

## EFEITOS DA TEMPERATURA E DO TEMPO DE SINTERIZAÇÃO NA MICROESTRUTURA DO $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$

Elena Moncunill Ferran, Pesquisador Visitante IPEN-CNEN/SP. Endereço Permanente: Departamento de Metalurgia UFRJ - RJ.

José Carlos Bressiani - Departamento de Metalurgia Nuclear - Divisão de Materiais Cerâmicos - IPEN-CNEN/SP.

Foram analisados o efeito da temperatura, do tempo de sinterização e do tratamento posterior ao ar na microestrutura de amostras cerâmicas de composição nominal  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ .

A análise microestrutural foi feita mediante difração de raios utilizando a radiação  $K_\alpha$  do Cu, microscopia eletrônica de varredura e microanálise EDAX. As medidas de microanálise foram corrigidas pelo parâmetro ZAF.

O  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  foi preparado da forma convencional (1, 2) por calcinação de  $\text{Y}_2\text{O}_3$ , CuO e BaC 3. O difratograma do produto da calcinação é o típico da composição  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  em estado puro. Foram feitas sinterizações em cinco amostras com durações de 2h a 900, 950 e 1000°C respectivamente, 15h a 950°C e 23h a 1000°C. Todas as amostras foram resfriadas rapidamente ao ar e submetidas a posterior tratamento térmico durante 1h a 670°C e a seguir 2h a 470°C.

Nas amostras sinterizadas a 900 e 950°C os difratogramas (Fig.1a e 1b) mostram a presença majoritária do  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  junto com pequena quantidade de  $\text{BaCuO}_2$  ou  $\text{Y}_2\text{O}_3$ . Na amostra sinterizada durante 2h a 1000°C (Fig.1c) observa-se o aumento relativo de intensidade da difração do  $\text{BaCuO}_2$  e a presença de três picos de difração pertencentes a fase  $\text{Y}_2\text{BaCuO}_5$  (3). Após a sinterização de 23h a 1000°C (Fig.1d) a intensidade das difrações do  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  diminuiu consideravelmente e aumentaram as intensidades das difrações do  $\text{Y}_2\text{BaCuO}_5$  e do  $\text{BaCuO}_2$ .

As Figs. 2, 3, 4, 5 e 6 ilustram o aspecto das superfícies de fratura. Pode observar-se que a sinterização de 2h a 900°C é claramente insuficiente, porque a maioria das partículas mantém a individualidade que possuíam no produto da calcinação. Após sinterização de 2h a 950°C o grau de sinterização é bem maior do que no caso anterior. Nas

superfícies de fratura das amostras sinterizadas a 900 e 950°C não foram detetadas outras fases. Na amostra sinterizada durante 15h a 950°C a fratura é predominantemente transcristalina. As amostras sinterizadas a 1000°C apresentam microestruturas heterogêneas, especialmente na amostra sinterizada durante 23h. Nela existem cristais de forma e tamanho muito diferentes e algumas pequenas regiões com aspecto vítreo.

A observação de superfícies polidas e atacadas da amostra sinterizada durante 23h a 1000°C e a microanálise pontual revelaram a presença de cristais grandes com geometria prismática retangular da fase  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  (Fig.7) e regiões com a composição  $\text{Y}_2\text{BaCuO}_5$  (Fig.8). Em algumas regiões junto aos contornos do  $\text{Y}_2\text{BaCuO}_5$  (Fig.9) observou-se pequenos cristais lamelares que não contem Y e que provavelmente são de  $\text{BaCuO}_2$  e  $\text{CuO}$ . A presença de cristais grandes de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  após 23h a 1000°C indica que a cinética a 1000°C + 100°C da transformação peritética  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x} \rightleftharpoons \text{Liq} + \text{Y}_2\text{BaCuO}_5$  é lenta. A presença de  $\text{BaCuO}_2$  e  $\text{CuO}$  nas amostras sinterizadas a 1000°C é consequência da solidificação do líquido do peritético em condições de não equilíbrio, o qual atinge a composição eutética(4) durante o resfriamento.

Finalmente é importante salientar que a amostra sinterizada durante 23h a 1000°C não repeliu o campo magnético em um simples teste de aproximação de um ímã a temperatura de 77°K enquanto que todas as outras o repeliram indicando um comportamento diamagnético.

#### REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- (1) Ana H. A. Bressiani e coll. Cerâmica (33)153 (1987).
- (2) Xião Dong Chan and Coll. Rev. Sci. Instruments (58) 1565 (1987).
- (3) M.F. Yang, S. Nakahare, T. Siegrist. Materials Letters (6)101 (1988).
- (4) Elena M. Ferran e J.C. Bressiani. A ser publicado.

Agradecimentos: - Ao CNPq pela concessão de uma bolsa de professor visitante a um dos autores.

- Ao Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da COPPE/UFRJ onde foram realizadas observações de microscopia.

