



Léo ERMANDE, Tristan RONDEAU, Nelly TINTILLER, Tom VARLET, Gabrielle WIDEHEN

Présentent

## L'orfèvrerie du cristal

“Le style est comme le cristal, sa pureté fait son éclat.”

V.Hugo



Encadré par Olivier BURIDANT et Marie-Christine REMOND

## Résumé

Les cristaux sont au programme de l'enseignement scientifique en première générale. Nous avons décidé de nous intéresser aux conditions de croissances de ceux-ci.

Notre étude porte sur la croissance de cristaux de sulfate de cuivre, et d'alun. Nous avons étudié les paramètres qui influent sur celle-ci. Après l'obtention d'amorces, nous avons essayé de suivre par divers méthodes et expérimentations, comment mesurer la croissance d'un mono cristal.

Après de multiples échecs formateurs, nous avons réussi à obtenir des cristaux de masse importante, quasi parfaits. Nous avons réalisé des films sur le développement des cristaux.

Faute de temps, nous n'avons pas pu réaliser tout ce que nous avons prévu, notamment le suivi quantitatif de la croissance du développement d'un cristal. En mesurant l'évolution de sa masse et en suivant les paramètres physiques de la solution dans laquelle ils croissent.

# SOMMAIRE

## Sommaire

|   |    |
|---|----|
| Introduction .....  | 4  |
| I - Suivi de croissance .....                               | 5  |
| A) Le germe du cristal .....                                | 5  |
| B) La perfection ne tient qu'à un cheveu.....               | 5  |
| C) Lentement mais sûrement ! .....                          | 7  |
| D) Trop de sulfate de cuivre tue le sulfate de cuivre ..... | 7  |
| E) Le bon équilibre.....                                    | 8  |
| II- Des tests en batterie .....                             | 10 |
| A) Faisons danser l'alun.....                               | 10 |
| B) Cristallisation dans le mouvement .....                  | 11 |
| C) La concentration, une donnée primordiale.....            | 12 |
| D) Qu'en est-il de sa couleur ? .....                       | 12 |
| E) Toujours de plus près .....                              | 13 |
| III- Les ressources ultimes.....                            | 14 |
| A) Les logiciels .....                                      | 14 |
| B) Le matériel.....   | 14 |
| Conclusion .....  | 15 |
| Remerciements.....  | 16 |

## Introduction

Un cristal, symbole de pureté et signe d'excellence, mais comment atteindre ce stade magistral. C'est la question que nous nous sommes posés. Nous avons voulu percer le secret d'un cristal parfait. L'idée excitante d'obtenir un cristal créé par nos propres moyens, a fait naître chez nous l'idée de nous lancer dans l'aventure. Notre projet consistait à démontrer et à trouver les caractéristiques nécessaires à l'élaboration d'un cristal "parfait". A l'instar des grands explorateurs scientifiques, notre équipe a l'ambition de pousser ses recherches et ses études au sein d'un monde cristallin et plus loin, s'aventurer dans les profondeurs de ce monde. Au commencement, notre quotidien se colore en bleu, via la préparation d'une solution concentrée de sulfate de cuivre. Une fraction de cette solution, déposée dans un cristallisateur, nous offre, après cristallisation partielle, de magnifiques amorce. Notre objectif est de mettre en contact notre amorce avec notre solution concentrée, d'en établir les conditions idéales, afin d'obtenir le cristal « parfait ». Nous sommes vite confrontés à la réalité de toute réalisation. « Sans perdre courage, vingt fois sur le métier », enfin, l'éclat de pureté de notre cristal nous apparaît à travers le reflet bleuté de la solution. Voici les détails de toutes nos pérégrinations....



## I - Suivi de croissance

### A) Le germe du cristal

#### Comment fabriquer une amorce ?

Pour fabriquer un cristal parfait, tout réside sur le choix de l'amorce.

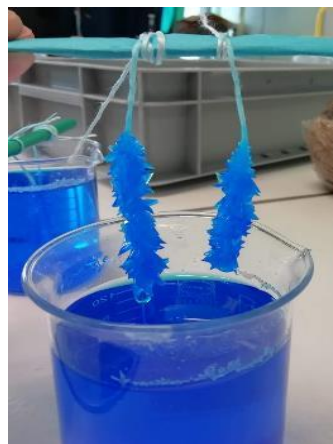
En effet, cette dernière donnera la forme finale du cristal. Pour créer des amorces, il suffit de concevoir une solution plus ou moins concentrée, d'en verser quelques millilitres à l'aide d'une pipette dans un verre de montre, cristalliseur ou une boîte de pétrie et par le biais d'une impureté venant s'y déposer, se déclenche la cristallisation de la solution grâce à la surconcentration, une partie de la solution cristallise et l'autre s'évapore pour donner ce résultat ci-contre.



