

PROJETO E CONSTRUÇÃO DE UM FORNO DE -  
FUSÃO ZONAL FLUTUANTE PARA PURIFICAÇÃO  
E PUXAMENTO DE BARRAS FINAS DE SILÍCIO

*2. base*

002/86

*Este exemplar corresponde  
à redação final da tese defendida por  
Carlos Rezende de Menezes e aprovada  
pela comissão julgadora em*



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS  
FACULDADE DE ENGENHARIA DE CAMPINAS  
SETOR DE MATERIAIS E PROCESSOS

PROJETO E CONSTRUÇÃO DE UM FORNO DE --  
FUSÃO ZONAL FLUTUANTE PARA PURIFICAÇÃO  
E PUXAMENTO DE BARRAS FINAS DE SILÍCIO

*Carlos Rezende de Menezes*

Tese apresentada à Faculdade de  
Engenharia de Campinas - UNICAMP  
como parte dos requisitos neces-  
sários para obtenção do título -  
de MESTRE EM ENGENHARIA MECÂNICA

- CAMPINAS -

1984

UNICAMP  
BIBLIOTECA CENTRAL

## A G R A D E C I M E N T O S

Ao Prof. Dr. Antonio Celso Fonseca de Arruda, pelo acompanhamento e orientação.

Aos participantes do projeto TELEBRÁS-M.G.E, pelas críticas e sugestões indispensáveis à realização do trabalho.

Ao Engº Fábio Luiz Facchini pela ajuda no desenvolvimento dos circuitos eletrônicos.

Às colegas Neide e Zulêa pela paciência e dedicação na datilografia. Aos colegas Vandil, Caleffi, Minatogawa e Ivanildo pelo apoio.

Aos manos Beto e Milton pelas fotografias. Ao Alexandre pela ajuda nos desenhos.

Ao Projeto TELEBRÁS-M.G.E. pelo suporte financeiro, material e pessoal.

A todos que direta ou indiretamente auxiliaram na realização deste trabalho.

Dedico este trabalho à  
minha esposa Dola e ao nosso  
mais belo projeto, nossa -  
filha Aline.

PROJETO E CONSTRUÇÃO DE UM FORNO DE -  
FUSÃO ZONAL FLUTUANTE PARA PURIFICAÇÃO  
E PUXAMENTO DE BARRAS FINAS DE SILÍCIO

R E S U M O

O trabalho descreve o projeto e construção de um forno de fusão zonal flutuante para purificação e puxamento de barras finas de silício.

Nos três primeiros capítulos foram coletadas informações bibliográficas que forneceram o suporte teórico necessário ao desenvolvimento.

Para o estudo, o equipamento foi subdividido em: Sistema Mecânico, de controle e de aquecimento.

Nos capítulos IV e V, discutem-se, respectivamente, as escolhas de materiais e componentes utilizados e os resultados obtidos.

No capítulo VI, mostra-se a viabilidade da utilização de motores, materiais e elementos de máquinas nacionais. - Conclui-se também que a utilização de câmara de atmosfera controlada, com circuito simples de resfriamento, é adequada ao processo de purificação. As perdas de potência no sistema de aquecimento por R.F. podem ser minimizadas com o uso de barras de cobre isoladas, ao invés de cabos. O sistema modular dos cabeçotes de puxamento permite precisão dos movimentos da barra e fácil manutenção.

Finalmente, destaca-se a necessidade da utilização de um microprocessador para controle de cilindricidade, deslocamentos da barra e temperatura de resfriamento.

PROJECT AND CONSTRUCTION OF A FLOATING  
ZONE MELTING FURNACE TO PURIFICATION -  
AND PULLING OF SILICON SLIM RODS

S U M M A R Y

The work describes the project and construction of a floating zone melting furnace to purification and pulling of - Silicon slim rods.

In the first three chapters bibliographical informations were collected wich made possible the theoretical support, necessary to the development.

To be studied, the equipment was subdivided in: mechanical system, of control and of heating.

In the 4<sup>th</sup> and 5<sup>th</sup> chapters, its discussed, respectively, the choices of materials and components wich are utilized and the obtained results.

In the 6<sup>th</sup> chapter, it's showed the viability of the utilization of motors, materials and elements of national machine.

The conclusion is that the utilization of controlled atmosphere chamber, with simple circuit of chilling, is adequate to the purification process.

The power losses in the heating system by R.F. can be minimized with the using of isolated copper rods, instead of cables.

The modular system of the pulling headblocks permits precision of the rod motions and easy maintenance.

Finally, the conclusion is, of great importance the utilization of a microprocessor to the control of cylindricity rod displacement and chilling temperatures.

## Í N D I C E

| <u>CAPÍTULO I - A TECNOLOGIA DO SILÍCIO</u>                                                      | Página |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------|--------|
| I.1 - Introdução .....                                                                           | 01     |
| I.2 - Aspectos históricos .....                                                                  | 02     |
| I.3 - Obtenção do Silício de Grau Metalúrgico .....                                              | 06     |
| I.4 - Processo de Lixiviação .....                                                               | 08     |
| I.5 - Produção e Purificação de Triclorosilano .....                                             | 10     |
| I.6 - Produção do Triclorosilano .....                                                           | 12     |
| I.7 - Purificação do Triclorosilano .....                                                        | 12     |
| I.8 - Deposição do Silício a partir do Triclorosilano e -<br>Hidrogênio .....                    | 14     |
| I.9 - Fusão em Cadinho .....                                                                     | 23     |
| I.10- Fusão Zonal Flutuante .....                                                                | 25     |
| I.11- O Puxamento Diferencial .....                                                              | 27     |
| I.12- Objetivos do Presente Trabalho .....                                                       | 31     |
| <br><u>CAPÍTULO II - TEORIA DA FUSÃO ZONAL</u>                                                   |        |
| II.1 - Introdução .....                                                                          | 32     |
| II.2 - Coeficientes de Distribuição                                                              |        |
| II.2.1 - Coeficiente de Distribuição no Equilíbrio ( $K_0$ ) ..                                  | 32     |
| II.2.2 - Coeficiente de Distribuição na Interface ( $K'$ ) ..                                    | 34     |
| II.2.3 - Coeficiente de Distribuição Efetivo ( $K$ ) .....                                       | 34     |
| II.3 - Solidificação Normal                                                                      |        |
| II.3.1 - Introdução .....                                                                        | 36     |
| II.4.- Equacionamento .....                                                                      | 36     |
| II.5 - A Distribuição de Solute na Fusão Zonal .....                                             | 39     |
| II.5.1 - Distribuição de Solute após a 1ª. Passada .....                                         | 41     |
| II.5.2 - Distribuição para Múltiplas Passadas .....                                              | 43     |
| <br><u>CAPÍTULO III - PRINCIPAIS CARACTERÍSTICAS DOS PROCESSOS -<br/>DE OBTENÇÃO DE CRISTAIS</u> |        |
| III.1 - Introdução .....                                                                         | 48     |
| III.2 - Classificação .....                                                                      | 48     |
| III.3 - Atmosfera de Trabalho .....                                                              | 48     |
| III.4 - Movimentos da Barra .....                                                                | 53     |
| III.5 - Movimento de Rotação .....                                                               | 53     |
| III.6 - Movimento de Translação .....                                                            | 54     |
| III.7 - Fusão Zonal - Considerações gerais .....                                                 | 55     |
| III.8 - Gradientes Térmicos .....                                                                | 57     |
| III.9 - Comprimento da Zona de Fusão .....                                                       | 57     |
| III.10- Fontes de Aquecimento .....                                                              | 59     |

|                                                                               | Página |
|-------------------------------------------------------------------------------|--------|
| III.11 - Aquecimento por Bombardeamento Eletrônico .....                      | 60     |
| III.12 - Características básicas do sistema e das fontes de emissão .....     | 62     |
| III.13 - Comportamento Térmico e Potência necessária à Fusão                  | 62     |
| III.14 - Aquecimento por Indução .....                                        | 66     |
| III.15 - Frequência da Fonte e Avaliação de Potência necessária à Fusão ..... | 67     |
| III.16 - Elementos básicos do Aquecimento Indutivo .....                      | 70     |
| III.17 - Puxamento Diferencial - A Técnica do Pedestal.....                   | 81     |
| III.18 - Fatores de Influências no Puxamento Diferencial ..                   | 81     |
| III.19 - Efeitos da Temperatura .....                                         | 84     |
| III.20 - Velocidade de Puxamento .....                                        | 84     |
| III.21 - Distribuição de impurezas no Silício .....                           | 85     |
| III.22 - Equacionamento das impurezas pelo coeficiente de Segregação .....    | 87     |
| III.23 - Posicionamento da semente .....                                      | 90     |
| III.24 - Ângulo do Menisco .....                                              | 94     |

#### CAPÍTULO IV - DESENVOLVIMENTO DO PROJETO

|                                                             |     |
|-------------------------------------------------------------|-----|
| IV.1 - Introdução .....                                     | 96  |
| IV.2 - Considerações Iniciais .....                         | 96  |
| IV.3 - Sistema Mecânico .....                               |     |
| IV.3.1 - Cabeçote de Puxamento .....                        | 97  |
| IV.3.2 - Translação dos Eixos, Moto-redutores .....         | 99  |
| IV.3.3 - Fusos de movimento .....                           | 101 |
| IV.3.4 - Mancais .....                                      | 103 |
| IV.3.5 - Rotação da Barra; Moto-redutores .....             | 106 |
| IV.3.6 - Eixos de Rotação e Translação da Barra .....       | 106 |
| IV.3.7 - Eixos guia .....                                   | 107 |
| IV.3.8 - Dispositivo de Posicionamento Rápido .....         | 107 |
| IV.3.9 - Plataforma .....                                   | 111 |
| IV.3.10- Conjunto do Cabeçote de Puxamento .....            | 111 |
| IV.3.11- Câmara de Atmosfera Controlada .....               | 111 |
| IV.3.12- Tampa Frontal .....                                | 115 |
| IV.3.13- Posicionamento da Bobina Indução.....              | 115 |
| IV.3.14- Bobina de Indução .....                            | 117 |
| IV.4 - Sistemas de Controle                                 |     |
| IV.4.1 - Controle de Temperatura .....                      | 117 |
| IV.4.2 - Controle das Velocidades de Rotação dos Motores .. | 120 |
| IV.4.3 - Controle Automático por meio de um microcomputador | 120 |
| IV.5 - Sistema de Aquecimento                               |     |
| IV.5.1 - Fonte de R.F. e Variados de Potência .....         | 124 |
| IV.5.2 - Resfriamento da Bobina .....                       | 128 |



|                                                              |     |
|--------------------------------------------------------------|-----|
| V.1 - Introdução .....                                       | 131 |
| V.2 - Cabeçote de Puxamento .....                            | 131 |
| V.3 - Redutores .....                                        | 132 |
| V.4 - Sistema de Posicionamento Rápido .....                 | 132 |
| V.5 - Posicionador da Bobina de Indução .....                | 133 |
| V.6 - Câmara de Atmosfera Controlada .....                   | 133 |
| V.7 - Controlador de Temperatura da Água de Resfriamento ... | 134 |
| V.8 - Sistema de Controle de Movimentos .....                | 135 |
| V.9 - Montagem do Conjunto .....                             | 135 |
| V.10- Fonte de R.F. ....                                     | 135 |

### Fotografias

|                                                                                                                      |     |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| F01 - Reprodução Fotográfica do desenho D09/01 Vista Frontal                                                         | 136 |
| F02 - Cabeçote de Puxamento .....                                                                                    | 136 |
| F03 - Reprodução Fotográfica do desenho D09/01 Vista lateral                                                         | 136 |
| F04 - Cabeçotes de puxamento .....                                                                                   | 137 |
| F05 - F06 - Detalhes .....                                                                                           | 138 |
| F07 - Reprodução Fotográfica do desenho D09/01 Vista Frontal                                                         | 139 |
| F08 - Bocais de circulação de água de resfriamento .....                                                             | 139 |
| F09 - Reprodução Fotográfica do desenho D09/01 Vista lateral                                                         | 139 |
| F10 - Detalhe em corte total dos eixos de rotação e Transla-<br>ção - Reprodução Fotográfica do desenho D09/01 ..... | 140 |
| F11 - Aspecto dos eixos de rotação, translação e anéis de fi-<br>xação do vedador .....                              | 140 |
| F12 - Detalhe do corte do eixo externo - Repr.Fot.des.D09/01                                                         | 140 |
| F13 - Redutor Posicionamento das engrenagens.....                                                                    | 141 |
| F14 - Redutor Posicionamento dos sem-fim .....                                                                       | 141 |
| F15 - Dispositivo de posicionamento rápido - peças .....                                                             | 142 |
| F16 - Dispositivo de posicionamento rápido - conjunto .....                                                          | 142 |
| F17 - Reprodução fotográfica do desenho DV V/03 .....                                                                | 143 |
| F18 - Disposição interna de montagem .....                                                                           | 143 |
| F19 - Peças utilizadas na montagem .....                                                                             | 144 |
| F20 - Conjunto montado (Posicionador da Bobina de Indução) .                                                         | 144 |
| F21 - F22 - Reprodução fotográfica do desenho D10 - .....                                                            | 145 |
| F23 - Câmara de atmosfera controlada (primeiro projeto) ....                                                         | 146 |
| F24 - Câmara - Vista Frontal .....                                                                                   | 147 |
| F25 - Câmara - Vista lateral .....                                                                                   | 147 |
| F26 - Bocal de acesso ao interior da câmara .....                                                                    | 148 |
| F27 - Tampa .....                                                                                                    | 148 |
| F28 - Posição da extremidade do cabeçote .....                                                                       | 148 |
| F29 - Circuito do controlador de temperatura .....                                                                   | 149 |
| F30 - Teclado e Visor .....                                                                                          | 150 |
| F31 - Interface de saída e fonte de alimentação .....                                                                | 150 |

|                                                                                                                                 |     |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| F32 - Disposição dos componentes no circuito .....                                                                              | 151 |
| F33 - Vista geral do Microprocessador .....                                                                                     | 152 |
| F34 - F35 - F36 - Disposição de montagem de um cabeçote de pu<br>xamento em relação a Câmara de atmosfera -<br>controlada ..... | 152 |
| F37 - Fonte de R.F. ....                                                                                                        | 153 |
| F38 - Bobina de indução .....                                                                                                   | 153 |
| <br><u>CAPÍTULO VI - CONCLUSÕES</u>                                                                                             |     |
| VI.1 - Descrição .....                                                                                                          | 154 |
| VI.2 - Previsão orçamentária para complementação do Projeto .                                                                   | 155 |
| VI.3 - Linhas de Pesquisas decorrentes deste trabalho .....                                                                     | 156 |
| <br>REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....                                                                                            | 157 |
| <br>ANEXO I .....                                                                                                               | 162 |

## CAPÍTULO I - A TECNOLOGIA DO SILÍCIO

### I.1 - INTRODUÇÃO

Com o advento do transistor, inventado em 1.948 por Bardeen, Brattain e Shockley (1), utilizando o germânio como elemento base, desencadeou-se um processo que tem atingido níveis de desenvolvimento jamais alcançados pelo homem, levando-nos a definir esta fase como a era dos semicondutores.

