической реакции, конверсия; селективность. Время контакта. Стационарное состояние катализатора. Влияние процессов массо- и теплопереноса: области внешней диффузии, внутренней диффузии, кинетическая область. Обеспечение «идеальных» условий протекания реакции на катализаторе. Скрининг катализаторов. Сравнение активности и селективности катализаторов.

Тема 4. Окислительное дегидрирование пропана в пропилен: определение энергии активации реакции

Проточные методы исследования каталитических свойств твердых катализаторов: интегральный и дифференциальный реактор. Дифференциальный режим в проточном реакторе. Каталитическая активность, средняя скорость каталитической реакции, удельная каталитическая активность. Влияние процессов массо- и теплопереноса: области внешней диффузии, внутренней диффузии, кинетическая область; влияние температуры на наблюдаемую скорость реакции. Эффективная энергия активации реакции.

Тема 5. Определение удельной поверхности, объема пор и распределения пор по размерам с применением прибора «TriStar 3020» для мезопористых твердых тел многоточечным методом БЭТ

Удельная поверхность, пористость, изотерма адсорбции. Основные типы изотерм адсорбции. Методы определения удельной поверхности и размеров пор. Статический метод: многоточечный метод БЭТ. Вolumетрическое измерение величины адсорбции.

Тема 6. Определение удельной поверхности, объема пор и распределения пор по размерам с применением прибора 3Flex для тонкопористых образцов адсорбентов и катализаторов многоточечным методом БЭТ

Удельная поверхность, пористость, изотерма адсорбции. Основные типы изотерм адсорбции. Методы определения удельной поверхности и размеров пор. Статический метод: многоточечный метод БЭТ. Вolumетрическое измерение величины адсорбции.

Тема 7. Определение удельной поверхности твердофазных образцов адсорбентов и катализаторов одноточечным методом БЭТ на проточной сорбционной установке

Удельная поверхность, пористость, изотерма адсорбции. Основные типы изотерм адсорбции. Методы определения удельной поверхности. Динамический метод: одноточечный метод БЭТ.

Тема 8. Изучение кислотно-основного состояния поверхности твердых тел методами pH-метрии (определение pH точки нулевого заряда, pH изоионного состояния)

Кислотно-основные центры на поверхности твердых тел: центры Льюиса и Бренстеда. Изоионное состояние, точка нулевого заряда. Метод pH-метрии. Оценка кислотно-основных свойств поверхности по значению pH точки нулевого заряда, pH изоионного состояния.

Тема 9. Оценка кислотности и основности поверхности по значению pH изоэлектрического состояния, определенного измерением электрофоретической подвижности частиц при различных значениях pH суспензии

ДЭС. Электрокинетический потенциал (дзета-потенциал). Электрофоретическая подвижность. Изоэлектрическая точка. Определение изоэлектрической точки. Оценка кислотно-основных свойств поверхности по значению pH изоэлектрического состояния.

Тема 10. Индикаторный метод определения кислотно-основных свойств поверхности твердых тел разной степени дисперсности (адсорбция индикаторов Гаммета из водной среды)

Кислотно-основные центры на поверхности твердых тел: центры Льюиса и Бренстеда. Характеристика силы кислотных/основных центров на поверхности: функция

Гаммета. Методы определения кислотности поверхности твердых тел (силы центров, концентрации центров, распределения центров) в жидких средах: индикаторный метод.

9. Текущий контроль по дисциплине

Программа дисциплины включает практические работы по определению текстурных, адсорбционных и каталитических свойств адсорбентов и катализаторов, носящие научно-исследовательский характер. Перед выполнением лабораторной работы студент должен сдать теоретический материал, подготовленный по рекомендуемым литературным источникам и учебным пособиям, авторами которых являются преподаватели кафедры. Чтобы приступить к выполнению эксперимента студент должен также получить допуск к работе на основании его знаний методики эксперимента и порядка выполнения работы. Для подготовки студентов к каждой лабораторной работе предлагаются методические указания со списком вопросов для самоконтроля.

По результатам выполнения лабораторной работы студент готовит отчет и защищает его на занятии в группе. Для подготовки отчета к каждой лабораторной работе даются рекомендации к его оформлению в виде примерного плана отчёта. Отчёт используется как средство привить студентам начальные навыки исследовательской работы, предполагает проработку теоретической части, лежащей в основе работы, обработку и анализ данных, полученных при ее выполнении, а также сбор и анализ научной литературы, опубликованной в научных журналах. Защита отчета позволяет развить у обучающихся навыки и культуру профессиональной речи, сформировать научную терминологию и логику изложения доказательной базы.