### B) La perfection ne tient qu'à un cheveu

#### Comment attacher l'amorce pour ensuite la mettre dans la solution ?

Nous nous sommes donc questionnés autour de cette problématique, au départ nous avons testé différents matériaux : laine, corde, fil de pêche... Tous ces matériaux nous ont amené des résultats qui n'étaient pas optimales.



Nous avons trouvé une technique permettant l'accès à une optimisation de la croissance du cristal.

En attachant le monocristal présent dans les amorces préalablement fabriquées, à un cheveu. En effet un cheveu permet de garder entièrement attachée l'amorce ainsi que de réduire considérablement les impuretés. De plus, la résistance du cheveu est très élevée.

(Il peut soulever 10 000 000 fois son poids) avec un diamètre extrêmement fin, cette solution nous a apporté des résultats bien plus convaincants ci-contre.

La procédure est la suivante :

- Attacher l'amorce au cheveu
- Rincer à l'eau distillée
- Nettoyer le cheveu et l'amorce à l'éthanol
- Plonger l'amorce dans la solution en la positionnant au centre.
- Et recouvrir la solution de parafilm pour ne laisser entrer aucune impureté.

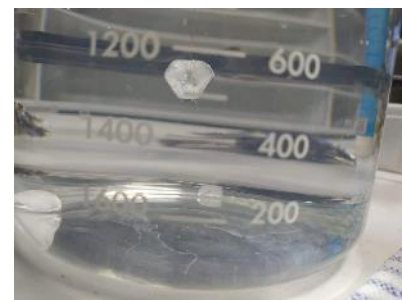


Nous avons aussi testé plusieurs contenants où faire croître le cristal:

Le Premier essai fut réalisé dans un bécher de 200mL mais le cristal a fini par toucher le fond.

Puis nous avons essayé dans des thermos de grandes capacités, les cristaux grandissaient bien et le thermos empêchait tout choc thermique, cependant l'espace interne du thermos était insuffisant pour obtenir de grands cristaux. Nous avons donc décidé de déposer la solution dans un cristalliseur de quatre litres, cela a très bien fonctionné. Le cristalliseur étant trop encombrant, nous l'avons remplacé par un gros bécher.

Les techniques pour faire tenir le fil de l'amorce dans la solution ont évoluées au fur et à mesure de nos échecs. Tout d'abord nous les avons accrochées à un morceau de papier plié en plusieurs parties, mais le papier étant léger, cela représentait un gros risque. Par la suite nous avons fait un trou dans le bouchon du thermos pour faire passer le fil et le bloquer à la longueur souhaitée grâce à un crayon. Enfin nous avons changé de support, en passant au cristalliseur puis au grand bécher, nous avons utilisé



une grande allumette pour la fixation du fil et cela pour toutes les autres manipulations effectuées.

### C) Lentement mais sûrement !

Ne voulant pas nous précipiter, nous avons commencé avec une solution peu concentrée. Pour cela nous avons étudié la courbe de solubilité du sulfate de cuivre. La solution choisie doit permettre de pouvoir plonger une amorce afin de déclencher la croissance de celle-ci. Suite à cela, nous avons obtenu un cristal, certes petit, dû au faible temps de croissance, de la taille du bécher et de la quantité de solution utilisée. Fiers de notre premier cristal, nous avons recommencé la manipulation plusieurs fois. Mais, faute d'amorces de qualités nous n'avons pas eu autant de succès pour les tentatives suivantes. Nous avons remarqué qu'une solution peu concentrée génèrait moins d'impuretés et, de fait, occasionnait moins de problèmes. la croissance de notre cristal était plus maîtrisée, mais en contre parti le temps nécessaire à la croissance du cristal était plus long.



### D) Trop de sulfate de cuivre tue le sulfate de cuivre

Comment accélérer la croissance du cristal ? Faut-il garder le même matériel d'attache ?