Os componentes semicondutores têm suas qualidades - destacadas, principalmente, por quatro pontos:

- baixo consumo de energia;
- pequenas dimensões;
- altíssima velocidade de resposta;
- confiabilidade.

As técnicas para sua obtenção, variam dependendo do material a ser trabalhado e de sua aplicação.

Os elementos eletrônicos, geralmente, têm como origem lingotes monocristalinos obtidos, na maioria das vezes, pelo método Czochralski ou por Fusão Zonal Flutuante.

A purificação de materiais por Fusão Zonal Flutuante, há muito tempo vem influenciando profundamente o desenvolvimento de sistemas que se utilizam de componentes advindos do estado sólido.

A técnica da Fusão Zonal que consiste em produzir uma pequena zona líquida no material a purificar, movimentá-la lentamente e assim permitir a redistribuição de soluto, tem lugar de destaque entre os processos de geração de monocristais, devido a possibilidade de se obter uma gama enorme de materiais de altíssima pureza. É, portanto, um método que propicia o controle da distribuição de impurezas em um material cristalino.

Dos materiais semicondutores obtidos por este processo, um dos mais importantes é o Silício, devido às suas propriedades intrínsecas.

O seu campo de aplicação é bastante amplo, variando desde diodos, tiristores, circuitos integrados às células solares (2) (3).

Em algumas etapas de obtenção de monocristais de Silício, uma barra de reduzido diâmetro, denominada barra - fina, é utilizada, ora para orientar cristalograficamente o crescimento, ora como substrato em reatores de deposição química.

Sobre o custo de sua obtenção, destacam-se os fatores ligados, principalmente, ao nível de tecnologia necessário para o desenvolvimento do processo, visto que, basicamente, a matéria prima (Silício metalúrgico) tem custo desprezível frente aos demais.

Em vista do exposto, nosso objetivo é desenvolver o projeto dos elementos de um forno de Fusão Zonal Flutuante para processamento de barras finas de Silício.

## 1.2 - Aspectos Históricos

Historicamente, sabe-se que a Sílica, o composto mais comum do Silício, até meados do século XVIII era considerado como elemento químico.

Nesta época, LAVOISIER admitiu a hipótese de que a Sílica fosse um composto e posteriormente GAY LUSSAC e THENARD reduziram Flureto de Silício com Potássio, no entanto, não caracterizaram corretamente o elemento.

Em 1817, BERZELIUS evidenciou a existência do Silício e, em 1823 isolou-o.

Sabe-se, entretanto, que mesmo sendo o segundo elemento mais abundante na natureza (25,7% em peso da crosta terrestre, superando-o apenas o Oxigênio), é também um dos mais reativos (4) - (FIG. 1.1). Combina-se facilmente com o oxigênio e com metais como o Alumínio, Manganês, Ferro, etc., não sendo encontrado puro na natureza.

Segundo LINUS PAULING, (5) "Ainda que se conheçam alguns compostos em que os átomos de Silício estão unidos - por ligações covalentes, a característica principal dos seus compostos é a formação de estruturas complexas onde os átomos não estão ligados diretamente entre si, e sim por oxigênio". Isto mostra a necessidade de trabalhá-lo em atmosferas inertes ou vácuo para obtê-lo com níveis de impurezas controlados.

As aplicações ligadas ao campo da eletrônica no entanto, podem ser datadas de 1906 quando PICKARD e AUSTIN descreveram a construção de detetores em que utilizavam cristais de Si.

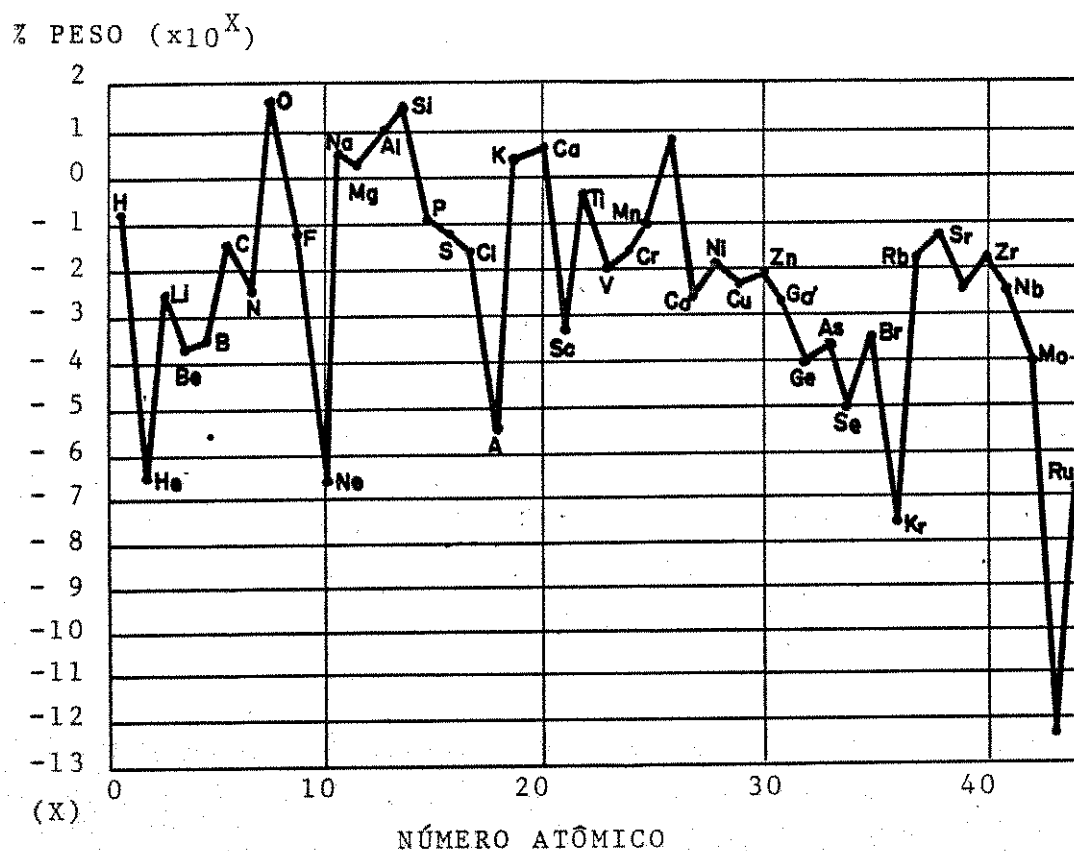
Na década de 30, foram construídos os primeiros detetores de Si para microondas.

Em 1933, SCHOTTKY publica a teoria dos retificadores secos, iniciando o estudo teórico dos semicondutores.

Em 1950 foi anunciada a obtenção do primeiro transistor de Si, mas somente em 1954 foi desenvolvido em escala industrial.

TEAL e BUETLER, em 1952, cresceram monocristais de Si pelo método CZOCHRALSKI. Ainda na década de 50, foi desenvolvido o método de FUSÃO ZONAL VERTICAL, o que permitiu obter Si de alta resistividade.

A partir de 1957, os Laboratórios BELL, pesquisando a técnica de crescimento a partir da fase vapor, favoreceram o desenvolvimento da tecnologia planar, tornando o Si ex



DISTRIBUIÇÃO PARCIAL DOS ELEMENTOS QUÍMICOS NA CROSTA  
TERRESTRE

FIGURA 1.1 (4)

tremamente importante no contexto atual. Isto se deve principalmente às características de oxidação deste elemento que são entre outras coisas, básicas para o desenvolvimento da tecnologia MOS (Metal Oxide Semicondutor).

A camada estável de óxido formada, assim como a facilidade de sua remoção por simples processo químico permitem a aplicação de métodos de mascaração e proteção de superfícies, quando da fabricação de circuitos integrados.

Para ressaltar ainda mais a importância do Si, faremos algumas comparações como exemplos.

Os componentes eletrônicos que utilizam o Si na sua confecção podem ser operados em temperaturas ambiente - da ordem de até  $130^{\circ}\text{C}$ , enquanto que a temperatura máxima que os de Germânio admitem não ultrapassa os  $70^{\circ}\text{C}$  (6). Isto ocorre devido à distância intercalar de energia entre as bandas de valência e condução que no Si é de 1,1 eV, enquanto que no Ge é de 0,67eV.

Em consequência temos, com o aumento da temperatura de trabalho, o crescimento mais acentuado da condutividade intrínseca no Ge do que no Si, além do que as diferenças entre as camadas p e n desaparecem mais rapidamente com a temperatura.

As aplicações em Tiristores e ainda em LEDs (Light Emitting Diodes) estão relacionadas com as características - particulares do Si referentes aos portadores de carga que têm uma vida maior, devido a não coexistência no mesmo ponto do espaço dos respectivos valores máximos e mínimos das bandas de valência e condução.

Vê-se que são inúmeras as vantagens que o Si apresenta.

O seu processamento segue diferentes caminhos, dependendo da finalidade a que se destina.

O Si utilizado no processo inicial de obtenção de um Material de Grau Eletrônico (MGE) é o Si de Grau Metalúrgico, com uma pureza superior a 93%.

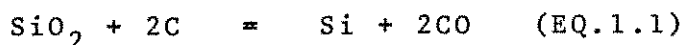
Para aplicações siderúrgicas, este nível de pureza é plenamente satisfatório, no entanto, para aplicações ligadas à confecção de componentes eletrônicos, o índice não deve ser inferior a 99,995%.

Para atingir estes níveis, diversos processos são atualmente utilizados. Descreveremos a seguir os mais importantes.

### I.3 - Obtenção do Silício de Grau Metalúrgico (7)

O Silício de Grau Metalúrgico (GM), caracteriza-se por uma pureza de 93 a 99,5%. É produzido por redução direta de seu minério (quartzo -  $\text{SiO}_2$ ) com um agente redutor carbonáceo, num forno de arco elétrico.

A reação característica é:



Não existem especificações internacionais atualizadas no que se refere à qualidade do metal e das matérias primas empregadas. Nos Estados Unidos há uma classificação que considera três tipos de material (em relação a pureza): 96,0% a 99,0%, 99,0% a 99,7% e superior.

A ABNT criou quatro classes de "Silício para fins metalúrgicos" a partir da especificação ABNT EB-964/79 (TAB. 1.1).

Costuma-se estabelecer, internacionalmente, em 98,5% o teor mínimo de Silício aceitável.

Para produção de um metal de boa qualidade, o quartzo (ou quartzito) deve conter  $\text{SiO}_2$  em quantidade superior a 99,5%. Os redutores, no processo de forno elétrico de arco submerso, além do baixo teor de impurezas, devem permitir uma baixa condutividade elétrica na carga. São empregadas misturas de coque de petróleo, hulha de baixa cinza, carvão vegetal e cavacos de madeira. Escolhe-se o mais conveniente em relação às características elétricas, químicas e econômicas.



| ELEMENTOS (%)     | Si/1 | Si/2 | Si/3  | Si/4 |
|-------------------|------|------|-------|------|
| Fe max            | 1,0  | 0,5  | 0,5   | 0,3  |
| Ca max            | 0,3  | 0,4  | 0,25  | 0,2  |
| Al max            | 0,15 | 0,5  | 0,2   | 0,40 |
| Pb max            | -    | -    | -     | -    |
| Bi max            | -    | -    | -     | -    |
| Cr max            | -    | -    | -     | -    |
| C max             | 0,10 | 0,1  | 0,1   | 0,1  |
| Outros total max. | 0,7  | 0,7  | 0,7   | 0,5  |
| Si min.           | 97,8 | 98,0 | 98,25 | 98,5 |

TAB. 1.1- Classes de Silício para fins metalúrgicos  
segundo a ABNT.(7)

Para uma redução adequada, as exigências seguintes devem ser obedecidas:

$\text{SiO}_2$  > 99,5%

$\text{Fe}_2\text{O}_3$  < 0,10%

$\text{Al}_2\text{O}_3$  < 0,15%

$\text{CaO}$  < 0,07%

#### I.4 - Processo de Lixiviação

Para purificação do SiGM utiliza-se o processo de lixiviação que consiste na lavagem do Si (previamente moído a 10 - 100 mesh) com ácido ou mistura de ácidos que reagirão com as impurezas e inclusões, mas não com o Si.

As etapas de lavagem são:

- Água Régia (mistura de  $\text{HCl}$  -  $\text{NH}_3$  : 3/1)
- Ácido Fluorídrico e Ácido Sulfúrico ( $\text{HF}$  -  $\text{H}_2\text{SO}_4$ )
- Ácido Clorídrico ( $\text{HCl}$ )

O Silício obtido no forno de redução tem teor entre 93% e 99%, dependendo das matérias primas utilizadas no processo. Após a lixiviação, obtém-se um material de 99,94% de pureza.

O processo não afeta os elementos dopantes como o Boro e o Fósforo. A TAB.1.2 mostra uma análise da lixiviação para Si 20 mesh com  $\text{HF}/\text{H}_2\text{SO}_4$  misturados por 20 horas a  $80^\circ\text{C}$ .

Os efeitos da purificação do SiGM, dependem dos seguintes parâmetros:

- tipos de ácidos
- concentração
- sequência de lixiviação
- mistura de ácidos
- temperatura

| CONCENTRAÇÃO NO SILÍCIO ( ppm ) |         | PORCENTAGEM |          |
|---------------------------------|---------|-------------|----------|
| IMPUREZAS                       | Si-G.M. | LIXIVIADO   | REMOVIDO |
| B                               | 37      | 28          | 24       |
| P                               | 27      | 17          | 37       |
| Al                              | 1.200   | 220         | 82       |
| Te                              | 1.600   | 100         | 94       |
| Ti                              | 200     | < 5         | < 98     |
| Cr                              | 110     | < 5         | < 95     |
| V                               | 120     | < 5         | < 96     |
| Mn                              | 80      | < 5         | < 94     |
| Ni                              | 70      | < 5         | < 93     |
| Cu                              | 24      | < 17        | < 29     |

TAB. 1.2 - Análise comparativa de Lixiviação. (7)

- tempo
- tamanho da partícula de SiGM

#### I.5. - Produção e Purificação de Triclorosilano

Para a obtenção do Silício de Grau Eletrônico (GE), utiliza-se o Si GM como matéria prima básica, através das seguintes etapas:

- produção de triclorosilano ( $\text{SiHCl}_3$ ) partindo do Si GM e Cloreto de Hidrogênio ( $\text{HCl}$ );
- purificação do  $\text{SiHCl}_3$  por destilação fracionada;
- deposição do Si GE policristalino partindo do  $\text{SiHCl}_3$  e Hidrogênio puro;
- purificação adicional e crescimento de monocristais pelo processo Czochralski ou por Fusão Zonal (utilizando o Si policristalino obtido na deposição).

