



PROTOCOLE EXPÉRIMENTAL

Croissance de cristaux



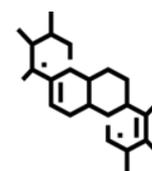
MATÉRIEL

- ✓ Solide ionique (sulfate de cuivre pentahydraté $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)
 - ✓ Eau (du robinet)
 - ✓ Récipient « Amorce » (fond large, type boîte de Pétri ou petite assiette)
 - ✓ Plaque chauffante
 - ✓ Thermomètre
 - ✓ Balance (précision au gramme)
 - ✓ Fil de pêche (1 à 2 kg de force)
 - ✓ Superglue (ou un briquet)
 - ✓ Bâtonnet de bois (ou crayon de papier)
 - ✓ Récipients à parois lisses résistants à la chaleur type bécher (très propres, non rayés)
 - ✓ Une loupe ou un microscope
 - ✓ Agitateur en verre
- Optionnel**
- ✓ Glacière
 - ✓ Bain thermostaté

Pour obtenir une solution saturée, la quantité de solide ionique à dissoudre dépend de la température du solvant. Voici les indications pour le sulfate de cuivre pentahydraté dissous dans de l'eau.



T (°C)	Masse m_s (g) pour saturation, pour obtenir 100 mL de solution saturée
0	14,8
20	20,8
40	29
60	39,1
80	53,6
100	73,6



PRÉPARATION DE L'AMORCE

L'idée consiste à obtenir un petit cristal régulier que vous ferez ensuite croître. Ce petit cristal est appelé cristal d'ensemencement ou **amorce**.

1. Chauffer environ 50 mL d'eau jusqu'à la température cible que vous aurez choisie.
2. Dissoudre la quantité de solide ionique nécessaire pour obtenir une solution saturée (cf. tableau ci-dessus).
3. Transvaser la solution dans le récipient « Amorce ».
4. Laisser la solution refroidir.

Après une journée, de petits cristaux devraient se former.

5. Sélectionner quelques cristaux réguliers.
6. Avec l'aide d'une loupe, choisir un petit cristal transparent et régulier : ce sera votre amorce.
7. Accrocher l'amorce au fil de pêche. 3 possibilités :
 - ↳ faire un simple nœud avec le fil de pêche
 - ↳ coller le cristal au fil de pêche avec la superglue
 - ↳ brûler le fil de pêche, puis le coller directement au cristal



Amorces de cristaux. © JDS

ÉTAPE INTERMÉDIAIRE

Il est préférable de vérifier que le cristal s'agrippe bien au fil de pêche avant d'envisager la croissance d'un gros monocristal. Pour cela, suspendre l'amorce dans un faible volume de solution saturée (1 à 2 mL) pendant un ou deux jours. Vérifier que la croissance du cristal s'effectue de manière régulière autour de l'amorce.

CROISSANCE DU MONOCRISTAL

Vous apprendrez ici à faire croître un gros monocristal à partir de l'amorce. Il faut pour cela utiliser une solution sursaturée, c'est-à-dire une solution dont la concentration en soluté est plus élevée que la solution saturée.

Préparation de la solution sursaturée

1. Choisir le volume de solution que vous souhaitez préparer et introduire le volume d'eau correspondant dans un bécher.
2. Chauffer.
3. Peser le double de la masse de saturation m_s correspondante.
4. Ajouter le solide et mélanger jusqu'à ce qu'il n'y ait plus de dissolution possible.
5. Continuer à mélanger lentement pendant le chauffage de la solution.
6. Lorsque tout le solide est dissous, retirer le récipient de la source de chaleur.
7. Laisser la solution refroidir lentement à la température de la pièce.

Vous avez une **solution sursaturée**.

Croissance du cristal

1. Suspendre délicatement l'amorce dans la solution sursaturée, en veillant à ne pas toucher le fond ou les bords.
2. Couvrir le récipient où la croissance a lieu (pellicule plastique, papier d'aluminium ou papier filtre). Ceci permettra de :
 - ↳ réduire les fluctuations de température
 - ↳ éviter le dépôt de poussière
3. Observer la croissance de votre cristal.