1. Le temps de croissance étant trop long, nous avons donc décidé de saturer la solution. Pour cela nous avons ajouté du sulfate de cuivre dans notre solution initiale, peu concentrée. Nous devons donc refaire des amorces avec cette nouvelle solution et faire très attention aux manipulations effectuées car un refroidissement trop brutal, un faux mouvement durant un déplacement de la solution ou une petite poussière dans celle-ci pouvait la faire cristalliser rapidement et nous obliger à dissoudre à nouveau le sulfate de cuivre cristallisé dans la solution. Nous avons répété le même processus d'attache d'amorce pour cette solution plus concentrée, pensant



que cette concentration différente et supérieure ne ferait qu'accélérer la formation du cristal. A notre grand étonnement, la forte instabilité de la solution nous a amené à d'innombrables échecs. Le milieu était si instable, que même en travaillant sous hôte, en faisant descendre progressivement la température, elle se cristallisait et ce, sans avoir retiré le parafilm, c'est-à-dire sans la moindre contamination d'impuretés (comme sur la photo ci contre). Nous en avons conclu qu'un surplus de sulfate de cuivre, même si entièrement dissous, rendait la formation des cristaux avec une amorce parfaite, impossible.

2. La seconde problématique posée, nous a amené à réfléchir aussi sur la matière utilisée pour le support de l'amorce. Nous nous sommes fait la remarque suivante, si avec une solution peu concentrée on obtient un cristal plus volumineux et donc plus lourd, l'éventualité que le cheveu cède devait être prise en compte dans une solution bien plus concentrée. Nous avons donc cherché un fil possédant propriétés identiques au cheveu. Un fil fin et résistant à la fois. Cela nous a conduits sur la piste du fil de pêche. Ainsi, pour toutes nos prochaines expérimentations le fil de pêche sera favorisé au cheveu. Nous utiliserons un fil de pêche de diamètre de 0.16 mm pouvant supporter environ 5 kg.

## E) Le bon équilibre

### Comment trouver la meilleure concentration, à la fois efficace et stable

Après ces échecs frustrants, nous avons dû chercher la concentration alliant à la perfection trois critères : rapidité de fabrication, un minimum de stabilité ainsi qu'une croissance du cristal plutôt rapide. Cette solution devait être celle que nous utiliserions pour nos prochaines études et expérimentations. Nous avons donc avancé à tâtons en diluant notre solution sursaturée avec de l'eau distillée, puis en la concentrant à nouveau par évaporation. Finalement nous sommes arrivés à une solution parfaite donnant en moins d'un jour des cristaux d'une taille conséquente, suffisamment stable pour être refroidie et déplacée sans soucis. Cette masse volumique parfaite était de 40 g pour 100 ml dissoute à 90° juste avant l'ébullition. Ainsi nous fîmes pousser plusieurs cristaux de plus en plus gros (comme ceux montrés ici) et nous avons pu commencer à réaliser différentes expérimentations à partir de ce dosage parfait.

Parce que oui, "La science est faite d'erreurs, mais d'erreurs qu'il est bon de commettre, car elles mènent peu à peu à la réussite." **Jules Verne**





## II- Des tests en batterie

### A) Faisons danser l'alun

Une fois élucidé le dosage parfait pour notre solution de sulfate de cuivre, pourquoi ne pas essayer avec une autre espèce chimique ? Nous avons fixé notre choix sur l'alun de potassium. Nous avons connu de nombreuses difficultés.

Au commencement, nous n'avons pas suffisamment saturé notre solution, aussi notre amorce, synthétisée dans les mêmes conditions que le sulfate de cuivre, s'est dissoute dans la solution quelques minutes plus tard. Suite à cette erreur nous avons ajouté de l'alun de potassium dans la solution initiale. Pour le dissoudre nous avons fait bouillir la solution, monumentale erreur puisqu'en la faisant bouillir le potassium et l'alun se sont séparés, l'amorce, de fait, ne pouvait donc pas croître. Forts de notre erreur, cette fois-ci, nous avons mis 20 g dans 100 mL au distillée sans faire bouillir la solution. Nos amorces étant réussies, nous avons lancé la formation de notre cristal. Le fil utilisé riche d'impuretés, a fait cristalliser la solution sur celui-ci donnant les cristaux suivants (cf photo). Afin de nous améliorer, et d'obtenir un cristal d'alun parfait, sans perdre courage nous nous sommes remis sur notre ouvrage et avons donc recommencé. Cette fois, en prenant soin de bien nettoyer le cheveu en l'immergeant entièrement dans l'eau distillée puis dans l'éthanol, ce fut une réussite car au bout de 24 heures un magnifique cristal s'était formé.