Após estas etapas, obtém-se um material com pureza da ordem de 99,99999%, na forma de monocristais.

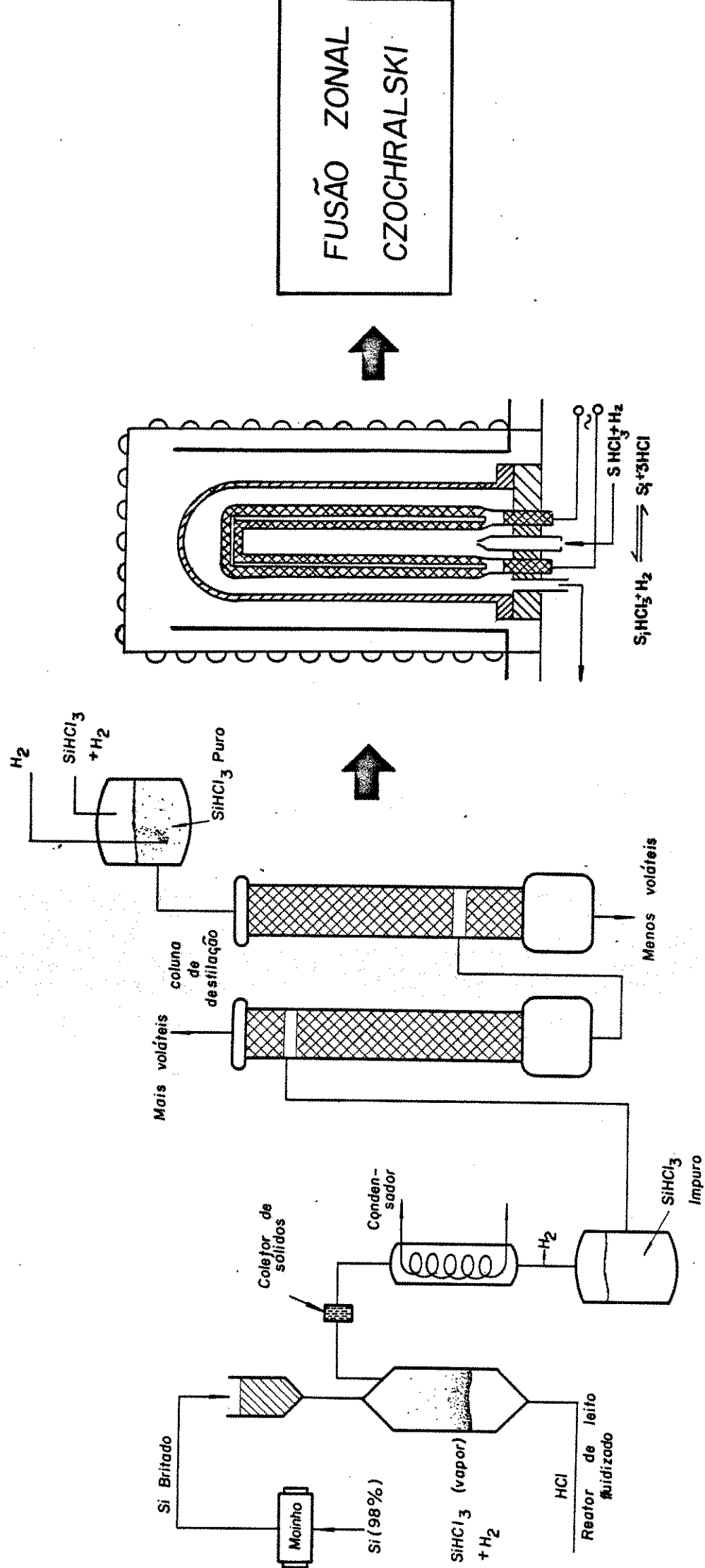
A fig. 1.2 mostra o esquema do processamento.

O triclorosilano é o composto mais utilizado na produção de Si GE pois, em comparação com outros compostos, apresenta as vantagens de:

- maior taxa de produção;
- maior rendimento;
- maior pureza do produto final.

Além disto, associam-se as seguintes propriedades:

- pode ser facilmente produzido pela reação de Cloreto de Hidrogênio e Si GM em temperaturas de  $200^\circ$  a  $400^\circ\text{C}$ ;
- é líquido à temperatura ambiente, sendo a purificação efetuada por técnicas normais de destilação;
- pode ser armazenado em recipientes de aço;



FLUXOGRAMA SIMPLIFICADO DO PROCESSAMENTO DE SILÍCIO DE GRAU ELETRÔNICO

FIGURA 1.2 (7)

- pode ser reduzido à pressão atmosférica na presença de hidrogênio;

- possui alta volatilidade e, em misturas com hidrogênio, pode ser transportado em tubulações de aço;

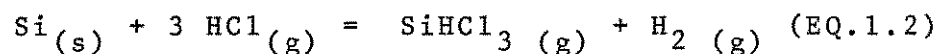
- permite a deposição de Silício em substratos - do próprio material o que elimina o contato com elementos contaminantes.

A TAB 1.3 apresenta uma comparação das taxas de crescimento para diversas fontes de Silício.

#### I.6 - Produção do Triclorosilano

Para a produção do  $\text{SiHCl}_3$ , faz-se normalmente a oxidação de Si GM com Cloreto de Hidrogênio. É um dos mais importantes processos para produção e é efetuado industrialmente em reatores de Leito Fluidizado.

A equação representativa é:



Existem outros métodos envolvendo reações de HCl com Silicatos de Ferro, Magnésio, Zinco ou Cobre sinterizados, além da reação com outros Clorosilanos com HCl ou  $\text{H}_2$  na presença de catalizadores.

Estes processos alternativos, entretanto, apresentam desvantagens quanto à taxa de produção, além do que, o envolvimento de inúmeros elementos, contribui para a contaminação do produto final.

#### I.7 - Purificação do Triclorosilano

Para a utilização na indústria de dispositivos e circuitos eletrônicos, é essencial que o  $\text{SiHCl}_3$  tenha pureza de grau eletrônico.

Dentre as técnicas utilizadas em sua purificação, a destilação é o processo mais utilizado.

| FONTE DE SILÍCIO                            | TEMPERATURA DE DEPOSIÇÃO | TAXA DE CRESCIMENTO        |
|---------------------------------------------|--------------------------|----------------------------|
| Tetracloreto de Silício ( $\text{SiCl}_4$ ) | 1150 / 1250 °C           | 0,4 / 1,5 $\mu/\text{min}$ |
| Triclorosilano ( $\text{SiHCl}_3$ )         | 1100 / 1200 °C           | 0,4 / 2,0 $\mu/\text{min}$ |
| Diclorosilano ( $\text{SiH}_2\text{Cl}_2$ ) | 1050 / 1150 °C           | 0,4 / 3,0 $\mu/\text{min}$ |
| Silano ( $\text{SiH}_4$ )                   | 950 / 1050 °C            | 0,2 / 0,3 $\mu/\text{min}$ |

TAB. 1.3 - Comparação entre taxas de crescimento e fontes de Silício. (7)

Pela destilação, as principais impurezas são separadas através de seus pontos de ebulição (Fig 1.3).

Utilizando-se colunas empacotadas, obtém-se o  $\text{SiHCl}_3$  purificado com resistividade de 32 ohm.cm, o que denota uma elevada pureza, comparando-se com materiais de grau eletrônico.

Pode-se utilizar também, técnicas de adsorção ou a utilização de agentes complexantes que, mesmo diferindo na tecnologia empregada, baseiam-se no princípio da reação entre as impurezas do  $\text{SiHCl}_3$  e complexos, apresentando um par de elétrons não emparelhados (lone Pair) como compostos que têm Nitrogênio, Oxigênio, Cloro ou Flúor em suas moléculas, resultando na formação de compostos de adição de baixa volatilidade.

#### I.8 - Deposição do Silício a partir do Triclorosilano e Hidrogênio

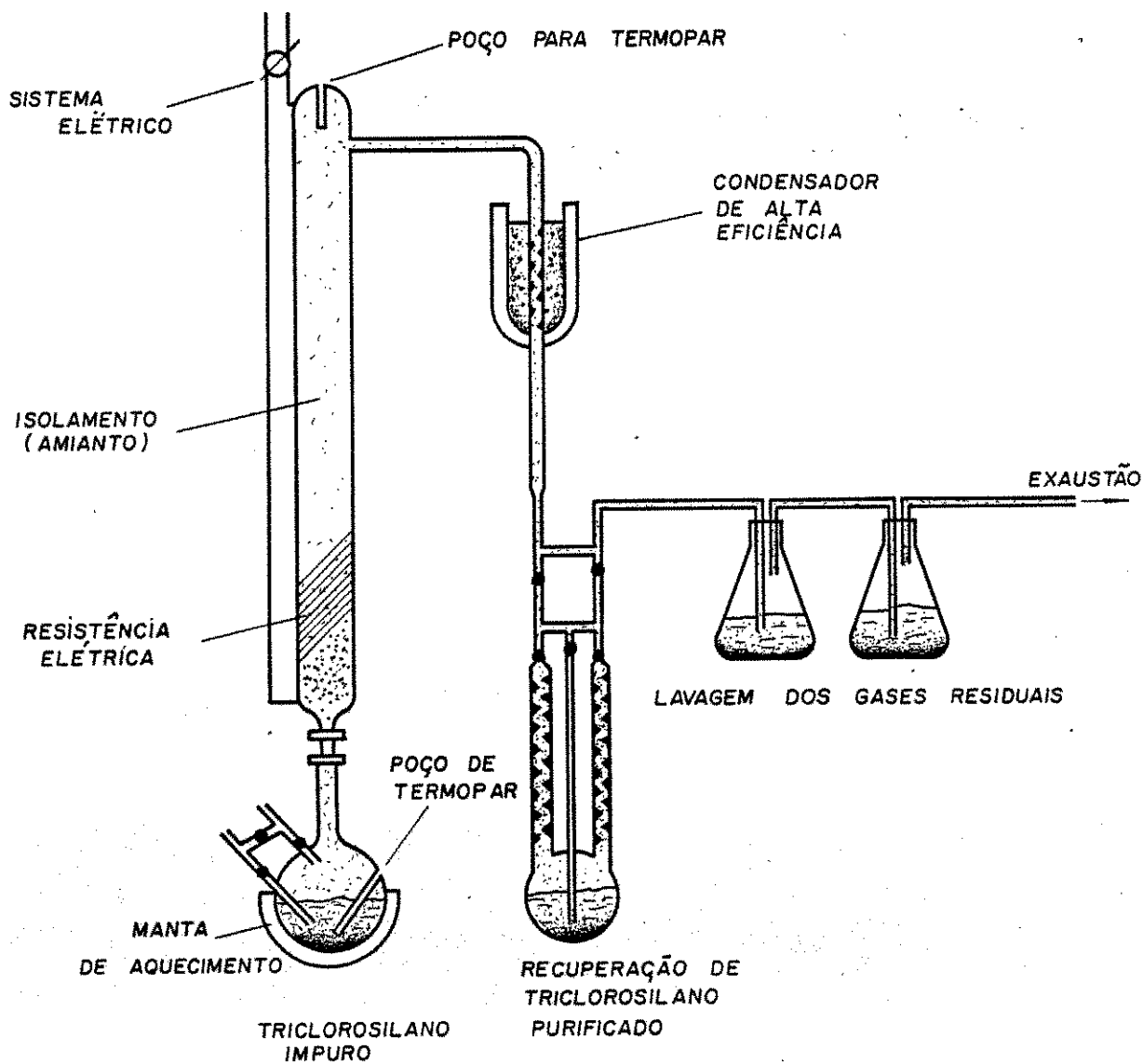
A primeira patente relatando o uso do hidrogênio como agente redutor do Silício, foi requerida em 1916 na Alemanha (8). Vários pesquisadores descreveram, posteriormente, o processo para reduzir o  $\text{SiHCl}_3$  com Hidrogênio. Entre eles citamos HOLBLING em 1927 (9), TEAL e STORKS em 1942 (10) e os pesquisadores dos laboratórios SIEMENS em 1952.

A primeira modificação do processo foi experimentada por WILBREG e AMBERGER da Universidade de Munique que, com a redução, provocaram descargas elétricas entre dois eletrodos de grafite dentro de um pequeno reator.

Efetivamente, o embrião do processo atual foi desenvolvido em 1954 por BISCHOFF (11,12). Verificou que não eram essenciais as descargas elétricas para obter-se uma densa deposição de Silício nos eletrodos, mas que o seu aquecimento pela passagem de corrente elétrica, permitia um considerável aumento da camada depositada.

O processo atual, descrito resumidamente abaixo, não deixa de ser, como os anteriores, um aperfeiçoamento da técnica iniciada em 1916.

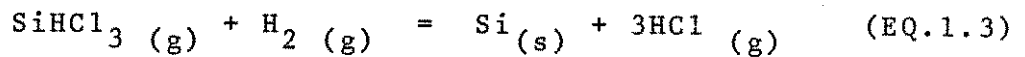




EQUIPAMENTO DE PURIFICAÇÃO DE TRICLOROSILANO VIA DESTILAÇÃO FRACIONADA.

FIGURA 1.3 (7)

A principal reação, que rege o processo, pode ser expresso pela equação:



Ocorrem várias outras reações simultâneas, coexistindo diversos produtos gasosos tais como  $\text{SiCl}_4$ ,  $\text{SiHCl}_3$ ,  $\text{SiHCl}_2$  e  $\text{SiCl}_2$ . A equação apresentada acima é, portanto, bastante simplificada.

A fig. 1.4 mostra um esquema geral do sistema de deposição experimental do Silício. As Tab 1.4 e 1.5 apresentam comparações entre estimativas de preços e níveis de impurezas.

Na deposição, as variáveis termodinâmicas envolvidas, definidas pela regra de Gibbs, são pressão total (P), temperatura (T) e composição (expressa, por exemplo, pela proporção molar entre átomos de Cl e de H -  $n_{\text{Cl}}/n_{\text{H}}$ ).