Текущий контроль по дисциплине проводится путем контроля посещаемости, знания теоретического материала к выполняемым практическим работам и методики эксперимента и порядка выполнения работы, подготовки и защиты отчетов по выполненным работам и фиксируется в форме контрольной точки не менее одного раза в семестр.

10. Порядок проведения и критерии оценивания промежуточной аттестации

Изучение дисциплины завершается устным экзаменом, допуском к которому является сдача и защита отчетов по всем выполненным практическим работам. Экзаменационный билет состоит из двух теоретических вопросов.

Примеры экзаменационных билетов.

Экзаменационный билет № 5

1. Проточный реактор. Режим идеального вытеснения, «интегральный реактор». Время контакта.

2. Пористость твердых тел. Определение объема пор и распределения пор по размерам из изотерм адсорбции-десорбции, полученных с помощью прибора «TriStar 3020.

Экзаменационный билет № 7

1. Условия проведения исследований каталитических свойств. Влияние процессов массо- и теплопереноса. Экспериментальные способы проверки отсутствия внешней и внутренней диффузии при проведении эксперимента.

2. Классификация методов определения кислотно-основных свойств поверхности твердых тел. Кислотно-основные параметры различных методов, их определение, характеристика с их помощью кислотно-основного состояния поверхности твердых тел.

Результаты экзамена определяются оценками «отлично», «хорошо», «удовлетворительно», «неудовлетворительно». Критерии оценивания описаны ниже.

Неудовлетворительно: не знает, не владеет материалом, в том числе затрудняется в формулировке основных теоретических понятий и плохо разбирается в принципах работы классического и современного оборудования (приборов и установок) по тематике дисциплины; не разбирается в определении и расчетах параметров и в вопросах их связи с другими свойствами твердого тела.

Удовлетворительно: имеет представление об основных понятиях изучаемой дисциплины, о методах определения свойств поверхности твердых тел, но делает при этом много ошибок; делает грубые ошибки при работе на приборах, необходимых для изучения поверхностных свойств, а также в определении соответствующих параметров.

Хорошо: знает основные теории и уравнения, лежащие в основе методов определения поверхностных свойств, но допускает при этом неточности; разбирается в принципах работы классического и современного оборудования (приборов и установок) по тематике дисциплины, может использовать различные приборы, методы исследования поверхностных свойств, правильно определяет основные параметры, характеризующие поверхность адсорбентов и катализаторов, но допускает небольшие неточности.

Отлично: знает основные теории и уравнения, лежащие в основе методов определения поверхностных свойств; отлично разбирается в принципах работы классического и современного оборудования (приборов и установок) по тематике дисциплины; без труда может использовать различные приборы, методы исследования поверхностных свойств; правильно определяет основные параметры, характеризующие поверхность адсорбентов и катализаторов.

11. Учебно-методическое обеспечение

- а) Электронный учебный курс по дисциплине в электронном университете «Moodle»
- <https://moodle.tsu.ru/course/view.php?id=23455>
- б) Оценочные материалы текущего контроля и промежуточной аттестации по дисциплине.
- в) План практических занятий по дисциплине.
- г) Методические указания по проведению лабораторных работ.
- д) Методические указания по организации самостоятельной работы студентов.

12. Перечень учебной литературы и ресурсов сети Интернет

- а) основная литература:
 - Харламова Т. С., Водянкина О. В. Методы исследования каталитических свойств гетерогенных катализаторов. – Томск : Издательский Дом ТГУ, 2017. – 60 с.
 - Минакова Т. С. Адсорбционные процессы на поверхности твердых тел. – Томск: Изд-во Том. ун-та, 2007. – 279 с.
 - Сычев М. М. Кислотно-основные характеристики поверхности твердых тел и управление свойствами материалов и композитов / М. М. Сычев [и др.]. – Санкт-Петербург: Химиздат, 2016. – 274 с.
 - Минакова Т. С., Екимова И. А. Фториды и оксиды щелочноземельных металлов и магния. Поверхностные свойства. – Томск : Издательский Дом ТГУ, 2014. – 148 с.
- б) дополнительная литература:
 - Мамонтов Г. В., Минакова Т. С., Харламова Т. С., Горбунова А. С. Лабораторный практикум по курсу «Адсорбционные процессы» / Электронный вариант, 2016.
 - Иконникова К. В. Теория и практика определения кислотно-основных свойств поверхности твердых тел методом pH-метрии. / К. В. Иконникова [и др.]. – Томск: Изд-во Томского политехнического университета, 2014. – 99 с.
 - Kharlamova T. S., Timofeev K. L., Salaev M. A., Svetlichnyi V. A., Vodyankina O. V. Monolayer MgVO_x/Al₂O₃ catalysts for propane oxidative dehydrogenation: Insights into a role of

