

ESTUDO DO DIAGRAMA DE FASES DO SISTEMA LiF - BaF₂ - YF₃

Gerson H. de G. Nakamura e Sonia L. Baldochi
Centro de Lasers e Aplicações - CLA

OBJETIVO

O objetivo deste projeto consiste no estudo do diagrama de fases do sistema LiF-BaF₂-YF₃, com o propósito de determinar novos compostos fluoretos com potencial para utilização como matrizes laser ativas.

METODOLOGIA

Para o estudo do sistema LiF-BaF₂-YF₃, fez-se uso de dois métodos de análise térmica: a termogravimetria (TG) e a análise térmica diferencial (DTA).

A termogravimetria dinâmica é um método de análise térmica que define a variação da massa de uma amostra como função do tempo e da temperatura, enquanto sujeita a uma taxa de aquecimento ou resfriamento.

A técnica de análise térmica diferencial consiste em medir a diferença de temperatura entre a amostra e um material de referência que seja termicamente inerte, enquanto ambos são sujeitos a uma taxa de aquecimento ou resfriamento [1]. A DTA é amplamente utilizada para o estudo de diagramas de fase.

Foram preparados quatro lotes de amostras para análise térmica:

1. Amostras com composição na proporção 20:80 de LiF e BaY₂F₈;
2. Amostras com composição na proporção 40:60 de LiF e BaY₂F₈;
3. Amostras com composição na proporção 60:40 de LiF e BaY₂F₈;
4. Amostras com composição na proporção 80:20 de LiF e BaY₂F₈.

As amostras foram obtidas moendo-se, por trinta minutos, os componentes em um almofariz. Como material de partida utilizou-se cristais de LiF previamente purificados por fusão zonal; BaF₂ e YF₃ obtidos por hidrofiorinação do BaCO₃ (99.99%) e Y₂O₃ (99.99%), respectivamente, e cristais de BaY₂F₈ crescidos no laboratório.

As medidas foram obtidas sob fluxo de Hélio de 100cc/cm, utilizando-se cadinhos de Platina/Ouro com taxa de aquecimento de 10°C/min.

RESULTADOS

As curvas de aquecimento TG/DTA obtidas são apresentadas a seguir (fig.1). Observamos para a composição 20:80 de LiF:BaY₂F₈ três picos endotérmicos estreitos em 660°C, 710°C e 745°C e um pico alargado próximo a 850°C. Para a composição 40:60 de LiF:BaY₂F₈ os três primeiros picos se repetem e o mais alargado diminui em intensidade e desloca-se levemente para 820°C. Para a composição 60:40 de LiF:BaY₂F₈ observamos apenas dois picos endotérmicos bem definidos centrados em 660°C e 745°C e finalmente para a última composição testada; 80:20 de LiF:BaY₂F₈ observa-se apenas um pico estreito bem definido em 660°C.

Em uma análise preliminar, as curvas obtidas ilustram uma fusão de uma composição eutética em 660°C e uma fusão peritética em 745°C. Em uma mistura de composição eutética, o material formado funde rapidamente com a variação de temperatura de

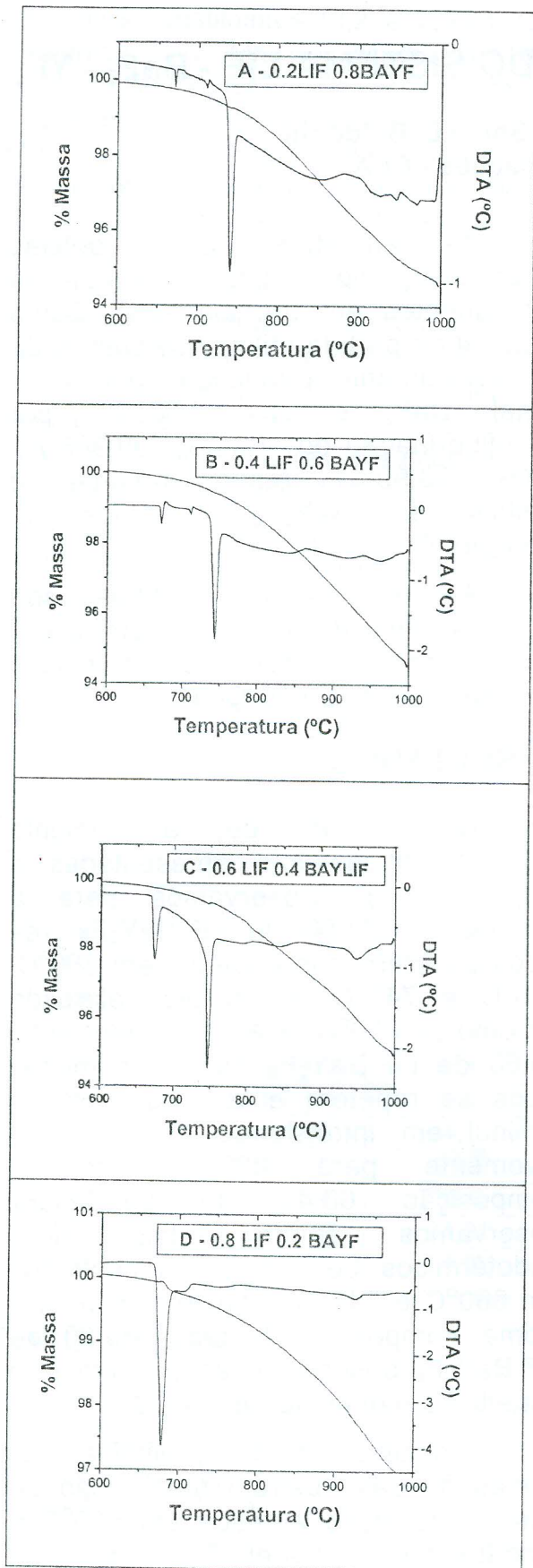


Figura 1.: Curvas de aquecimento de TG/DTA de diferentes amostras.

alguns graus e a curva obtida é sempre estreita pois os efeitos térmicos são intensos [2], originando, em geral, uma curva de grande amplitude, como a observada na fig.1D. Por outro lado, como dificilmente se obtém o equilíbrio na fusão do peritético durante uma medida, o pico relativo ao mesmo, em geral, se mostra assimétrico como o observado na fig. 1C.

O pico largo próximo a 850°C representa o calor que é gradualmente liberado à medida que o composto em questão funde. Uma análise mais detalhada nesta faixa de composição, é necessária para identificação deste composto.

A análise das curvas TG evidencia para todas as composições uma perda de massa a partir de 700°C. Este efeito pode causar variações de composição, as quais podem resultar em alterações no perfil das curvas DTA, por exemplo, a observada na fig. 1A para temperaturas acima de 800°C; dificultando a interpretação dos resultados.

CONCLUSÕES

Será dada continuidade ao estudo, tanto através do uso de outras técnicas de caracterização nas amostras já obtidas, quanto pela preparação de novas amostras com diferentes composições.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] A. M. do E. Santo, Síntese e Purificação de fluoretos para o Crescimento de Matrizes LASER Ativas: $BaLiF_3$ e $LiSrAlF_6$, Dissertação de Mestrado, 1997, IPEN/USP.
- [2] I. M. Ranieri, Crescimento de cristais de $LY_{1-x}TR_xF_4:Nd$ (TR=Lu,Gd) para aplicações ópticas, Tese Doutorado, 2001, IPEN/USP.

APOIO FINANCEIRO AO PROJETO

CNPq