

O foco deste trabalho é investigar a formação e a estabilidade da fase metassilicato de lítio (Li_2SiO_3), combinando alta pressão e tratamentos térmicos. Segundo a literatura pesquisada, quando o vidro dissilicato de lítio é submetido a 7,7 GPa e aquecimento simultâneo por 2 horas, núcleos da fase metassilicato de lítio são formados a 455°C ou 500°C, e o crescimento destes núcleos ocorre na temperatura de 610°C. A partir desses dados, no presente estudo, foi realizado um mapeamento de possíveis rotas de processamento, com variações dos parâmetros temperatura, pressão e tempo, com o objetivo de identificar as condições de formação da fase metassilicato de lítio.

Para realização dos experimentos referentes à desse estudo, foi necessário um aprendizado teórico-prático em processamento sob alta pressão e temperatura. A técnica de alta pressão utilizada neste trabalho envolve o uso de câmaras do tipo toroidal, uma prensa hidráulica de 400 toneladas-força, e um sistema de aquecimento elétrico que permite o uso de correntes de até ~1000 A. Essa corrente passa por um forno de grafite, que faz parte da célula de reação/processamento da amostra, que também é composta por uma cápsula de nitreto de boro hexagonal (hBN) e por discos de pirofilite. A célula de reação/processamento fica confinada no interior de uma gaxeta cerâmica que, além de confinar a amostra, serve como meio transmissor de pressão e dá sustentação mecânica ao sistema. Devido à geometria complexa do sistema, a calibração de pressão é feita usando um material padrão, que possui mudanças na resistividade em pressões bem definidas. No presente trabalho utilizou-se o bismuto (transições de fase em 2,5GPa e 7,7GPa). A calibração de temperatura utiliza um termopar como referencial, adaptado no centro da célula de reação/processamento, a fim de monitorar a variação de temperatura com o aumento da potência.

Os principais resultados encontrados, até agora, estão associados a dois experimentos:

- (1) Processamento a 7,7 GPa/500°C/2h (condições de formação do metassilicato de lítio) seguido de tratamento térmico a 610°C, por 0,5h, à pressão ambiente. Os resultados de análises por difração de raios X e microscopia ótica permitiram a identificação de três fases: dissilicato de lítio (JCPDS# 010-70-4856, $\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$), metassilicato de lítio (JCPDS# 000-29-0829, Li_2SiO_3), e indícios da formação da fase coesita (JCPDS# 010-75-1381, SiO_2).
- (2) Processamento a 7,7GPa/900°C/1h. A análise por difração de raios X confirma a presença das fases metassilicato (JCPDS# 000-29-0829, Li_2SiO_3) e coesita (JCPDS# 010-75-1381, SiO_2).

Os resultados obtidos nestes experimentos, que envolvem a formação simultânea da fase metassilicato e coesita, confirmam que a formação da fase metassilicato de lítio, a partir do processamento sob alta pressão e temperatura do dissilicato de lítio, está associada a um processo de decomposição química, o que estequiometricamente está adequado. Novos experimentos estão sendo realizados para melhorar a compreensão dos mecanismos de formação e das faixas de estabilidade destas fases.