

## Actividades de crecimiento cristalino: creando minerales en el laboratorio

*Crystal growth activities: creating minerals in the lab*

DAVID BENAVENTE<sup>1</sup>, IDAEL FRANCISCO BLANCO-QUINTERO<sup>1</sup>, CONCEPCIÓN PLA<sup>2</sup>,  
MARÍA PAZ LLORENS-ESTARELLES<sup>3</sup>, ÁNGEL FERNÁNDEZ-CORTÉS<sup>4</sup>,  
JOSÉ VICENTE GUARDIOLA-BARTOLOMÉ<sup>5</sup>, MARÍA CONCEPCIÓN MUÑOZ<sup>1</sup>,  
MIGUEL ÁNGEL RODRIGUEZ<sup>1</sup>, JAIME CUEVAS-GONZALEZ<sup>1</sup>, JUAN CARLOS CAÑAVERAS<sup>1</sup>  
Y SALVADOR ORDÓÑEZ<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Departamento de Ciencias de la Tierra y del Medio Ambiente. Universidad de Alicante, Alicante.

Email: david.benavente@ua.es

<sup>2</sup> Departamento de Ingeniería Civil, Universidad de Alicante, Alicante

<sup>3</sup> CEIP Costa Blanca. Alicante.

<sup>4</sup> Departamento de Biología y Geología, Universidad de Almería, Almería,

<sup>5</sup> Departamento de Ciencias del Mar y Biología Aplicada, Universidad de Alicante, Alicante

**Resumen** En este artículo presentamos un conjunto de actividades con el objetivo de entender y cuantificar el crecimiento y formación de cristales en el laboratorio. Los experimentos de crecimiento cristalino se llevan a cabo en gotas de disoluciones acuosas y en gel de sílice. Se estudia la cristalización de la halita y la secuencia de precipitación de una salmuera; se observa el comportamiento de minerales estables y metaestables del sistema  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  y, por último, se investiga sobre la formación de yesos en el gel de sílice dentro de tubos en forma de U. Las actividades, sencillas y económicas, han sido ordenadas según las diferentes etapas educativas (Primaria, Secundaria y estudios de grado universitario), pero su realización no es exclusiva y sí, en cambio, preferente. Los experimentos han sido previamente realizados con éxito en diferentes etapas educativas.

**Palabras clave:** Minerales, crecimiento cristalino, experimentos en el laboratorio, hábito cristalino, solubilidad.

**Abstract** *In this paper, we present different activities with the aim of understanding and quantifying the growth and formation of minerals under lab conditions. Minerals are crystals that arise naturally. The crystal growth experiments are carried out in both drops of aqueous solutions and silica gel. We compare the halite crystallisation with the precipitation sequence from a brine, we will study the behaviour of the stable and metastable minerals in the  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  system and, lastly, we will do some research on the gypsum precipitation in silica gels into U-shaped glass tubes. The experiments are easy and inexpensive to perform. They are presented according to the different educational stages (primary school, secondary school and university degrees); it is not obligatory to carry them out, but highly advisable. The experiments have been successfully performed in the different educational stages.*

**Keywords:** Minerals, crystal growth, lab experiments, crystal pattern, solubility.

### INTRODUCCIÓN

Los minerales son elementos o compuestos químicos naturales que se han formado como resultado de procesos geológicos; son sólidos y homogéneos (no pueden ser físicamente divididos en sus componentes químicos), poseen una composición química definida, aunque no fija, y la mayoría poseen una estructura atómica ordenada (cristales). Algunos de ellos son amorfos (sin estructura cristalina, por ejemplo los vidrios volcánicos) denominándose mi-

neraloides, por lo que no se consideran minerales en tal caso (Hurlbut y Klein, 1996). Muchos otros cristales se han formado artificialmente o son sustancias orgánicas (por ejemplo, la vitamina  $\text{B}_{12}$ ) o biogénicas, las cuales son producidas por procesos biológicos sin un componente geológico (por ejemplo, los cálculos renales o los cristales de oxalato en tejidos de plantas).

El hábito cristalino describe el aspecto macroscópico que presentan los minerales. El hábito cristalino de un cristal de una determinada fase mineral

puede poseer caras bien desarrolladas, generalmente planas, que presentan siempre los mismos ángulos con sus vecinas como resultado de la disposición ordenada y simétrica de sus constituyentes. Muchas de las propiedades físicas de estos minerales, y sus aplicaciones, se derivan de esta simetría y estructura cristalina. Hoy en día es fácil ver cristales naturales en museos, o fotografías en libros o en Internet. Muchos de esos minerales presentan unos hábitos cristalinos impresionantes, donde no solo destaca su colorido o su tamaño, sino la perfección y complejidad de formas que desarrollan.

La formación de los minerales y, por tanto, de los cristales, ocurre por procesos de cristalización a través de la incorporación ordenada a un germen (semilla) de átomos, iones o moléculas según un patrón de repetición definido en las tres direcciones del espacio. Esta formación de minerales ocurre por tres procesos principales: (i) precipitación directa de una solución acuosa; (ii) una precipitación a partir de una disolución silicatada por enfriamiento de un magma; (iii) o re-cristalización de materiales sólidos durante procesos metamórficos.

En el caso de la evaporación, los cristales se pueden formar a partir de la solución debido a que la evaporación produce una concentración de los solutos, y los sólidos disueltos se separan del fluido (cristalizan). Este ejemplo natural es fácilmente observable cuando el sodio, el cloro y el calcio se disuelven de las rocas y son transportados por los ríos a mares interiores y lagos donde luego se evaporan, dejando depósitos minerales de sal, yeso, etc, o bien durante el proceso de ascenso de fluidos hidrotermales ricos en sulfatos. Respecto a estos casos particulares de formación de cristales pueden encontrarse ejemplares excepcionales como la espectacular geoda de Pulpí, la mayor geoda de Europa (Fig. 1a) o los cristales de la Cueva del Tesoro (Karst en yesos de Sorbas), ambos en la provincia de Almería (España), (Fig. 1b).

Durante el enfriamiento de los magmas (roca fundida), grupos de átomos comienzan a unirse en la mezcla caótica y forman cristales. Los cristales crecen a medida que los átomos se adhieren a la estructura inicial. A medida que los cristales aumentan de tamaño, compiten por el espacio, lo que provoca que cese el crecimiento en los puntos de contacto, continuando hacia donde haya espacio disponible. Los cristales de las rocas ígneas tienen, por lo general, una forma irregular, formando texturas de intercrecimiento y careciendo de caras bien formadas.

Los minerales existentes pueden verse afectados por variaciones en las condiciones físico-químicas de su formación, dando como resultado el crecimiento de nuevos minerales que son estables en las nuevas condiciones. Este proceso ocurre, por ejemplo, por variaciones de temperatura y/o presión asociadas a los procesos metamórficos. En ocasiones no se forman nuevos minerales, sino que los minerales que constituyen la roca aumentan su tamaño de grano (cristal). Esto es lo que ocurre con una roca caliza que, al sufrir aumentos de temperatura y presión, recristaliza formando cristales centimétricos (apreciables a simple vista) de calcita, pasando a llamarse la roca mármol.

Los cristales no solo se encuentran en la naturaleza, sino en cada rincón de nuestra vida diaria. Los vemos y los usamos todos los días, sin siquiera darnos cuenta. Están en nuestro cuerpo, donde el hidroxiapatito forma parte de los huesos y dientes; en los alimentos, como el azúcar, chocolate, sal, etc., cuya calidad y el sabor depende del tamaño y la forma de los cristales; en la agricultura, en los fertilizantes y otros productos agroquímicos; en los fármacos, donde deben cristalizarse con una altísima pureza; en materiales de altas prestaciones como los semiconductores, los superconductores, las aleaciones ligeras, catalizadores, etc. Es por ello que entender y conocer cómo ocurre el proceso de formación de los cristales (i.e. minerales) desde las etapas educativas más tempranas, servirá para comprender mejor la naturaleza que nos rodea.

## NOCIONES BÁSICAS DE LA CRISTALIZACIÓN MINERAL

En este apartado se van a resumir los conceptos básicos de la cristalización mineral, quedando fuera del objetivo del presente trabajo su desarrollo teórico (para profundar en este tema se aconseja consultar bibliografía básica como Söhnel y Garside (1992); Mullin (1993); Sunagawa (2005); o páginas web como Wikipedia (<https://en.wikipedia.org/wiki/Crystallization>)). En este artículo se hace referencia a disoluciones acuosas a presión atmosférica, pero es extrapolable a otros ambientes geológicos/naturales como disoluciones hidrotermales confinadas, magmas, etc.

La cristalización de un mineral requiere de tres condiciones necesarias, aunque no suficientes. La disolución debe estar sobresaturada en dicha fase mineral, y el cristal debe ser capaz de nuclearse y posteriormente crecer.

Supongamos que queremos precipitar cristales de halita (NaCl), como se hará en la Actividad 1. La disolución estará sobresaturada con respecto a la halita cuando la cantidad de NaCl sea mayor que la solubilidad de la halita. Formalmente, la cantidad de NaCl se cuantifica con el producto de actividad iónico,  $PAI$ , es decir con el producto de las actividades de los iones que intervienen en la formación del mineral. La actividad de un ión es la disponibilidad del ión a formar parte de una reacción, y se relaciona con su concentración y el coeficiente de actividad. El estado de saturación del mineral se obtiene comparando el  $PAI$  con respecto al que se define en el equilibrio, cuantificado con la constante de equilibrio,  $K$ . La constante de equilibrio (y la solubilidad) varía con la temperatura, a presión constante. Cuando se disminuye la temperatura, muchos minerales se hacen más insolubles; y viceversa, si queremos disolver un mineral, frecuentemente utilizamos agua caliente.

