



Everton Rangel Bispo

**Evolução da cristalinidade em fitas 1G (Bi - Pb)-2223
submetidas a processamento com decomposição
peritética**

TESE DE DOUTORADO

Tese apresentada ao Programa de Pós-graduação em Engenharia de Materiais e de Processos Químicos e Metalúrgicos da PUC-Rio como requisito parcial para obtenção do título de Doutor em Engenharia de Materiais.

Orientador: Prof. Fernando Cosme Rizzo Assunção

Coorientador: Pesquisador Alexander Polasek

Coorientador: Prof. Marcelo Azevedo Neves

Rio de Janeiro
Setembro de 2012



Everton Rangel Bispo

**Evolução da cristalinidade em fitas 1G (Bi - Pb)-2223
submetidas a processamento com decomposição
peritética**

Tese apresentada ao Programa de Pós-graduação em Engenharia de Materiais e de Processos Químicos e Metalúrgicos da PUC-Rio como requisito parcial para obtenção do título de Doutor em Engenharia de Materiais. Aprovada pela Comissão Examinadora abaixo assinada.

Profº. Fernando Cosme Rizzo Assunção

Orientador e Presidente

Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro – PUC-Rio

Profº. Marcelo Azevedo Neves

Coorientador

Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro-UFRRJ

Profº. Alexander Polasek

Coorientador

Centro de Pesquisas Elétricas - CEPEL

Profº. Hortêncio Alves Borges

Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro – PUC-Rio

Profº. Ronaldo Sérgio de Biasi

Instituto Militar de Engenharia- IME-Rio

Profº. Antonio Renato Bigansolli

Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro

Profº. José Eugênio Leal

Coordenador setorial de Pós-graduação do Centro técnico Científico da
PUC-Rio.

Rio de Janeiro, 14 de setembro de 2012.

Todos os direitos reservados. É proibida a reprodução total ou parcial do trabalho sem a autorização da Universidade, do autor e do Orientador.

Everton Rangel Bispo

Graduou-se em Física na Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro (UFRRJ), pelo departamento de física no ano de 2004. Tornou-se Mestre em Engenharia de Materiais e Processos Químicos pelo Departamento de Engenharia de Materiais (DEMa) no ano de 2008. Desenvolveu junto com a PUC-Rio e ao CEPEL (Centro de Pesquisas Elétricas) um estudo da evolução da cristalinidade em fitas 1G (Bi - Pb)-2223 submetidas a processamento com decomposição peritética, onde defendeu o título de Doutor no ano de 2012.

Ficha Catalográfica

Bispo, Everton Rangel

Evolução da cristalinidade em fitas 1G (Bi - Pb)-2223 submetidas a processamento com decomposição peritética / Everton Rangel Bispo ; orientador: Fernando Cosme Rizzo Assunção ; [coorientadores]: Alexander Polasek, Marcelo Azevedo Neves. – 2012.

210 f. : il. (color.) ; 30 cm

Tese (doutorado)–Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Departamento de Engenharia de Materiais, 2012.

Inclui bibliografia

1. Engenharia de materiais – Teses. 2. Supercondutor (Bi, Pb)-2223. 3. Adição de PbO. 4. Decomposição peritética. 5. Recristalização da fase (Bi, Pb)-2223. 7. Fase amorfa. 8. Cristalinidade. I. Assunção, Fernando Cosme Rizzo. II. Polasek, Alexander. III. Neves, Marcelo Azevedo. IV. Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro. Departamento de Engenharia de Materiais. V. Título.

CDD: 620.11

Agradecimentos

À Energia Cósmica que equilibra e domina o Caos, por me fazer pertencer a este sistema de infinitas possibilidades;

À minha Mãe por ser dedicada e acreditar mesmo quando todos ao nosso redor estão dizendo o contrário;

Ao Alessandro (eterno amigo e irmão), a Adriana (grande Amiga e irmã), Leandro (Grande Amigo).

Ao Dr. Polasek (DTE-CEPEL) pelo respeito e por acreditar na minha competência e não duvidar;

Ao Professor Dr. Fernando Rizzo (DCMM-PUC-Rio) por me dar a chance quando alguns me viraram as costas e acreditar sempre na minha capacidade;

Ao Professor Dr. Marcelo Neves (DEFIS/LMDS-UFRRJ) por me apontar o caminho e me apoiar durante a jornada;

Ao Professor Dr. Roberto Avillez por me ajudar nas análises que foram de grande importância para o meu Doutorado.

Aos meus grandes amigos de laboratório que tanto me ajudaram nesta etapa da minha vida: George e Rodrigo;

A todos os técnicos de laboratório do CEPEL que se dedicaram a me ajudar nas análises;

Ao CEPEL pela Bolsa de estudos que muito me ajudou nesses 4 anos de trabalho;

A todos aqueles que me vêem como amigo e me querem bem.

