

Concurso de crecimiento de cristales



una guía para tutores nacionales

www.cristalografia2014.fq.edu.uy

Uno de los principales objetivos del Año Internacional de la Cristalografía es el establecimiento de una red dinámica mundial de escuelas y liceos que participen en experimentos de crecimiento de cristales, ya sea en competencias nacionales o regionales, introduciendo a los estudiantes en el emocionante, difícil y a veces frustrante mundo del crecimiento de cristales.

Para celebrar esta iniciativa habrá una competición nacional y mundial en el 2014 abierta a todos los escolares y liceales (que participen o no en competencias nacionales). Los ganadores serán aquellos que logren obtener los cristales de mayor calidad y transmitir con mayor éxito sus experiencias a un panel de jueces a través de presentaciones, videos, diarios, ensayos escritos u otros medios.

En este folleto proporcionamos información para docentes de escuelas, liceos u otras organizaciones que quieran participar en esta emocionante aventura. En este folleto pueden encontrar consejos básicos sobre cómo comenzar con los experimentos de crecimiento de cristales.

1. Cómo crecer cristales

La idea es crecer un monocristal, no varios cristales juntos. Como primer paso necesitarás crecer un monocristal pequeño perfecto, tu semilla, alrededor de la cual posteriormente crecerá un cristal de mayor tamaño. Es esencial prevenir el crecimiento excesivamente rápido ya que contribuye a la formación de múltiples cristales en vez de un monocristal.

Necesitarás...

- Sustancia a cristalizar
- Agua destilada o desmineralizada
- Una varilla de madera pequeña, lápiz o palito de brochette
- Un plato llano (por ej. placa de Petri)
- Termómetro
- Balanza
- Contenedor plástico o de vidrio
- Placa de calentamiento
- Vaso de Bohemia de 2 a 4 L de volumen
- Tanza de pescar (fuerza de 1 a 2 kg)
- Pegamento de contacto (preferentemente en gel y de secado rápido)
- Heladerita o contenedor de espuma plast
- Una lupa

¡Cosas importantes a saber por adelantado!

- Con cuánta sustancia deberás trabajar, lo cual puedes determinar midiendo su masa en una balanza
- La solubilidad en agua a temperatura ambiente de la sustancia, la cual puedes obtenerla de un manual de datos de química
- También es útil conocer la solubilidad de la sustancia a temperaturas elevadas, información que se encuentra disponible en manuales de datos fisicoquímicos. La figura 1 muestra la solubilidad del alumbre en agua en función de la temperatura.

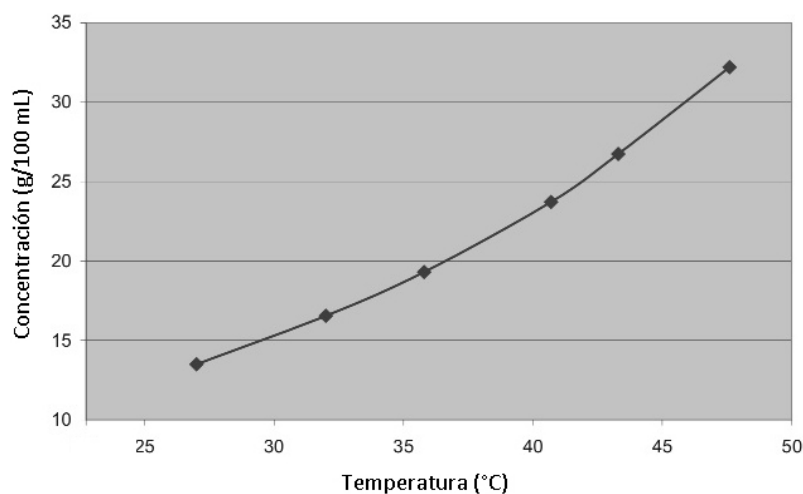


Figura 1. Solubilidad de alumbre en agua en función de la temperatura

http://nshs-science.net/chemistry/make_handout.php?course=802&%20path=common&%20handout=CL1-alum_crystals
(página en inglés)