Una disolución está sobresaturada cuando  $PAI > K$ ; saturada o en equilibrio cuando  $PAI = K$ ; y subsaturada cuando  $PAI < K$ . Si el mineral estuviera en una disolución subsaturada, éste se disolvería. La medida del estado de saturación se puede estimar con el índice de saturación,  $\phi$ , que se define como  $\phi = \log(PAI/K)$  y tendría valores positivos, igual a cero o negativos para disoluciones sobresaturadas,

saturadas y subsaturadas, respectivamente. Si queremos precipitar un mineral tenemos que aumentar el índice de saturación. Esto se puede hacer por concentración, cuando eliminamos el agua por evaporación o por aumento de la concentración de los iones por mezcla de aguas (ricas en los iones que constituyen el mineral); disminuyendo la temperatura, sobre todo en aquellas sales en las que su solubilidad varía fuertemente con la temperatura (ej: mirabilita; epsomita, etc.).

La existencia de sobresaturación no garantiza que la fase sólida se forme a pesar de ser estable. Por ejemplo, en el agua de mar no precipita dolomita aunque esté sobresaturada en dicha fase mineral por la dificultad que tiene para nuclearse. Para que la fase pueda crecer es necesario que aparezcan núcleos. Un núcleo puede definirse como un conjunto de partículas (átomos, iones, moléculas, etc.) ordenadamente dispuestas, de modo que pueden servir de germen o semilla para el crecimiento del cristal. A la formación de núcleos cristalinos sin intervención de superficies de otros sólidos se le denomina nucleación homogénea. De forma resumida, el coste energético de la nucleación homogénea está condicionado por la energía necesaria para formar la superficie del núcleo, y depende de la tensión superficial cristal-disolución y del grado de sobresaturación. Cuanto mayor es la sobresaturación, más fácil se formarán los núcleos y, por lo tanto, empezará a formarse el mineral con mayor facilidad.

La nucleación de un mineral puede verse considerablemente afectada por la presencia de iones, moléculas y/o partículas extrañas, tanto en un proceso catalizador como inhibidor. No hay una regla general de aplicación y cada caso debe ser considerado independientemente (Mullin, 1993). En particular, cuando se produce un efecto catalizador, la barrera energética en la nucleación es mucho menor que en la nucleación homogénea. Este tipo de nucleación se denomina nucleación heterogénea, y es el mecanismo más frecuente que ocurre en la naturaleza (Lasaga, 1998). La inhibición por la presencia de cationes o especies en disolución y/o actividad de microorganismos también es muy común en la naturaleza. Por ejemplo, el Mg inhibe la formación de calcita y favorece la formación de aragonito en aguas con mucho Mg. Probablemente el mejor método, basado en la nucleación heterogénea, para inducir la cristalización que se utiliza en la industria de la cristalización es introducir en la disolución sobresaturada unos cristales pequeños (semillas) del mismo material que se quiere cristalizar. Por ejemplo, para la obtención de esmeraldas sintéticas, semiconductores o diversos compuestos en la industria farmacéutica se utiliza esta técnica para controlar el número y tamaño de los cristales sintetizados.

En muchas situaciones en el medio natural o en el registro geológico no se observan las fases estables que nuestros cálculos termodinámicos predicen, debido a diferentes factores cinéticos. Por ejemplo, la caolinita es la fase termodinámicamente estable en la mayoría de los suelos. Sin embargo, puede ocurrir no sea el primer mineral que precipita a partir de una disolución sobresaturada. La precipitación puede darse a través de la siguiente

secuencia: alofanita (amorfo-hidratado) → alosita → caolinita. Otros ejemplos que también se pueden producir son la formación de yeso a través de la formación inicial de basanita; la calcita a partir de la vaterita; etc. Este proceso es descrito según la regla de Ostwald, regla de las etapas de precipitación o regla Gay-Lussac-Ostwald (Lasaga, 1998; Mullin, 1993; [https://en.wikipedia.org/wiki/Polymorphism\\_\(materials\\_science\)](https://en.wikipedia.org/wiki/Polymorphism_(materials_science))). La nucleación de una fase metaestable más soluble está favorecida cinéticamente con respecto a la fase termodinámicamente más estable (más insoluble) porque la más soluble tiene una tensión superficial mineral-disolución menor (menor energía de nucleación). La tensión superficial está relacionada con la solubilidad del mineral. En general, a medida que aumenta la solubilidad de un mineral, la tensión superficial disminuye. Es decir, en muchos minerales, su precipitación no se produce de forma directa con un coste energético alto, sino por medio de diferentes pasos intermedios a través de fases metaestables cuya cristalización es energéticamente menos costosa.

Es importante destacar la relación entre la velocidad de crecimiento y el hábito cristalino. La velocidad con la que crece el cristal está controlada por el grado de saturación de la disolución. Para disoluciones ligeramente sobresaturadas, el cristal crecerá más lentamente y sus caras serán lisas y bien desarrolladas. A medida que se aumenta la sobresaturación, la velocidad de crecimiento será mayor y se producirán caras más pequeñas y rugosas debido a que la nucleación se llevará a cabo con más facilidad en cualquier punto de la superficie del cristal.

La densidad de nucleación es un parámetro que permite calcular cuántos núcleos se forman por unidad de tiempo. Cuanto mayor es la sobresaturación, mayor es la probabilidad de que se formen más núcleos y crezcan más cristales, y además a una velocidad mayor. Por el contrario, para bajas sobresaturaciones, ligeramente por encima de la saturación (equilibrio), se formarán pocos núcleos que derivarán a cristales de mayor tamaño y caras más desarrolladas. En la naturaleza, son muchos los ejemplos en los que se da este fenómeno.

En la figura 1b se muestran los yesos evaporíticos de la Cueva del Tesoro (karst en yesos de Sorbas, Almería). El crecimiento de estos yesos se realizó en condiciones de sobresaturación mayores que las que sufrieron los yesos de origen hidrotermal de la Geoda de Pulpí (Almería), donde se observan menos cristales pero más desarrollados (Fig. 1a). El origen de los yesos evaporíticos de la cuenca de Sorbas, donde se encuentra la Cueva del Tesoro, se remonta a finales del Mioceno (hace unos 6 Ma, en el Messiniense) cuando se produjo la desecación de la cuenca mediterránea. En esta situación precipitaron estratos de yeso selenítico con cristales maclados, concentrados en una secuencia de más de 100 metros de espesor, con intercalaciones de materiales margosos (Calaforra, 1998). La Geoda de Pulpí (Pilar de Jaravía, Almería) se formó en el interior de rocas carbonatadas (dolomías) y se produjo en fases: i) formación de la abertura o hueco en la roca caja y ii) crecimiento concéntrico de minerales, principalmente celestina y cristales de yeso de gran tamaño, procedentes de

Fig. 1. (a) Geoda de Pulpi (Almería) (foto realizada por Paolo Forti). (b) Cueva del Tesoro (karst en yesos de Sorbas, Almería) (foto realizada por Jabier Les). (c) Imagen de microscopio electrónico de barrido, observándose los cristales cúbicos de halita y aciculares de yeso. (d) Imagen en lupa binocular de cristales de halita en una gota, con hábito tipo tolvá. (e) Estructura de la halita construida con plastilina y palillos. (f) Experimento de precipitación mineral en un cristizador. La variación de la masa se realiza sobre una balanza y se controla la humedad y temperatura del aire con un sensor HOBO. (g) Imagen en lupa binocular, mostrando el yeso con hábito acicular y la halita con hábitos cúbico y en forma de tolvá. (h) Los cristales se pueden observar en el tubo de ensayo y/o sacarlos y colocarlos en el porta para su observación con la lupa binocular (diámetro del tubo de ensayo 10 mm). (i) Tubos en forma de U de longitudes de 8 y 15 cm, en los que se observa el gel en la zona inferior y los cristales de yeso formados en el centro. (j) Extracción de los cristales empujándolos desde un extremo con una varilla flexible (limpiador de tubos de ensayo o cepillo). (k) Imagen en lupa binocular de cristales de yesos cristalizados en los tubos en forma de U. (l) Imagen de microscopio electrónico de barrido, mostrando cristales de yesos cristalizados en los tubos en forma de U.



pulsos hidrotermales ascendentes que rellenan las discontinuidades de las dolomías (García-Guinea *et al.*, 2002). Este fenómeno también se muestra en el documental “El misterio de los cristales gigantes” donde el Prof. Juan Manuel García Ruiz (CSIC) nos muestra la Cueva de las Espadas y la famosa Cueva de los Cristales de Naica (Chihuahua, México). La primera de ellas contiene cientos de cristales de yeso de un tamaño centimétrico, mientras que en la segunda se encuentran unas pocas decenas de cristales de yeso de tamaño métrico (la tasa de crecimiento se estimó en el equivalente al diámetro de un pelo por siglo).

Este tipo de procesos ocurren frecuentemente en las rocas y quedan reflejados en sus texturas. Por ejemplo, en las rocas ígneas, la textura afanítica (ej.: riolita) implica una mayor formación de núcleos

de pequeño tamaño por el enfriamiento rápido del magma si se comparan con las texturas faneríticas (ej.: granito), cuyo enfriamiento es más lento y hay un mayor crecimiento de los cristales.

Algunos cristales tienen formas muy típicas que les hacen particularmente reconocibles. La forma es el desarrollo de caras cristalográficas de un mineral. Por ejemplo, los minerales que tienen las estructuras cristalinas del sistema cristalino cúbico pueden mostrar formas geométricas (simetría cristalina) cúbicas (halita y pirita), octaédricas (fluorita y diamante) o dodecaédricas (granate). La forma geométrica externa de los cristales está relacionada con su estructura interna y es el resultado de un crecimiento sin interferencias. Si “los ojos son el reflejo del alma”, la forma es el reflejo de la estructura interna de los minerales.

