

## OBTENCION DE CRISTALES - ANALISIS MICROQUIMICO

Reventós, M. (\*)

Sanfeliú, T. (\*\*)

(\*) Departamento de Geología. Facultad de Químicas. UNIVERSIDAD DE VALENCIA.

(\*\*) Departamento de Geología. Colegio Universitario de Castellón.  
UNIVERSIDAD DE VALENCIA.

### RESUMEN

La dificultad que representa la enseñanza de la Cristalografía puede superarse, sensibilizando a los alumnos realizando trabajos experimentales, en los que se demuestra también su utilidad práctica. De manera que esta materia se haga más atractiva al comprender la necesidad de su estudio.

Presentamos una serie de experiencias prácticas que conllevan la obtención de cristales, a partir de: una solución, un fundido o un vapor. También una recopilación de análisis microquímicos cuya determinación está basada en el reconocimiento de los cristales.

### ABSTRACT

*The trouble that the Crystallography's instruction represent it is able to overcome to the students, through experimental works. So that this matter becomes more charming when the students understand need for its study.*

*We present some practice experiment that they take with them the obtaining of crystals since: a solution, a dissolvent or a steam. A summary of microchemical analysis whose determination is based on the acknowledgement of the crystals.*

### INTRODUCCION

La dificultad que presenta el aprendizaje de la cristalografía obliga al profesorado a motivar a los alumnos despertando el interés de su conocimiento. Por esta causa presentamos distintas experiencias prácticas de fácil realización, aplicables a los distintos niveles de la enseñanza.

El cristal es un sólido mineral y homogéneo, limitado por superficies planas, que forman entre sí ángulos bien definidos, que constituyen la expresión exterior de una ordenación regular interna de los átomos o iones integrantes.

Los cristales tienen frecuentemente formas poliédricas características, limitadas por caras planas. Una gran parte de la belleza de los cristales se debe a este desarrollo de las caras.

El estudio de la morfología es importante para reconocer e identificar las muestras de minerales.

Sin embargo las caras pueden no ser lisas, o no presentarse. Además, los

cristales son muchas veces demasiado pequeños para ser vistos sin la ayuda de un potente microscopio.

Para que un cristal se forme es necesario que en la dispersión de los átomos, iones o moléculas que los integran exista un ESPACIO donde cristalizar, esté en REPOSO y transcurra un TIEMPO de cristalización necesario.

Los minerales que conocen los alumnos proceden de las rocas magmáticas (plutónicas, volcánicas y filonianas) que cristalizan por solidificación de materiales fundidos.

Los minerales de las rocas volcánicas y filonianas de origen neumatolítico cristalizan por sublimación.

Los minerales de filones y de rocas magmáticas y metamórficas cristalizan por segregaciones o por procesos metasomáticos formándose como precipitados a partir de ciertas reacciones químicas.

Los minerales de las rocas sedimentarias cristalizan por precipitación de las soluciones saturadas.

Nuestras experiencias van encaminadas a reproducir en el laboratorio estos fenómenos. Facilitando el conocimiento de la génesis cristalina con las experiencias prácticas que exponemos a continuación.

#### MÉTODOS DE CRISTALIZACIÓN

##### 1.- Por fusión

##### 2.- Por sublimación

3.- Por precipitación de una disolución saturada y por formación de un precipitado a partir de ciertas reacciones químicas (análisis microquímico) minerales.

1.- POR FUSION. Formación de cristales por enfriamiento de un fundido, a partir de azufre en polvo.

2.- POR SUBLIMACION. Formación de cristales por paso directo de gas a sólido, facilitando la cristalización de la naftalina en un cono de cartulina.

3.- POR SOLUCION. Por precipitación de una solución saturada.

3.1.- Sulfato de cobre: favoreciendo la cristalización de cristales azules de  $\text{CuSO}_4$ .

3.2.- Cloruro sódico: formando cristales cúbicos de  $\text{NaCl}$ .

3.3.- Cloruro potásico: cristalización octaedros de  $\text{KCl}$ .

3.4.- Alumbre: obteniendo cristales de color rosa-violáceo.

#### ANÁLISIS MICROQUÍMICO

La formación de precipitados a partir de ciertas reacciones químicas sirve por su carácter específico como análisis cualitativo puesto que los cristales que se forman ponen de manifiesto la presencia de uno o varios elementos en la disolución.