Resumo

Bispo, Everton Rangel; Assunção, Fernando Cosme Rizzo (Orientador); Polasek, Alexander; Neves, Marcelo Azevedo. **Evolução da cristalinidade em fitas 1G (Bi - Pb)-2223 submetidas a processamento com decomposição peritética.** Rio de Janeiro, 2012. 210p. Tese de Doutorado - Departamento de Engenharia de Materiais, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro.

Sintetizar Bi-2223 por decomposição peritética com posterior recristalização para estudar a cristalinidade e o efeito da fase líquida na formação de “amorfo” é de suma importância em pesquisas de fitas supercondutoras 1G (1ª geração) de Bi-2223. Tal rota de tratamento de fitas 1G de fase Bi-2223 já foi demonstrada, mas ainda há desafios devido à sua estreita região de estabilidade, lenta formação e a volatilização de chumbo durante a decomposição. No presente trabalho, amostras de (Bi, Pb)-2223 com 6% de fração de PbO (adicionados aos reagentes) foram aquecidas a temperaturas acima da decomposição peritética e resfriadas lentamente. Empregaram-se análises de DTA/TGA, MEV/EDS, DRX e Análise quantitativa (com uso do método de Rietveld, V(I) e R(T). Os resultados mostram que o balanço de fases e a microestrutura dependem da temperatura de decomposição para fita comercial e caseira e da fração de PbO somente para a fita caseira. Uma investigação sistemática por DRX foi realizada, a fim de elucidar tal processo. Foi observada uma recuperação parcial de Bi-2223 nas fitas estudadas e os resultados indicaram que a decomposição e a recristalização da fase Bi-2223, fase “amorfa” e fases secundárias geraram mudanças na microestrutura e nas propriedades elétricas da fita 1G seja monofilamentar ou multifilamentar.

Palavras-chave

Supercondutor (Bi, Pb)-2223; Adição de PbO; decomposição peritética; recristalização da fase (Bi,Pb)-2223; fase amorfa; cristalinidade.

Abstract

Bispo, Everton Rangel; Assunção, Fernando Cosme Rizzo (Advisor); Polasek, Alexander; Neves, Marcelo Azevedo. **Evolution of crystallinity in first generation (Bi-Pb)-2223 tapes during processing with peritectic decomposition**. Rio de Janeiro, 2012. 210p. Doctoral Thesis- Departamento de Engenharia de Materiais, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro.

Synthesize Bi-2223 by peritectic decomposition with subsequent recrystallization to study the crystallinity and the effect of the liquid phase in the formation of "amorphous" is very important in research of superconducting tapes 1G Bi-2223. Such a route of treatment tapes 1G phase Bi-2223 has been demonstrated, but there are still challenges due to its narrow region of stability, and slow formation of lead volatilization during decomposition. In this work, samples of (Bi, Pb) -2223 with 6% PbO fraction (added to the reactants) were heated to temperatures above the peritectic decomposition and cooled slowly. Analyzes were employed DTA / TGA, SEM / EDS and DRX Quantitative analysis (using the Rietveld method, V (I) and R (T). Results show that the balance of phases and microstructure depend on the decomposition temperature for commercial and homemade ribbon and the fraction of PbO only homemade tape. a systematic investigation by DRX was performed in order to elucidate this process. was observed a partial recovery of Bi-2223 and studied the tapes results indicate that the decomposition and recrystallization of the phase Bi-2223 phase "amorphous" and secondary phases generate changes in microstructure and electrical properties of the tape 1G be monofilament or multifilament.

Keywords

Superconducting (Bi, Pb) -2223; Adding PbO; peritectic decomposition; recrystallization phase (Bi, Pb) -2223; amorphous phase; crystallinity.