Sin embargo, los minerales no suelen desarrollar caras bien definidas ya que depende de las condiciones de su crecimiento (Sunaguawa, 2005). El hábito es el desarrollo relativo del conjunto de caras de un cristal y se aplica tanto a cristales individuales como a agregados cristalinos. Por lo general los nombres que reciben los hábitos cristalinos sugieren directamente la forma. Así pues, cristales finos aislados en forma de aguja se dice que tienen hábito acicular; cristales en ramificaciones en forma de helecho presentan hábito dendrítico; si los cristales son fibras el hábito es fibroso; en forma de hojas, hábito hojoso, etc. (Hurlbut y Klein, 1996).

Existen libros básicos de mineralogía o páginas donde se puede encontrar más información y ejemplos de los diferentes hábitos cristalinos (ej. [http://www2.uned.es/cristamine/mineral/prop\\_fis/morfologia.htm](http://www2.uned.es/cristamine/mineral/prop_fis/morfologia.htm); [https://es.wikipedia.org/wiki/H%C3%A1bito\\_cristalino](https://es.wikipedia.org/wiki/H%C3%A1bito_cristalino)). Por lo tanto, el hábito que presenta un cristal es el resultado final de una larga historia que empezó con la sobresaturación de la disolución, la nucleación y el crecimiento del cristal.

## CONTEXTO DE LAS ACTIVIDADES

Recientemente, las actividades de crecimiento cristalino han tenido un importante auge, llegando a realizarse competiciones tanto en grupos individuales o por centros a nivel nacional (ej.: concurso de cristalización en la escuela, cuyo promotor es el Grupo Especializado de Cristalografía y Crecimiento Cristalino-GE3C) e internacional (ej.: en la International Union of Crystallography).

Las actividades que se proponen en este artículo han sido realizadas con éxito en diferentes etapas educativas (primaria, secundaria y estudios universitarios); y se organiza según su grado de dificultad o exigencia y duración de la actividad: desde 15 minutos (ej.: talleres para estudiantes de secundaria), una sesión de 55 minutos (colegios e institutos), o varias sesiones distribuidas en varias semanas (ej.: prácticas de cristalografía, grado de Geología). Estas experiencias, por lo tanto, presentan como ventaja que pueden ser adaptadas por el profesorado al nivel de los alumnos, al tiempo en la programación de la asignatura, y/o al material del que se disponga.

En el presente artículo se proponen dos tipos principales de metodologías de crecimiento cristalino: en gotas y en gel de sílice.

En la metodología de gotas se proponen tres tipos de experimentos con agua con NaCl, agua con  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  y una salmuera. Los experimentos en geles se van a realizar en tubos en forma de U, y vamos a precipitar cristales de yeso en la zona central del tubo, donde los iones  $\text{Ca}^{+2}$  y el  $\text{SO}_4^{2-}$  reaccionan después de difundir desde los extremos del tubo.

En la bibliografía, se pueden encontrar diferentes actividades de crecimiento cristalino (ej. Wood, 1972; Carlson, 1973). Sin embargo, las actividades que se proponen en este artículo, principalmente las basadas en las gotas, tienen como objeto entender el crecimiento y formación de minerales cotidianos y/o con técnicas sencillas y económicas.

Este tipo de actividades son adecuadas para el desarrollo de trabajo cooperativo y la adquisición de competencias transversales (ej.: asignaturas de física y química en secundaria, y de química, mineralogía y geoquímica en grados de geología, etc.).

Los objetivos generales de las prácticas y los conocimientos que se deben adquirir dependen de las etapas educativas y el enfoque que le dé el profesor a cada una de ellas (una actividad aislada o paralela; una actividad conjunta con otros departamentos, en el caso de secundaria; una actividad que forme parte del currículum de la asignatura). En primaria, el objetivo es el aprendizaje por descubrimiento, observar cómo crece un mineral (“los minerales están vivos”), descubrir que en el agua del mar crecen otros minerales además de la halita (sal común), aprender a usar lupas binoculares, etc. En secundaria, el objetivo es la descripción cualitativa del crecimiento cristalino; mientras que en estudios de grados universitarios, el objetivo final es cuantificar el proceso.

En primaria, los contenidos de ciencias naturales relacionados con la actividad científica incluyen entre otros: la descripción y estudio de minerales y rocas, así como, el desarrollo de hábitos de trabajo, la realización de proyectos de experimentación y la iniciación a la actividad científica. Todos estos contenidos se reflejan en las actividades que se proponen en este artículo.

Para secundaria y grados universitarios, de forma general, los objetivos específicos del aprendizaje de estas actividades son:

- Entender los procesos y mecanismos de crecimiento cristalino.
- Identificar y describir las morfologías de las fases minerales cristalizadas.
- Estimar velocidades de crecimiento.
- Utilizar diagramas de fases. Entender la formación de fases estables y metaestables.
- Desarrollar destrezas en el laboratorio (preparación de disoluciones y sus diluciones; manejo de balanzas, termómetros, etc.; trabajar con geles; control de temperatura, humedad y concentración para alcanzar estado de saturación mineral deseados; etc.).

## CONSIDERACIONES GENERALES PARA EL DESARROLLO DE LAS ACTIVIDADES

Para el desarrollo de las actividades en asignaturas, principalmente, de secundaria y de grado en estudios universitarios se aconseja:

- Trabajo en grupo, entre 2-4 personas (trabajo cooperativo).
- El cumplimiento básico de normas de seguridad en el laboratorio. Se requiere ir vestido adecuadamente en el laboratorio (zapato cubierto, pelo recogido); se aconseja llevar bata y gafas de laboratorio (aunque los reactivos utilizados no son peligrosos); etc.
- El uso de cuaderno de notas de laboratorio.
- Para cada experimento se ha de realizar un informe (mejor por cada grupo que de forma individual, para reforzar el trabajo cooperativo), con una estructura recomendada: 1. Resumen; 2. Objetivos

de cada experimento; 3. Material utilizado; 4. Procedimiento experimental. 5. Resultados (descripción); 6. Discusión de los resultados; 7. Conclusiones/resumen; 8. Bibliografía.

- En el apartado de la discusión se deben incluir los resultados propios, y en la medida de lo posible, los resultados obtenidos por otros grupos y/o obtenidos en bibliografía, siempre y cuando se relacionen con los propios resultados obtenidos y se citen adecuadamente. Para ello, el profesorado debe hacer que los estudiantes expliquen al resto de la clase sus resultados. Este tipo de actividad es aconsejable ya que se generan puntos de discusión y debate, y los alumnos adquieren destrezas a la hora de presentar resultados al resto de la clase (e incluso realizar presentaciones).

- Uso de dispositivos móviles (smartphones, tabletas, etc.). Es muy importante fotografiar tanto los cristales obtenidos en el desarrollo de las prácticas como el material y los métodos utilizados en las prácticas para la elaboración del informe de prácticas.

Nuestra experiencia en actividades en las que se realizan fotografías con móviles por parte de los alumnos, permite al profesorado diseñar otro tipo de actividades basadas en la utilización de mensajería instantánea (ej.: Whatsapp, Line, etc.) y en redes sociales (ej.: Instagram, Pinterest, etc.). Esta dinámica, a veces más cercana y atractiva para los estudiantes de secundaria, pueden permitir desarrollar concursos de cuál es el cristal más bonito o raro, qué grupo es el primero en encontrar un mineral determinado, etc.

## DESCRIPCIÓN DE LAS ACTIVIDADES

### Práctica 1. Crecimiento cristalino en gotas

En esta práctica se van a proponer varias actividades principales, así como actividades complementarias, para el estudio del crecimiento de cristales en gotas por medio de la evaporación del agua. El proceso de evaporación se produce por la disminución de la humedad relativa y/o el aumento de la temperatura.

Para ello, vamos a partir de disoluciones unicomponentes o simples (agua con NaCl y agua con Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) y multicomponentes o compuestas (una salmuera natural, como el agua del mar, etc.).

La técnica de gotas también se puede desarrollar en cristalizadores o recipientes más grandes, pero el estudio del crecimiento de los cristales y la descripción del hábito es más preciso (y llamativo) utilizando soportes de pequeño tamaño (portas) que permitan el uso de lupas binoculares. Si en la actividad se requiere de la medida del tamaño de cristal, se aconseja que se utilicen lupas binoculares con escala. Si no la tienen, se puede pegar al porta un trozo de papel milimetrado o cualquier referencia que sirva para cuantificar el tamaño de los cristales.

El crecimiento en gotas tiene dos variables que debemos considerar:

a) efecto del borde de la gota: la evaporación empieza en el borde de la gota, por lo que la disolución se concentra más en estos puntos con respecto a su interior y, por lo tanto, los cristales tienden a empezar a crecer en los bordes.

b) tamaño de la gota: cuanto más pequeña (1

mm), más rápido se evapora y, por lo tanto, más rápido se sobresatura. Esto implica que crecerán más cristales y más pequeños. Por el contrario, si la gota tiene un tamaño mayor (3-5 mm), la variación del índice de saturación será menor y tenderán a formarse menos cristales y de mayor tamaño.

