

## CONCLUSION GENERALE

L'objectif principal de ce travail reposait sur la synthèse et la caractérisation de nouvel oxalate microcristallin, à base de calcium associé au zirconium. Les progrès spectaculaires de la diffraction des rayons X par la poudre, survenus au cours de la dernière décennie, constituaient un outil puissant pour élucider les structures et étudier les propriétés thermiques de telles phases se présentant sous forme microcristalline.

La première partie de ce travail concerne l'oxalate simple de calcium  $\text{Ca}(\text{C}_2\text{O}_4)\cdot\text{H}_2\text{O}$  qui a été synthétisée selon un mode opératoire original. L'indexation du diagramme de poudre a permis de déterminer la maille unitaire et le groupe d'espace  $P2/m$  du système monoclinique avec les figures de mérite  $M_{18} = 38$  et  $F_{18} = 55$  (**0.0073, 45**). Les paramètres de la maille sont :  $a = 12.057(3) \text{ \AA}$ ,  $b = 4.924(1) \text{ \AA}$ ,  $c = 6.075(1) \text{ \AA}$ ,  $\beta = 102.08(3)^\circ$  et  $V = 352.6(1) \text{ \AA}^3$ .

Une nouvelle variété d'oxalate mixte de calcium et de zirconium  $\text{CaZr}(\text{C}_2\text{O}_4)_3\cdot 9\text{H}_2\text{O}$ , a été synthétisée selon un mode opératoire original. Cette structure a été déterminée à partir des données de la diffraction des rayons X par la poudre. Même si l'étude de ce composé n'a pu être exhaustive. La structure cristalline de  $\text{CaZr}(\text{C}_2\text{O}_4)_3\cdot 9\text{H}_2\text{O}$  est résolue dans le groupe d'espace  $P2/m$  du système monoclinique avec les figures de mérite  $M_{20} = 64$  et  $F_{20} = 62$  (**0.0016, 203**). Les paramètres de la maille sont :

$a = 9.1124(3) \text{ \AA}$ ,  $b = 11.2708(5) \text{ \AA}$ ,  $c = 6.7860(3) \text{ \AA}$ ,  $\beta = 95.692(4)^\circ$  et  $V = 693.51 \text{ \AA}^3$ ,  $Z = 4$ .

L'étude thermique du composé  $\text{CaZr}(\text{C}_2\text{O}_4)_3\cdot 9\text{H}_2\text{O}$  réalisé par l'ATG a conduit à la conclusion que la réaction prépondérante de la première étape est la formation du composé heptahydraté  $\text{CaZr}(\text{C}_2\text{O}_4)_3\cdot 7\text{H}_2\text{O}$ , la deuxième étape est la formation du composé anhydre  $\text{CaZr}(\text{C}_2\text{O}_4)_3$  et la troisième étape conduit aux oxydes  $\text{CaO}$  et  $\text{ZrO}_2$ .

Enfin, l'utilisation de la spectroscopie Infra Rouge (IR) a permis dans une étape préliminaire de confirmer l'existence des groupements oxalates et des molécules d'eau.