Sumário

INTRODUÇÃO	20
1. REVISÃO DA LITERATURA	23
1.1 ASPECTOS GERAIS SOBRE A SUPERCONDUTIVIDADE	23
1.2 PROPRIEDADES BÁSICAS DOS SUPERCONDUTORES	26
1.2.1 A SUPERCONDUTIVIDADE	26
1.2.2 EFEITO MEISSNER	27
1.2.3 A SUPERCONDUTIVIDADE PARA FINS TECNOLÓGICOS	29
1.3 SISTEMA BI-SR-CA-CU-O (BSCCO)	30
1.3.1. ESTRUTURAS CRISTALINAS E COMPOSIÇÃO QUÍMICA	30
1.3.2 ESTABILIDADE E FORMAÇÃO DAS FASES BSCCO	32
1.4 FITAS SUPERCONDUTORAS BASEADAS NA FASE BI-2223	36
1.4.1 FASES PRESENTES NA FORMAÇÃO DA BI-2223	36
1.4.2 PROCESSO DE PRODUÇÃO DAS FITAS DO SISTEMA BSCCO	38
1.5 PROCESSAMENTO DO BI-2223 POR FUSÃO PERITÉTICA	39
2 . MATERIAIS E MÉTODOS	48
2.1 PLANO DE TRABALHO	48
2.2 FITAS SUPERCONDUTORAS DE BI-2223	48
2.2.1 PRODUÇÃO DE FITAS DE BI-2223	48
2.2.2 PRÉ-TRATAMENTO PARA REMOÇÃO DA HUMIDADE DE CARBONO RESIDUAIS	50
2.2.3 TRATAMENTO TÉRMICO	54
2.3 ANÁLISE DE COMPOSIÇÃO QUÍMICA LOCAL (MEV/EDS)	58
2.4 DRX (DIFRAÇÃO DE RAIOS X)	59
2.4.1 METODO DE QUANTIFICAÇÃO DE FASES (METODO DE RIETVELD)	61

2.5 MEDIÇÃO DE RESISTÊNCIA ELÉTRICA POR TEMPERATURA (R(T))	63
2.5.1 FIO DE MANGANINA	65
2.5.2 MICRO OHMÍMETRO (MARCA HP, MODELO 34420A)	67
2.5.3 POLARIDADE DOS CONTATOS DE TENSÃO E CORRENTE	67
2.5.4 VERIFICANDO O SISTEMA	69
2.6 MEDIÇÃO DE TENSÃO POR CORRENTE (V(I))	70
2.6.1 DEFINIÇÕES	70
2.6.2 PROCEDIMENTOS	70
2.6.3 SUPORTE DE AMOSTRA	71
2.6.4 FONTE DE CORRENTE CONTÍNUA ESTABILIZADA	72
2.6.5 NANOVOLTÍMETRO	72
2.6.6 RECIPIENTE (DEWAR) PARA ARMAZENAGEM DE N₂ LÍQUIDO	72
2.6.7 MEDIÇÃO DA CARACTERÍSTICA V(I)	73
2.7 TRATAMENTO TÉRMICO	73
2.7.1 DTA/TGA	74
2.8 PESAGEM	75
2.9 SOLDA	77
3. ANÁLISE E DISCUSSÃO DOS RESULTADOS	79
INTRODUÇÃO AO CAPÍTULO 3	79
3.1 RESULTADOS DA ETAPA 00	81
3.1.1 RESULTADOS DA ANÁLISE TÉRMICA	81
3.1.1.A TRATAMENTO TÉRMICO (DTA/TGA) DA FITA COMERCIAL	82
3.1.1.B IDENTIFICAÇÃO DAS FASES PRESENTES NAS FITAS	84
3.1.1.C ESTUDO QUALITATIVO DE FASES DA FITA DA BRUKER (ETAPA 00)	85
3.1.1.D ANÁLISE QUANTITATIVA (BRUKER)	85

3.1.1.E RESULTADOS OBTIDOS POR MEV/EDS (BRUKER)	87
3.1.1.F RELAÇÃO ENTRE RESISTÊNCIA E TEMPERATURA R(T) (ETAPA 00)	94
3.1.1.G RELAÇÃO ENTRE TENSÃO E CORRENTE V(I) (BRUKER)	94
3.1.2.A TRATAMENTO TÉRMICO (DTA/TGA) DA FITA CASEIRA	96
3.1.2.B ESTUDO QUALITATIVO DE FASES NA FITA CASEIRA	98
3.1.2.C ESTUDO QUANTITATIVO DE FASES DA FITA CASEIRA	99
3.1.2.D RESULTADOS OBTIDOS POR MEV/EDS (CASEIRA)	100
3.1.2.E RELAÇÃO ENTRE RESISTÊNCIA E TEMPERATURA R(T)	104
3.1.2.F V(I) DA FITA CASEIRA (ETAPA 00)	105
3.2 RESULTADOS DA ETAPA 01	106
3.2.1.A ESTUDO QUALITATIVO DE FASES DA FITA BRUKER (ETAPA 01)	106
3.2.1.B ANÁLISE QUANTITATIVA (BRUKER)	107
3.2.1.C RESULTADOS OBTIDOS POR MEV/EDS (BRUKER)	108
3.2.1.D RELAÇÃO ENTRE RESISTÊNCIA E TEMPERATURA R(T) (ETAPA 01)	111
3.2.1.E V(I) DA FITA BRUKER	112
3.2.2.A ESTUDO QUALITATIVO DE FASES NA FITA CASEIRA	113
3.2.2.B ESTUDO QUANTITATIVO DE FASES DA FITA CASEIRA	115
3.2.2.C RESULTADOS OBTIDOS POR MEV/EDS (CASEIRA)	115
3.2.2.D RELAÇÃO ENTRE RESISTÊNCIA E TEMPERATURA R(T)	120
3.2.2.E V(I) DA FITA CASEIRA (ETAPA 02)	121
3.3 RESULTADOS DA ETAPA 02	122
3.3.1.A ESTUDO QUALITATIVO DE FASES DA FITA BRUKER (ETAPA 02)	122
3.3.1.B ANÁLISE QUANTITATIVA (BRUKER)	123
3.3.1.C RESULTADOS OBTIDOS POR MEV/EDS (BRUKER)	125
3.3.1.D RELAÇÃO ENTRE RESISTÊNCIA E TEMPERATURA R(T) (ETAPA 02)	129