### Actividad 1.1. Crecimiento de halita

*Características:* la halita (NaCl) cristaliza en el sistema cristalino cúbico. Se extrae de forma natural por evaporación a partir de agua del mar o de algunos lagos en balsas poco profundas y extensas (salinas) o en yacimientos salinos. Su empleo es amplio y variado: alimentación y conservación de alimentos, como anticongelante, o para la fabricación de productos químicos como sosa, lejía, cloro, etc. Suele presentar un hábito cúbico (Fig. 1c), con caras bien desarrolladas y, en ocasiones, con aspecto de tolva (o también denominado *hopper*) (Fig. 1d), relacionado con la precipitación a altas sobresaturaciones. La humedad relativa de deliquesencia o equilibrio a la que la halita precipita es del 75 % a 25 °C, por lo tanto para que se produzca su precipitación la humedad ambiental (del aire del laboratorio) tiene que ser menor o igual al 75%.

*Material:* sal de cocinar (NaCl); agua desionizada o de baja mineralización; portas; jeringuillas de plástico (aconsejable de 5 ml); lupas binoculares.

*Preparación de la disolución:* preparamos una disolución saturada de NaCl (6.1 m NaCl). Para ello hay que añadir 35.65 g NaCl a 100 g de agua. Una técnica menos precisa se basa en añadir NaCl en un vaso de precipitados agitando hasta que no se disuelva más la sal que añadimos (hasta que se hayan disuelto todos los cristales). Se aconseja que la disolución sea preparada por el profesorado.

*Metodología:* se coloca en las jeringuillas la disolución saturada de NaCl. Se añaden varias gotas de diferente tamaño en el porta. La humedad de laboratorio debe ser baja. Si es mayor del 75 % no se podrá evaporar el agua (en realidad condensaría). La evaporación se favorece con el propio calor de la iluminación de las lupas binoculares, aunque esta se podría acelerar colocando cualquier sistema que genere calor (ej: bombillas IR, calentando previamente el porta en una estufa, etc.).

#### A. Actividades para primaria

1. *Principales:* i) observar y dibujar la forma (hábito cristalino) de los cristales que se han formado (Fig. 1d).

2. *Complementarias:* i) construir la estructura de la halita con plastilina y palillos (Fig. 1e). ii) ¿por qué la forma (hábito) de los cristales de sal se parece a su estructura? iii) introducir un hilo de algodón o un cristal de sal atado al hilo (semilla) en un recipiente con la disolución saturada. De esta forma la disolución ascenderá por capilaridad por el hilo y se formarán cristales en él o sobre el cristal sumergido (es necesaria la evaporación para que se sobresature la disolución).

#### B. Actividades para secundaria

1. *Principales:* i) identificar y describir los diferentes hábitos cristalinos que presenta la halita. ii) realizar fotos (con el móvil) de los hábitos cristalinos

(Fig. 1d) y estimar la tasa de crecimiento cristalino. Para ello medir el tamaño del cristal (su diagonal o su lado) para diferentes intervalos de tiempo, representar en papel milimetrado y calcular la variación del tamaño con el tiempo (es decir, en función de la pendiente de la gráfica obtenida).

2. *Complementarias*: i) explicar la relación entre el hábito cristalino de la halita y su estructura cristalina. ii) explicar por qué se forman más cristales y más pequeños en las gotas de menor tamaño, si se compara con las gotas más grandes.

### C. Actividades para grado universitario

1. *Principales*: i) identificar y describir los diferentes hábitos cristalinos que presenta la halita (Fig. 1d). ii) realizar fotos (con el móvil) de los hábitos cristalinos y cuantificar la velocidad de crecimiento cristalino. Para ello medir la diagonal del cristal para diferentes intervalos de tiempo y con una hoja de cálculo obtener la pendiente de la función obtenida.

2. *Complementarias*: i) explicar la relación entre el hábito cristalino cúbico y tolva de la halita con su estructura cristalina. ii) explicar y cuantificar, en términos de densidad de nucleación, por qué se forman más cristales y más pequeños en las gotas de menor tamaño. Se aconseja cuantificar los cristales precipitados en varias gotas con diferentes diámetros. iii) estudiar con el microscopio electrónico de barrido sus características microscópicas, como crecimientos epitaxiales, zonados, etc. Bajo lupa binocular o microscopios ópticos también se podrían observar, a cierta escala, estas características morfológicas de los cristales.

### Actividad 1.2. Crecimiento cristalino a partir de una salmuera

*Características*: en la naturaleza están presentes muchos tipos de salmueras naturales en las que podemos estudiar el crecimiento de diferentes minerales y su secuencia de precipitación, como por ejemplo; el agua del mar, las lagunas saladas endorreicas; los manantiales de agua salada, etc. Cada una de ellas se caracteriza por tener una composición definida y, por lo tanto, una secuencia de precipitación de diferentes minerales. Por ejemplo, el agua del mar presenta la siguiente secuencia: calcita → yeso/anhidrita → halita → sales de potasio y magnesio (carnalita, bischofita, kainita, etc.). Es muy importante saber qué minerales van a precipitar a partir de la salmuera y su secuencia de precipitación para poder explicar a los estudiantes la relación entre composición de la salmuera, solubilidad mineral y secuencia de precipitación.

La elección de la salmuera puede relacionarse con otras actividades desarrolladas en otros temas o asignaturas. Por ejemplo, la extracción de sal del agua del mar, la recolección de la sal de las salinas; lagunas y/o manantiales salados cercanos al centro, etc., son temas que se pueden retroalimentar con las actividades que se proponen en este artículo.

*Material*: salmuera; portas; jeringuillas de plástico (aconsejable de 5 ml); lupas binoculares.

*Preparación de la disolución*: En primer lugar hay que concentrar la salmuera. Para que precipite halita en el agua del mar hay que concentrarla hasta su décima parte (evaporar un litro hasta obtener

100 ml). En caso de no realizar esta tarea previa de aumento de la concentración de la salmuera, la actividad se podría dilatar horas y su realización no sería práctica en una sesión de clase. En otro tipo de salmueras se requiere el conocimiento previo de su composición, para saber hasta cuándo hay que concentrar. Una forma menos precisa es evaporar lentamente hasta que aparezcan los primeros cristales en un evaporizador, en estufa, o en un cazo en casa.

*Metodología*: es similar a la descrita en la Actividad 1. Se colocan en el porta varias gotas con diferente tamaño utilizando la jeringuilla. La humedad de laboratorio debe ser baja. También se puede favorecer la evaporación calentando, aunque con la propia temperatura de la bombilla de la lupa binocular es suficiente.

De forma complementaria, se puede realizar la experiencia en recipientes anchos y poco profundos y con forma cónica (en la zona central ligeramente más profunda que en los bordes). De esta forma se simularía la secuencia de precipitación natural en una laguna salada, cuenca endorreica, etc. Las sales más insolubles se quedarían en los bordes del recipiente (laguna) y en el centro permanecerían las más solubles (Fig. 1f).

### A. Actividades para primaria

1. *Principales*: i) observar y dibujar el hábito cristalino de los diferentes cristales que se han formado (Fig. 1g).

2. *Complementarias*: i) si se ha realizado la Actividad 1 y la salmuera tiene una cantidad importante de  $\text{Na}^+$  y  $\text{Cl}^-$  como el agua del mar, identificar la halita entre los cristales precipitados.

### B. Actividades para secundaria

1. *Principales*: i) identificar y describir los diferentes minerales a partir de sus hábitos cristalinos (a modo de ejemplo, en la Fig. 1g se muestran cristales de halita identificados a partir de sus morfologías cúbicas, de mayor tamaño, que los aciculares de yeso de menor tamaño).

2. *Complementarias*: i) realizar fotos (con el móvil) de los hábitos cristalinos y cuantificar su distribución de tamaños. ii) si se utiliza agua del mar, relacionar esta actividad con el proceso de extracción de sal en las salinas. En las salinas hay diferentes balsas en las que se van precipitando los diferentes minerales, siguiendo la secuencia de precipitación anteriormente descrita. En la primera balsa, se eliminan los carbonatos (calcita) y los sulfatos (yeso y anhidrita). La siguiente balsa es la importante, donde se recoge la halita. El agua resultante se vierte al mar, si no precipitarían las sales de potasio y magnesio y reducirían la calidad de la sal recogida ¿Qué ocurriría si no hubiese diferentes balsas o el agua residual no se desechara?

### C. Actividades para grado universitario

1. *Principales*: i) identificar y describir los diferentes minerales a partir de sus hábitos cristalinos (Fig. 1g). ii) explicar la relación entre el hábito cristalino y su simetría cristalina para los minerales identificados.

2. *Complementarias*: i) realizar fotos (con el móvil) de los hábitos cristalinos y cuantificar su distri-

bución de tamaños. Para ello, medir la longitud de la cara más alargada y, con una hoja de cálculo, realizar un estadístico descriptivo para cada mineral (ej.: media, histograma, etc.). ii) explicar la secuencia de precipitación mineral en función de sus solubilidades (Tabla I). iii) ¿qué relación existe entre la secuencia de precipitación observada y los depósitos salinos encontrados en el registro geológico para el tipo de salmuera estudiada? iv) ¿cómo se pueden diferenciar minerales isoestructurales, como la halita y silvita, a partir de su hábito cristalino? v) estudiar con el microscopio electrónico de barrido sus características microscópicas, como maclas, zonados, crecimientos epitaxiales, etc.. Bajo lupa binocular o microscopios ópticos también se podrían observar, a cierta escala, estas características morfológicas de los cristales.

MINERAL	LOG K	S (MOL/KG H <sub>2</sub> O)
Halita, NaCl	1.58	6.10
Yeso, CaSO <sub>4</sub> ·2H <sub>2</sub> O	-4.58	0.015
Carnalita, KMgCl <sub>3</sub> ·6H <sub>2</sub> O	4.33	3.148
Bischofita, MgCl <sub>2</sub> ·6H <sub>2</sub> O	4.46	4.805
Mirabilita, Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> ·10H <sub>2</sub> O	-1.21	2.00
Thenardita (fase V), Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	-0.31	3.63
Heptahidrato, Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> ·7H <sub>2</sub> O	-0.70	3.759
Sodio sulfato (fase III), Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	-0.06	4.335

Tabla I. Valores de la constante de equilibrio (expresada como log K), y solubilidad (en molalidad, mol/Kg H<sub>2</sub>O) a 25 °C. Los valores de solubilidad se han obtenido con PHREEQC, usando el modelo de Pitzer, siguiendo la metodología descrita en Benavente et al., (2015).

