

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА

Название: «Кристаллизация в геле»

Автор: Титаева Евгения Константиновна, педагог дополнительного образования, Кванториум г. Нижний Новгород

Направленность: техническая, нанотехнологии

Цель: вырастить кристаллы тартратов в метасиликатном геле

Задачи:

1. Познакомиться с методом кристаллизации в геле
2. Узнать, что такое метасиликатный гель и научиться его приготавливать
3. Вырастить кристаллы тартратов кальция в метасиликатном геле

Артефакт: Кристаллы тартратов кальция

ПАСПОРТ ПРАКТИКИ	УСЛОВИЯ РЕАЛИЗАЦИИ		
	Время	Форма	Методы
	3 занятия по 45 минут с интервалом 4 - 6 дней	Работа в малых группах, индивидуальная работа	Исследовательский
	КАТЕГОРИЯ ОБУЧАЮЩИХСЯ		
	Возраст	Особенности	Кол-во участников в рабочей группе
	14-15 лет 16-18 лет	Не адаптирована для детей ТЖС, ОВЗ	Неограниченно
	РЕСУРСЫ		
	Оборудование и материалы	Базовые знания из других областей	Уровень сложности и Место в структуре курса
	$\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ $\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_6$ Дистиллированная вода, аналитические весы, химический стакан V=50 мл, стеклянная пробирка.	Уже знакомы с такими темами по физике как: «Твердое состояние вещества», «Кристаллические тела». Темами по химии как: «Предмет химии. Вещества», «Периодическая система химических элементов Д.И. Менделеева. Знаки химических элементов», «Химические формулы», «Химические реакции», «Растворимость веществ в воде».	Подходит для использования в программах стартового и базового уровней после изучения темы «Кристаллизация веществ»
	ОБРАЗОВАТЕЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ		
	Hard-skills, предметные навыки	Soft-Skills, метапредметные навыки	Личностные
	1. Навык использования таблиц растворимости веществ. 2. Навык приготовления водных растворов заданной молярности. 3. Навык выращивания кристаллов тартратов в метасиликатном геле	1. Умение формулировать открытые и закрытые вопросы по теме. 2. Умение без помощи педагога распределять роли в группе до 3-х человек	-

ОПЫТ РЕАЛИЗАЦИИ		
Инструкции для педагога	Открытая информация о результатах	Участие в конкурсах
	<p>РОСТ КРИСТАЛЛОВ ТАРТРАТОВ КАК ВЫПОЛНЕНИЕ УЧЕБНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКОГО ПРОЕКТА В СРЕДНЕЙ ШКОЛЕ</p> <p><i>Титаева Е.К., Лебедева О.В.</i></p> <p>В сборнике: Проблемы учебного физического эксперимента. Сборник научных трудов. Материалы XXVI Всероссийской научно-практической конференции с международным участием. Глазов, 2021. С. 74-75.</p> <p>РОСТ КРИСТАЛЛОВ В ГЕЛЕ КАК УЧЕБНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ПРОЕКТ УЧАЩИХСЯ</p> <p><i>Титаева Е.К.</i></p> <p>Физика в школе. 2021. № 7. С. 52-54.</p>	

ХОД ЛАБОРАТОРНОЙ РАБОТЫ

Этап 1. ПОСТАНОВКА ЦЕЛИ

Рекомендованное время: 20 минут

Задание/Активность:

Педагог рассказывает об актуальности метода роста кристаллов в геле, об отличиях этого метода от роста из растворов и расплавов (Приложение 1); о необходимости роста кристаллов тартратов для науки. В это время учащиеся слушают, фиксируют главное в своих тетрадях

Ссылка на презентацию:

https://drive.google.com/file/d/1aRS-YEeD9NkukHhKePBkiBCd2K-NRUdc/view?usp=share_link



Возможные риски: отсутствие интереса к данной теме у учащихся и/или недостаточные знания для понимания процесса

Варианты минимизации рисков: более подробный рассказ о применении кристаллов в современном мире: рассказать о жидкокристаллических дисплеях наших смартфонов, о кристалле кремния, из которого сделаны процессоры, память, контроллеры телефонов и ПК. Можно рассказать о моделях роста кристаллов (например, модель Коссея) и наглядно под микроскопом продемонстрировать холмики и ступени роста кристалла.

Этап 2. ОСНОВНАЯ ЧАСТЬ

Рекомендованное время: 100 минут

Задание/Активность:

Педагог расписывает химические реакции приготовления метасиликатного геля, питающего раствора. Изображает на доске или демонстрирует презентацию со схемой выращивания кристаллов тартратов в пробирке

(Приложение 1). Показывает необходимые реактивы и химическую посуду. Формулирует задание или демонстрирует план выполнения работы. Учащиеся записывают уравнения химических реакции и фиксируют ход выполнения работы. Задают вопросы. Если работу выполняют в малых группах, учащимся необходимо самостоятельно распределить роли в группе. Преподаватель следит за этим и при необходимости вносит коррективы.

