

SYNTHESES ET CARACTERISATION DU TETRAFLUORURE DE ZIRCONIUM ULTRA PUR
A PARTIR DU TETRABOROHYDRURE DE ZIRCONIUM

M. Bridenne-Alaux*, R. Bougon, G. Folcher, N. Keller et H. Marquet-Ellis
CEA – CEN/SACLAY IRDI/DESICP/DPC/SCM UA 331-CNRS (France)

Les caractéristiques marquantes des verres fluorés sont leurs propriétés optiques : ils ont une large fenêtre de transmission de 0,3 à 8 μm et une absorption intrinsèque dix fois plus faible que celle de la silice à 2,5 μm (1). Les applications, en particulier aux fibres optiques pour les télécommunications à longue distance, sont prometteuses. Elles nécessitent cependant des recherches importantes pour réduire les pertes en transmission dues en partie aux impuretés contenues dans le matériau vitreux. Parmi celles-ci les éléments de transmission 3d ou 4f ont des bandes d'absorption dans le domaine de 1 à 2,5 μm . Les teneurs exigées de ces éléments sont inférieures au ppb pour le Fe, Co et Nd et inférieures à 10 ppb pour le Ni, Pr, Sm et Eu. Le tétrafluorure de zirconium est le constituant principal d'une catégorie importante de verres fluorés (ZBLA...). En conséquence, nous avons envisagé une nouvelle méthode de préparation directe de ZrF_4 ultra pur à partir de la fluoration du tétraborohydrure de zirconium, $\text{Zr}(\text{BH}_4)_4$. Ce composé possède une pression de vapeur suffisante (15 torrs à 25°C) pour permettre une purification aisée par sublimation sous vide à 20°C. Nous avons étudié la fluoration de $\text{Zr}(\text{BH}_4)_4$ avec le fluor, HF anhydre et HF aqueux. La réaction en régime dynamique pour HF ou F_2 a permis la fluoration douce de $\text{Zr}(\text{BH}_4)_4$ en ZrF_4 . Les réactions sont suivies grâce à l'étude I.R. des gaz produits au cours de la réaction (BF_3 , B_2H_6 et HF). La fluoration par HF aqueux conduit à $\text{ZrF}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ qui est ensuite déshydraté. Les impuretés en éléments de transition 3d sont analysés par spectroscopie d'absorption atomique, par atomisation électrothermique.

1 G. Mazé, V. Cardin et M. Poulain, Spectra 2000, (1984) 95, 13, 25.