### Actividad 1.3. Crecimiento cristalino a partir de una disolución de Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

#### Características:

El sulfato sódico (Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) se utiliza en diferentes aplicaciones industriales como en la fabricación de celulosa y detergentes en polvo, como aditivo en la fabricación del vidrio, como desecante en laboratorios, como acidulante en la industria alimentaria, o como acelerador del tránsito intestinal en toxicología, entre otros usos

Desde el punto de vista geoquímico, el sulfato sódico es una de las sales más interesantes para su estudio ya que tiene dos fases estables: mirabilita (Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>·10H<sub>2</sub>O) y thenardita (fase V, Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>); y dos fases metaestables: heptahidrato (Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>·7H<sub>2</sub>O) y la fase III sulfato sódico anhidro (Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>). El estudio del sistema Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> permite observar en el laboratorio fases estables y metaestables, así como la transformación de las metaestables a las estables. La constante de equilibrio, y por lo tanto la solubilidad, de las fases hidratadas es muy sensible a la variación de la temperatura (Fig. 2). La disminución de la temperatura disminuye considerablemente sus solubilidades, particularmente en el caso de la mirabilita. Por lo tanto, el incremento de la sobresaturación puede realizarse disminuyendo la temperatura y/o concentrando mediante evaporación.

Sin embargo, la formación de la mirabilita puede tener problemas cinéticos durante su nucleación. Es muy habitual, si se alcanza su saturación, que la fase metaestable heptahidratada precipite antes que la fase estable más insoluble, de acuerdo con la ley de Ostwald (tabla I). Incluso la fase estable puede no formarse porque la nucleación homogénea no

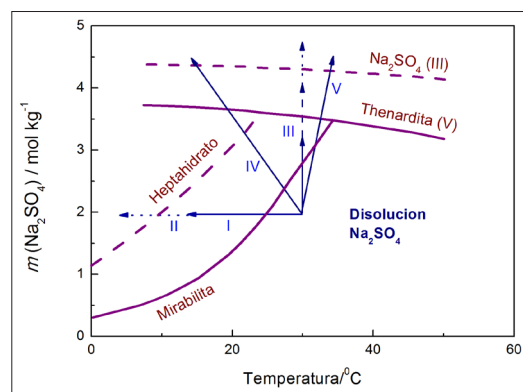


Fig. 2. Variación de la solubilidad de la mirabilita, thenardita (V), heptahidrato y la fase III del sulfato sódico con la temperatura y la concentración (en molalidad, mol/Kg H<sub>2</sub>O). Se muestran cinco mecanismos para cristalizar las fases del sistema Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> a partir de una disolución subsaturada, representadas por las flechas: I- precipitación de la mirabilita disminuyendo la temperatura; II- precipitación del heptahidrato por enfriamiento; III- precipitación de la mirabilita, thenardita y fase III evaporando a temperatura constante; IV- precipitación de la mirabilita, heptahidrato, thenardita y fase III enfriando y evaporando; V- precipitación de la mirabilita, thenardita y fase III calentando y evaporando. Las líneas continuas muestran las solubilidades de las fases estables, mientras las discontinuas describen a las fases metaestables. El diagrama se ha construido siguiendo la metodología descrita en Benavente et al. (2015).

está favorecida energéticamente. En este sentido, la presencia de impurezas o de semillas puede favorecer la rápida nucleación (heterogénea).

La forma de identificar las fases de sulfato sódico en nuestros experimentos es a través de su hábito cristalino. En la figura 3 se muestran los principales hábitos cristalinos para cada una de las fases del sistema sulfato sódico.

El uso del diagrama de estabilidad de fases del sistema Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> es una forma introducir a los estudiantes de secundaria en el uso de diagramas de fase en estudios de geoquímica. Los estudiantes de grado universitario tienen un ejemplo único de diagramas de estabilidad con fases estables y metaestables que pueden observarse en el laboratorio que, su vez, pueden compararse con otros diagramas de estabilidad de un solo componente muy estudiados en asignaturas de cristalografía y mineralogía los sistemas del SiO<sub>2</sub> (cuarzo-coesita-tridimita-cristobalita), C (grafito-diamante), silicatos de aluminio (distena, andalucita-sillimanita), etc.

**Material:** disolución 2m Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>; portas; jeringuillas de plástico (aconsejable de 5 ml); lupas binoculares.

**Preparación de la disolución:** preparamos una disolución 2m Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (saturada en mirabilita a 25 °C). Para ello, añadir 28.4 g Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> a 100 g agua. La preparación de la disolución se debe realizar en agitación y el agua debe estar ligeramente caliente (30-40 °C).

**Metodología:** es similar a la descrita en las actividades anteriores. Se llenan las jeringuillas con la disolución saturada de Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. Se colocan en el porta varias gotas con diferente tamaño. La hume-



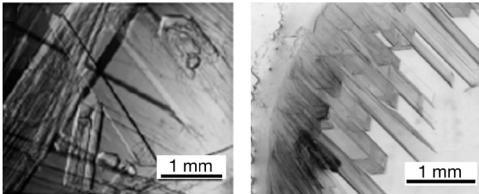
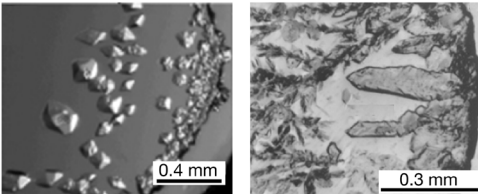
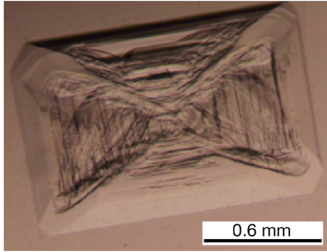
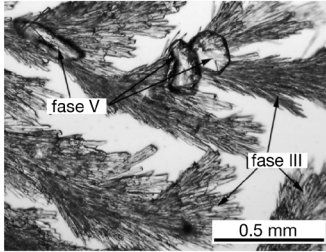
Estables	 <p>Mineral: Mirabilita (<math>\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}</math>) Hábito cristalino: acicular</p>	 <p>Mineral: thenardita (<math>\text{Na}_2\text{SO}_4</math> fase V) Hábito: prismática (isométrica - tabular)</p>
Metaestables	 <p>Mineral: heptahidrato (<math>\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}</math>) Hábito cristalino: prismática isométrica</p>	 <p>Mineral: <math>\text{Na}_2\text{SO}_4</math> (fase III) Hábito cristalino: dentrítica</p>

Fig. 3. Principales hábitos cristalinos para cada una de las fases del sistema sulfato sódico. Modificado de Rodríguez-Navarro y Doehne (1999); Rodríguez-Navarro et al., (2000); Hamilton et al., (2008); y Derluyn et al., (2014).

dad de laboratorio debe ser baja. El procedimiento más sencillo es trabajar con gotas de disolución sobre un porta, como en las actividades anteriores, sin necesidad de enfriar.

La figura 2 muestra cinco mecanismos para cristalizar las fases del sistema  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ . A partir del mecanismo III, se produce saturación en mirabilita por evaporación a temperatura constante. Si la evaporación se produce de forma más intensa, cruzaremos las líneas de la thenardita e incluso de la fase metaestable  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ -III. Podrían precipitar las tres fases, pero cinéticamente están favorecidas las metaestables. El mecanismo más común es el V, que considera calentamiento y la concentración por evaporación, como ocurriría si se trabajase con una gota de disolución y calentando el porta previamente y/o calentando con una bombilla de la lupa binocular.

#### A. Actividades para primaria

1. *Principales:* i) observar y dibujar las formas (hábitos cristalinos) de los diferentes cristales que han cristalizado en el sistema  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  (Fig. 3). Resaltar que hay muchos tipos de cristales y que están “vivos” ya que cambian a fases que son más estables (cambian para estar más “cómodos”).

#### B. Actividades para secundaria

1. *Principales:* i) identificar y describir las diferentes fases a partir de sus hábitos cristalinos (Fig. 3).

2. *Complementarias:* i) realizar fotos (con el móvil) de los hábitos cristalinos y cuantificar su distribución de tamaños.

La cristalización de estas fases está intrínsecamente ligada a la probabilidad de su nucleación por lo que no siempre se van a formar todas las fases. Este tipo de situaciones crea un ambiente propicio para desarrollar competiciones entre ellos: a) ¿qué grupos de estudiantes son capaces de fotografiar las cuatro fases del  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ? b) ¿quiénes han podido grabar vídeos con la transformación de una fase metaestable a una estable?

#### C. Actividades para grado universitario

1. *Principales:* i) identificar y describir las diferentes fases a partir de sus hábitos cristalinos (Fig. 3). ii) realizar un estudio estadístico de las fases identificadas en una gota, tanto en número como en tamaño (ej.: media, histograma, etc.) iii) explicar la transformación de las fases metaestables en fases estables.

2. *Complementarias:* i) realización de videos en los que se intente grabar la transformación de una fase metaestable a una estable. ii) explicar por qué la mirabilita tiene una forma pulverulenta después de evaporarse el agua (se debe a la deshidratación de la mirabilita a thenardita). iii) estudiar con el microscopio electrónico de barrido sus características microscópicas, como maclas, zonados, crecimientos epitaxiales, etc. Bajo lupa binocular o microscopios ópticos también se podrían observar, a cierta escala, estas características morfológicas de los cristales.