Учащиеся приступают к эксперименту. Навешивают необходимые навески реактивов, отмеряют нужные объемы воды, проводят смешивание, фильтрование, осуществляют постановку эксперимента. В ходе работы должна проходить фотофиксация промежуточных результатов эксперимента. Педагог контролирует процессы взвешивания, измерения объемов, смешивания растворов, при необходимости вмешивается в процесс для устранения ошибок.

Риски этапа: отсутствие реактивов хлорида кальция, метасиликата натрия

Варианты минимизации рисков: возможность замены хлорида кальция на нитрат стронция $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, метасиликат натрия можно заменить на желатин.

Этап 3. РЕФЛЕКСИЯ/ИТОГИ

Рекомендованное время: 15 минут

Задание/Активность:

Обучающиеся вместе с педагогом осматривают пробирки на предмет выпавших кристаллов. Делают вывод о качестве кристаллов, количестве, промывают дистиллированной водой получившиеся кристаллы, высушивают и упаковывают в боксы или зип-пакеты. Обучающиеся рассказывают о впечатлениях после проделанной работы и отвечают на вопросы педагога:

- 1) Что такое гель?
- 2) В чем суть метода выращивания в геле и когда целесообразно применение этого метода?
- 3) Как происходит зарождение кристаллов в объеме геля?
- 4) Почему нежелательно повреждение поверхности геля при заливке питающего раствора?
- 5) Как влияют температура выращивания и концентрации компонентов в питающем растворе и геле на процесс кристаллизации?
- 6) Как будут изменяться размеры и количество образовавшихся в геле кристаллов по мере удаления от границы раздела гель-питающий раствор вглубь геля и почему?

Риски этапа: гель может не образоваться, выпадение кристаллов без заливки питающего раствора. Кристаллы могут не выпасть, могут образоваться дендритные структуры (ежики вместо монокристаллов), образовалась поликристаллическая корка на границе раздела раствор – гель.

Варианты минимизации рисков: не образовался гель – нарушена технология приготовления или произведены неправильные навески. Выпали кристаллы до заливки питающего раствора – превышена концентрация винной кислоты. Кристаллы не выпали – нарушена технология приготовления или произведены неправильные навески. Образовалась поликристаллическая корка на границе раздела раствор – гель – слишком высокая молярность питающего раствора. Образование дендритных структур вместо монокристаллических – несоответствие условий роста (перепады температур).

ДОПОЛНИТЕЛЬНЫЕ РЕСУРСЫ

Для педагога:

1. Гениш Г. Выращивание кристаллов в гелях. - М.: Мир, 1973. 112 с.
2. Асхабов А.М., Зайнуллин Г.Г., Ракин В.И. Кристаллизация в гелях. - Сыктывкар, АН СССР, Коми филиал, Институт геологии, 1984. 101 с.
3. Титаева Е.К., Лебедева О.В. Рост кристаллов тартратов как выполнение учебно-исследовательского проекта в средней школе. - В сборнике: Проблемы учебного физического эксперимента. Сборник научных трудов. Материалы XXVI Всероссийской научно-практической конференции с международным участием. Глазов, 2021. С. 74-75.
4. Титаева Е.К. Рост кристаллов в геле как учебно-исследовательский проект учащихся. - Физика в школе. 2021. № 7. С. 52-54.

Для обучающихся:

1. Шубников А.В. Как растут кристаллы. - АН СССР, 1935. 144 с.
2. Гениш Г. Выращивание кристаллов в гелях. - М.: Мир, 1973. 112 с.
3. Асхабов А.М., Зайнуллин Г.Г., Ракин В.И. Кристаллизация в гелях. - Сыктывкар, АН СССР, Коми филиал, Институт геологии, 1984. 101 с.

ПРИЛОЖЕНИЯ

Приложение 1.

Дополнительные материалы для педагога

КРИСТАЛЛИЗАЦИЯ В ГЕЛЕ

Цель работы: ознакомление с методом выращивания кристаллов в геле.

Теоретическая часть

Гель представляет собой дисперсную систему с жидкой дисперсионной средой, в которой частицы дисперсной фазы образуют пространственную структуру. Дисперсионной средой может быть вода (гидрогели), спирты, углеводороды. Гель является вязкой средой, которая обладает некоторыми признаками твердых тел: способностью сохранять форму, прочностью, пластичностью. К гелям можно отнести такие материалы, как силикагель (силикатный гель), агар-агар (углеводный полимер, получаемый из водорослей), желатину (вещество, родственное простым белкам), ряд олеатов и стеаратов, водные растворы различных гидроокисей.