O rendimento termodinâmico é uma variável dependente de interesse, pois permite caracterizar a conversão de Si para a fase sólida ou a dissociação desta para a gasosa. É expressa por:

$$\alpha_T = \frac{(\bar{n}_{\text{Si}}/\bar{n}_{\text{Cl}})_E - (\bar{n}_{\text{Si}}/\bar{n}_{\text{Cl}})_{\text{eq}}}{(\bar{n}_{\text{Si}}/\bar{n}_{\text{Cl}})_E} \quad (\text{EQ 1.4})$$

onde  $(\bar{n}_{\text{Si}}/\bar{n}_{\text{Cl}})_{\text{eq}}$  = proporção entre átomos de Si e Cloro presente nos componentes gasosos em equilíbrio com o Si sólido,

$(\bar{n}_{\text{Si}}/\bar{n}_{\text{Cl}})_E$  = proporção entre átomos de Si e Cloro admitidos no sistema.

O equilíbrio é previsto para:

$$\alpha_T > 0 \Rightarrow \text{ocorre deposição}$$

$$\alpha_T < 0 \Rightarrow \text{ocorre dissolução}$$

Saliente-se que o rendimento termodinâmico corresponde ao valor máximo possível para as condições experimentais fixadas (T, P,  $n_{\text{Cl}}/n_{\text{H}}$ ). Como sistemas reais não atingem as condições de equilíbrio, a conversão real será sempre menor que o valor ter



| CLASSIFICAÇÃO                       | PREÇOS MÉDIOS<br>U\$ / Kg |
|-------------------------------------|---------------------------|
| Metalúrgico (95 - 99% Si)           | ~1                        |
| Solar ( ~100 ppm de impurezas )     | 10 - 50                   |
| Eletrônico ( ~100 ppb de impurezas) | 50 - 100                  |
| Eletrônico Monocristalino           | 300 - 400                 |

TAB. 1.4 - Preços comparativos entre os diferentes graus  
(7) de pureza do Silício.

| CLASSIFICAÇÃO<br>UNIDADE<br>ELEMENTOS | METALÚRGICO<br>(ppm) | LIXIVIADO<br>(ppm) | SOLAR<br>(ppm) | ELETRÔNICO<br>(ppb) |
|---------------------------------------|----------------------|--------------------|----------------|---------------------|
| Al                                    | 1000 - 4000          | 10 - 400           | 0,05 - 10      | -                   |
| Fe                                    | 1000 - 4000          | 10 - 400           | 0,05 - 10      | -                   |
| B                                     | 10 - 100             | 8 - 80             | 1 - 50         | ~1                  |
| P                                     | 10 - 50              | 20 - 40            | 1 - 50         | ~1                  |
| Cu                                    | 10 - 100             | 5 - 60             | 0,05 - 1       | -                   |
| Mn                                    | 30 - 300             | 1 - 10             | 0,05 - 1       | -                   |
| Ni                                    | 10 - 100             | 0,5 - 5            | 0,05 - 1       | -                   |
| Ti                                    | 30 - 300             | 2 - 20             | 0,05 - 1       | -                   |
| V                                     | 100 - 1000           | 5 - 50             | 0,05 - 1       | -                   |
| Cr                                    | 30 - 300             | 1 - 10             | 0,05 - 1       | -                   |
| ELEMENTOS DO GRUPO III - I            |                      |                    |                |                     |
| ELEMENTOS DO GRUPO IV ~ 1             |                      |                    |                |                     |
| METAIS PESADOS                        |                      |                    |                | ~ 0,1               |
| CARBONO                               |                      |                    |                | ~ 100               |
| OXIGÊNIO                              |                      |                    |                | ~ 100               |

TAB. 1.5 - Comparação entre os níveis de impurezas apresentados pelos diferentes graus de pureza do Silício.  
(7)

modinâmico.

Um fator cinético de importância no processo, é a taxa de deposição (D), variável dependente, que pode ser avaliada em termos da massa depositada (ou moles) por unidade de tempo.

Pode-se analisar ainda, o fluxo de deposição (F) que é a taxa de deposição por unidade de superfície. A Fig 1.5 ilustra o fenômeno de transporte envolvido na deposição.

Tem-se um filme gasoso, relativamente estático, ao redor da superfície de deposição, onde o escoamento é essencialmente laminar, por onde os reagentes e produtos se difundem entre a interface com o fluxo principal e a interface de reação.

A espessura do filme gasoso ( $\delta$ ), pode ser avaliada através de propriedades fluidodinâmicas, envolvendo a teoria da camada limite.

Entre os modelos para a análise da cinética do processo, considerou-se o que trata do coeficiente de transferência de massa e o que baseia-se na espessura do filme gasoso.

No primeiro modelo, desenvolvido por LASKAFELD e ROSNOV, admite-se a formação de uma camada gasosa, relativamente estática, ao redor do substrato de deposição.

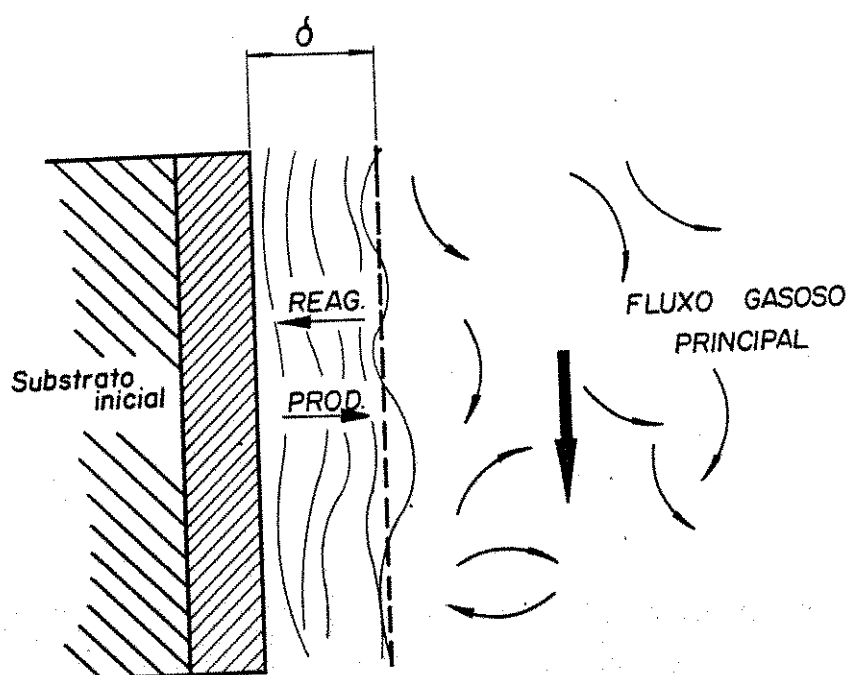
A taxa de deposição para um determinado valor de  $r$  é:

$$D = \frac{2.K.\pi .r.hc.v.\alpha_T}{2.K.\pi .r.h+v.\frac{T_R}{T_0}} \quad (\text{EQ.1.5})$$

A taxa média de deposição para o intervalo  $r - r_0$  é:

$$\bar{D} = \frac{1}{r - r_0}$$

$$D(r) dr = \alpha_T.CV. \left\{ 1 - \frac{2,3V (T_R/T_0)}{2.K.\pi .h(r-r_0)} \log \left[ \frac{2.\pi.rhk+V(T_R/T_0)}{2.\pi.r_0hk+V(T_R/T_0)} \right] \right\} \quad (\text{EQ.1.6})$$



ESQUEMA SIMPLIFICADO DO FENÔMENO  
DE TRANSPORTE NO PROCESSO DE DE-  
POSIÇÃO.

FIGURA 1.5 (7)

O coeficiente de transferência de massa  $K$  é calculado pela expressão:

$$K = \frac{V(TR/T_0) (r - r_0)}{C.V. \alpha_T \frac{28,1 \cdot \theta}{e} - \pi.h.(r^2 - r_0^2)} \quad (\text{EQ 1.7})$$

O rendimento real  $\alpha_R$  pode ser conhecido através das equações:

$$\alpha_R = \frac{D}{C.V} \quad (\text{EQ. 1.8})$$

$$\bar{\alpha}_R = \frac{\bar{D}}{C.V} \quad (\text{EQ.1.9})$$

O modelo construído por Bawa, Goodman e Truitt, considera a espessura ( $\delta$ ) do filme gasoso, difusão equimolar dos reagentes e produtos na camada gasosa, além das formulações do primeiro modelo.

A equação é:

$$D = G.r^{0,56} V^{0,56} \exp(-E/RT) P_f^{(1-2,2N_{CL}/NH)} \quad (\text{EQ.1.10})$$

O significado dos símbolos utilizados nas equações dos dois modelos, é:

- $D$  = taxa de deposição de silício (atg/s)
- $\bar{D}$  = taxa média de deposição de silício (atg/s)
- $K$  = coeficiente de transferência de massa (cm/s)
- $r$  = raio de substrato de deposição ( cm )
- $r_0$  = raio inicial do substrato ( cm )
- $h$  = comprimento do substrato ( cm )
- $V$  = vazão de hidrogênio (cm<sup>3</sup> / s)
- $C$  = concentração de SiHCl<sub>3</sub> por cm<sup>3</sup> de H<sub>2</sub> alimentado (moles/cm<sup>3</sup>)
- $T_R$  = temperatura de reação (°K)
- $T_0$  = temperatura de alimentação dos reagentes (°K)
- $\theta$  = tempo de reação (s)



- $\rho$  = densidade do silício ( g/cm<sup>3</sup> )  
 $\alpha_R$  = rendimento real da reação  
 $\bar{\alpha}_R$  = rendimento real médio da reação  
 $G$  = constante dimensional  $\frac{\text{mol}}{\text{atm}} \cdot \text{cm}^{-0,25} \frac{\text{cm}^3}{\text{s}}^{0,44}$   
 $E$  = energia de ativação ( Kcal/mol )  
 $R$  = constante dos gases  
 $P_f$  = pressão parcial dos clorosilanos presentes na interface  
 $N_{Cl}/N_H$  = proporção entre o número de átomos de cloro e hidrogênio presentes nas substâncias envolvidas no processo de deposição.  
 $\alpha_T$  = rendimento termodinâmico da reação de deposição de silício.

#### I.9 . Fusão em Cadinho

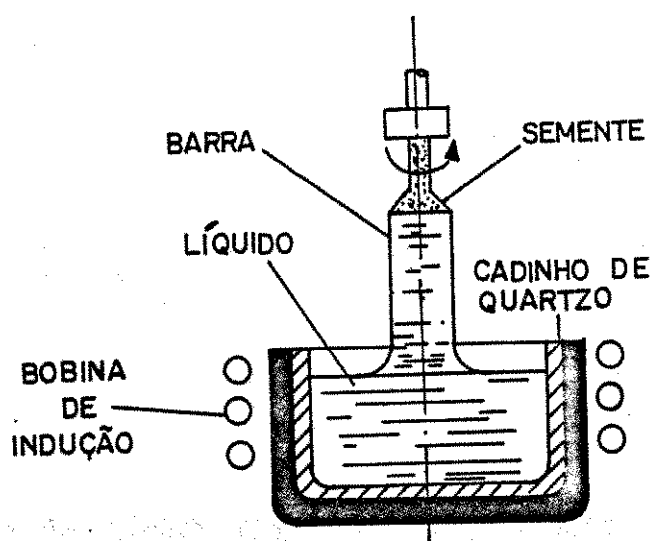
A maior parte das barras policristalinas crescidas por deposição em reator são usadas como material de partida para posterior refusão em cadinho.

São cortadas ou quebradas em pequenos pedaços e colocados em cadinhos de quartzo sustentados por suceptores de grafite.

O aquecimento é conseguido, geralmente, por meio de uma fonte de Rádio Frequência (RF). Após a massa atingir a temperatura de fusão e esta já ter sido homogeneizada, uma semente monocristalina e com orientação cristalográfica definida é encostada sobre a superfície líquida e puxada lentamente para cima.

Para uniformizar a temperatura do fundido, a semente e o cadinho são girados lentamente.

Esse método de obtenção de monocristais é denominado processo CZOCHRALSKI (CZ) (Fig 1.6).



ESQUEMA DE CRESCIMENTO DE MONOCRISTAIS.  
PELO MÉTODO CZOCHRALSKI.

FIGURA 1.6

Ainda que a maior porcentagem das barras monocristalinas seja obtida por este método, o nível de pureza alcançado, para algumas aplicações, não atinge os índices necessários.

A contaminação ocorre devido às reações entre o cadinho e a massa fundida, já que, como foi citado anteriormente, para se evitar reações com a atmosfera, a fusão é processada a vácuo ou ainda mantendo-se um fluxo de gás inerte, geralmente Argônio ou Nitrogênio.

Quando necessita-se de barras de altíssima pureza, aplica-se o método de fusão sem cadinho, denominado FUSÃO ZONAL FLUTUANTE.

#### I.10 - Fusão Zonal Flutuante

As barras obtidas no processo CZ ou por deposição química, podem ser reprocessadas para monocristalização, purificação ou mesmo obtenção de barras finas por puxamento diferencial.

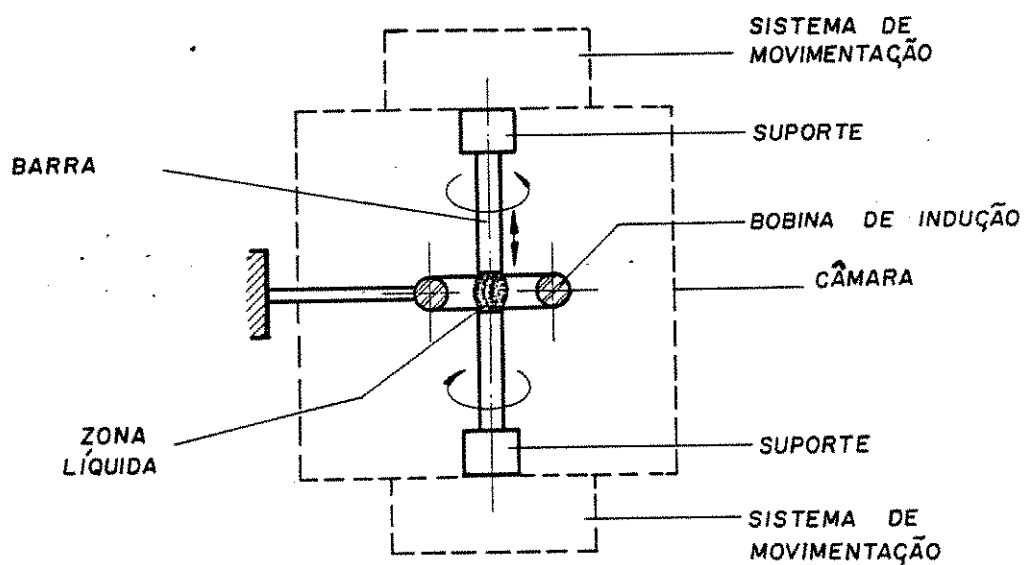
No processo de FUSÃO ZONAL FLUTUANTE (FZF) ( Fig. 1.7A) coloca-se dentro de um forno, com atmosfera controlada, uma barra presa pelas extremidades.