#### Actividad 1.4. Crecimiento cristalino por disminución de la temperatura en el sistema $\text{Na}_2\text{SO}_4$

##### Características:

Las características del sistema  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  se explicaron detalladamente en la actividad anterior. En esta actividad nos vamos a centrar en la cristalización por enfriamiento y el papel de la semilla. Este tipo de actividades podrá ayudarnos a entender la precipitación mineral a partir de fundidos, formación de sales hidratadas en charcas saladas durante la noche/invierno, etc.

La figura 2 muestra diferentes mecanismos para cristalizar las fases del sistema  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ . En particular, el mecanismo I cruza la línea de solubilidad de la mirabilita al enfriar la disolución. Desde el punto de vista termodinámico puede precipitar dicho mineral, pero nunca se formaría la fase metaestable (heptahidrato) ya que no se cruza la línea de solubilidad. Si continuamos disminuyendo la temperatura y se cruza la línea de solubilidad del heptahidrato (mecanismo II), podrían precipitar las dos, pero cinéticamente está favorecida la metaestable. El mecanis-

mo IV muestra un ejemplo en el que se disminuye la temperatura y aumenta la concentración, como ocurriría si se trabaja con una gota de disolución y con el porta frío. Bajo esta situación pueden aparecer todas las fases (situación más compleja y bonita).

**Material:** disolución 2m de  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ;  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  sólido (reactivo); portas; tubos de ensayo; hielo; jeringuillas de plástico (aconsejable de 5 ml); lupas binoculares; placa Petri; termómetro.

**Preparación de la disolución:** como se ha explicado en la actividad anterior, preparamos una disolución 2m  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  (28.4 g  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  en 100 g agua) en agitación y calentando la disolución.

**Metodología:** se proponen dos metodologías: en portas y en tubo de ensayo.

Si trabajamos con portas, el experimento es similar al descrito en las actividades anteriores. Se coloca en las jeringuillas la disolución saturada de  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ . El porta debe estar frío previamente y/o colocarlo sobre placa Petri con hielo. Se colocan en el porta varias gotas con diferente tamaño. A veces, cuando se enfría con hielo la parte inferior del porta, se condensa vapor de agua sobre la disolución de sulfato sódico y la diluye, evitando la precipitación mineral. Esto hace que esta metodología no consiga los resultados deseados.

Para evitar la condensación, los experimentos se realizan en tubos de ensayo. Los tubos de ensayo se llenan hasta la mitad, se tapan (con tapón o parafilm) y se introducen en un recipiente con hielo picado y agua (el agua favorece la transferencia de calor entre el recipiente y el tubo de ensayo). Si no se produce la cristalización (caso más habitual), añadir  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  sólido para favorecer la nucleación heterogénea sobre el sólido (semilla). Incluso con el uso de semillas de cristales, puede que no se produzca la cristalización. Medir la temperatura del recipiente. También se puede medir la temperatura de la disolución dentro del tubo de ensayo, pero la presencia del termómetro puede activar la cristalización.

En función de la temperatura que se alcance, la efectividad del uso de la semilla, etc., se pueden observar desde pocos cristales aciculares de mirabilita a decenas de cristales que le dan un aspecto gelatinoso o de hielo al tubo de ensayo (Fig. 1h). Dichos cristales se pueden observar directamente en el tubo de ensayo y/o sacarlos y colocarlos en el porta para su observación con la lupa binocular.

Una vez que se han nucleado, el crecimiento es muy rápido (si se compara con las actividades anteriores). En menos de cinco segundos se pueden desarrollar todos los cristales, por lo que el experimento debe observarse en todo momento.

#### A. Actividades para primaria

1. **Principales:** i) observar y dibujar las formas (hábitos cristalinos) de los cristales de mirabilita (Fig. 3). Resaltar que son cristales que al calentarse a temperatura ambiente vuelven a disolverse.

#### B. Actividades para secundaria

1. **Principales:** i) identificar y describir los cristales de mirabilita formados (Fig. 3).

2. **Complementarias:** la cristalización en este experimento tiene un componente importante de probabilidad de nucleación (azar) y, por lo tanto,

su formación no está garantizada. Esta propiedad es muy común en la naturaleza y es propicia para explicar conceptos como la nucleación, el papel de la semilla cristalina, cristalización en el laboratorio (escala humana) vs escala geológica, etc.

#### C. Actividades para grado universitario

1. **Principales:** i) identificar y describir los cristales de mirabilita formados (Fig. 3). ii) realizar un estudio estadístico con los experimentos desarrollados por todos los grupos de clase en los que se considere como variables: la temperatura de la disolución (o del recipiente); si se han introducido o no semillas y, en su caso, su cantidad; tiempo transcurrido desde la adición de las semillas hasta su formación; cantidad y tamaño de cristales precipitados.

2. **Complementarias:** i) la componente probabilística que intrínsecamente conlleva la nucleación puede crear un ambiente adecuado para debatir en clase conceptos como la nucleación, uso de semillas, etc. Es un experimento que muestra que el paso crítico de la cristalización es la nucleación, porque una vez se ha producido, la velocidad de crecimiento es relativamente rápida, ya que la disolución está muy sobresaturada. ii) la velocidad de crecimiento de la mirabilita es rápida y genera una presión de cristalización elevada. La cristalización de las sales es probablemente el mecanismo de alteración más agresivo que sufren las rocas en los edificios, también conocido como “el mal de la piedra”. Esta propiedad (presión de cristalización) se utiliza para realizar ensayos acelerados de durabilidad en rocas y entender si las rocas serán o no durables cuando estén colocadas en un edificio o en un monumento. La alteración por cristalización de sales es importante cuando se produce en rocas porosas, como algunas areniscas, tanto siliciclásticas como calcáreas, dolomías porosas, travertinos, etc., que se encuentran, tradicionalmente, en la mayoría de nuestros edificios históricos, encontrando ejemplos tanto a nivel local (iglesias, castillos, etc.) como con mayor calado internacional (Catedral de Burgos, Notre Dame de Paris, Torre de Londres, pirámides de Egipto, etc.). En los edificios, la mirabilita no es tan común si se compara con el yeso y la halita, pero cuando está presente su agresividad hace que la alteración de las rocas sea rápida e intensa. La analogía con esta actividad está en imaginar que el tubo de ensayo es un poro de la roca porosa y obtener conclusiones de cómo afectaría el crecimiento de esta sal (u otras estudiadas en el presente artículo) a la alteración de nuestro patrimonio histórico-cultural construido con rocas porosas.

#### Práctica 2. Crecimiento cristalino en geles

Experimentos en geles se han utilizado para estudiar soluciones sólidas de minerales (Prieto *et al.*, 1989); incorporación de cationes pesados en la estructura de los minerales (Prieto *et al.*, 2013); inhibición de la precipitación de calcita por la presencia de  $\text{Mg}^{+2}$  (Fernández-Díaz *et al.*, 1996; 2006); etc. La experimentación en geles sirve de análogo para entender muchos procesos geológicos, como la formación de texturas secundarias formadas durante la diagénesis; mineralizaciones producidas por el movimiento difusivo de iones; la formación de anillos

o bandas de Liesegang, etc. Un interesante tratado de experimentos de cristalización en geles se puede encontrar en Henisch (1998).

### Actividad 2.1. Crecimiento de yeso

**Características:** en esta práctica se van a proponer varias actividades para el crecimiento de yeso en geles dentro de tubos en forma de U. El yeso es un mineral compuesto por sulfato cálcico hidratado ( $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ), constituyente común de muchas rocas sedimentarias, que generalmente se forma en condiciones evaporíticas o por hidratación de anhidrita ( $\text{CaSO}_4$ ). Presenta muchos hábitos cristalinicos, desde prismático a lenticular, a veces de gran tamaño. Se emplea como fertilizante, como materia prima para construcción, estucos y escayolas, como fundente en la industria cerámica o para obtener ácido sulfúrico.

El crecimiento de yeso en los tubos en U ocurre en la zona central del tubo, donde el  $\text{Ca}^{+2}$  y el  $\text{SO}_4^{2-}$  se mezclan después de difundir desde los tubos verticales. La difusión de los cationes se produce a través del gel, el cual está constituido por un 96 % de  $\text{H}_2\text{O}$ . En los tubos verticales se introducen las disoluciones madre de  $\text{CaCl}_2$  y  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  para que desde aquí difundan por el interior del gel según las leyes de Fick.

La figura 4 muestra la variación del índice de saturación ( $\phi = \log \text{PAI}/K$ ) del yeso y la anhidrita a diferentes concentraciones molales de  $\text{CaSO}_4$  y la solubilidad de la mirabilita y antarcticita (a  $25^\circ\text{C}$ ). En los experimentos en geles es importante considerar dos aspectos esenciales: las concentraciones de las disoluciones madre y la variación del índice de saturación del yeso a lo largo del tubo y del tiempo.

a) las disoluciones madres tienen que estar subsaturadas en todos sus minerales; en caso contrario podrían precipitar en el tubo vertical. La figura 4 muestra la solubilidad de la mirabilita (fase más estable en la disolución madre de  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ) y antarcticita (fase más estable en la disolución madre de  $\text{CaCl}_2$ ). La concentración de dichas disoluciones tiene que ser menor que las de sus solubilidades. A  $25^\circ\text{C}$ , la solubilidad de la mirabilita y la antarcticita son respectivamente  $2\text{m Na}_2\text{SO}_4$  y  $7.38\text{m CaCl}_2$ .

b) cuando añadimos las disoluciones madre a los tubos verticales en el instante inicial del experimento, la concentración de los iones es elevada, mientras que en el gel es prácticamente nula. Esto hace que los iones se muevan desde la zona más concentrada a la menos concentrada por difusión (ley de Fick). Con el paso del tiempo, la concentración de los iones en la zona central del tubo (en general, en cualquier punto) va aumentando, mientras que en la disolución madre va disminuyendo. El movimiento difusivo terminará cuando la concentración sea constante en todo el tubo (gel + disoluciones madre).