Для выращивания кристаллов часто используется силикагель, приготовляемый из водного раствора метасиликата натрия и различных кислот. Такой гель образуется в процессе поликонденсации ортокремниевой кислоты с образованием полимерных цепочек.

Метод кристаллизации в гелях применяется для выращивания кристаллов веществ, которые плавятся с разложением, имеют низкую упругость паров или малую растворимость. Например, можно вырастить монокристаллы различных солей, кристаллы металлов (серебро, золото, свинец), минералы (галенит, сфалерит, брусит, цеолиты и др.). Размеры кристаллов могут составлять от долей миллиметра до 1-3 см. Часто кристаллы выращиваются из геля при комнатной температуре. Кроме того, аппаратная реализация процесса роста

в геле наиболее проста по сравнению с другими методами, которые используются для получения кристаллов.

Суть метода кристаллизации в геле заключается в следующем. Для выращивания конкретного кристалла выбираются два хорошо растворимых вещества, одно из которых (*A*) равномерно распределяется в геле на этапе его приготовления, а из другого (*B*) готовится питающий раствор, который находится в контакте с гелем и препятствует его высыханию. Гель и питающий раствор готовятся на основе одного и того же растворителя. Оптимальные концентрации веществ *A* и *B* в геле и растворе подбираются экспериментально. В процессе диффузии вещества *B* из питающего раствора в объем геля и последующим контактом с веществом *A* протекает химическая реакция с образованием малорастворимого соединения в виде кристаллов.

На рис. 1 показана одна из возможных принципиальных схем выращивания в геле в I-образной вертикальной трубке на примере тетрагидрата тартрата кальция (далее тартрата кальция). Для получения этих кристаллов берется питающий раствор хлорида кальция и силикатный гель, содержащий винную кислоту.

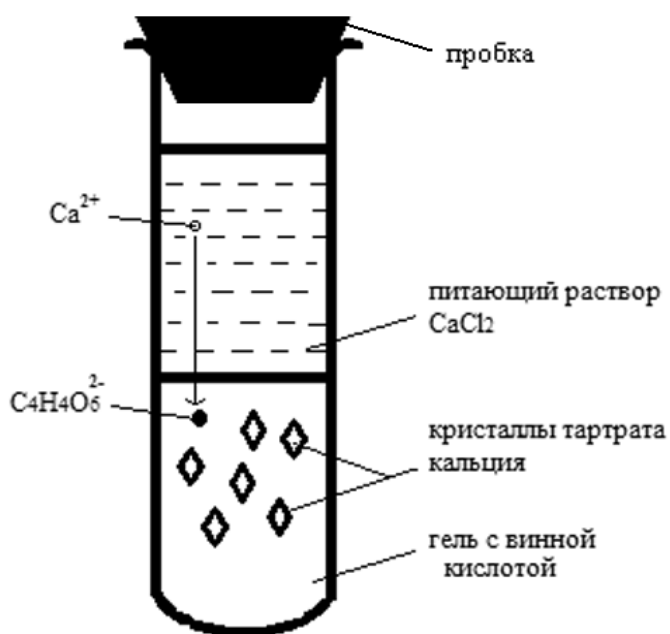
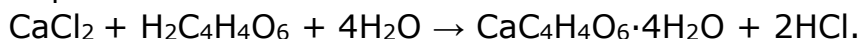


Рис. 1. Схема выращивания кристаллов тартрата кальция в геле в I-образной вертикальной трубке (пробирке).

Ионы кальция диффундируют в объем геля, где происходит следующая химическая реакция



Побочным продуктом данной реакции является соляная кислота, которая постепенно накапливается вокруг растущего кристалла.

Вместо $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ можно взять для питающего водного раствора другие хорошо растворимые вещества, содержащие кальций, например, $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$. Однако нужно учитывать, что pH растворов одинаковой концентрации, но разных солей, будет различаться. Это может повлиять на протекание химической реакции и потребовать подбора других соотношений компонентов в системе. Когда содержание винной кислоты в геле велико, то кроме кристаллов тартрата кальция могут также образовываться игольчатые кристаллы тартрата натрия.

Экспериментальная часть

Для выращивания кристаллов тартрата кальция $\text{CaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ или тартрата стронция $\text{SrC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ потребуются следующие вещества: дистиллированная или деионизованная вода, метасиликат натрия девятиводный $\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, винная кислота $\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_6$ и хлорид кальция двухводный $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ либо, в случае тартрата стронция, нитрат стронция четырехводный $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$.