Uma pequena zona é aquecida até a temperatura de fusão.

Esta zona fluida é suportada pela Tensão Superficial do material da Barra, (para o silício é da ordem de ...  $72 \text{ N/m}^2$ , pelas forças magnéticas oriundas da fonte de RF (quando o aquecimento é feito por bobinas de indução, e este é um dos motivos de seu uso) e, pela movimentação das correntes induzidas na massa fundida.

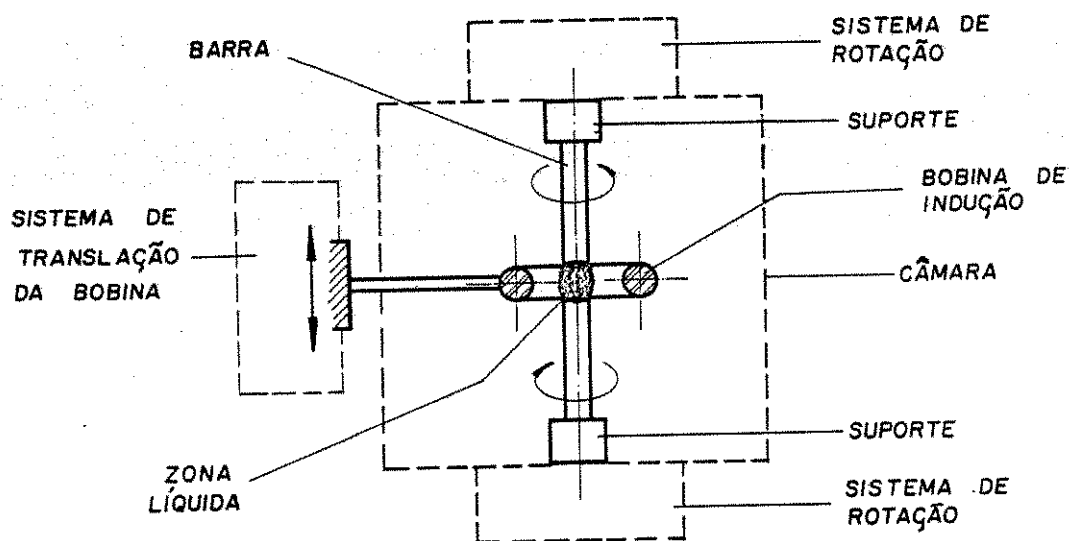
Lentamente, as duas partes sólidas, que têm movimentos de rotação em sentidos contrários, são translacionadas, de forma que a zona fundida se desloca progressivamente por todo o comprimento útil. Neste caso, a bobina é mantida fixa.

Outra forma, é manter-se as partes apenas com os movimentos de rotação e movimentar-se a bobina (Fig. 1.7B).



a) BOBINA FIXA - translação da barra

FIGURA 1.7A



b) BOBINA MÓVEL - translação da bobina

FIGURA 1.7B

- ESQUEMAS DO PROCESSO DE FUSÃO ZONAL FLUTUANTE -  
FIGURA 1.7

Em qualquer caso, com a repetição do deslocamento, faz-se com que a zona fluida mobilize-se repetidas vezes ao longo da barra, purificando-a.

Este processo, possibilitado devido à segregação - de soluto, foi relatado por BRIDGMAN pela primeira vez em 1925 (13).

Os produtos são monocristais de altíssima pureza , mas indefinidos quanto à orientação cristalográfica de crescimento.

Para se definir a orientação cristalográfica de - crescimento do monocristal, utiliza-se um pequeno substrato denominado SEMENTE (14), que interfere diretamente no produto final.

Após a retirada das extremidades da barra obtida - na FZF, onde estão concentradas as impurezas arrastadas durante o processo, refixamo-la a um dos suportes, prendendo a semente ao outro.

Funde-se a extremidade livre e aproxima-se a semente da massa fundida até que se observe a homogeneização do conjunto.

O processo a seguir é idêntico ao descrito anteriormente, apenas que a barra obtida é agora um monocristal de altíssima pureza e com orientação de crescimento definido.

Os substratos utilizados no reator para o processo de deposição pelo triclorosilano e as sementes utilizadas na - FZF e CZ são obtidos a partir de uma modificação no método de FZF, e denomina-se PUXAMENTO DE BARRAS FINAS ou PUXAMENTO DIFERENCIAL.

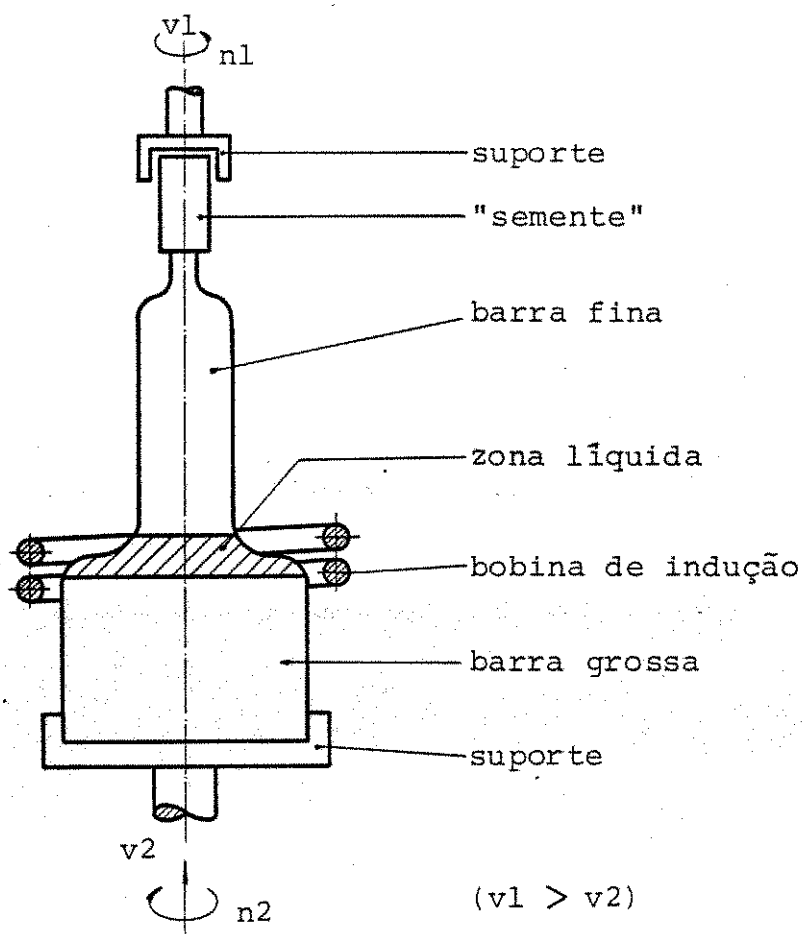
#### I.11 - O Puxamento Diferencial

As técnicas de puxamento diferencial são derivadas do processo de fusão zonal. Vêm ocorrendo em nível industrial e científico, suportadas por inúmeros trabalhos teóricos e práticos nos campos da mecânica dos fluídos e transferência de calor durante a solidificação.

Experiências práticas com o devido suporte teórico evidenciam que se durante o deslocamento da zona fundida, a barra sofrer movimentos de rotação na sua porção superior em relação a inferior com sentidos contrários e velocidade de translação diferenciadas, obtêm-se o PUXAMENTO DIFERENCIAL - (Fig. 1.8).

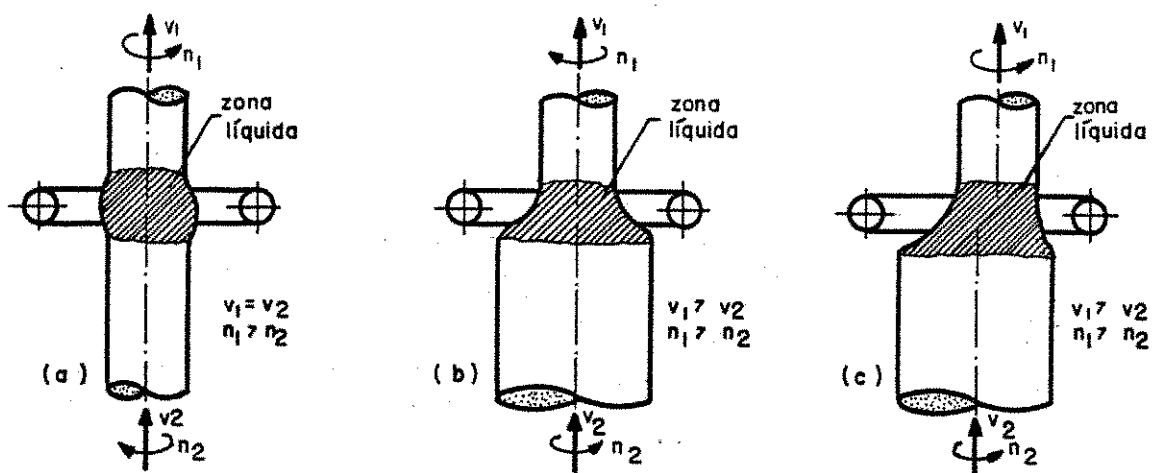
Na literatura, o puxamento diferencial é conhecido por TÉCNICA DO PEDESTAL, visto que, na geração, a barra fina é "alimentada" pela porção restante da barra mantendo-a como em um pedestal. A figura 1.9 mostra, esquematicamente o processo, comparando-o com a FZF e ilustrando o puxamento excêntrico.

Nos capítulos II e III serão discutidos os aspectos teóricos e práticos das técnicas ora citadas.



ESQUEMA DO PROCESSO DE PUXAMENTO DIFERENCIAL

FIGURA 1.8



COMPARAÇÃO ENTRE A FUSÃO ZONAL FLUTUANTE E O PUXAMENTO  
 DIFERENCIAL: a) fusão zonal flutuante  
 b) puxamento diferencial centrado  
 c) puxamento diferencial excêntrico

FIGURA 1.9



## I.12 - Objetivos do presente trabalho

O trabalho visa desenvolver o projeto de um forno de Fusão Zonal Flutuante que possibilite:

- purificar barras de Silício policristalinas obtidas por deposição em reatores;
- obter barras de Silício monocristalino;
- processar barras finas de Silício monocristalino - por puxamento diferencial.

Considerando-se como prioritária a máxima utilização de recursos encontrados no mercado nacional, o projeto deverá - ser norteado pelos itens abaixo:

- a) o processo deverá ocorrer em câmara onde seja - possível o controle da atmosfera (gases inertes e/ou vácuo);
- b) a câmara de trabalho deverá ser construída em aço para permitir uma refrigeração eficiente, ser dotada de um número conveniente de visores;
- c) os deslocamentos da barra, tanto a rotação como a translação, deverão ser controlados independentemente;
- d) os controles de rotação e translação da barra deverão ser independentes e automatizados, o mesmo ocorrendo com o controle de temperaturas;
- e) as vibrações transmitidas à barra deverão ser minimizadas;
- f) as dimensões da barra serão limitadas a 50 mm de diâmetro e 400 mm de comprimento;
- g) as barras finas terão comprimento médio de 350 mm e diâmetro compatível com a barra de alimentação;
- h) o equipamento deverá ser montado em estrutura de alta rigidez a fim de garantir o alinhamento dos eixos e minimização de vibrações.

II.1 - Introdução

Quando em 1925, P.W.Bridgman (1) relatou o processo de segregação de soluto durante o crescimento de um monocristal, desencadeou-se uma sequência de estudos e pesquisas que levaram William G. Pfann (2), em 1952, a publicar o método de purificação de materiais que se convencionou chamar de fusão zonal.

Os itens subsequentes, serão desenvolvidos sucintamente, mas procurarão abranger os aspectos mais importantes sobre este assunto (3,4,5,6).

II.2 - Coeficientes de Distribuição

II.2.1. - Coeficiente de distribuição no equilíbrio ( $K_o$ )

O coeficiente de distribuição no equilíbrio foi definido por PFANN e é a relação entre a concentração de soluto - no sólido ( $C_s$ ) e no líquido ( $C_L$ ).

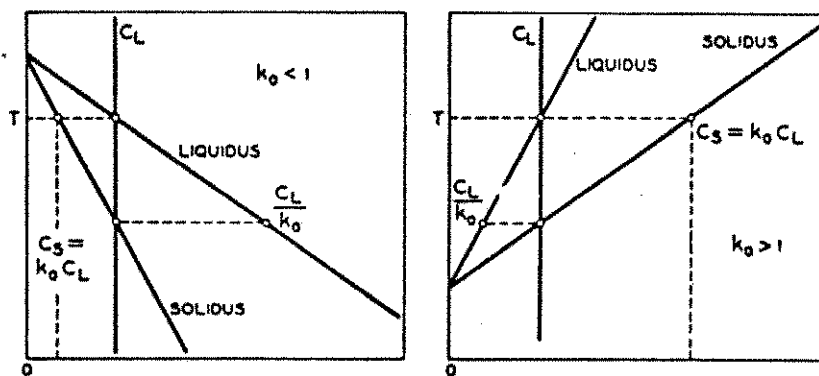
$$K_o = \frac{C_s}{C_L} \quad (\text{EQ. 2.1})$$

Podemos ter  $K_o < 1$  ou  $K_o > 1$ .

Para  $K_o < 1$  temos rejeição do soluto pelo sólido, de forma que o líquido vai sendo gradualmente enriquecido de soluto, enquanto que para  $K_o > 1$ , ocorre o contrário.

A FIG.(2.1) mostra os dois casos.

O coeficiente  $K_o$ , na realidade representa a taxa de crescimento do potencial termodinâmico, devido à variação de entropia da mistura do soluto com o solvente. Isto é demonstrado utilizando-se o conceito de atividade do soluto, definido por LEWIS.



ESQUEMAS ILUSTRATIVOS DO COEFICIENTE  
DE DISTRIBUIÇÃO.

FIGURA 2.1 (3)

$$\text{Temos } u = u_0 - R.T.\ln a \quad (\text{EQ 2.2})$$

onde  $u_0 = \text{constante}$

$R = \text{constante dos gases}$

$a = \text{atividade do soluto}$

O potencial químico do soluto no sólido e no líquido pode ser expresso por:

$$u_s = u_0^s - R.T.\ln a_s$$

$$u_L = u_0^L - R.T.\ln a_L$$

$$\text{No equilíbrio } u_s = u_L$$

$$\text{Portanto } \frac{a_s}{a_L} = \frac{C_s}{C_L} = \text{cte}$$

## II.2.2 - Coeficiente de distribuição na interface (K')

O coeficiente de distribuição na interface (K') é definido como a relação entre a concentração de soluto no sólido e no líquido em contato com a interface sólido-líquido.