Prieto *et al.*, (1988) muestran la evolución de la concentración de  $\text{Ca}^{+2}$  y  $\text{SO}_4^{2-}$  a lo largo del tubo a partir de una concentración  $1\text{M}$  (molar) de  $\text{CaCl}_2$  y  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ . Por ejemplo, la concentración de  $\text{Ca}^{+2}$  a  $10\text{ cm}$  del tubo (contada desde el tubo vertical en que se añadió la disolución madre) es de  $0.015\text{M}$ ,  $0.126\text{M}$  y  $0.375\text{M}$  a los 8, 32 y 80 días.

Por lo tanto, el tiempo en el que se alcance la saturación del yeso en la zona central del tubo de-

pendará de la concentración inicial de la disolución madre y de la longitud del tubo. Si el tubo es muy largo y/o la concentración de la disolución madre es muy baja, podríamos no alcanzar la saturación del mineral y, por lo tanto, no precipitaría. La precipitación requiere de una sobresaturación ( $\phi > 0$ ). En la práctica, podemos considerar que para este sistema la precipitación mineral empieza a ser importante para valores  $\phi > 0.5$ .

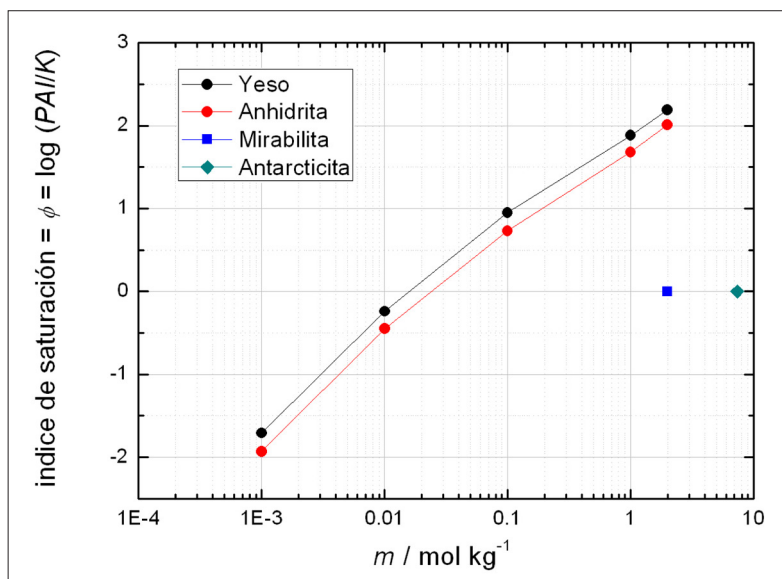
En esta actividad proponemos utilizar dos concentraciones y tres tubos con distintas longitudes para estudiar la relación entre el grado de sobresaturación, la densidad de nucleación y el número y tamaño de cristales formados (Fig. 1). La máxima concentración de las disoluciones madre la define la solubilidad de la mirabilita ( $2\text{m Na}_2\text{SO}_4$ ). La siguiente concentración que proponemos es la mitad de la anterior. Una concentración menor produciría pocos cristales de yeso y poco desarrollados. Una concentración mayor conduciría a resultados similares a la obtenida con las solución de  $2\text{m Na}_2\text{SO}_4$ . Los tubos que se van a utilizar tienen tres longitudes: 8, 15 y 21 cm. Es importante que, por lo menos, sean de dos longitudes. Cuantas más existan mejor, pero con una dimensión que no exceda los 25 cm.

**Material:** reactivos ( $\text{CaCl}_2$  y  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ), agua desionizada; gel (ver Apéndice 1); tubos (ver Apéndice 1); jeringuillas de plástico (aconsejable de 5 ml); lupas binoculares.

**Preparación de la disolución:** se van a utilizar dos concentraciones de disoluciones madre de  $\text{CaCl}_2$  y  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  para 1 y 2m (molal). Para ello, añadir 11.11 g de  $\text{CaCl}_2$  a 100 g  $\text{H}_2\text{O}$  (disolución 1m); 22.22 g de  $\text{CaCl}_2$  a 100 g  $\text{H}_2\text{O}$  (disolución 2m); añadir 14.20 g de  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  a 100 g  $\text{H}_2\text{O}$  (disolución 1m); 28.40 g de  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  a 100 g  $\text{H}_2\text{O}$  (disolución 2m). También se puede diluir la más concentrada una relación 1:2.

**Metodología:** La preparación del gel y la construcción de los tubos en U se detallan en el Apéndice 1. En la tabla II se recogen las concentraciones que vamos a utilizar en cada tubo. En el tubo grande (21 cm) no se utilizan las disoluciones madre de menor concentración porque no se alcanza la saturación en yeso en el centro del tubo. Se añade el máximo volumen de disolución madre en los tubos verticales,

Fig. 4. Variación del índice de saturación,  $\phi$ , del yeso y la anhidrita a diferentes concentraciones molales de  $\text{CaSO}_4$ . La solubilidad de la mirabilita y antarcticita (a  $25^\circ\text{C}$ ) es el valor de la concentración en el equilibrio ( $\phi = 0$ ). Cálculos realizados con PHREEQC, usando el modelo de Pitzer siguiendo la metodología descrita en Benavente et al., (2015).



utilizando el mismo volumen en cada tubo vertical y misma concentración. El volumen puede variar entre 5-8 ml y se aconseja que se utilice la jeringuilla en la operación. Es importante etiquetar los tubos con el nombre del grupo, concentración utilizada, y en qué parte del tubo se ha añadido cada disolución madre.

En menos de un mes, los cristales de yeso se han formado, pero si se deja unas semanas más, los cristales se desarrollarán más y/o se formarán más cristales. Se debe realizar un seguimiento cada 2-4 días para llevar un control del número y tamaño de cristal. Antes de sacar los cristales, se deben fotografiar los cristales dentro del tubo (Fig. 1i). Para sacar los cristales del tubo de gel, éstos se pueden empujar desde un extremo con una varilla flexible (por ejemplo, un limpiador de tubos de ensayo o un cepillo de un diámetro similar al tubo de cristal) (Fig. 1j). El gel se elimina con agua corriente con mucha delicadeza para no perder los cristales, que se tendrán que lavar con mucho cuidado para no romperlos (Fig. 1k).

TUBO U	LONGITUD DEL TUBO (CM)	CONCENTRACIÓN DE LAS DISOLUCIONES MADRE	
		1M	2M
Pequeño	8	Si	Si
Mediano	15	Si	Si
Grande	21	No	Si

Tabla II. Relación entre el tipo de tubo en forma de U y la concentración utilizada.

### A. Actividades para primaria

Aunque los cristales formados son muy espectaculares, no se aconseja la realización de esta actividad en primaria por la complejidad que conlleva. El profesorado podría realizar la preparación del gel y los tubos, así como la práctica planteada, pero de forma demostrativa más que participativa.

### B. Actividades para secundaria

1. *Principales:* i) describir los diferentes hábitos cristalinos que presenta el yeso en los distintos experimentos. ii) explicar por qué hay más cristales y más pequeños en los experimentos con concentraciones altas de disoluciones madre y/o tubos pequeños.

2. *Complementarias:* i) realizar un seguimiento cada 2-4 días y obtener una tasa de crecimiento de varios cristales de yeso. Para ello medir el tamaño del cristal o agregado cristalino para diferentes intervalos de tiempo, representar en papel milimetrado y calcular la variación del tamaño con el tiempo (en función de la pendiente de la gráfica obtenida).

### C. Actividades para grado universitario

1. *Principales:* i) identificar y describir los diferentes hábitos cristalinos que presenta el yeso en los distintos experimentos. ii) explicar, en términos de densidad de nucleación, por qué se forman más cristales y más pequeños en los experimentos con concentraciones altas de disoluciones madre y/o tubos pequeños. iii) una vez extraídos los cristales cuantificar estadísticamente (como en la Actividad 2) la distribución de tamaño de cristal obtenido en cada experimento.

2. *Complementarias:* i) cuantificar la velocidad de crecimiento cristalino (similar a la Actividad 1)

desde el día que comienza el experimento (cuando se añaden las disoluciones madre a los tubos). Se aconseja que se tome la medida cada 2-4 días. ii) estudiar con la lupa binocular o microscopios ópticos, a cierta escala, o con el microscopio electrónico de barrido sus características microscópicas (Fig. 1l)

## CONSIDERACIONES FINALES

En este artículo se han desarrollado un conjunto de actividades de laboratorio con el objetivo de entender, cuantificar el crecimiento y formación de cristales que observamos, no solo en el registro geológico, sino en los minerales y sólidos cristalinos que nos rodean y usamos todos los días.

Se proponen experimentos en el laboratorio de crecimiento cristalino en gotas y geles, donde se analiza el crecimiento de halita; la secuencia de precipitación de una salmuera; minerales estables y metaestables del sistema  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  y la formación de yeso en el gel de sílice por la adición de los iones en un tubo en forma de U.

Los experimentos han sido previamente realizados con éxito en diferentes etapas educativas, donde las actividades pueden variar desde 15 minutos, extenderse a una sesión de 55 minutos, o abarcar varias sesiones distribuidas en varias semanas. De esta forma, el profesorado puede adaptarlas al nivel de los alumnos, tiempo en la programación de la asignatura y/o material que tengan. Además, son experiencias muy sencillas y económicas que se pueden realizar en la mayoría de los centros.