- structural, redox, and acid-base properties in catalytic performance // Applied Catalysis A, General. – 2020. – V. 598. – P. 117574. <https://doi.org/10.1016/j.apcata.2020.117574>
- Grabowski R. Kinetics of Oxidative Dehydrogenation of C₂-C₃ Alkanes on Oxide Catalysts, Catalysis Reviews. – 2006. – V. 48. – P. 199-268. <http://dx.doi.org/10.1080/01614940600631413>
 - Carrero C. A., Schlägl R., Wachs I. E., Schomaecker R. A critical literature review of the kinetics for the oxidative dehydrogenation of propane over well-defined supported vanadium oxide catalysts // ACS Catal. – 2014. – V. 4. – P. 3357–3380. <https://doi.org/10.1021/cs5003417>
 - Li H., Shen M., Wang J., Wang H., Wang J. The Effect of Support on CO Oxidation Performance over Pd/CeO₂ and Pd/CeO₂-ZrO₂ Catalyst. // Ind. Eng. Chem. Res. – 2020. – V. 59. – N 4. – P. 1477–1486. <https://doi.org/10.1021/acs.iecr.9b05351>
 - Thommes M., Kaneko K., Neimark A. V., Olivier J. P., Rodriguez-Reinoso F., Rouquerol J., Sing K.S.W., Physisorption of gases, with special reference to the evaluation of surface area and pore size distribution (IUPAC Technical Report) // Pure Appl. Chem. – 2015. – V. 87. – NN 9–10. – P. 1051–1069. <https://doi.org/10.1515/pac-2014-1117>

в) ресурсы сети Интернет:

- База данных цитирования издательства Elsevier. Библиографическая информация, информация о цитировании, ссылки на полные тексты. – <https://www.scopus.com>
- Информационно-аналитическая платформа компании Clarivate Analytics – <https://www.webofscience.com>
- Научная электронная библиотека eLIBRARY.RU – <https://elibrary.ru>

13. Перечень информационных технологий

а) лицензионное и свободно распространяемое программное обеспечение:

- Microsoft Office Standart 2013 Russian: пакет программ. Включает приложения: MS Office Word, MS Office Excel, MS Office PowerPoint, MS Office On-eNote, MS Office Publisher, MS Outlook, MS Office Web Apps (Word Excel MS PowerPoint Outlook);
- публично доступные облачные технологии (Google Docs, Яндекс диск и т.п.).

б) информационные справочные системы:

- | |
|--|
| <ul style="list-style-type: none"> – Электронный каталог Научной библиотеки ТГУ –
http://chamo.lib.tsu.ru/search/query?locale=ru&theme=system – Электронная библиотека (репозиторий) ТГУ –
http://vital.lib.tsu.ru/vital/access/manager/Index – ЭБС Лань – http://e.lanbook.com/ – ЭБС Консультант студента – http://www.studentlibrary.ru/ – Образовательная платформа Юрайт – https://urait.ru/ – ЭБС ZNANIUM.com – https://znanium.com/ – ЭБС IPRbooks – http://www.iprbookshop.ru/ |
|--|

14. Материально-техническое обеспечение

Аудитории для проведения занятий семинарского типа, индивидуальных и групповых консультаций, текущего контроля и промежуточной аттестации.

Помещения для самостоятельной работы, оснащенные компьютерной техникой и доступом к сети Интернет, в электронную информационно-образовательную среду и к информационным справочным системам.

Лаборатории, оснащенные вытяжными шкафами, измерительными инструментами (аналитические весы, термометры, газовые часы, мыльно-пленочные измерители), стеклянной и фарфоровой лабораторной посудой и следующим оборудованием:

- анализатор удельной поверхности и пористости TriStar 3020 (Micromeritics, США);

- хемосорбционные анализаторы ChemiSorb 2750 (Micromeritics, США);
- анализатор удельной поверхности и пористости 3Flex (Micromeritics, США);
- ионометр ИПЛ – 101, НПО «Семико» (Новосибирск); спектрофотометр UV-2800;
- фотоколориметр;
- проточные каталитические установки, сопряжённые с газовыми хроматографами «Хроматэк-Кристалл 5000» для on-line анализа продуктов реакции;
 - аналитический прибор Omni S/N (Brookhaven, США) для измерения дзета-потенциала и размера частиц с автотитратором BI-ZTU (Brookhaven, USA).

15. Информация о разработчиках

Минакова Тамара Сергеевна, канд. хим. наук, доцент, кафедра физической и коллоидной химии Национального исследовательского Томского государственного университета, профессор.

Харламова Тамара Сергеевна, канд. хим. наук, кафедра физической и коллоидной химии Национального исследовательского Томского государственного университета, доцент.