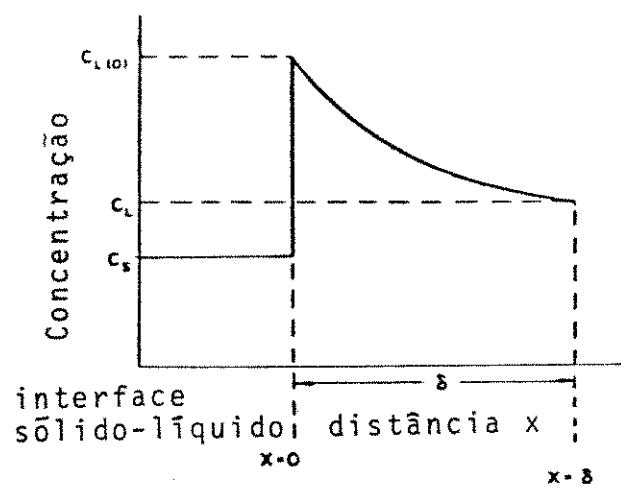
$$\text{É expresso por } K' = \frac{C_s}{C_{L(0)}}$$

O coeficiente K' é importante porque, na prática, com a mistura não homogênea do líquido e  $K_0 < 1$ , a taxa de rejeição de soluto, com o avanço da interface de solidificação, é muito maior que a taxa de difusão do soluto no líquido.

O perfil de concentração na interface sólido-líquido é mostrado na Fig. 2.2.

## II.2.3. Coeficiente de distribuição efetivo (K)

É definido por  $K = K'.F$ , onde F é função da taxa de crescimento, do grau de mistura, da difusão do soluto no líquido e da concentração de soluto.



PERFIL DE CONCENTRAÇÃO E DIFUSÃO  
NA INTERFACE SÓLIDO-LÍQUIDO.

FIGURA 2.2(4)

## II.3 - Solidificação Normal

### II.3.1 - Introdução

É o processo onde uma barra é totalmente fundida e, posteriormente, solidificada de forma gradual e unidirecionalmente (Fig. 2.3).

Basicamente dois métodos são utilizados: Bridgman e Stöber.

No método de Bridgman, um cadinho contendo o elemento a ser trabalhado é movimentado lentamente em relação a uma fonte estacionária de aquecimento, provocando uma solidificação unidirecional (Fig. 2.4A).

No método de Stöber, a fonte de aquecimento se movimenta em relação ao cadinho estacionário (Fig. 2.4B).

### II.4 - Equacionamento

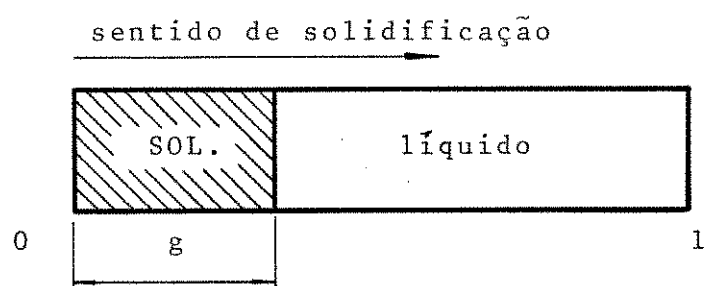
Para o equacionamento do processo de solidificação consideraremos:

- $C_L$  é uniforme (mistura completa);
- A velocidade de crescimento e a espessura da camada de difusão são constantes;
- A difusão no sólido é desprezível, ou seja  $x^2 \gg D_s \cdot t$ , onde  $x$  é o comprimento da fração solidificada no tempo  $t$ , e  $D_s$  é o coeficiente de difusão no sólido;
- O coeficiente de distribuição  $K$  é constante.

A concentração de soluto (átomos de soluto/unidade de volume) no sólido formado imediatamente atrás da interface é:

$$C_s = - \frac{ds}{dg} \quad (\text{EQ 2.3})$$

Na expressão,  $s$  é o total de soluto no líquido

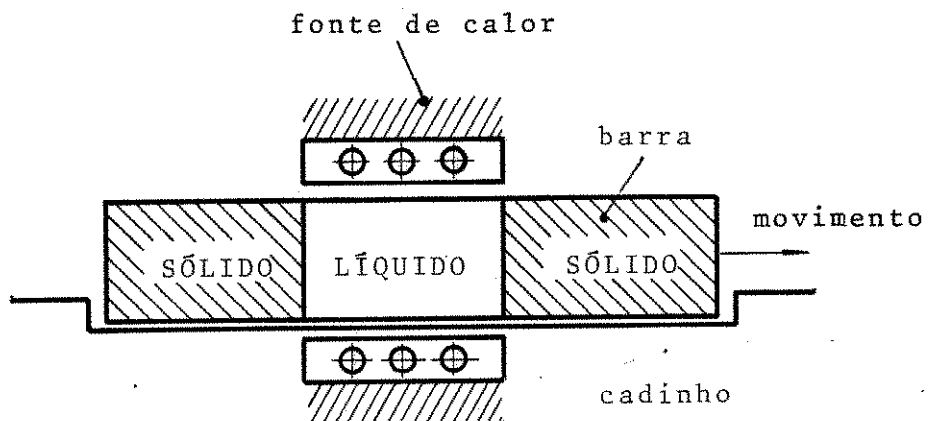


ESQUEMA ILUSTRATIVO DA SOLIDIFICAÇÃO  
NORMAL.

FIGURA 2.3 (4)

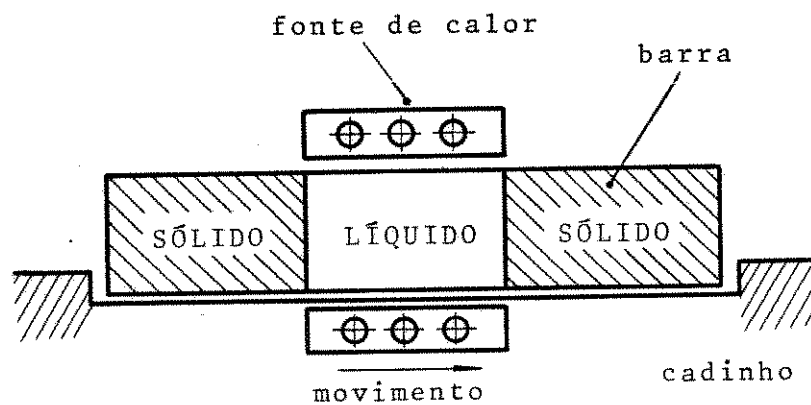






- a) FUSÃO ZONAL - MÉTODO DE BRIDGMAN  
 - o cadinho movimenta-se em relação a uma fonte de calor estacionária -

FIGURA 2.4A



- b) FUSÃO ZONAL - MÉTODO DE STÖBER  
 - a fonte de calor movimenta-se em relação a um cadinho estacionário -

FIGURA 2.4B

e  $\underline{g}$  a fração solidificada.

Da equação 2.1, , e considerando que no equilíbrio  $K = K_0 = K'$ , temos:

$$C_s = K.C_L$$

mas 
$$C_L = \frac{s}{(1-g)}$$

portanto 
$$C_s = \frac{K.S}{(1-g)} \quad (\text{EQ 2.4})$$

Substituindo na equação 2.3 e integrando temos:

$$\int_{S_0}^S \frac{ds}{s} = \int_0^g - \left( \frac{K}{1-g} \right) dg$$

onde  $S_0$  é o total acumulado de soluto no líquido quando  $g = 0$  e é expresso por  $S = S_0 (1-g)^K$  (EQ 2.5)

Reescrevendo a equação 2.3, teremos então:

$$C_s = - \frac{ds}{dg} = K.S_0 (1-g)^{K-1}$$

Para um volume unitário  $S_0 = C_0$  e sendo  $C_0$  a concentração inicial, a expressão geral se resume a:

$$C_s = K C_0 (1-g)^{K-1} \quad (\text{EQ. 2.6})$$

As curvas de distribuição de soluto para a solidificação normal referentes a equação 2.6 estão mostradas na Fig 2.5.

## II.5 - A Distribuição de Soluto na Fusão Zonal

Para o desenvolvimento das equações, consideremos as seguintes variáveis:

- o comprimento da zonal líquida (l)
- o comprimento da barra (L)
- concentração inicial de soluto ( $C_0$ )
- velocidade de movimentação da zona líquida (f)

e  $\underline{g}$  a fração solidificada.

Da equação 2.1, , e considerando que no equilíbrio  $K = K_0 = K'$ , temos:

$$C_s = K.C_L$$

mas 
$$C_L = \frac{s}{(1-g)}$$

portanto 
$$C_s = \frac{K.S}{(1-g)} \quad (\text{EQ 2.4})$$

Substituindo na equação 2.3 e integrando temos:

$$\int_{S_0}^S \frac{ds}{s} = \int_0^g - \left( \frac{K}{1-g} \right) dg$$

onde  $S_0$  é o total acumulado de soluto no líquido quando  $g = 0$  e é expresso por  $S = S_0 (1-g)^K$  (EQ 2.5)

Reescrevendo a equação 2.3, teremos então:

$$C_s = - \frac{ds}{dg} = K.S_0 (1-g)^{K-1}$$

Para um volume unitário  $S_0 = C_0$  e sendo  $C_0$  a concentração inicial, a expressão geral se resume a:

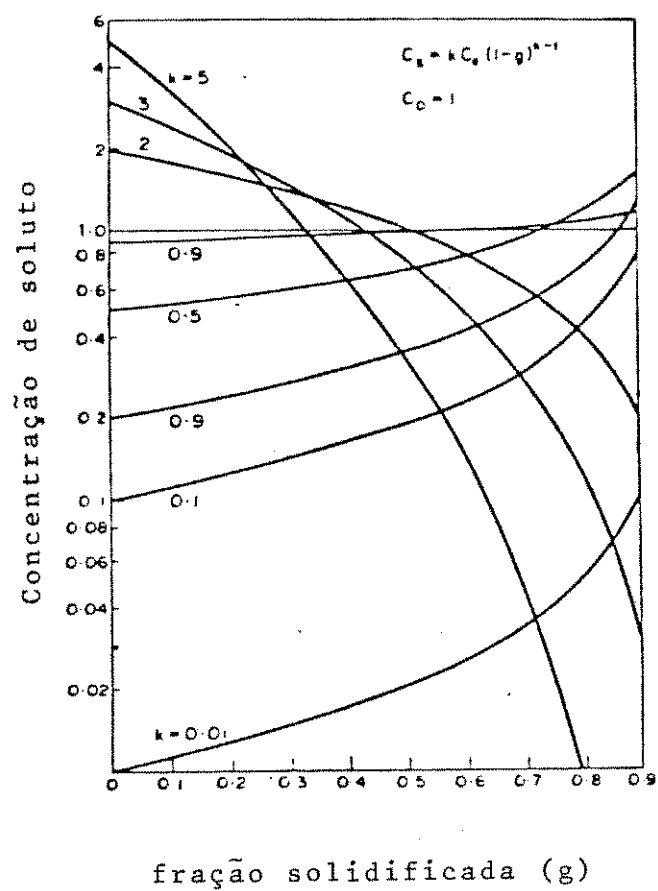
$$C_s = K C_0 (1-g)^{K-1} \quad (\text{EQ. 2.6})$$

As curvas de distribuição de soluto para a solidificação normal referentes a equação 2.6 estão mostradas na Fig 2.5.

## II.5 - A Distribuição de Soluto na Fusão Zonal

Para o desenvolvimento das equações, consideremos as seguintes variáveis:

- o comprimento da zonal líquida ( $l$ )
- o comprimento da barra ( $L$ )
- concentração inicial de soluto ( $C_0$ )
- velocidade de movimentação da zona líquida ( $f$ )



CURVAS DE DISTRIBUIÇÃO DE SOLUTO  
PARA A SOLIDIFICAÇÃO NORMAL.

FIGURA 2.5 (4)

## II.5.1 - Distribuição de soluto após a primeira passada

Definimos as seguintes condições:

- o coeficiente de distribuição  $K$  é constante
- o comprimento  $\ell$  é constante
- a concentração inicial  $C_o$  é uniforme para todo o lingote
- as densidades do sólido e líquido são iguais
- a difusão de soluto no sólido é desprezível.

A representação esquemática do processo de fusão zonal é mostrado na Fig 2.6.

A zona de fusão se movimenta de  $x = 0$  para  $x = L$ . Se  $C_L$  é a concentração de soluto no líquido, o acúmulo de soluto na interface de solidificação é  $K.C_L.dx$ .

$$\text{Então } d_s = (C_o - K.C_L) dx \quad (\text{EQ. 2.7})$$

A concentração de soluto na zona líquida é  $C_L = \frac{s}{\ell}$  onde  $s$  é o acúmulo de soluto na interface à distância  $x$ .

Da equação 2.7, temos:

$$ds = (C_o - \frac{K.s}{\ell}) dx$$

ou

$$\frac{ds}{dx} + \frac{ks}{\ell} = C_o \quad (\text{EQ 2.8}), \text{ cuja solução é:}$$

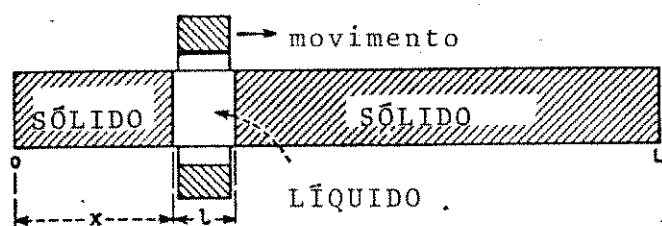
$$\int_{S_0}^{S_o} s \cdot \exp\left(\frac{K.x}{\ell}\right) dx = C_o \int_0^x \exp\left(\frac{K}{\ell} x\right) dx$$

$$S \cdot \exp\left(\frac{K.x}{\ell}\right) - S_o = \frac{C_o \cdot \ell}{K} \left\{ \exp\left(\frac{K.x}{\ell}\right) - 1 \right\} \quad (\text{EQ. 2.9})$$

onde  $S_o$  pode ser expresso por  $S_o = C_o \cdot \ell$  (EQ. 2.10)

Substituindo a equação (2.10) em (2.9) e rearranjando temos então:

$$\frac{C_s}{C_o} = \left\{ 1 - (1-K) \exp\left(-\frac{K.x}{\ell}\right) \right\} \quad (\text{EQ. 2.11})$$



REPRESENTAÇÃO ESQUEMÁTICA DO PROCESSO  
DE FUSÃO ZONAL.