3.3.1.E RELAÇÃO ENTRE TENSÃO E CORRENTE V(I) (BRUKER)	130
3.3.2.A ESTUDO QUALITATIVO DE FASES NA FITA CASEIRA	131
3.3.2.B ESTUDO QUALITATIVO DE FASES NA FITA CASEIRA	132
3.3.2.C RESULTADOS OBTIDOS POR MEV/EDS (CASEIRA)	134
3.3.2.D RELAÇÃO ENTRE RESISTÊNCIA E TEMPERATURA R(T)	138
3.3.2.E V(I) DA FITA CASEIRA (ETAPA 03)	139
3.4 RESULTADOS DA ETAPA 03	140
3.4.1.A ESTUDO QUALITATIVO DE FASES DA FITA BRUKER (ETAPA 03)	140
3.4.1.B ANÁLISE QUANTITATIVA (BRUKER)	142
3.4.1.C RESULTADOS OBTIDOS POR MEV/EDS (BRUKER)	143
3.4.1.D RELAÇÃO ENTRE RESISTÊNCIA E TEMPERATURA R(T) (ETAPA 03)	148
3.4.1.E RELAÇÃO ENTRE TENSÃO E CORRENTE V(I) (BRUKER)	148
3.4.2.A ESTUDO QUALITATIVO DE FASES NA FITA CASEIRA	149
3.4.2.B ESTUDO QUALITATIVO DE FASES NA FITA CASEIRA	150
3.4.2.C RESULTADOS OBTIDOS POR MEV/EDS (CASEIRA)	152
3.4.2.D RELAÇÃO ENTRE RESISTÊNCIA E TEMPERATURA R(T)	156
3.4.2.E V(I) DA FITA CASEIRA (ETAPA 03)	157
3.5 AVALIAÇÃO GLOBAL DOS RESULTADOS	158
3.5.1 RESULTADOS QUALITATIVOS DE DRX	158
3.5.1.A BRUKER	158
3.5.1.B CASEIRA	158
3.5.2 RESULTADOS QUANTITATIVOS	159
3.5.2.A BRUKER	159
3.5.2.A CASEIRA	161
3.5.3 MEV/EDS DAS FITAS 1G	164

3.5.3.A BRUKER	164
3.5.3.B CASEIRA	164
3.5.4 RELAÇÃO DE R(T) ENTRE AS ETAPAS DE TRATAMENTO	165
3.5.4.A BRUKER	165
3.5.4.B CASEIRA	165
3.5.5 RELAÇÃO DE V(I) ENTRE AS ETAPAS DE TRATAMENTO	165
3.5.5 A BRUKER	165
3.5.5 B CASEIRA	166
3.6 COMPARATIVO ENTRE AS FITAS 1G	167
CAPITULO 4	172
4. CONCLUSÕES	172
4.1 SUGESTÕES PARA ESTUDOS FUTUROS	174
REFERÊNCIAS	175
APÊNDICE	180

