

Atelier scientifique MPS – La cristallographie – Partie 1  
Conditions de cristallisation – Séance 1

## 1 Quelques expériences de cristallisation

### 1.1 Généralités

La cristallisation, processus physique, peut être observée à trois occasions :

- Refroidissement d'un liquide pur de manière très lente. Celui-ci passe de l'état liquide à l'état solide, c'est la solidification. Remarque : tous les liquides ne donnent pas des solides cristallisés, certains solides sont amorphes ;
- Refroidissement d'une solution saturée par une espèce soluble à chaud mais pas à froid dans le solvant. La solubilité diminue lorsque la température diminue, et l'espèce dissoute cristallise ;
- Évaporation d'une solution contenant une espèce soluble dans le solvant. La concentration augmente au fur et à mesure que le solvant s'évapore, l'espèce cristallise.

Dans les deux derniers cas, c'est la *solubilité* d'un composé dans un solvant qui est responsable de la cristallisation. La solubilité est la quantité maximale d'une espèce que l'on peut dissoudre dans un solvant. Lorsque l'espèce ne se dissout plus, on dit que la solution est saturée.

Le refroidissement étant assez lent, nous utilisons ici la troisième façon de cristalliser un composé : utiliser un solvant qui s'évapore facilement.

Notez les définitions de tous les termes nouveaux qui apparaissent dans le texte ci-dessus !

.....

.....

.....

.....

.....

### 1.2 Cristallisation rapide sur vitre de l'acide benzoïque

**Précautions** Outre les précautions d'usage en chimie, cette expérience comporte les attentions suivantes :

- Lorsqu'on chauffe une solution d'éthanol, il ne faut pas approcher de flammes à cause des vapeurs inflammables ;
- L'acide benzoïque est irritant. En fin de manipulation, aérer la pièce. Nettoyer la plaque avec un peu d'éthanol ou d'acétone.



FIG. 1 – Acide benzoïque sur une vitre.

#### Matériel

- |  |  |
|--|--|
| <ul style="list-style-type: none"> <li><input type="checkbox"/> Plaque de verre.</li> <li><input type="checkbox"/> Rétroprojecteur.</li> <li><input type="checkbox"/> Bécher.</li> </ul> | <ul style="list-style-type: none"> <li><input type="checkbox"/> Plaque chauffante.</li> <li><input type="checkbox"/> Éthanol absolu.</li> <li><input type="checkbox"/> Acide benzoïque.</li> </ul> |
|--|--|

#### Protocole expérimental

- Éviter les courants d'air dans la pièce.
- Dans un petit récipient, dissoudre une demi-spatule d'acide benzoïque dans 10 mL environ d'éthanol pur et chauffer légèrement jusqu'à ce que la solution soit limpide.
- Sur une plaque de verre, éventuellement posée sur un rétroprojecteur, verser une partie de la solution alcoolique. Le liquide s'étale en flaque.
- Attendre que l'alcool s'évapore, cela peut prendre 5 minutes, et observer les cristaux qui apparaissent sur le pourtour de la flaque. Petit à petit les cristaux gagnent le centre de la plaque.
- Lorsqu'on souffle sur la plaque, la cristallisation est plus rapide.
- Plus la cristallisation est lente et plus les cristaux prennent la forme d'aiguilles. Lorsque tout l'alcool est évaporé, le solide est fixé sur la vitre.

### 1.3 Sublimation puis cristallisation de l'acide benzoïque

La matière peut exister sous trois états différents : solide, liquide, gaz. Le passage direct de l'état solide à l'état gazeux s'appelle la sublimation. Le chemin inverse s'appelle la condensation. Nous illustrons ici ces deux passages et nous obtenons de beaux cristaux semblables à du givre.



FIG. 2 – Arbuste plongé dans les vapeurs d'acide benzoïque.

#### Matériel

- Un grand bécher en Pyrex® (1 ou 2 L).
- Un couvercle pour le bécher.

- Une plaque chauffante.
- Acide benzoïque  $C_6H_5COOH$ , environ 20 g.
- Éthanol (alcool de pharmacie).
- Des petites branches de sapin ou d'arbuste.