FIGURA 2.6 (5)

A figura 2.7 nos mostra, esquematicamente, o perfil da distribuição de soluto (para  $K < 1$ ) após uma passada da zona, sendo que a curva da região I é dada pela equação 2.11 e  $x$  varia de  $x = 0$  a  $x = L - 1$ .

A curva da região II, representa o final da barra e é dada pela equação 2.6.

A figura 2.8 provém da equação 2.11 para diversos valores de  $K$  e considerou-se o comprimento da barra  $L = 10.1$ .

#### II.5.2 - Distribuição para Múltiplas Passadas

Como determinados elementos têm coeficiente de distribuição em relação ao Silício próximos da unidade (vide tabela 2.1), para que sejam retirados, necessitamos efetuar diversas passadas.

Em alguns casos, como por exemplo, o Boro, que tem  $K \approx 0,8$ , sua eliminação se torna inviável pela fusão zonal, devendo ser retirado em etapa anterior por processo químico.

Se tomarmos como base a Fig. 2.7 e repetirmos sucessivamente a operação de arraste do soluto pela movimentação da zona líquida, chegaremos às curvas mostradas na Fig. 2.9 onde estão indicados os perfis de concentração relativos para diferentes números de passadas.

Para levantamento das curvas, considerou-se  $K = 0,5$ ,  $L/l = 10$  e o número de passadas variando de  $n = 1$  a  $n = 20$ .

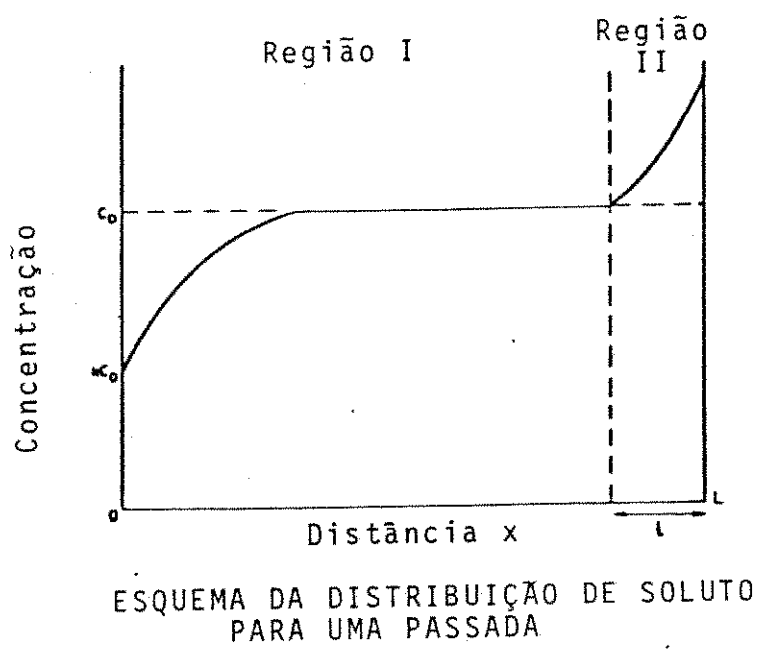
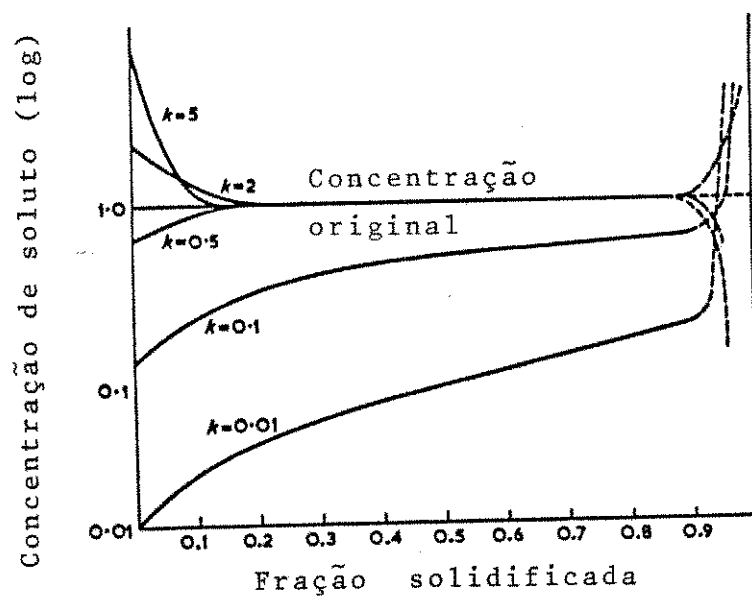


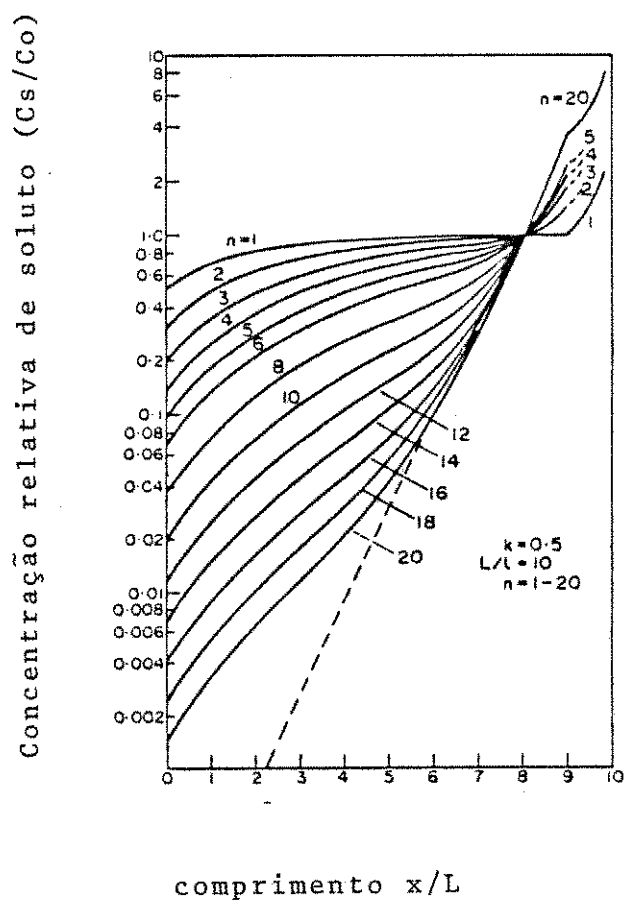
FIGURA 2.7 (5)





CONCENTRAÇÃO E DISTRIBUIÇÃO DE IMPUREZAS  
APÓS UMA PASSADA, PARA DIVERSOS VALORES  
DE  $k$ .

FIGURA 2.8 (5)



PERFIS DE CONCENTRAÇÃO RELATIVOS  
PARA DIFERENTES NÚMEROS DE PASSADAS.

FIGURA 2.9 (5)

TABELA 2.1 - COEFICIENTES DE DISTRIBUIÇÃO

| Soluto | Solventes  |           |
|--------|------------|-----------|
|        | Si         | Ge        |
| Li     | 0,01       | 0,02      |
| B      | 0,8        | 17        |
| Al     | 0,002      | 0,073     |
| Si     | 1          | 5,5       |
| P      | 0,35       | 0,08      |
| S      | 0,00001    | 0,0000011 |
| Mn     | 0,00001    | 0,000001  |
| Fe     | 0,000008   | 0,00003   |
| Co     | 0,000008   | 0,000001  |
| Cu     | 0,0004     | 0,000015  |
| Zn     | 0,00001    | 0,0004    |
| Ga     | 0,008      | 0,087     |
| Ge     | 0,33       | 1         |
| As     | 0,3        | 0,02      |
| Ag     | 0,00000001 | 0,0000004 |
| Cd     | 0,00000001 | 0,00001   |
| In     | 0,0004     | 0,001     |
| Sn     | 0,016      | 0,02      |
| Sb     | 0,023      | 0,003     |
| Te     | 0,000004   | 0,000001  |
| Ta     | 0,008      | 0,000003  |
| Au     | 0,000025   | 0,000013  |
| Pb     | 0,000      | 0,00017   |
| Bi     | 0,0007     | 0,00045   |
| N      | 0,0000001  |           |
| O      | 0,5        |           |
| C      | 0,07       |           |

### CAPÍTULO III - PRINCIPAIS CARACTERÍSTICAS DOS PROCESSOS DE OBTENÇÃO DE CRISTAIS

#### III.1 - Introdução

Os processos de puxamento de cristais, têm como objetivo assegurar um crescimento regular do cristal a partir do estado de superaquecimento e concentração de soluto controlados.

Atualmente, as técnicas usuais utilizam dispositivos de extração horizontal ou vertical, operando com fornos ou câmaras termostáticas, aquecidas por efeito Joule (resistivo) absorção radioelétrica (indução), absorção óptica (laser) ou bombardeio eletrônico (eletron bean).

#### III.2 - Classificação

Para classificação básica, podemos dividir os principais processos em dois grupos:

1 - Técnicas que utilizam cadinho: Bridgman, Czokralski; Fusão Zonal.

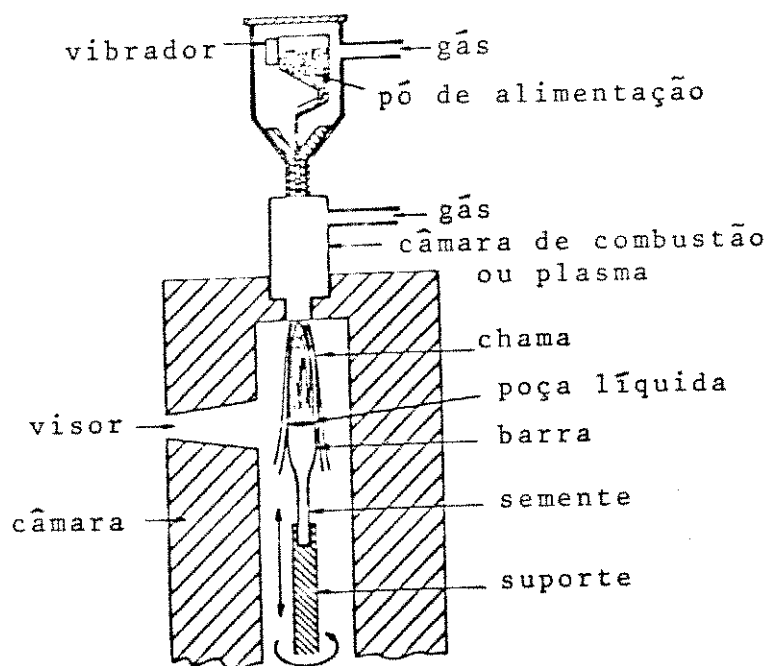
2 - Técnicas sem cadinho: Verneuil (Fig. 3.1), Fusão Zonal Flutuante. (1)

São três os principais parâmetros que intervêm em cada uma destas técnicas. As considerações precípuas sobre cada um deles serão descritas a seguir. Procuraremos nos ater, principalmente, àquelas que tratam da Fusão Zonal, visto ser este o objetivo deste trabalho.

#### III.3 - Atmosfera de Trabalho

Podemos classificá-la em:

- Vácuo;
- Gás inerte a baixa pressão;
- Gás inerte sob pressão.



ESQUEMA DE CRESCIMENTO DE CRISTAIS PELO  
PROCESSO VERNEUIL

FIGURA 3.1 (4 - CAP.II)

A aplicação de cada caso, depende do tipo de material a ser trabalhado, de suas propriedades físico-químicas e do fim a que se destina.

O processamento a vácuo apresenta algumas dificuldades, devido, principalmente, à pressão de vapor do material da barra. No entanto, é o processo que permite a atmosfera mais limpa e inerte.

No Silício, a pressão de vapor fica muito próxima da ambiente, quando atingida a temperatura de fusão, o que provoca intensa vaporização, dificultando o controle.

As curvas que relacionam a pressão de vapor e temperatura, para alguns elementos, são mostradas na Fig. 3.2.

A aplicação de gases inertes, como atmosfera protetora, é muito frequente. Deve-se, no entanto, tomar especial cuidado com o nível de pureza dos mesmos.

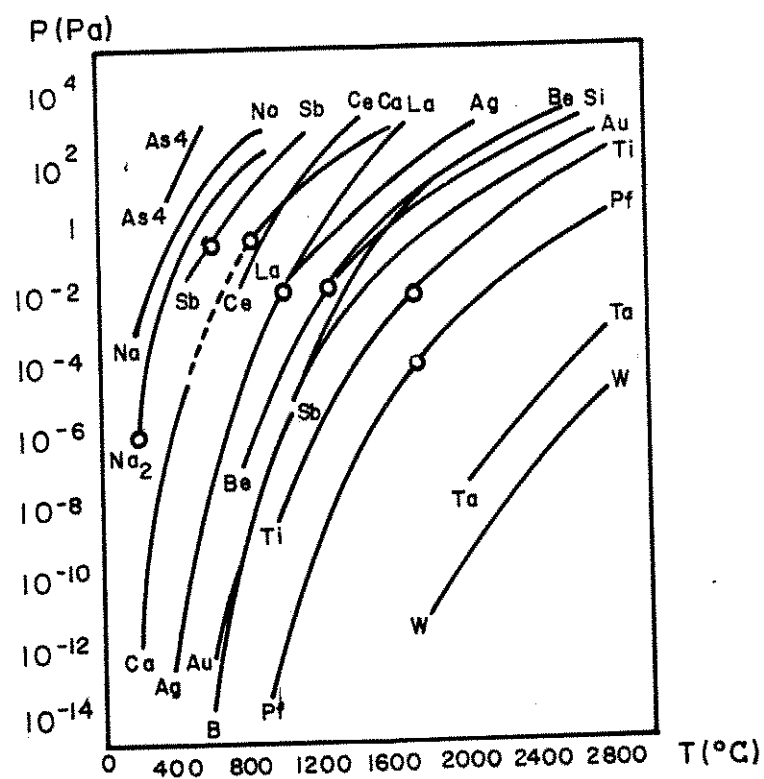
A purificação de gases é conseguida, basicamente, por processos de destilação fracionada, por difusão ou por absorção.

No primeiro caso, temos como inconveniente o alto custo devido ao tipo de equipamento a ser utilizado. O segundo caso fica limitado a gases de pouca massa, como por exemplo o Hélio.

O método de absorção, apesar de requerer certos cuidados, é o mais indicado em razão de sua eficiência e do relativo baixo custo dos equipamentos.

Geralmente utiliza-se cavacos de Titânio aquecidos à temperaturas da ordem de  $900^{\circ}\text{C}$ , colocados em tubos de quartzo e protegidos por uma câmara externa de aço que deve impedir a entrada de ar, devido a inflamabilidade do Titânio nesta temperatura.