Por supuesto que debes realizar una búsqueda sobre cualquier riesgo o medida de seguridad asociada al material que planees usar y toma las medidas de seguridad apropiadas. Por ejemplo,

- busca la hoja de seguridad suministrada con todo producto químico
- asegúrate que los estudiantes sean conscientes de las precauciones al manejar planchas calefactoras, mechero u otro, y utilización de cemento de contacto
- utiliza materiales de vidrio seguros u otro material de laboratorio apropiado
- provee túnicas de laboratorio, guantes y lentes de protección cuando sea adecuado.

¡El protocolo!

Primera etapa: Crece una semilla

- Calienta en un contenedor de vidrio 50 mL de agua.
- Disuelve la cantidad de sustancia adecuada para producir una solución saturada a alta temperatura.
- Vierte la solución caliente en un plato llano o placa de Petri.
- Deja enfriar la solución a temperatura ambiente.
- Después de un día aproximadamente, aparecerán pequeños cristales (Figura 2)
- Retira algunos cristales, lávalos con una gota de agua para quitar restos de la solución.
- Con la ayuda de una lupa elije un pequeño cristal lindo y transparente. Ésta será tu semilla. Si tienes una balanza disponible pesa el cristal. De lo contrario puedes medirlo para monitorear su crecimiento posterior.



Figura 2. Cristales semilla de un estudiante (Foto de Luc Van Meervelt)

Segunda etapa: crece un gran monocristal

- Pega la semilla en la punta de un trozo de tanza de pescar o un cabello largo utilizando cemento de contacto procurando no manipular la semilla con las manos o elementos que ensucien la superficie (Cuidado no pegues tus dedos!)
- Corrobora utilizando la lupa que el cristal esté fijo en la punta de la tanza.

Para crecer un monocristal de gran tamaño necesitarás una solución sobresaturada.

La cantidad de sustancia y agua a utilizar dependerá de la solubilidad de la sustancia a diferentes temperaturas. Puede ser necesario que tengas que determinar las cantidades necesarias mediante ensayo y error (como lo hacen los científicos).

- Coloca el doble de cantidad de sustancia que normalmente se disuelve en un cierto volumen de agua. (Si 30 g de sustancia X se disuelven en 100 ml de agua a temperatura ambiente coloca 60 g de sustancia X en 100 ml de agua). Ajusta las proporciones dependiendo de cuánta sustancia tienes. Utiliza material de vidrio limpio.
- Agita la mezcla hasta que no se disuelva más sólido.
- Continúa agitando mientras calientas la solución lentamente.
- Una vez que todo esté disuelto, retira el recipiente de la fuente de calor.
- Permite que la solución se enfríe a temperatura ambiente.
- Ahora tienes una solución sobresaturada a temperatura ambiente y estás listo para comenzar a crecer un monocristal de gran tamaño a partir de tu semilla.
- Con cuidado suspende la semilla desde la varilla de madera en la solución sobresaturada, con cuidado de que ésta quede en el medio de la solución sobresaturada (Figura 3).
- Cubre el contenedor donde el cristal crecerá con film plástico, papel aluminio o un trozo de cartón de forma de evitar que entre polvo y reducir las fluctuaciones de temperatura.



*Figura 3. Semilla de alumbre suspendida en una solución saturada.
(Foto de Luc Van Meervel)*

La solubilidad de algunas sales es muy sensible a pequeñas variaciones en la temperatura, es por ello que la temperatura debe ser controlada de la mejor manera posible. Puede suceder que tengas un cristal grande bonito creciendo en el vaso de bohemia el viernes, la temperatura ambiente aumenta en la escuela durante el fin de semana, y cuando vuelves el lunes encuentras que el cristal se disolvió volviendo a la solución. Por lo tanto es una buena idea dejar tu sistema de crecimiento dentro de una conservadora (Figura 4).