## B) Cristallisation dans le mouvement

Mais pourquoi ne pas accrocher le fil tenant l'amorce a un petit moteur faisant tourner ce dernier sur lui-même ?



En effet lors de nos précédentes expérimentations, le fait que l'amorce reste stable et immobile après le fait de l'avoir plongée dans la solution était, selon nous, primordiale pour sa croissance. Mais nous nous sommes questionnés à ce sujet. Nous avons donc expérimenté cette idée. Nous avons accroché le fil tenant l'amorce, à un moteur tournant à une vitesse d'environ 1 tour par seconde, plongeant ensuite dans la solution. Le moteur étant aussi relié à une balance. Nous avons tout d'abord accroché le moteur à la balance (une balance muni d'un petit crochet), pour ensuite tarer la balance nous donnant en conséquence la masse du cristal d'un instant T.



## C) La concentration, une donnée primordiale

Comment connaître les concentrations de nos meilleures solutions ?

Pour vous citer toutes ces concentrations nous avons eu besoin de les valider. Nous nous sommes très rapidement aperçus qu'il nous fallait bien connaître les masses volumiques de nos solutions pour deux raisons : pour avoir la possibilité de reproduire les elles meilleures solutions, puis prendre l'une d'elles comme solution de référence. Il nous fallait pouvoir vous présenter des chiffres, être dans le quantitatif. Nous avons calculé la concentration au moyen de différentes méthodes afin d'être sûr d'avoir une valeur de masse volumique rigoureuse.



Tout d'abord, nous avons utilisé un densimètre automatique électronique nous donnant la masse volumique de nos solutions simplement en prélevant un peu de celle ci (photos ci contre). Mais nous voulions tenter une méthode plus visuelle et moins évidente de prime abord. Nous avons donc pris trois verres de montres et y avons mis exactement 10 mL de notre solution, les avons pesés avec une balance de précision puis mis à l'étuve pour faire s'évaporer l'eau, les avons pesés à nouveau. Nous avons soustrait la masse obtenue à la masse initiale ce qui nous a donné la masse d'eau perdue. Puis, connaissant la masse du verre de montre, nous avons pu calculer la masse de sulfate de cuivre présente dans

les 10 mL. Grâce à ces techniques de base, nous avons pu obtenir les masses volumiques des solutions que nous avons besoin de reproduire.



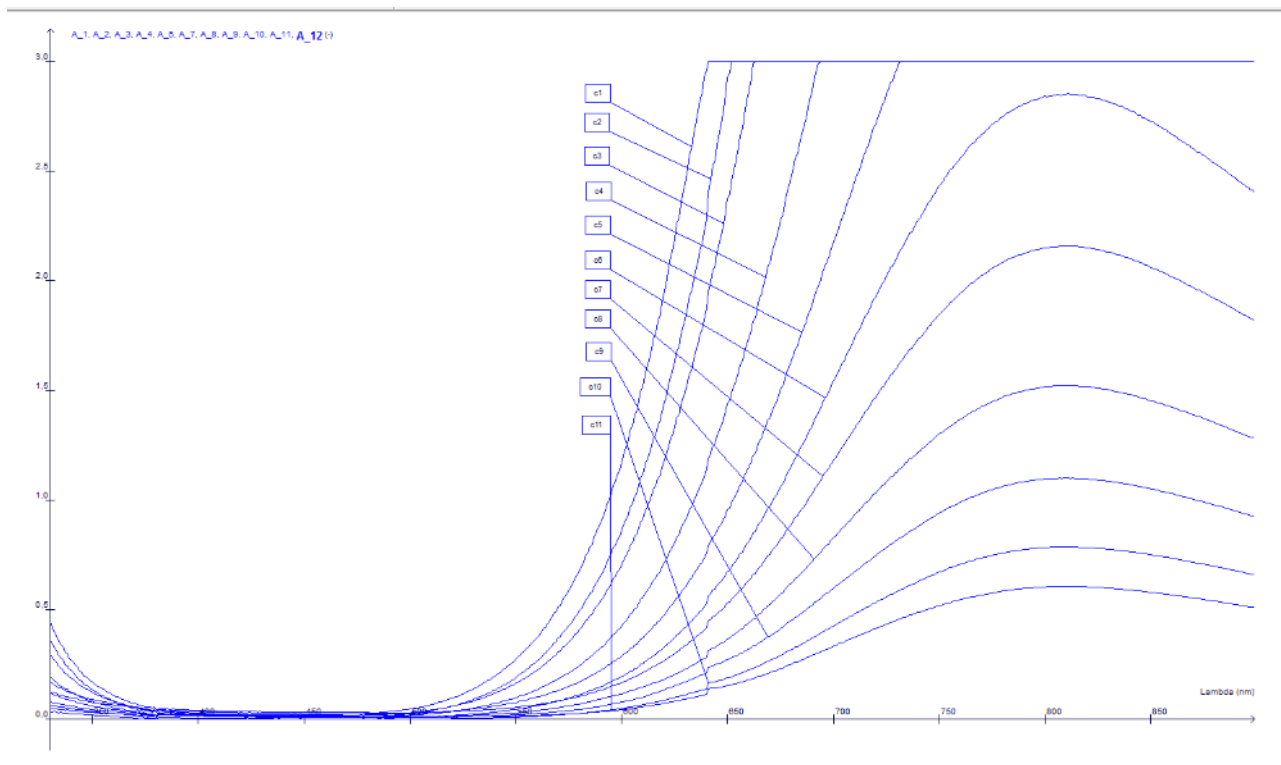
## D) Qu'en est-il de sa couleur ?