Lista de figuras

Figura 01. Representação esquemática da variação da resistência elétrica de uma amostra de Hg em função da temperatura, medida por H.K. Onnes em 1911, mostrando a transição ao estado supercondutor em $T_c \approx 4,2K$.	23
Figura 02. Relação do campo H com a temperatura T para um supercondutor do tipo I (DE SOUSA, 2011).	27
Figura 03. Relação do campo H com a temperatura T para um supercondutor do tipo II (DE SOUSA, 2011).	27
Figura 04. Estimativa da ISIS para aplicações da supercondutividade.(ISIS - International Superconductivity Industry Summit, 2002).	28
Figura 05: n=1, n=2 e n=3 representam respectivamente as fases 2201, 2212 e 2223 do sistema BSCCO.	30
Figura 06: Esquema de uma unidade celular de supercondutores BSCCO (MAJEWSKI, 2000).	30
Fig. 7 Região de concentração da fase 2223 em função da razão Sr:Ca e da temperatura, ao ar (Majewski, 1997)	33
Fig. 8. Região de concentração da fase 2223 em função do teor de Pb e da temperatura, ao ar (Majewski, 1997)	34
Fig. 9 – Imagem de MEV de amostra com composição 2223 (sem chumbo), fundida periteticamente e temperada. As regiões brancas e cinza-claro apresentam composição $Bi_2(Sr, Ca)_{1,5}CuO_x$ (2201 rica em cálcio), enquanto que as regiões mais escuras tem composição próxima a $Bi_2Sr_{1,5}Ca_{1,5}Cu_2O_x$ (Bi-2212). (Polasek, 2004)	41
Fig. 10 – Imagem de MEV de amostra temperada após fusão peritética e recozimento. “Crystallized melt”: 2201 rica em cálcio. (Polasek, 2009)	42
FIG. 11. TGA DE AMOSTRA DE BI-2223 ENCAPSULADA EM PRATA (MARINKOVIC, 2006).	43
Fig. 12 Imagem de MET de fita de 2223/prata, mostrando fase amorfa envolvida por grãos de Bi-2212. Esta fase amorfa foi atribuída ao líquido presente no processamento térmico da fita (Grindatto et al., 1998).	45
Figura 13. Esquema de formação da fita pelo método PIT.	48
Figura 14: (a) Fita caseira com 3 cm de comprimento com bolha- “efeito pastel”, (b) fita com resultado aceitável.	49
Figura 15: MEV (Microscópio Eletrônico de Varredura) ZEISS, modelo EVO 40. CEPEL	50
Figura 16: Difratorômetro PANALYTICAL, modelo X'PERT-PRO. CEPEL	53
Figura 17: Difratorograma do Refinamento de Rietveld do Quartzo através do FULLPROF	53
Figura 18: Sistema de Refrigeração Criogênica (incluindo micro-Ohmímetro).	56

Figura 19: válvula da bomba de vácuo (a); registro do Cold Head (b); pressão (p); válvula para liberar o vácuo (c); dedo frio (2-a)	57
Figura 20 : Detalhe da proteção do fio de manganina no dedo frio	59
Figura 21: Conexão dos terminais onde D é polaridade positiva de corrente; B, polaridade positiva de tensão; H, polaridade negativa de tensão e F, polaridade negativa de corrente.	61
Figura 22: Gráfico usado como Modelo para teste do equipamento.	62
Figura 23: Porta amostra com contatos de 4 pontos.	63
Figura 24: Recipiente de aço para resfriamento e armazenagem.	65
Figura 25: Forno tubular da marca LINDEBERG, modelo BLUEM. Temperatura máxima de trabalho é de 1400°C.	65
Figura 26: DTA/TGA (Análise térmica e gravimétrica)- Fabricante TA Instruments, modelo DTA100, instalado no CEPTEL.	66
Figura 27: Balança OHAUS da Panalytical usada para pesagem de pós.	68
Figura 28: Pó precursor da Alcatel de fase inicial 2212 + óxidos e carbonatos. Usada para produção da fase 2223 para produção da fita 1G “caseira”.	70
Figura 29: Equipamento de solda. (A) Filtro de ar, (B) Medidor e controlador de temperatura da solda do fabricante WD2 da Weller made in Germany(Estação de solda), (C) ponteira de solda em um suporte para solda, (D) rolo de fio de Pb/Sn (60/40%) usado para solda.	71
Figura 30: Representação esquemática fora de escala do pré-tratamento com fluxo contínuo de N ₂ a taxa de 1l/min. Com função de eliminação de gases residuais na fita “monofilamentar (caseira)”.	72
Figura 31: Tratamento térmico para a segunda etapa, tendo em vista que apenas foi usado fluxo de N ₂ até o patamar de 600°C/24h. A outra parte que se segue ao tratamento não foi usado nenhum gás inerte apenas ar atmosférico.	73
Figura 32: Representação esquemática fora de escala do tratamento térmico para recristalização com tempera ao forno a 850°C. Em destaque o tratamento realizado nas fitas monofilamentares (caseiras) para eliminar a formação de bolhas (estofamento aparente) nestas. A Figura abrange o procedimento com uso de N ₂ (g).	74
Figura 33: Representação esquemática fora de escala , onde está em destaque a última etapa do tratamento térmico. Recozimento á 850°C por 40h para aumento da fase cristalina 2223 tanto para a fita monofilamentar (caseira) quanto para a multifilamentar (comercial). A figura abrange o tratamento inicial (ver figura anterior) realizado apenas nas fitas monofilamentares (caseiras) para eliminar a formação de bolhas (estofamento aparente) nestas, com uso de N ₂ (g).	75
Figura 34: Rota de tratamento térmico das Fitas 1G (Bruker e Caseira). Apresenta no	