#### Protocole expérimental

- Dans le bécher, mettre 20 g d'acide benzoïque en poudre et placer la petite branche de sapin ou d'arbuste.
- Poser la plaque de verre ou le couvercle sur le bécher (ne pas fermer hermétiquement!).
- Poser le bécher sur la plaque chauffante et régler la température à environ  $100^\circ C$  (pas plus).
- Observer la sublimation de l'acide benzoïque, qui forme une fumée dans le bécher, ainsi que la condensation des vapeurs d'acide sur la branche, en forme de cristaux ou d'aiguilles (ne pas soulever le couvercle).
- Éteindre la plaque chauffante et laisser le système refroidir pendant 10 minutes.
- Observer les cristaux d'acide benzoïque qui tourbillonnent dans le récipient comme une tempête de neige miniature.
- Une fois l'expérience terminée, lorsque c'est froid, verser de l'alcool dans le bécher pour dissoudre l'acide et laver à l'eau du robinet puis avec du liquide vaisselle.

## 2 Recherche des meilleures conditions de cristallisation

On se propose d'étudier les facteurs naturels qui influent sur les techniques d'extraction du sel et de voir l'incidence qu'ils peuvent avoir sur la nature des cristaux obtenus.

**Données** Pour optimiser la récolte de sel à partir de l'eau de mer, le procédé utilisé dans les salines se fait en plusieurs étapes. Le sel ou chlorure de sodium est dissous dans l'eau de mer. Il faut concentrer cette solution en chlorure de sodium afin d'atteindre une concentration de  $260\text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ . Pour cela on doit laisser évaporer l'eau par passage successif dans les partènements. Lorsque la concentration est voisine de  $260\text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ , on stocke l'eau sur les tables salantes, où sous l'effet du soleil et du vent, l'eau va s'évaporer et la cristallisation s'amorcer. Le sel se dépose au fond des bassins par décantation.



FIG. 3 – Les salines du midi.

Pourquoi les salins s'étalent sur de grandes surfaces ?

.....

Quel est le rôle du soleil ?

.....

Quel est le rôle du vent ?

.....

Lors de la décantation, quels sont les deux facteurs naturels qui peuvent influencer l'évaporation de l'eau ?

.....

**Bilan 1** Expliquer la fabrication des cristaux de sel en indiquant les facteurs naturels qui favorisent la formation des cristaux.

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

**Données numériques**

Salinité de l'eau en mer : La moyenne est de  $35 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ , mais varie d'une mer à l'autre :  $30 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$  en Atlantique Nord,  $40 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$  en mer Rouge,  $6 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$  en surface en mer Baltique et  $330 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$  dans la mer Morte.

Solubilité maximale du chlorure de sodium dans l'eau :  $360 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ . Une telle solution est appelée *saumure* et peut nécessiter une journée entière d'agitation du solide dans l'eau pour arriver à une solution saturée!

Concentration massique de l'eau dans les marais salants juste avant la phase d'évaporation finale de l'eau :  $260 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ .

Comment simuler le bassin de décantation et les deux facteurs naturels?

.....

Quelle concentration allez-vous choisir pour votre expérience? Calculez alors la masse de chlorure de sodium (sel) à peser afin de réaliser la solution.

.....

.....

.....

**Bilan 2** Proposer un dispositif expérimental permettant de fabriquer des cristaux de sel dans la salle de classe en reproduisant les conditions de fabrication dans les salines. Fabriquer des cristaux de sel pour différentes concentrations de sel.

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

### 3 Cristallisation d'une solution de sulfate de cuivre

**Mission** Obtenir de beaux cristaux de sulfate de cuivre (II).

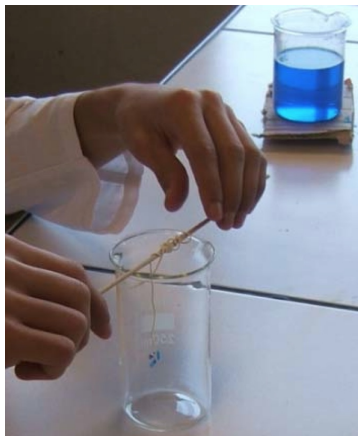


FIG. 4 – Dispositif expérimental.

#### Matériel

- Solution saturée de sulfate de cuivre  
 $\text{Cu}^{2+}_{(\text{aq})} + \text{SO}_4^{2-}_{(\text{aq})}$ .
- Quelques cristaux de sulfate de cuivre solide.
- Gobelets en plastique.
- Ficelle.
- Tige en bois.

#### Protocole expérimental .....

.....  
.....  
.....

### 4 Cristallisation d'une solution de chlorure de sodium

**Mission** Obtenir de beaux cristaux de sulfate de cuivre (II).

#### Matériel

- Solution saturée de chlorure de sodium  $\text{Na}^{+}_{(\text{aq})} + \text{Cl}^{-}_{(\text{aq})}$ .
- Le matériel du paragraphe précédent.

#### Protocole expérimental

Identique au paragraphe précédent.