

Utilisation de différentes techniques pour la détermination du taux d'oxygène dans le zirconium

Maxime DOTTOR¹, Jean-Claude CRIVELLO¹, Jean-Marc JOUBERT¹

¹ Chimie Métallurgique des Terres Rares, Institut de Chimie et des Matériaux Paris-Est, CNRS - UMR 7182, Université Paris-Est, 2-8 rue Henri Dunant, F-94320 Thiais, France.
E-mail : dottor@icmpe.cnrs.fr

Résumé :

L'élaboration de matériaux en lien avec leurs propriétés microstructurales et leur stabilité nécessite une compréhension des diagrammes de phases. La connaissance de ces diagrammes permet de prévoir le nombre de phases, les températures de transition de phases selon la composition du système considéré. En effet, l'étude du diagramme de phases O–Zr, Figure 1, met en évidence l'existence de plusieurs phases ainsi qu'une transition allotropique à 1136 K entre la phase α -Zr, de prototype Mg et de groupe d'espace $P6_3/mmc$, et la phase β -Zr, de prototype W et de groupe d'espace $I m\bar{3}m$.

De plus, l'étude du diagramme de phases Zr–H et plus particulièrement, l'obtention de la phase γ , de prototype PtS et de groupe d'espace $P4_2/mmc$, est étroitement liée au taux d'oxygène dans le matériau initial selon plusieurs auteurs [1-2]. Nous avons ainsi sélectionné différentes nuances de zirconium ayant des taux d'oxygène différents.

Une étude au préalable des impuretés en oxygène dans ces matériaux avant hydrogénation a été réalisée par Spectrométrie à Plasma à Couplage Inductif (ICP). La Diffraction des Rayons X (DRX), où les paramètres de maille ont été obtenus après un affinement Rietveld [3], et l'Analyse Thermique Différentielle (ATD) et bi-différentielle ont été effectués au laboratoire dans le but de relier le taux d'oxygène avec les paramètres de maille et la température de transformation allotropique, Figure 1. Le couplage de ces trois techniques nous permet de corréliser les résultats obtenus entre ces différentes techniques et ainsi de mieux déterminer le taux en oxygène de nos matériaux.

Le but *in fine* est la détermination, après hydrogénation, du taux d'oxygène présent dans ces différents lots de zirconium. La mise en place expérimentale de la technique d'ATD bi-différentielle y sera notamment discutée.

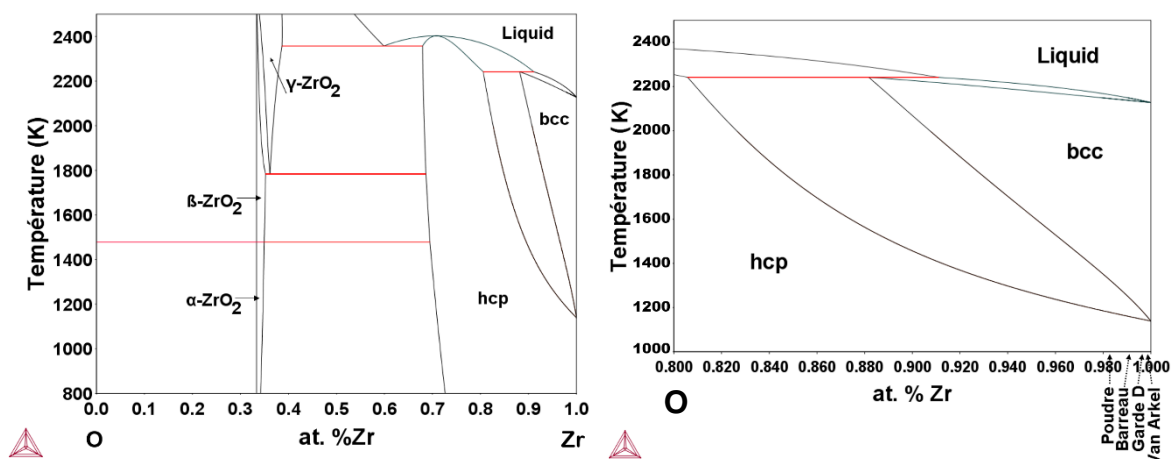


Figure 1. Diagrammes de phases O–Zr.

[1] Lanzani L., Ruch M. J. Nucl. Mater., **2004**, 324, 165.

[2] Cann C. D., Puls M. P., Sexton E. E., Hutchings W.G. J. Nucl. Mater., **1984**, 126, 197.

[3] Rietveld H. M. J. A profile refinement method for nuclear and magnetic structure, J. Appl. Crystallogr., **1969**, 2, 65-71.