Trempe d'un cristal dans une solution sursaturée. © JDS

CONSEILS

Pour obtenir un monocristal régulier, aux faces lisses, il faut choisir attentivement son amorce et maintenir une croissance lente, à température stable, dans une solution toujours sursaturée (sans être trop sursaturée, au risque d'avoir une croissance rapide et anarchique, qui ne mène pas à un cristal régulier).

Pour favoriser une croissance symétrique, vous pouvez tourner très lentement votre monocristal en croissance dans la solution (1 à 4 rotations par jour).



Monocristal de sulfate de cuivre. © JDS

PENDANT LA CROISSANCE DU CRISTAL

CONTRÔLE DE LA TEMPÉRATURE

Puisque la solubilité varie selon la température, il est important de bien contrôler ce paramètre pendant la croissance du cristal. Si la température de la pièce varie (1 à 2°C), vous pouvez :

- Placer votre solution dans un bain thermostaté à une température de quelques degrés au-dessus de celle de la pièce.
- Placer votre solution dans une armoire fermée ou une glacière.

CONTRÔLE DE LA SURSATURATION

Si votre solution n'est plus sursaturée à la température choisie pour la croissance, le cristal arrête de croître.

Pourquoi le cristal arrête-t-il de croître, ou bien se dissout voire disparaît ?

Un cristal va croître seulement si la solution dans laquelle il est immergé est sursaturée.

Quand la solution devient seulement saturée, la croissance du cristal ne peut plus se faire, le cristal peut même se redissoudre. On peut se trouver dans une situation d'équilibre, une petite quantité de cristal à la surface va se dissoudre pendant qu'une quantité identique se cristallise à un autre endroit. La non-saturation peut se produire lorsque la température d'une solution augmente de seulement quelques degrés selon les conditions.

Comment faire repartir la croissance de mon cristal ?

Pour que la croissance reprenne, il faut rendre la solution sursaturée. Cela peut être nécessaire de manière quasi quotidienne, spécialement si le cristal est gros.



Avant d'ajouter du soluté ou de changer la solution, il faut retirer le cristal.

- ✓ Vous pouvez chercher à recréer une solution sursaturée identique à celle de départ : peser le cristal déjà obtenu jusque-là et réintroduire une masse identique de solide ionique dans votre solution pour retrouver la sursaturation, en complétant avec du solvant si nécessaire.
- ✓ Une autre façon de refaire la sursaturation consiste à diminuer la quantité de solvant, soit en chauffant la solution pendant un certain temps puis en la refroidissant à la température initiale (de la pièce) ou en laissant le solvant s'évaporer (processus plus long mais permettant souvent d'obtenir un cristal de meilleure qualité).

Une fois que la solution nouvellement sursaturée est revenue à température ambiante, vous pouvez suspendre à nouveau votre cristal dans cette solution.

MANIPULATION DU CRISTAL

Lorsque vous sortez le cristal de la solution, vous pouvez nettoyer sa surface en évitant de le toucher avec les doigts :

- sécher le cristal
- enlever toutes les irrégularités des surfaces (souvent des excroissances)
- enlever les petits cristaux sur le fil.

POUR ALLER PLUS LOIN

Vous pouvez vous amuser à faire croître des cristaux en présence de "contaminants" volontaires qui donneront des couleurs et/ou des formes différentes. En effet, la cristallisation s'amorce en présence d'une baisse de température et d'un « support ». Le support peut être une impureté, un germe de cristal, une structure en cure-pipe ou un fil, les parois du bécher, etc.

Site de l'Union des Professeurs de Physique et de Chimie de Lille

➤ <http://cristaux.udppclille.free.fr/>

Vidéo (en anglais) de l'Union Internationale de cristallographie (IUCr) : *How to grow a single crystal ?*

➤ https://www.youtube.com/watch?v=cNyQ_pMGxWs

Tutoriel vidéo de croissance de cristaux réalisé par l'équipe coordinatrice du concours en Lorraine (© Abdelatif Doudouh)

➤ <https://seafire.unistra.fr/f/7639959036bd43f48f8c/>