Las actividades han sido separadas según las diferentes etapas educativas, pero su realización no es exclusiva, sino preferente. Se pueden seleccionar las actividades y la dinámica de las prácticas en función de las características particulares de cada grupo de estudiantes. Por ejemplo, el uso de teléfonos móviles, redes sociales y/o competiciones fotográficas han mostrado ser herramientas dinamizadoras y atractivas para la mayoría de los estudiantes, sea cual sea su edad.

## AGRADECIMIENTOS

Este trabajo está enmarcado dentro de la Red de Investigación en Docencia Universitaria (2302) y el Grupo de Innovación Tecnológico-Educativa (GITE-11013-UA: Petrología y Geoquímica) de la Universidad de Alicante.

## BIBLIOGRAFÍA

Benavente, D., Brimblecome, P. y Grossi, C.M. (2015). Thermodynamic calculations for the salt crystallisation damage in porous built heritage using PHREEQC. *Environmental Earth Sciences*, 74, 2297-2313.

Calaforra, J.M. (1998). *Karstología de yesos*. Ed. Universidad de Almería - Instituto de Estudios Almerienses. 390 p. ISBN 9788482401225.

Carlson, E.H. (1973). Student Experiments in Growing Sodium Chloride Crystals from Solution. *Journal of Geological Education*, 21.4, 160-165.

Derluyn, H., Dewanckele, J., Boone, M.N., Cnudde, V., Derome, D. y Carmeliet, J. (2014). Crystallization of hydrated and anhydrous salts in porous limestone resolved by synchrotron X-ray microtomography. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*, 324, 102-112.

Fernández-Díaz, L., Putnis, A., Prieto, M. y Putnis, C.V. (1996). The role of magnesium in the crystallisation of calcite and aragonite in a porous medium. *Journal of Sedimentary Research*, 66, 482-491.

Fernandez-Díaz, L., Astilleros, J.M. y Pina, C.M. (2006). The morphology of calcite crystals grown in a porous medium doped with divalent cations. *Chemical Geology*, 225, 314-321.

García-Guinea, J., Morales, S., Delgado, A., Recio, C. y Calaforra, J.M. (2002). Formation of gigantic gypsum crystals. *Journal of the Geological Society*, 159, 347-350.

Hamilton, A., Hall, C. y Pel, L. (2008). Sodium Sulfate Heptahydrate: Direct Observation of Crystallization in a Porous Material. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 41.212002.

Hensch, H.K. (1998). *Crystals in Gels and Liesegang Rings*. Cambridge University Press. 212 p. ISBN 0521345030.

Hurlbut, C. Klein, C.S (1996): *Manual de Mineralogía*, Ed. Reverté.

Lasaga, A.C. (1998). *Kinetic theory in the Earth Science*. Princeton University Press. 811 p.

Mullin, J.M. (1993). *Crystallisation*. Butterworth-Heinemann. 527 p.

Prieto, M., Viedma, C., López-Acevedo, V., Martín-Vivaldi, J.L. y López-Andrés, S. (1988). Mass-transfer and supersaturation in crystal growth in gels: Application to  $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ . *Journal of Crystal Growth*, 92, 61-68.

Prieto, M., Fernandez-Diaz, L. y Lopez-Andres, S. (1989). Supersaturation evolution and first precipitate location in crystal growth in gels: application to barium and

strontium carbonates. *Journal of Crystal Growth*, 98, 447-460.

Prieto, M., Astilleros, J. y Fernández-Díaz, L. (2013). Environmental remediation by crystallization of solid solutions. *Elements*, 9, 195-201.

Rodríguez-Navarro, C. y Doehne, E. (1999). Salt weathering: influence of evaporation rate, supersaturation and crystallisation pattern. *Earth Surface Processes and Landforms*, 24, 191-209.

Rodriguez-Navarro, C., Doehne, E. y Sebastian, E. (2000). How Does Sodium Sulfate Crystallize? Implications for the Decay and Testing of Building Materials. *Cement and Concrete Research*, 30(10), 1527-1534.

Söhnel, O. y Garside, J. (1992). *Precipitation. Basic principles and industrial applications*. Oxford. 389 p.

Sunagawa, I. (2005). *Crystals. Growth, Morphology and Perfection*. Cambridge University Press. 295 p.

Wood, E. (1972). *Crystals, a Handbook for School Teachers*. Polycrystal Book Service. 37 p. ISBN 100686471156.

#### Recursos de Internet:

<https://en.wikipedia.org/wiki/Crystallization> (consulta [10/04/2018])

[https://en.wikipedia.org/wiki/Polymorphism\\_\(materials\\_science\)](https://en.wikipedia.org/wiki/Polymorphism_(materials_science)) (consulta [10/04/2018])

[http://www2.uned.es/cristamine/mineral/prop\\_fis/morfologia.htm](http://www2.uned.es/cristamine/mineral/prop_fis/morfologia.htm) (consulta [10/04/2018])

[https://es.wikipedia.org/wiki/H%C3%A1bito\\_cristalino](https://es.wikipedia.org/wiki/H%C3%A1bito_cristalino) (consulta [10/05/2018])

Cómo Doblar un Tubo de Vidrio: (<https://www.youtube.com/watch?v=inX-1ahsjxM>) (consulta [10/04/2018])

Documental "El misterio de los cristales gigantes" ■

*Este artículo fue recibido el día 2 de marzo y aceptado definitivamente para su publicación el 5 de mayo de 2018.*

## APÉNDICE 1.

### PREPARACIÓN DEL GEL DE SÍLICE Y DE LOS TUBOS DE VIDRIO.

#### A. Gel de sílice

*Material:*  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  de densidad  $1.057 \text{ g/cm}^3$ ; disolución de  $1\text{N CH}_3\text{COOH}$ ; agua destilada; balanza; agitador magnético; bureta; vaso de precipitado; parafilm.

*Preparación de las disoluciones:* el  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  se comercializa con una densidad de  $1.365 \text{ g/cm}^3$ . Para preparar la disolución (100 ml) del silicato con una densidad de  $1.057 \text{ g/cm}^3$ , se añaden lentamente  $22.43 \text{ g Na}_2\text{SiO}_3$  de densidad  $1.365 \text{ g/cm}^3$  sobre  $77.56 \text{ g de H}_2\text{O}$  en agitación, a temperatura ambiente. Dejar en agitación en el vaso de precipitados durante 30 minutos. Para preparar 100 ml de una disolución  $1\text{N CH}_3\text{COOH}$  se añaden 6 ml de ácido acético glacial sobre 94 g de  $\text{H}_2\text{O}$  en agitación. Se aconseja realizar la dilución en campana extractora.

*Metodología:* verter lentamente el  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  de densidad  $1.057 \text{ g/cm}^3$  sobre la disolución  $1\text{N CH}_3\text{COOH}$ . Para ello, añadimos en un vaso de precipitados el ácido acético diluido y lo colocamos en el agitador magnético (velocidad de agitación intermedia). En la bureta se pone el silicato sódico y lo vamos añadiendo poco a poco, midiendo el pH del vaso de precipitados. De referencia, la velocidad con la que se añade el  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  de densidad  $1.057 \text{ g/cm}^3$  sobre el ácido acético diluido es de 90 gotas (2.8 ml) por minuto. Se aconseja realizar el gel en campana extractora.

La mezcla se coloca en los tubos de vidrio dejándolos en posición vertical y tapados (tapones o parafilm) para que no se produzca el derrame de la mezcla. En unas 24-48 horas se produce la gelificación de la mezcla colocada en el tubo.

#### B. Tubos de vidrio en forma de U.

*Características:* el soplado del vidrio es una técnica clásica de laboratorio. Hay muchos videos tutoriales en la red, como el del canal Cienciabit: Ciencia y Tecnología: “Cómo Doblar un Tubo de Vidrio” (<https://www.youtube.com/watch?v=inX-1ahsjxM>). Los tubos en forma de U que utilizamos en la Actividad 5 fueron realizados en el taller de soplado de vidrio de los Servicios Técnicos de Investigación de la Universidad de Alicante. Estos tubos están soldados y tienen una apertura lateral (Fig. 5a) con el objeto de poder sacar fácilmente los minerales formados con un limpiador de tubos de ensayo o cepillo (Fig. 1j). Los tubos en forma de U que se describen a continuación son igual de válidos que los nuestros, aunque la extracción de los minerales y su limpieza es más laboriosa.

*Material:* tubos de vidrio (diámetro aproximado de 1 cm); fuente de calor (mechero Bunsen, hornillo de camping, lamparilla de alcohol, etc.); guantes; tubo de goma para soplar (opcional).

*Metodología:* encender la fuente de calor, y colocar el tubo en la zona donde lo queremos doblar sobre la llama sin parar de girarlo (con los guantes) (Fig. 5b). Cuando notemos que empieza a perder rigidez (reblandece), poco a poco, vamos doblándolo hasta dejarlo a un ángulo de  $90^\circ$  (Fig. 5c). Realizamos el mismo procedimiento en la otra parte del tubo (Fig. 5d). Al doblarlo, observaremos que, en el codo del vidrio, el diámetro interno del tubo se ha cerrado un poco. Para evitarlo, colocamos un tubo de goma en un extremo del tubo y soplamos mientras se realiza todo el procedimiento anteriormente descrito.

Fig. 5. (a) Tubos en forma de U soldados, con apertura lateral, y tubo de vidrio sin trabajar en el que se va a realizar el soplado de vidrio. (b) Calentamiento del tubo de vidrio con un mechero de camping. (c) Doblado del tubo reblandecido hasta alcanzar un ángulo de  $90^\circ$ . (d) Comparativa de los tubos soldados y el tubo obtenido con el soplado de vidrio.