círculo indicado a etapa 00. Material como Recebido.	78
Figura 35: Rota de tratamento do DTA e TGA das fitas na etapa 00.	79
Figura 36 (a): DTA de todo processo. Apresenta as endotermas e exotermas da fita Bruker durante o tratamento térmico.	80
Figura 36 (b): DTA da região de interesse. Apresenta o processo de aquecimento da amostra Bruker durante o tratamento térmico.	80
Figura 37: TGA de todo processo. Apresenta os campos de perda e ganho de massa da fita Bruker durante o tratamento térmico.	81
Figura 38: Difratoograma com uma análise qualitativa da etapa 00 (como Recebida) da fita da Bruker.	82
Figura 39: Análise quantitativa do DRX da Fita Caseira na etapa 00, através do método de Rietveld. Programa usado: TOPAS	83
Figura 40: Foto transversal da fita da Bruker como recebida (Etapa 00)	84
Figura 41: Espectrograma de EDS da figura 40 .	85
Figura 42: Foto transversal da fita da Bruker como recebida (Etapa 00). Análise da região 1.	86
Figura 43: Espectrograma de EDS da figura 42.	86
Figura 44: Foto transversal da fita da Bruker como recebida (Etapa 00). Análise das regiões 1 e 2.	87
Figura 45: Espectrograma de EDS da figura 44	87
Figura 46: Foto transversal da fita da Bruker como recebida (Etapa 00). Análise da região 3.	88
Figura 47: Espectrograma de EDS da figura 46.	89
Figura 48: Foto transversal da fita da Bruker como recebida (Etapa 00). Análise da região 1.	90
Figura 49: Espectrograma de EDS da figura 48.	90
Figura 50: Gráfico R(T) da Bruker na etapa 00 (como recebida)	91
Figura 51: Gráfico de V(I) da Bruker referente a etapa 00, sem campo aplicado.	92
Figura 52 (a): DTA de todo processo. Apresenta as endotermas e exotermas da fita Caseira durante o tratamento térmico.	93
Figura 52 (b): DTA da região de interesse. Apresenta o processo de aquecimento da fita caseira durante o tratamento térmico.	94
Figura 53: TGA de todo processo. Apresenta a perda e ganho de massa da fita Caseira durante o tratamento térmico.	94
Figura 54: DR-X da etapa 00 da fita 1G caseira. Estudo Qualitativo das possíveis fases nesta etapa.	95

Figura 55: Análise quantitativa do DRX da Fita Caseira na etapa 00, através do método de Rietveld. Programa usado: TOPAS.	96
Figura 56: Foto de MEV com EDS da fita caseira na etapa 00.	97
Figura 57: EDS da região 1 da fita caseira na etapa 00.	98
Figura 58: Foto de MEV com EDS da fita caseira na etapa 00.	99
Figura 59: EDS da região 2 da fita caseira na etapa 00.	99
Figura 60: Foto de MEV com EDS da fita caseira na etapa 00.	100
Figura 61: EDS da região 4 da fita caseira na etapa 00.	110
Figura 62: Curva R(T) da fita Caseira durante a etapa 00.	101
Figura 63: V(I) da fita 1G caseira na etapa 00.	102
Figura 64: Rota de tratamento térmico das Fitas 1G (Bruker e Caseira). Apresenta no círculo indicado a etapa 01. Seguida de têmpera ao forno.	103
Figura 65: Difratoograma com uma análise qualitativa da etapa 01 da fita da Bruker.	104
Figura 66: Análise quantitativa do DRX da Fita Bruker na etapa 00, através do método de Rietveld. Programa usado: TOPAS	105
Figura 67: Foto transversal da fita da Bruker como recebida (Etapa 01). Análise da região 1 e 3.	106
Figura 68: Espectrograma de EDS da figura 67.	107
Figura 69: Gráfico R(T) da Fita Bruker na etapa 01.	108
Figura 70: V(I) da fita 1G da Bruker após tratamento na etapa 01.	109
Figura 71: Difratoograma com uma análise qualitativa da etapa 01 da fita da Caseira.	110
Figura 72: Análise quantitativa do DRX da Fita Caseira na etapa 01, através do método de Rietveld. Programa usado: TOPAS	111
Figura 73: Foto transversal da fita Caseira como recebida (Etapa 01). Análise da região 1.	113
Figura 74: Espectrograma de EDS da figura 73.	113
Figura 75: Espectrograma de EDS da figura 73.	114
Figura 76: Espectrograma de EDS da figura 73.	115
Figura 77: Foto transversal da fita Caseira como recebida (Etapa 01). Análise da região 2.	116
Figura 78: Espectrograma de EDS da figura 77.	116
Figura 79: R(T) da fita 1G caseira após tratamento térmico na etapa 01.	117
Figura 80: V(I) da amostra caseira após tratamento da etapa 01.	118