Figura 4. Conservadora de espuma plast.

- Observa el crecimiento del cristal. Dependiendo de la sustancia, el grado de sobresaturación de la solución y la temperatura puede llevar varios días antes que se detenga el crecimiento.
- Vuelve a sobresaturar la solución. Este procedimiento puede ser necesario que lo realices diariamente, especialmente cuando el cristal se vuelve más grande. Antes de realizar este procedimiento retira el cristal.

Determina la masa del cristal y compárala con la masa anterior. Prepara nuevamente la solución sobresaturada agregando la cantidad de masa de sustancia correspondiente al crecimiento del cristal. Calienta y agita la solución hasta que todo esté disuelto. Deja enfriar la solución a temperatura ambiente!

- Cada vez que la solución está saturada, es una buena idea limpiar la superficie del cristal, para ello
 - asegúrate que el cristal esté seco;
 - no toques la superficie del cristal con tus dedos (sostenlo sólo utilizando la tanza donde está pegado siempre que sea posible);
 - remueve las imperfecciones de la superficie debido a crecimiento extra;
 - retira cualquier pequeño cristal que crezca sobre la superficie.

Es un buen hábito lavar tus manos luego de cada manipulación.

- Resuspende el cristal nuevamente en la solución sobresaturada.
- Repite los pasos anteriores cada vez que sea necesario.

Algunas preguntas frecuentes...

¿Por qué un cristal deja de crecer?

Un cristal solamente crecerá cuando la solución que lo rodea está sobresaturada con producto. Cuando la solución es exactamente saturada no se depositará más sustancia en el cristal. Esto no es exactamente correcto, aún se puede depositar una pequeña cantidad, sin embargo, una cantidad equivalente de cristal se disolverá, esta situación se llama condición de equilibrio.

¿Por qué mi cristal disminuye en tamaño/desaparece?

Si tu cristal disminuye en tamaño o desaparece es porque la solución que lo rodea se ha vuelto insaturada y la sustancia que componía el cristal se disolvió. La insaturación puede producirse cuando la temperatura de una solución saturada aumenta, aún por pocos grados, dependiendo del soluto. Es por ello que el control de temperatura es importante.

¿Cómo recomienzo el crecimiento de mi cristal?

¡Haz la solución sobresaturada nuevamente!

¡Ayuda, mi cristal perdió transparencia!

Cuando retiras el cristal de la solución límpialo rápidamente en agua para enjuagar la capa de solución sobre la superficie del cristal. Si no lo haces, esta pequeña cantidad de solución saturada puede dejar un precipitado amorfo sobre la superficie del cristal en crecimiento debido a la evaporación del agua. Esta película de precipitado amorfo disminuirá la transparencia de tu cristal y tú no podrás cosechar un cristal perfectamente transparente como el de la Figura 5.

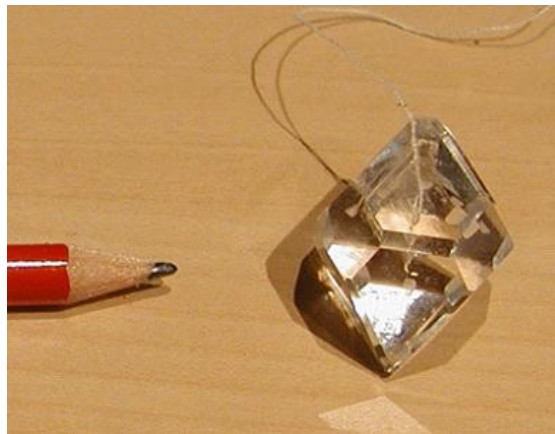


Figura 5. Cristal transparente de alumbre (Foto por Luc Van Meervelt)

¿Cuál es la diferencia entre una solución insaturada, saturada y sobresaturada?