Pouvons-nous établir une courbe d'absorbance de notre solution puis de solutions diluées à partir de celle ci ?

Nous voulions pousser plus loin notre étude, en connaître davantage sur notre solution. Cette envie d'étude, couplée à nos cours de physique chimie sur l'absorption de la lumière, nous a poussé à utiliser un spectrophotomètre (photo ci contre). Nous avons tracé une courbe d'absorbance, via l'utilisation du logiciel atelier scientifique, pour notre solution initiale, pour des solutions filles en les diluant petit à petit. Nous avons donc pris 9ml de solution mère et 1ml d'eau distillée pour obtenir notre première solution fille et ainsi de suite en retirant 1 ml de solution et en ajoutant 1 ml d'eau distillée nous avons eu nos solutions filles.



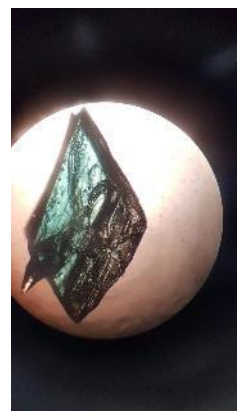
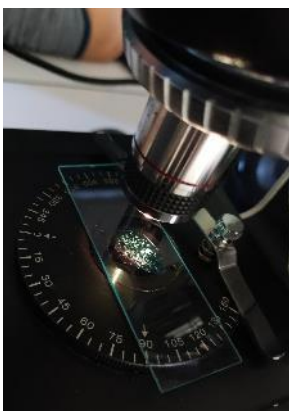
Nous avons ensuite tracé, respectivement, leurs courbes d'absorbance et avons obtenu ce graphique ci-dessous :



## E) Toujours de plus près

A quoi ressemble la cristallisation au niveau microscopique ?

Malgré des amorce “parfaites” nos cristaux avaient toujours quelques imperfections. Nous avons donc emprunté un microscope au laboratoire de SVT ainsi qu’une caméra adaptée à ce dernier, pour pouvoir étudier de plus près ces amorce. Nous pouvons observer sur celle ci-contre plusieurs imperfections se reproduisant lorsqu’elle grandit dans la solution. Suite à cela nous avons décidé déposer un échantillon de la solution sur une lame et d’observer l’évolution. Nous avons pu découvrir sous nos yeux ébahis la formation initiale de la cristallisation et la création des amorce de plus en plus grandes (comme à droite, les traits représentent les extrémités de l’amorce au début de sa



croissance 10 minutes avant)