Figura 81: Rota de tratamento térmico das Fitas 1G (Bruker e Caseira). Apresenta no círculo indicado a etapa 02. Seguida de têmpera ao forno.	119
Figura 82: Difratoograma com uma análise qualitativa da etapa 02 da fita da Bruker.	120
Figura 83: Análise quantitativa do DRX da Fita Bruker na etapa 02, através do método de Rietveld. Programa usado: TOPAS	121
Figura 84: Foto transversal da fita da Bruker como recebida (Etapa 01). Análise da região 1 e 3.	123
Figura 85: Espectrograma de EDS da figura 84.	123
Figura 86: Foto transversal da fita da Bruker como recebida (Etapa 01). Análise da região 2.	124
Figura 87: Espectrograma de EDS da figura 86.	124
Figura 88: Foto transversal da fita da Bruker como recebida (Etapa 01). Análise da região 1.	125
Figura 89: Espectrograma de EDS da figura 88.	126
Figura 90: Gráfico R(T) da Bruker após tratamento térmico (Etapa 02)	127
Figura 91: V(I) da fita 1G da Bruker após tratamento até a etapa 02.	128
Figura 92: Difratoograma com uma análise qualitativa da etapa 02 da fita Caseira.	129
Figura 93: Análise quantitativa do DRX da Fita Caseira na etapa 00, através do método de Rietveld. Programa usado: TOPAS	130
Figura 94: MEV da fita Bruker indicando a área limítrofe da amostra na fita de prata.	131
Figura 95. EDS da região demarcada da fita Bruker após tratamento térmico (Etapa 02).	132
Figura 96: MEV da amostra caseira após tratamento térmico na etapa 2.	133
Figura 97. EDS da região demarcada da fita Bruker após tratamento térmico (Etapa 02).	133
Figura 98: MEV da amostra caseira após tratamento térmico na etapa 2.	134
Figura 99. EDS da região demarcada da fita Bruker após tratamento térmico (Etapa 02).	134
Figura 100: R(T) da fita 1G caseira após a etapa de tratamento térmico 02.	135
Figura 101: Gráfico V(I) da fita caseira após tratamento na etapa 02.	136
Figura 102: Rota de tratamento térmico das Fitas 1G (Bruker e Caseira). Apresenta no círculo indicado a etapa 03. Seguida de têmpera ao forno.	137
Figura 103: Difratoograma com uma análise qualitativa da etapa 00 (como Recebida) da fita da Bruker.	138
Figura 104: Análise quantitativa do DRX da Fita Bruker na etapa 03, através do método de Rietveld. Programa usado: TOPAS	139

Figura 105: Foto transversal da fita da Bruker (Etapa 03). Análise da região 1.	140
Figura 106: Espectrograma de EDS da região 1.	140
Figura 107: Foto transversal da fita da Bruker como recebida (Etapa 01). Análise das regiões 1 e 2.	142
Figura 108: Espectrograma de EDS da figura 107.	142
Figura 109: Foto transversal da fita da Bruker como recebida (Etapa 03). Análise da região 3.	143
Figura 110: Espectrograma de EDS das regiões 1 e 2.	144
Figura 111: R(T) da Bruker na após a etapa 03.	145
Figura 112: V(I) da etapa 03 da Bruker.	146
Figura 113: Difratoograma com uma análise qualitativa da etapa 03 da fita Caseira.	147
Figura 114: Análise quantitativa do DRX da Fita Bruker na etapa 03, através do método de Rietveld. Programa usado: TOPAS	148
Figura 115: Foto transversal da fita caseira como recebida (Etapa 03). Análise da região 1.	149
Figura 116: Espectrograma de EDS da figura 115 com ênfase na região 1.	150
Figura 117: Foto transversal da fita caseira como recebida (Etapa 03). Análise da região 1.	151
Figura 118: Espectrograma de EDS da figura 117 com ênfase na região 1.	151
Figura 119: Fita 1G da Bruker com ruptura ao longo da fita. Etapa 03	152
Figura 120: R(T) da caseira após tratamento na etapa 03.	153
Figura 122: V(I) da caseira após tratamento na etapa 03.	154
Figura 123: Gráfico indicando a evolução das fases cristalinas e “amorfa” na fita 1G da Bruker, durante as etapas de tratamento térmico.	157
Figura 124: Gráfico indicando a evolução das fases cristalinas na fita 1G da Bruker, durante as etapas de tratamento térmico.	158
Figura 125: Gráfico indicando das evoluções das fases cristalinas e amorfo na fita 1G da caseira, durante as etapas de tratamento térmico.	159
Figura 126: Relação das frações das fases cristalinas nas etapas com a exclusão da fase amorfa.	160
Figura 127: Gráfico da evolução da lc da fita multifilamentar da Bruker ao longo das etapas de tratamento térmico.	163