En el proceso de recristalización, tenemos que preparar una solución que está sobresaturada con respecto al soluto (material que quiero cristalizar). Hay varias formas para hacer esto.

Una consiste en calentar el solvente y disolver la mayor cantidad de soluto que sea posible obteniendo una solución saturada a esa temperatura, y luego dejarla enfriar. En este punto el soluto permanece en la solución, que contiene más soluto a esa temperatura que lo que contendría normalmente, obteniendo una solución sobresaturada.

Esta última situación es de alguna manera inestable. Si ahora suspendes un material sólido en la solución sobresaturada el soluto extra tenderá a salir de la solución y crecer

alrededor del sólido. Las partículas de polvo pueden precipitar este proceso. Sin embargo, el crecimiento será descontrolado y debe ser evitado (por eso tapamos el recipiente donde se lleva a cabo la cristalización).

Para controlar el crecimiento se utiliza una semilla cristalina preparada a partir del soluto y suspendida en la solución (Figura 6).

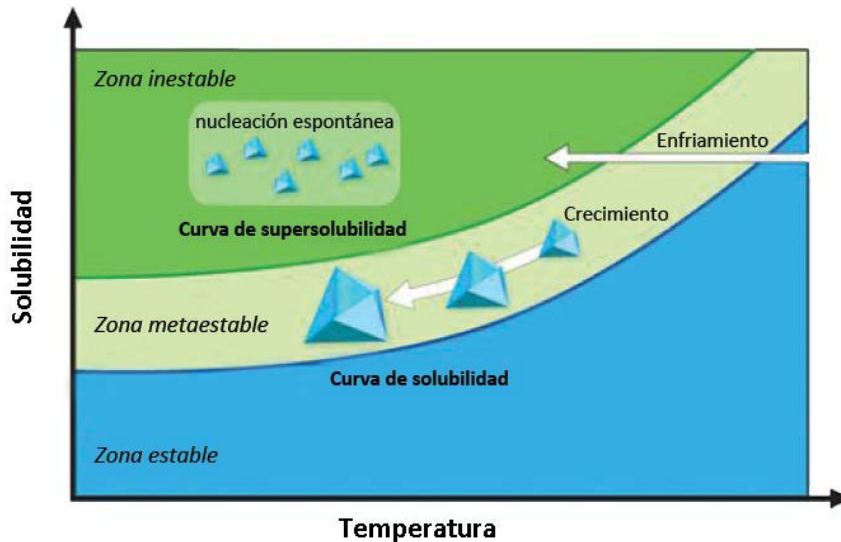


Figura 6. La región por encima de la curva de solubilidad es llamada zona sobresaturada. En la zona inestable (verde) ocurre nucleación espontánea. Un cristal suspendido en la zona metaestable continuará creciendo.

El método de sobresaturación funciona cuando el soluto es más soluble en solvente caliente que frío. Este es el caso usual pero existen excepciones. Por ejemplo, la solubilidad de la sal de mesa (cloruro de sodio) es aproximadamente la misma a diferentes temperaturas.

¿Puedo preparar la solución sobresaturada de otra manera?

Otra forma de obtener una solución sobresaturada es agregar solvente a una solución saturada y dejar evaporar el solvente. Este es un proceso más lento. Un tercer método se explica abajo.

- Selecciona un volumen apropiado de agua
- Calienta el agua el agua unos 15 a 20 grados por encima de la temperatura ambiente
- Agrega un poco de sustancia al agua tibia y agita hasta disolución completa
- Continúa agregando sustancia y agitando hasta que no se observe más disolución
- Calienta la mezcla hasta que se disuelva totalmente
- Una vez que se disuelve totalmente retira el recipiente de la fuente de calor
- Deja enfriar a temperatura ambiente
- Ahora tienes una solución sobresaturada

Soy una persona perfeccionista, ¿qué puedo hacer para obtener mejores resultados?