##### a) Método

El tamaño de la muestra a analizar debe ser lo más pequeña posible obtenida del mineral problema por rascado con una aguja emmangada. Sobre el portaobjetos "limpio" se coloca la muestra y sobre ella una gota de ácido para disgregarla. Se calienta el portaobjetos con una llama de alcohol que ocupe la gota problema hasta que el líquido se evapore, quedando en su lugar un residuo característico. Se disuelve éste

otra vez en una gota de ácido, se filtra con una pipeta para observarlo al microscopio y añadirle los reactivos específicos.

##### b) Material General

Aguja emmangada  
Cubreobjetos  
Espátula  
Mechero de alcohol  
Microscopio  
Mineral pulverizado  
Pinzas madera  
Pinzas metálicas  
Portaobjetos  
Acidos

Para cada reconocimiento se utilizan ácidos específicos.

##### c) Determinaciones

##### 1.- As. Reconocimiento

La muestra pulverizada de rejalgar se ataca tres veces con una gota de  $\text{HNO}_3$  1:1 y se somete a evaporación, se disuelve el residuo con una gota de  $\text{HCl}$  1:5, se filtra a otro portaobjetos añadiéndole un pequeño cristal de  $\text{KI}$  precipitándose cristales hexagonales de  $\text{AsI}_3$ .

##### 2.- Ca. Reconocimiento

La muestra pulverizada de calcita se ataca con una gota de  $\text{HCl}$  1:5 tras la efervescencia se añade una gota de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (diluido). Observamos al microscopio finas agujas de  $\text{CaSO}_4$ .

##### 3.- Cu. Reconocimiento

La muestra de calcopirita se ataca tres veces con una gota de  $\text{HNO}_3$  1:1 y se somete a evaporación, se disuelve el residuo con una gota de  $\text{HNO}_3$  1:7. A continuación, en otro cubre se le añade tiocianato mercuríco potásico observándose al microscopio agujas de tiocianato mercuríco de cobre.

##### 4.- Pb. Reconocimiento

La muestra de galena se ataca con una gota de  $\text{HNO}_3$  1:1 hasta la evaporación. Se disuelve el residuo con una gota de agua y se pasa a otro cubre añadiéndole un cristalito de  $\text{KI}$ . Al microscopio se observan laminillas hexagonales amarillas  $\text{PbI}_2$ .

##### 5.- Zn. Reconocimiento

La muestra de blenda se trata con una gota de agua regia hasta la evaporación.

Se disuelve el residuo en una gota de  $\text{HNO}_3$  1:7, se filtra a otro cubre añadiéndole una gota de tiocinato mercúrico potásico. Observándose cristales blancos en forma de estrella.

#### OBSERVACIONES

**ISOMORFISMO.**— Para introducir a los alumnos al concepto de isomorfismo (sustancias de fórmulas análogas y características cristalográficas similares), realizamos la experiencia siguiente:

##### Materiales

6 tubos de ensayo de 125x25 mm. con tapones.  
Alumbre de cromo.  
Alumbre potásico.

##### Procedimiento

Preparar una gradilla con 6 tubos de ensayo con tapones y ponerles A,B,C,D,E y F. Pesar 40 gr. de alumbre de cromo en un vaso de 100 cc., añadir 40 cc. de agua, calentar a  $50^\circ$ , agitando. La temperatura no debe exceder de  $60^\circ$  pues en otro caso no cristalizará esta sustancia. Si el alumbre no se disuelve completamente, decantarlo en otro vaso con 14 gr. de alumbre de potasio y disolverlo en 40 cc. de agua caliente. Medir las disoluciones calientes en los etiquetados como sigue:

Tubo	A	B	C	D	E	F
Alumbre (Cr)	10	8	6	4	2	0 cc.
Alumbre (K)	0	2	4	6	8	10 cc.

Tapar todos los tubos y dejar que se enfrien lentamente en un lugar libre de corrientes. Al cabo de algunas horas filtrar y observar los cristales que hayan aparecido.

**VELOCIDAD DE FORMACION DE LOS CRISTALES.**— En el crecimiento y formación de los cristales intervienen como factores importantes: el tiempo, el reposo y las sustancias presentes en la disolución. Estos factores se ponen de manifiesto en la siguiente experiencia.

##### Materiales

Tubos de ensayo con corchos que cierren.  
Vaso de 250 cc.  
Matraz cónico de 250 cc.  
Nitrato de Potasio ( $\text{KNO}_3$ ).  
Sulfato de Cobre II ( $\text{CuSO}_4$ ).