Приготовление силикатного геля:

- 1) приготовить одну часть (по объему) водного раствора метасиликата натрия, смешав $\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ с водой в пропорции 244 г $\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ на 500 мл воды
- 2) приготовить три части одномолярного водного раствора $\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_6$ и залить в емкость (пробирку), в которой будет проводиться выращивание
- 3) смешать первый раствор со вторым в соотношении 1:3 (по объему), медленно добавляя раствор метасиликата натрия по каплям к раствору винной кислоты при непрерывном перемешивании. Это позволяет избежать больших локальных концентраций ионов, которые могут вызвать преждевременное гелеобразование. Желательно, чтобы температура смешиваемых растворов была не больше комнатной. Несоблюдение указанного выше порядка смешивания растворов, приводит к образованию желеобразных хлопьев, быстрому загустеванию раствора в пробирке и, как следствие, невозможности формирования однородного геля пригодного для выращивания кристаллов
- 4) пробирку со смесью растворов плотно закрыть и выдерживать до созревания (загустевания) геля при комнатной температуре около 10 суток или в термостате при 34-36 °С в течение двух-трех суток. В процессе формирования геля избегать механических воздействий на пробирку (трясти, переворачивать и т.д.), чтобы не нарушить однородность геля. Готовый гель представляет собой достаточно вязкую прозрачную желеобразную среду.

Приготовление питающего раствора:

- 1) для выращивания кристаллов тартрата кальция или стронция можно взять водные растворы хлорида кальция или нитрата стронция с концентрацией 1М, приготовленные с использованием $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ или $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, соответственно.

Порядок выполнения работы:

- 1) Подготовить две пробирки, в которых будут выращиваться кристаллы. Оценить объемы геля и питающего раствора, необходимые для заполнения выбранных пробирок. Желательно, чтобы высота столба геля в пробирке была не менее 4 см, а объемы питающего раствора и геля одинаковы.
- 2) Рассчитать навески всех веществ для приготовления силикатного геля и питающего раствора. Если питающий раствор заданной концентрации готовится из соли в виде кристаллогидрата (например, $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), то при вычислении масс компонентов учесть кристаллизационную воду, которая добавится к питающему раствору вместе с солью.
- 3) Приготовить растворы для геля и смешать их в каждой из пробирок согласно методике, приведенной выше. Плотнo закрыть пробирки так, чтобы предотвратить выпаривание воды, и хранить их в вертикальном положении при заданной температуре до момента застывания геля. Процесс формирования геля может длиться до нескольких суток в зависимости от температуры.

4) Приготовить питающий раствор хлорида кальция (или нитрата стронция) и осторожно, по каплям, залить его вдоль стенки пробирки поверх геля так, чтобы не повредить его поверхность (нарушение поверхности геля при заливке питающего раствора может привести к быстрому спонтанному образованию большого количества мелких кристаллов). Плотнo закрыть пробирки.

5) Поставить одну пробирку для выращивания при комнатной температуре, а другую – в термостате при 35-40 °С.

6) Периодически наблюдать за пробирками, записывать наблюдения и делать фотографии. Первые мелкие кристаллы тетрагидрата тартрата кальция могут появиться вблизи границы раздела геля и питающего раствора через несколько часов, более крупные кристаллы в объеме геля вырастают в течение 7-14 суток.

7) Охарактеризовать кристаллы, выросшие в геле при комнатной температуре и при повышенной температуре в термостате. Как различаются габитус, степень совершенства, количество и размеры получившихся кристаллов? Какие дефекты есть в выросших кристаллах?

Задание

Написать уравнение химической реакции для процесса выращивания кристаллов тартрата стронция в системе из силикатного геля с винной кислотой и питающим раствором нитрата стронция.

Контрольные вопросы

1) Что такое гель?

2) В чем суть метода выращивания в геле и когда целесообразно применение этого метода?

3) Как происходит зарождение кристаллов в объеме геля?

4) Почему нежелательно повреждение поверхности геля при заливке питающего раствора?

5) Как влияют температура выращивания и концентрации компонентов в питающем растворе и геле на процесс кристаллизации?

6) Как будут изменяться размеры и количество образовавшихся в геле кристаллов по мере удаления от границы раздела гель-питающий раствор вглубь геля и почему?

7) Как будет влиять образование побочных продуктов химической реакции на рост кристалла в геле? Предложите способы для ослабления воздействия этого фактора.

8) Какие факторы лимитируют скорость роста и максимальные размеры растущих в геле кристаллов? Как будет изменяться скорость роста кристаллов в процессе выращивания?