Para obtener cristales con mejor simetría y tamaño puedes rotar lentamente el cristal en crecimiento (1 a 4 veces por día) Un motor eléctrico que rote de 1 a 4 veces por día puede ser complicado de encontrar. Esta opción es útil cuando el monocristal se vuelve grande. También

puedes colocar el vaso de bohemia dentro de un baño termostático a pocos grados por debajo de la temperatura ambiente.

Cuál es la mejor forma de crecimiento, ¿lenta o rápida?

La velocidad de crecimiento afectará la calidad del cristal. Cuanto más sobresaturada sea la solución, más rápido será el crecimiento. **Los mejores cristales suelen obtenerse lentamente.**

¿Cuál es el efecto de las impurezas?

Una vez que hayas conseguido crecer cristales exitosamente puede ser interesante crecer monocristales introduciendo impurezas específicas. Éstas pueden dar al cristal diferentes formas o colores.

¿Este método también funciona con proteínas?

No, no es posible realizar una solución sobresaturada de proteína disolviendo la proteína en solvente caliente. La proteína se desnaturará y perderá su estructura plegada. Una etapa especial es necesaria en este caso. En el método de la gota que cuelga (Figura 7) por ejemplo, una gota que contiene proteína, buffer y agentes precipitantes se deja colgar sobre un reservorio de mayor tamaño conteniendo buffer y agentes precipitantes en mayor concentración. A medida que el agua se evapora de la gota será transferida al reservorio donde se unirá al precipitante. Durante este proceso se logra concentrar a la proteína. Una vez que la supersaturación se obtiene, se observa la nucleación y el cristal comienza a crecer.

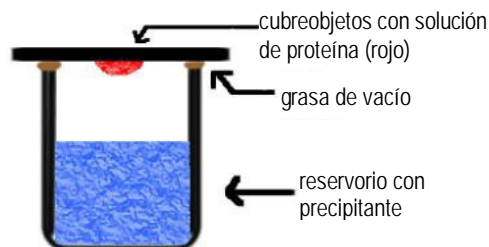


Figura 7. Método de difusión de vapor de la gota colgante para cristalización de proteínas. (Rhodes, Gale. Crystallography Made Crystal Clear. San Diego: Academic Press, 1993)

2. Cómo serán evaluados los cristales

Un monocristal puede ser evaluado en base a su calidad o en combinación con masa y calidad. Los criterios de evaluación son dados abajo. Puedes definir distintas categorías, por ejemplo, por edad, mejor calidad, mejor escuela, cristal más grande, etc....

Criterio de evaluación

Los monocristales pueden ser evaluados en base a la combinación de la masa obtenida y factores de calidad. También se evaluará un reporte del proceso de obtención de los cristales en el concurso internacional. Se divulgarán los métodos de evaluación oportunamente.



Foto por Dirk Poelman

3. Compuestos a cristalizar

Fosfato Diácido de Potasio

Conocido también como "KDP", fórmula química KH_2PO_4 , da cristales transparentes grandes. Solubilidad: 22 g/100 ml (anhidro, 25°C, agua).



Foto por Luc Van Meervelt

Sulfato de Potasio y Aluminio

También conocido como alumbre o alumbre de potasio, su fórmula química es $\text{KAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$, da cristales transparentes octaédricos. Solubilidad: 118 g/L (20°C, agua).

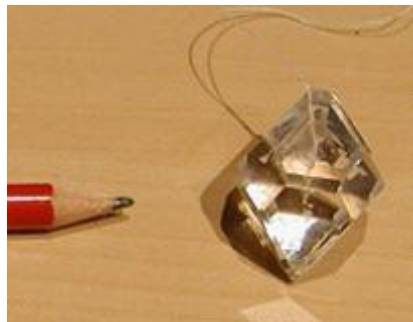


Foto por Luc Van Meervelt

Tetraborato Disódico

También conocido como Bórax. Su fórmula química es $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$, da cristales incoloros. Solubilidad: 27 g/L (anhidro, 20°C, agua).