##### Procedimiento

Introducir en sendos tubos de ensayo 5 gr. de  $(\text{NO}_3)_2\text{K}$ . Añadir a cada uno de los

dos tubos 10 cc. de  $\text{H}_2\text{O}$ . Calentar un vaso de agua a  $35^\circ$  y dejar los dos tubos en el agua hasta que ambos se encuentren también a  $35^\circ$ . Taparlos con un corcho, después de haber agitado hasta que los cristales se hayan disuelto por completo. Dejar después uno de los tubos de ensayo en un matraz erlenmeyer para protegerlo de corrientes de aire y dejar todo en reposo. Enfriar el otro tubo de ensayo bajo el chorro de agua. En el primer caso aparecen pequeños cristales aciculares transcurridas veintiuna horas, con el enfriamiento rápido se forman cristales similares al cabo de unas horas.

**CRECIMIENTO DE LOS CRISTALES.**— En esta experiencia se utilizan los mismos materiales que en la experiencia anterior.

##### Procedimiento

Pesar 5 gr. de Nitrato Potásico y 0,5 gr. de  $\text{So}_4\text{Cu}$  en un tubo de ensayo, como antes, agitar hasta que se hayan disuelto los contenidos, (antes de agitar se debe añadir 10 cc. de agua y calentar de nuevo uniformemente a  $35^\circ\text{C}$  por inmersión de un vaso de agua caliente) poner un tapón y colocar en un erlenmeyer. Después de algunas horas decantada la disolución azul, se observa la formación de cristales.

**CAMBIO DE HABITO.**— En función del tipo de disolución. Se pueden observar cristales mientras cristalizan las siguientes disoluciones mezcladas:

- 3 gr. de  $\text{ClNa}$  y 2 gr. de Urea en 10 cc. de  $\text{H}_2\text{O}$ .
- 4 gr. de Cloruro Amónico y 0,5 gr. de Urea en 10 cc. de  $\text{H}_2\text{O}$ .

Se observará que el efecto de la adición es que los cristales presentan nuevas caras. En la sal común se desarrollan caras de octaedro además de las caras cúbicas. La velocidad de crecimiento de la cara de empaquetamiento de máxima densidad es diferente a la velocidad correspondiente a una cara menos densa. Las caras de octaedro crecen más deprisa, llegando a desaparecer, dominando las caras cúbicas.

#### VALORACION Y DESARROLLO DE LA EXPERIENCIA

\* Puede adaptarse a distintos niveles educativos. Los apartados de análisis microquímico, de velocidad de formación de los cristales, cambio de hábito e isomorfismo son recomendables para niveles superiores.

\* El alumno ha de ser el que realice la experiencia siempre de manera individual y quien elabore las observaciones y las conclusiones. Deberá relacionarlas con el mundo petrológico y

y mineral que a su nivel conoce.

- \* Las sesiones de trabajo finalizarán con una puesta en común destacando el estado cristalino, las propiedades e interés de los cristales en la industria, la importancia de su conocimiento para la petrología y la mineralogía particularizada en estas técnicas en el reconocimiento de algunas especies minerales.

#### BIBLIOGRAFIA

- \* ADAMS, D.M. (1974). "Inorganic Solids". Ed. John Wiley and sons. London.
- \* AMIGO, J.M.; BRIANSO, J.L.; BRIANSO, M.C.; COY-YLL, R. y SOLANS, J. (1981). "Cristalografía". Ed. Rueda. Madrid.
- \* BOURON ANDRE, LUC ANDRE BOURON (1962). "Calcul et disposition des appareils de Cristallitation". Ed. Librairie Polytechnique Ch. Beranger. Paris.
- \* ESPAÑA, TALON, J.A. (1980). "Actividades prácticas de ciencias naturales". Ed. Dosat. Madrid.
- \* FERNANDEZ CASTAÑEDA, (1981). "Proyecto experimental, área ciencias de la naturaleza". Ed. M.E.C. Madrid.
- \* HURLBULT, C.S. (1983). "Manual de Mineralogía". Reverté. Barcelona.
- \* LILLO BEVIA, (1978). "Prácticas de Geología". Ed. Ecir. Valencia.
- \* NOGUES, J.M. y CORREIG, T.M. (1984). "La obtención de cristales: un método de aproximación a la cristalografía". III Simposio sobre enseñanza de la Geología. Barcelona.
- \* NUFFIELD (1971). "Ciencia combinada, Química". Reverté. Barcelona.
- \* RUDOLPH PETER (1982). "Profilzüchtung von Einkristallen". Ed. Akademie-Verlag. Berlin.