Lista de Tabelas

Tabela 01. Retirada do site: www.dpbs.joinville.udesc.br/pearson/cap12.pdf (22/12/2011).	24
Tabela 2: Nomenclatura adotada	81
Tabela 03: Valores das fases cristalinas e de fase amorfa.	83
Tabela 04: Resultados quantitativos do EDS das Figuras 40 e 41.	85
Tabela 05: Resultados quantitativos do EDS das Figuras 42 e 43.	86
Tabela 06: Resultados quantitativos do EDS das Figuras 44 e 45.	88
Tabela 07: Resultados quantitativos do EDS das Figuras 46 e 47.	89
Tabela 08: Resultados quantitativos do EDS das Figuras 48 e 49.	90
Tabela 09: Valores quantitativos das fases cristalinas e da fase amorfa.	97
Tabela 10: Porcentagens dos elementos gerados pelo EDS na Região 1 referentes às figuras 56 e 57 da fita caseira na etapa 00.	98
Tabela 11: Porcentagens dos elementos gerados pelo EDS na Região 1 referentes às figuras 58 e 59 da fita caseira na etapa 00.	99
Tabela 12: Porcentagens dos elementos gerados pelo EDS na Região 4 referentes às figuras 60 e 61 da fita caseira na etapa 00.	101
Tabela 13: Valores Quantificados com e sem padrão interno para a fita Caseira na etapa 01.	105
Tabela 14: Resultados quantitativos do EDS das Figuras 66 e 67.	107
Tabela 15: Valores Quantificados com e sem padrão interno para a fita Caseira na etapa 01.	112
Tabela 16: Resultados quantitativos do EDS das Figuras 73 e 74.	113
Tabela 17: Resultados quantitativos do EDS das Figuras 75 e 73	114
Tabela 18: Resultados quantitativos do EDS das Figuras 76 e 73.	115
Tabela 19: Resultados quantitativos do EDS das Figuras 77 e 78.	116
Tabela 20: Valores Quantificados com e sem padrão interno para a fita Bruker na etapa 02.	121
Tabela 21: Resultados quantitativos do EDS das Figuras 84 e 85.	123
Tabela 22: Resultados quantitativos do EDS das Figuras 86 e 87.	125
Tabela 23: Resultados quantitativos do EDS das Figuras 88 e 89.	126
Tabela 24: Valores Quantificados com e sem padrão interno para a fita Caseira na etapa 02.	130
Tabela 25: Concentrações dos elementos contidos na região em destaque no MEV da figura 94 e pelo indicado no difratograma 95.	132

Tabela 26: Concentrações dos elementos contidos na região em destaque no MEV da figura 96 e pelo indicado no difratograma 97.	133
Tabela 27: Concentrações dos elementos contidos na região em destaque no MEV da figura 98 e pelo indicado no difratograma 99.	135
Tabela 28: Valores Quantificados com e sem padrão interno para a fita da Bruker na etapa 03.	140
Tabela 29: Resultados quantitativos do EDS das Figuras 105 e 106.	141
Tabela 30: Resultados quantitativos do EDS das Figuras 107 e 108.	143
Tabela 31: Resultados quantitativos do EDS das Figuras 109 e 110.	144
Tabela 32: Valores Quantificados com e sem padrão interno para a fita Caseira na etapa 03.	148
Tabela 33: Resultados quantitativos do EDS das Figuras 115 e 116.	150
Tabela 34: Resultados quantitativos do EDS das Figuras 117 e 118.	151
Tabela 35: Relação das frações das fases cristalinas nas etapas com a inclusão da fase amorfa.	156
Tabela 36: Relação das frações das fases cristalinas nas etapas sem a inclusão da fase amorfa.	157
Tabela 37: Relação das frações das fases cristalinas nas etapas com a inclusão da fase amorfa.	159
Figura 38: Relação das frações das fases cristalinas nas etapas com a exclusão da fase amorfa.	160
Tabela 39: Destaca os valores relativos às etapas de tratamento térmico da Bruker.	163
Tabela 40: Comparativo de resultados entre fitas 1G- Considere *Outras: Ca_2PbO_4 , $(\text{Sr,Ca})_{14}\text{Cu}_{24}\text{O}_{10}$, CuO , CaCuO_2 , etc., e ***"Amorfo": Amorfo + baixa cristalinidade (defeitos, lamelas finas, nanofases).	166