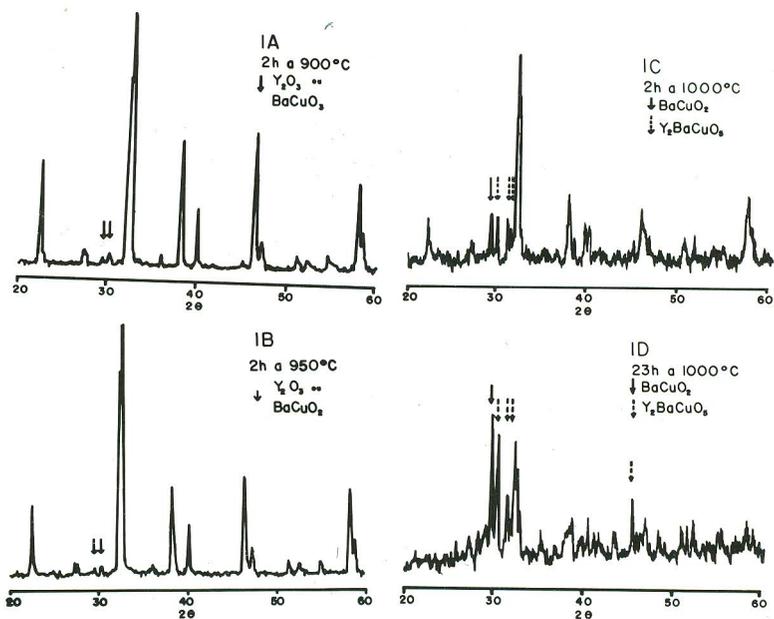


FIG.1 - Difratoograma das amostras sinterizadas.

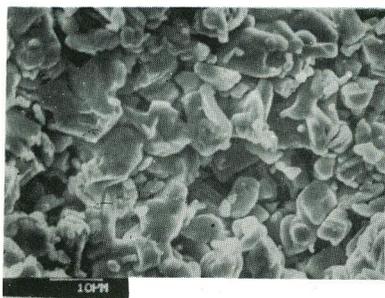


FIG.2 - Superfície da fratura. 2h a 900°C.

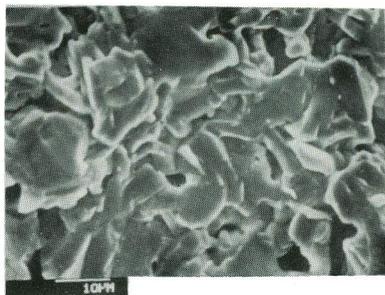


FIG.3 - Superfície de fratura. 2h a 950°C.

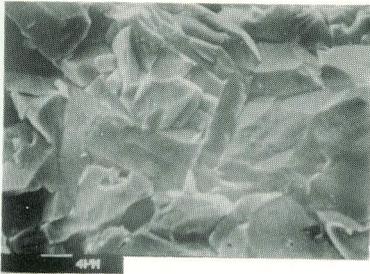


FIG.4 - Superfície de fratura. 15h a 950°C.

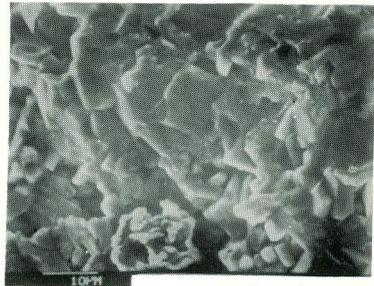


FIG.5 - Superfície de fratura. 2h a 1000°C.

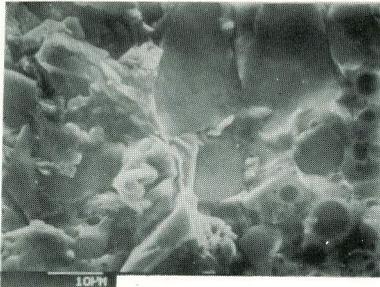


FIG.6 - Superfície de fratura. 23h a 1000°C.

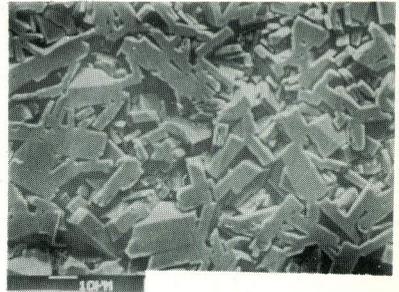


FIG.7 - Superfície polida e atacada. Cristais de  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ . 23h a 1000°C.

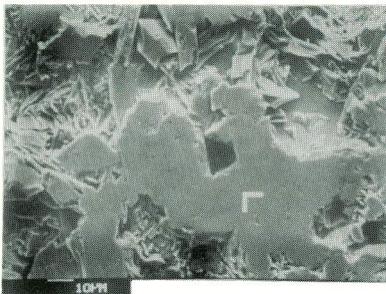


FIG.8 - Superfície polida e atacada. 23h a 1000°C. A seta indica  $Y_2BaCuO_5$ .

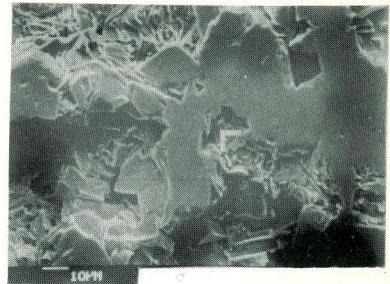


FIG.9 - Superfície polida e atacada. 23h a 1000°C. A seta indica regiões sem Y.