### III- Les ressources ultimes

#### A) Les logiciels

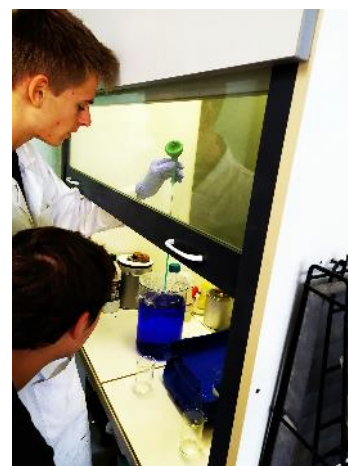
Pour parvenir aux résultats présentés ici, nous avons eu recours à de nombreux logiciels, en effet pour avoir l'analyse de l'absorbance de la solution nous avons utilisé l'atelier scientifique contenant l'application permettant d'effectuer des analyses spectrophotométriques. Dans un deuxième temps nous avons utilisé LibreOffice Calc, ce logiciel nous a permis de classer les différentes données et d'avoir une vue représentatif de l'ensemble de nos expériences. Pour obtenir les résultats au microscope, vus précédemment, "IS Capture". Pour renforcer nos connaissances, nous avons également utilisé de multiples logiciels de cristallographie comme par exemple unisciel.

#### B) Le matériel

Dans le cadre de ce projet nous avons utilisé énormément de matériel allant de la verrerie au matériel de haute précision.

En verrerie, nous avons utilisé des béchers de toutes tailles, 500 ml forme basse ou haute pour la croissance des cristaux et 150 ml FH et FB pour désinfecter entièrement les cheveux avec facilité. Egalement utilisé de minuscules erlenmeyers (20 ml) pour conserver nos amorces dans l'éthanol. Des cristallisoirs pour la formation de nos amorces ainsi que des boîtes de pétri en verre et des verres de montre pour nos passages à l'étuve. Pour contenir des échantillons de solutions nous avons utilisé des tubes à essais. Toujours dans les récipients, mais moins conventionnels nous avons utilisé un grand vase

cylindrique pour les solutions en grande quantité ainsi que des pots de confiture pour conserver nos cristaux terminés. Pour les prélèvements nous utilisons bien entendu des pipettes de volume variés allant de 1ml à 25ml. Pour nos expérimentations lumineuses nous avons utilisé un spectrophotomètre Prim Litgh (à gauche) ainsi que des cuves adéquates. Nous avons eu recours à l'utilisation d'une étuve pour évaporer l'eau du sulfate de cuivre. Un densimètre automatique électronique. Pour nos observations microscopiques nous avons emprunté un microscope et sa caméra au laboratoire de S.V.T.



## Conclusion

Au bout de plusieurs mois d'expérimentations , d'études, de tentatives, d'échecs mais surtout de réussites, après avoir exploré les cristaux pour lever le voile sur tous les secrets de leur élaboration, avoir noté, vu et expérimenté chaque point nécessaire à la fabrication de ces minéraux pleins d'éclats ; nous sommes en mesure ,désormais de vous livrer les clefs de l'élaboration d'un cristal d'une beauté inégalée ;mais surtout les différentes techniques de réalisation en fonction du temps et des ressources à votre disposition.

Les points primordiaux sont la qualité de l'amorce, elle doit être parfaite car le cristal final n'est que la reproduction de celle-ci à plus grande échelle. La concentration de la solution, une masse volumique trop élevée coupera toute possibilité de réaliser un cristal. Une trop faible concentration assurera une croissance maîtrisée mais lente. Un dosage intermédiaire permettra la croissance assez rapide d'un bon cristal si un minimum de minutie et de sécurité sont appliquées. Le dernier point concerne essentiellement la minutie et toutes les étapes avant de faire croître le cristal : désinfecter l'amorce pour que seule l'amorce croisse, désinfecter le fil pour éviter qu'un cristal intrus ne s'y développe, recouvrir le récipient de parafilm. Mais bien au delà, nous pouvons y inclure le fait de ne pas créer de choc thermique faisant cristalliser la solution. Ce sont tous ces petits détails demandant une précision, hors pair, qui donne à cette science des tons d'orfèvrerie.

# Remerciements

Nous tenons à remercier tout d'abord l'administration du lycée Branly de nous avoir permis de mener à bien notre projet ainsi que à toute l'équipe du lycée, sans qui rien n'aurait été possible, et plus particulièrement M. BURIDANT et Mme REMOND ,ils nous ont aiguillé dans ce monde que nous ne connaissions pas si bien, M. BERNARD également notre professeur d'enseignement scientifique physique nous a donné envie de nous lancer dans ce sujet, ainsi que M. HERCOUET notre professeur de SVT qui nous a gentiment mis à disposition du matériel.