Foto por Luc Van Meervelt

Sulfato de Cobre (II) Pentahidratado

Su fórmula química es $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, da cristales azules. Solubilidad: 390 g/L (anhidro, 20°C, agua).

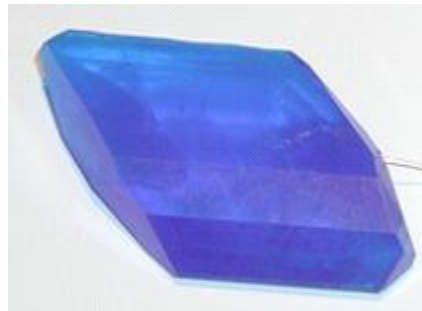


Foto por Luc Van Meervel

Sulfato de Amonio y Magnesio Hexahidratado

Su fórmula química es $(\text{NH}_4)_2\text{Mg}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, da cristales transparentes grandes.

La cristalización es realizada a partir de sulfato de amonio y sulfato de magnesio. Se disuelven a temperatura ambiente cantidades equivalentes de ambas sales en agua (por ejemplo 0,4 mol de ambos compuestos en 45-48 mL de agua). Agito hasta que todo se disuelva. Se realiza una solución sobresaturada agregando pequeñas cantidades de ambas sales (2-5 g) con calentamiento lento (máx. 30-40 °C). Se cubre el vaso de bohemia y se deja enfriar a temperatura ambiente. Luego se continúa el proceso de crecimiento de cristales normalmente.



Foto por Luc Van Meervelt

Tartrato de Sodio y Potasio

También conocido como "sal de Seignette" o "sal de Rochelle", su fórmula química es $\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, da cristales transparentes grandes. Solubilidad: 630 g/L (anhidro, 20°C, agua).

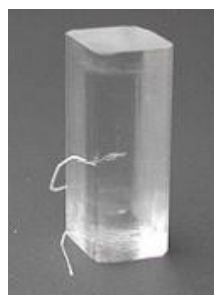


Foto por Luc Van Meervelt

Sulfato de Hierro (II) y Amonio Hexahidratado

Conocido también como "sal de Mohr", su fórmula química es $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, da cristales verde agua. Solubilidad: 269 g/L (20°C, agua).



Foto por Luc Van Meervelt

Ferricianuro de Potasio

También conocido como "Rojo de Prusia" y tiene fórmula química $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$. El protocolo siguiente da cristales rojos monoclinicos. Solubilidad: 464 g/L (20°C, agua).

Disuelve 93 gramos de ferricianuro de potasio en 200 mL de agua tibia, cubre la solución y deja que enfríe a temperatura ambiente.



Foto por Wayne Schmidt

Acetato de Cobre (II) Monohidratado

Fórmula química: $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$. El siguiente protocolo da cristales monoclinicos verde oscuros. Solubilidad: 72 g/L (20°C, agua).

Disuelve 20 gramos de acetato de cobre monohidratado en 200 mL de agua caliente. Si queda parte sin disolver agrega unas gotas de ácido acético y agita bien. Cubre la solución y deja enfriar lentamente sin moverla por unos días, usualmente los cristales se depositarán espontáneamente.



Foto por Coba Poncho

Acetato de Cobre y Calcio Hexahidratado

Fórmula química: $\text{CaCu}(\text{CH}_3\text{COO})_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. El protocolo siguiente da cristales tetragonales azules. Agrega 22,5 gramos de óxido de calcio a 200 mL, pon en la mezcla 48 gramos de ácido acético glacial, agita hasta que la solución sea clara. Si hay residuos sólidos filtra la solución. Disuelve por separado 20 gramos de acetato de cobre monohidratado en 150 mL de agua caliente. Mezcla las dos soluciones, cubre la mezcla y deja que enfríe por un día. Si no se depositan cristales espontáneamente deja evaporar unas gotas de solución y pon las semillas obtenidas en la mezcla anterior.

Cloruro de Sodio (sal de mesa)

Fórmula química: NaCl . También conocido como sal de mesa. Solubilidad: 35.9 g/100 mL (20°C, agua).

El NaCl tiende a formar cristales pequeños más o menos formados debido a que su solubilidad apenas cambia en función de la temperatura. A 20°C se disuelven 35,9 g de NaCl en 100 g de agua, mientras que a 100°C sólo se disuelven 39,2 g de NaCl en 100 g de agua. El método más apropiado para crecer cristales de cloruro de sodio es por evaporación de una solución saturada. Al inicio se depositan pequeños cristales (sub-milimétricos) en el fondo del recipiente o en hilos de pelusa en la solución con forma de cubo con las caras lisas. Los cristales de mayor tamaño tienden a presentar hábitos de crecimiento erráticos. Un experimento interesante es intentar ver cuánto cambia la morfología al agregar pequeñas cantidades de otras sustancias, como sulfato de cobre, alumbre o nitrato de sodio a la solución saturada en sal.



Sacarosa (azúcar de mesa)

Fórmula química: $\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}$. También conocida como azúcar de mesa. Solubilidad: 211.5 g/100 mL (20°C, agua).

La caña de azúcar produce grandes cristales sin demasiados inconvenientes si eres paciente. Disuelve aproximadamente 500 g de azúcar en 100 mL de agua caliente y deja enfriar. La solución pálida amarillo-plateada es muy viscosa cuando se encuentra sobresaturada y puede tomar de una semana a un mes producir cristales dependiendo del tamaño del contenedor. A partir de volúmenes pequeños de líquido se forman rápidamente cristales pequeños (de hasta unos mm). Utiliza estas semillas para crecer cristales de mayor tamaño. Puedes crecer monocristales muy bonitos en un período de pocas semanas. La sacarosa es levemente deliquescente, los cristales

'transpiran'. Verás que los cristales se vuelven húmedos y pegajosos aunque los hayas secado, especialmente en habitaciones calurosas.



http://www.solarnavigator.net/solar_cola/sugar.htm (página en inglés)

Fructosa

Fórmula química: $C_6H_{12}O_6$. Conocida como azúcar de la fruta. Solubilidad: 3750 g/L (20°C, agua).

La solución de partida se prepara de la misma manera que la del azúcar de caña. Con la fructosa la paciencia es todo. A una solución 80% en peso de fructosa (80 g de fructosa cada 20 mL de agua) que no contiene semillas demorará varias semanas en comenzar a cristalizar a temperatura ambiente, la primer señal es la aparición de pequeños cuadrados planos en la superficie de la solución. Sin embargo, si utilizas unos pequeños cristales del sólido de partida como semilla aparecerán manchas blancas -como lana de algodón- en el líquido que pueden confundirse con pelusas. De hecho, estos son agregados de cristales muy finos de fructosa hemihidratada ($C_6H_{12}O_6 \cdot \frac{1}{2}H_2O$). El hemihidrato aparecerá también si utilizas semillas en una solución que guardas en la heladera (1-4 °C). Agitar vigorosamente la solución rompe los cristales de hemihidrato causando la nucleación del dihidrato ($C_6H_{12}O_6 \cdot 2H_2O$).

Sulfato de Potasio y Cromo

Fórmula química: $KCr(SO_4)_2 \cdot 12(H_2O)$. También conocido como alumbre de cromo. Da cristales de color púrpura intenso. Puedes crecer una capa clara de alumbre alrededor de los cristales púrpura.

1. La solución de crecimiento consiste en una solución del alumbre de cromo mezclada con una de alumbre común. Prepara una solución de alumbre de cromo agregando 60 g de sulfato de cromo en 100 mL de agua.
2. En un contenedor separado prepara una solución saturada de alumbre de potasio agitando alumbre en agua caliente hasta que no veas disolución.
3. Mezcla las soluciones preparadas en los puntos 1 y 2 en cualquier proporción que quieras. Las soluciones más intensamente coloreadas darán cristales más oscuros, pero también será más difícil monitorear el crecimiento de los cristales.
4. Crece una semilla utilizando esta misma solución, pégala en la punta de una tanza de pescar y suspéndela sobre la mezcla restante.
5. Cubre el recipiente con papel servilleta o filtro de café. A temperatura ambiente (aprox. 25°C) los cristales crecerán por evaporación lenta de solvente pudiendo crecer en pocos días o pocos meses.

6. Para crecer un cristal incoloro sobre un núcleo colorido de este o cualquier otro alumbre, simplemente retira el cristal de la solución de crecimiento, sécalo y resuspéndelo en una solución saturada de alumbre de potasio. Continúa el crecimiento el tiempo que desees.



Foto por Wayne Schmidt (<http://www.waynethisandthat.com/crystals.htm>)

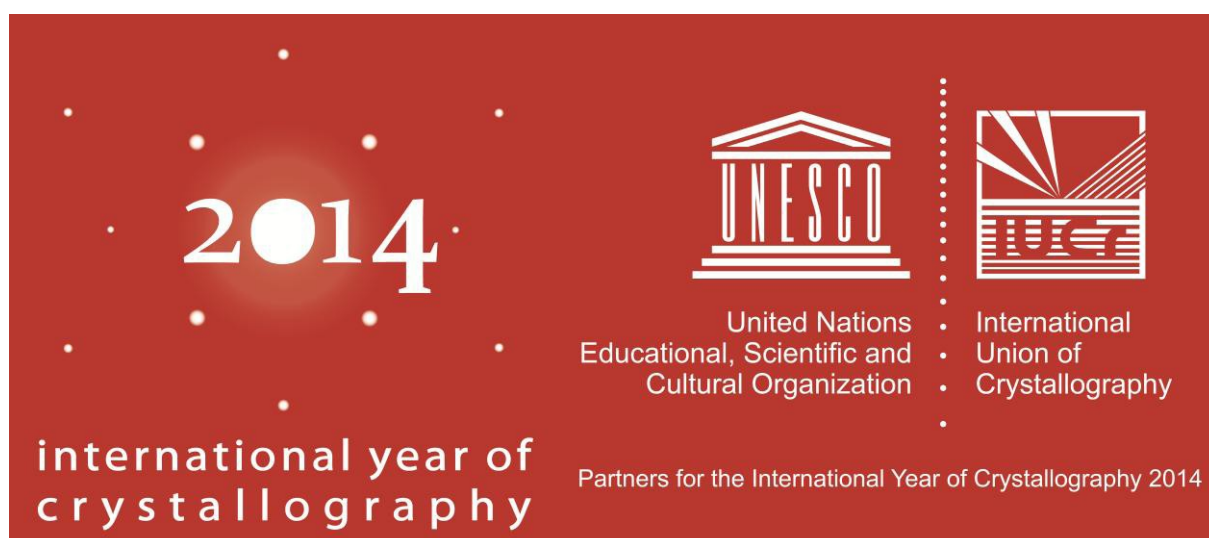
¿Necesitas nuestro apoyo?

Los organizadores de la competición nacional estamos disponibles para brindar apoyo y actuar como consultores. En caso de dudas contactarse vía mail a:

cristalografia@fq.edu.uy

En nuestro sitio web puedes encontrar material extra, información de interés y las reglas y etapas del concurso.

<http://www.cristalografia2014.fq.edu.uy>



2014

UNESCO
United Nations
Educational, Scientific and
Cultural Organization

IUCr
International
Union of
Crystallography

Partners for the International Year of Crystallography 2014