Uma análise típica de alguns gases é mostrada na Tab. 3.1. (2)



CURVAS REPRESENTATIVAS DA PRESSÃO  
DE VAPOR PARA DIVERSOS ELEMENTOS.

FIGURA 3.2 (2)

| ELEMENTO   | PUREZA (%) | IMPUREZAS (p.p.m.) |      |     |    |    |    | HIDROCARBONETOS |
|------------|------------|--------------------|------|-----|----|----|----|-----------------|
|            |            | O2                 | N2   | CO2 | CO | H2 |    |                 |
| Argônio    | 99,9995    | 2                  | 2    | 1   | -  | -  | 1  |                 |
| Nitrogênio | 99,9993    | 3                  | -    | -   | -  | -  | -  |                 |
| Hélio      | 99,998     | 1                  | 10   | -   | -  | 1  | 1  |                 |
| Hidrogênio | 99,9       | 10                 | 1500 | 1   | 2  | -  | 25 |                 |

TAB. 3.1 - ANÁLISE DE GASES EM FUNÇÃO DA PUREZA ( 2 )



Experiências indicam que para o Si, a atmosfera de maior eficiência é a de Argônio. Para barras de até 6 mm de diâmetro a pressão deve ser da ordem de  $133 \times 10^{-1}$  Pa, enquanto que para diâmetros de 10 mm, a vazão deve ser mantida em torno de 1 l/min. (3).

De forma geral, as normas que tratam do assunto (4) recomendam, para o Si, utilizar vácuo não inferior a  $133 \times 10^{-5}$  Pa, ou ainda, Argônio, Hélio ou uma combinação destes com Hidrogênio (até 10%), sendo que o teor de vapor de água e oxigênio, não deve ultrapassar a 10 ppm.

#### III.4 - Movimentos da Barra

Os movimentos de translação e rotação da barra durante o processamento, juntamente com os fatores referentes a posicionamento da bobina, uso de concentradores de campo RF, controle de frequência da fonte, controle das vibrações transmitidas à barra, gradientes térmicos, etc., caracterizam o processo de Fusão Zonal e são interdependentes.

Estudando-se particularmente os efeitos dos movimentos sofridos pela barra, chegamos às principais conclusões descritas a seguir.

#### III.5 - Movimentos de Rotação

A rotação das partes sólidas da barra, levam à agitação da zona fluida e permitem uma melhor homogeneização por convecção. A movimentação do cristal contribui para a homogeneização radial o que implica na diminuição da probabilidade de formação de frentes não planas de crescimento. É portanto, um processo de estabilização das condições de superaquecimento e da concentração de soluto.

Na prática, as velocidades de rotação ficam situadas na faixa entre 10 e 100 rpm, visto que velocidades maiores provocariam o aparecimento de forças centrífugas, ocasionando o derramamento da massa líquida. Velocidades menores fariam, praticamente, desaparecer os efeitos de homogeneização citados acima.

Os modelos teóricos, nos informam ainda que a obtenção de interfaces de solidificação livres de facetas em sua porção central, somente seria possíveis com rotações baixas da parte inferior da barra (cerca de 5 rpm), sem rotar a porção superior (Fig. 3.3A).

Incrementando-se a rotação (22 rpm), aumentar-se-ia a força centrífuga o que ocasionaria um arraste maior de líquido para a periferia, aumentando a probabilidade da ocorrência de facetas na parte central da interface inferior (5) Fig. 3.3B.

No entanto, experiências de laboratório (6), demonstram que rotações lentas implicam na perda da cilíndricidade.

Em barras processadas com rotação inferior de 11 rpm e superior de 22 rpm, ambas no mesmo sentido, observou-se uma acentuada melhora da cilíndricidade. Mantendo-se as faixas de rotações acima, mas em sentidos contrários, obteve-se barras que além de cilíndricas, apresentaram uma melhora na homogeneização das impurezas.

### III.6 - Movimento de Translação

É o responsável pelo deslocamento da zona líquida e tanto pode ser conseguido pela transposição da barra ou da bobina de indução (no caso de aquecimento por R.F.).

A taxa de deslocamento é função de diversos fatores entre os quais, o diâmetro do cristal a ser puxado, o tipo de material a ser trabalhado, suas características físico-químicas, o coeficiente de difusão das impurezas presentes, a temperatura de trabalho e outros.

Quanto maior a velocidade, maior a quantidade de material por unidade de tempo a ser fundida, e, em consequência, maior será a quantidade de calor absorvida pela interface de fusão e que deverá ser liberado pela interface de solidificação.

Segundo as normas ASTM, (4) as velocidades de deslocamento da zona líquida, para o Si, independem do diâmetro e da orientação do cristal e devem ser de  $100 \pm 5$  mm/h.

Contudo, os dados de laboratório (6), mostram que velocidades da ordem de 50 mm/h, para barras de até 10 mm de diâmetro, deslocando-se para baixo, fazem com que a interface de solidificação seja cada vez menos aquecida, produzindo menores gradientes térmicos e, como resultado, provocam a formação de um grande número de facetas superficiais devido à ocorrência do fenômeno de super resfriamento constitucional.

Para que tal problema não se manifestasse, a velocidade de puxamento foi reduzida para 40 mm/h que foi considerada como ótima para as condições da experiência. O sentido de movimento determina o formato da zona de fusão Fig. 3.4 .

### III.7 - Zona de Fusão

#### Considerações Gerais

Na aplicação das técnicas, particularmente de Fusão Zonal Flutuante, é indispensável que a zona líquida seja mantida em equilíbrio, enquanto se processam os movimentos de rotação e translação das partes sólidas.

Para materiais de baixa densidade e principalmente alta tensão superficial, como é o caso do Silício, a zona de fusão flutuante (Z.F.) é relativamente simples de ser mantida, se compararmos com materiais mais densos e de baixa tensão superficial (a maioria dos metais e suas ligas).

A zona de fusão pode ser movimentada de baixo para cima ou ao contrário, mas os problemas de instabilidade e as perturbações do equilíbrio térmico persistem em qualquer dos dois casos.

Os fatores que provocam estas instabilidades são vários. Entre eles citamos:

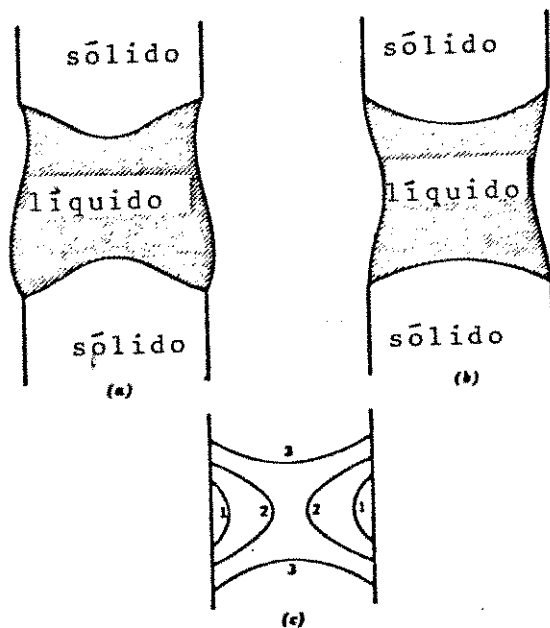
- troca de calor por condução da Z.F. para as partes sólidas da barra;



3.3.A



3.3.B



#### FORMATOS DA ZONA LÍQUIDA

Fonte de aquecimento movimentando-se (a) para baixo  
(b) para cima em relação à barra. (c) contornos das  
interfaces sólido-líquido.

FIGURA 3.4 (6 - CAP.II)

- variação da frequência da fonte de indução;
- variações da posição da bobina de indução em relação à barra (não permanece rigorosamente constante durante o processo devido aos movimentos da barra e da própria zona líquida).

Estes fatores dificultam a obtenção de barras cilíndricas e, principalmente, são incompatíveis com o processo de solidificação dirigida.

Na prática, os fatos relacionados acima, podem levar a uma solidificação momentânea ou parcial da Z.F. ou ao seu derramamento. A Fig. 3.5 ilustra o que foi dito.

### III.8 - Gradientes Térmicos

Os gradientes térmicos formados tanto na zona de fusão quanto ao longo da barra, têm importância vital no processo de purificação.

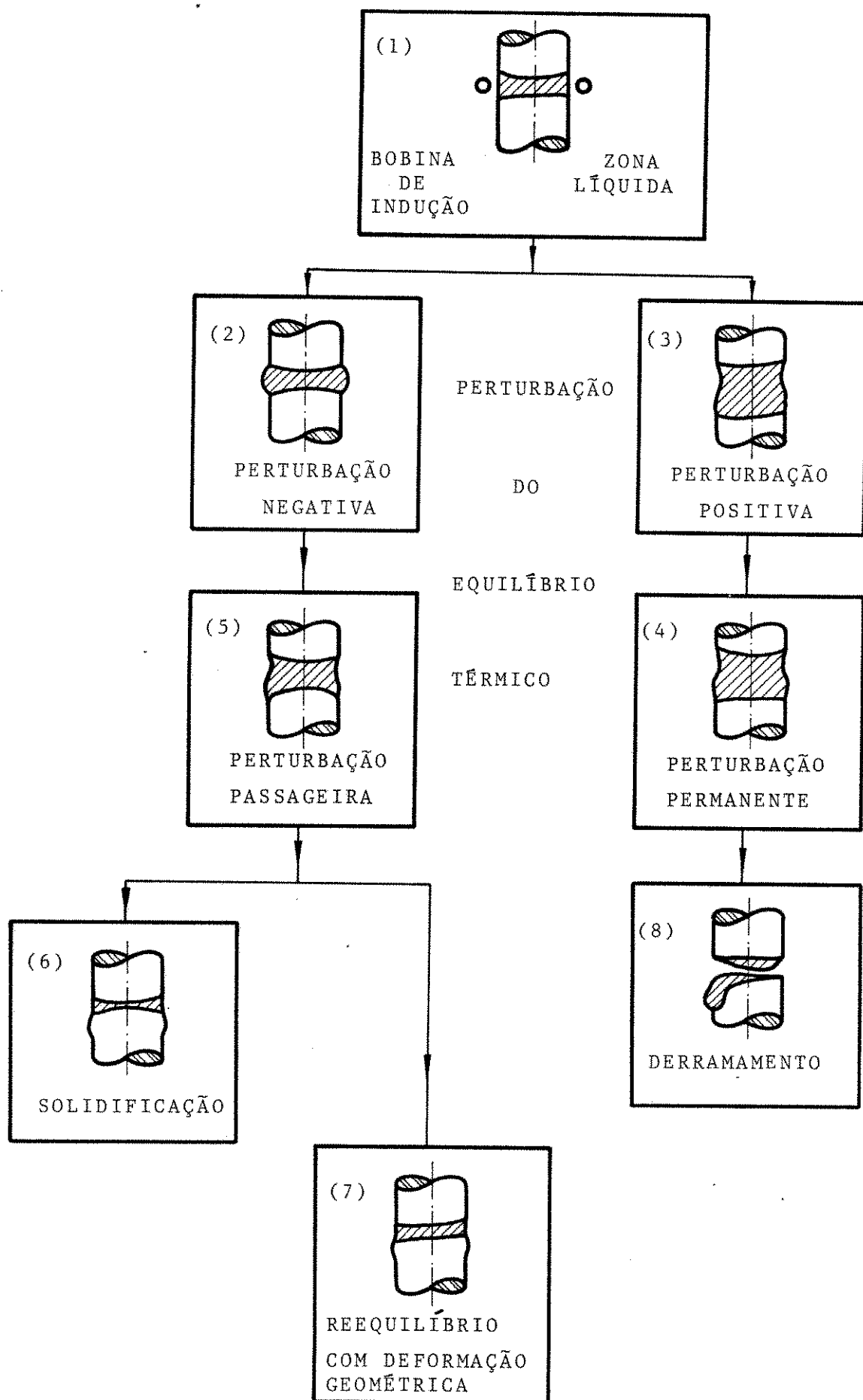
O gradiente térmico longitudinal, define basicamente o tipo de interface de solidificação e a velocidade de crescimento, enquanto que o gradiente térmico transversal - tem relação direta com as curvas isotérmicas e, portanto, influencia diretamente o formato da zona e a heterogeneidade radial.

O controle destes gradientes podem ser feitos por:

- ajuste do sistema de aquecimento;
- dissipação de calor por condução, fazendo-se uso de eixos refrigerados;
- resfriamento por injeção radial de gás.

### III.9 - Comprimento da Zona de Fusão

A estabilidade da zona fluida, depende, além dos fatores já citados, do comprimento da zona líquida.



EVOLUÇÃO DA ZONA DE FUSÃO SUJEITA A PERTURBAÇÕES DE EQUILÍBRIO TÉRMICO

FIGURA 3.5 (35)

De acordo com HEYWANG (7), o comprimento máximo da zona líquida, para um material qualquer, é dado pela relação:

$$L_{\max} \approx 2,8 \sqrt{\frac{\sigma}{\rho \cdot g}} \quad (\text{EQ. 3.1})$$

onde  $\sigma$  - é a tensão superficial do líquido  
 $\rho$  - densidade  
 $g$  - aceleração da gravidade

Para o Silício que tem  $\sigma = 72 \text{ N/m}^2$  e ...  
 $\rho = 2,33 \text{ g/cm}^3$ , o comprimento máximo da zona líquida é da ordem de 16 mm.

Heywang ao analisar as condições de estabilidade de uma barra cilíndrica na fusão zonal flutuante, considerou as seguintes condições:

- as interfaces sólido-líquido são planas e horizontais;
- não há variação da densidade do líquido;
- a zona líquida não se movimenta;
- o líquido provoca completo molhamento das faces sólidas.

Na prática, as interfaces sólido-líquido não são planas e o formato da zona é função da direção de movimento da barra da intensidade de agitação da zona líquida e da condutividade térmica ao longo da barra.

De forma geral, para barras de pequeno diâmetro (cerca de 5mm), o comprimento da zona líquida assume valores aproximadamente iguais ao diâmetro.

### III.10 - Fontes de Aquecimento

A potência necessária para produzir e manter a zona líquida, pode ser conseguida de inúmeras formas, como já citamos anteriormente. Usualmente, dois métodos são os mais empregados. O aquecimento por bombardeamento de elétrons e o que utiliza uma fonte de R.F. para aquecimento por indução.

Faz-se uso do primeiro, quando se pretende processar materiais de alto ponto de fusão. No caso do Silício, que tem ponto de fusão considerado intermediário, geralmente emprega-se o aquecimento por indução.

### III.11 - Aquecimento por Bombardeamento de Elétrons

O aquecimento, no processo de fusão zonal flutuante, por meio de bombardeamento eletrônico, foi utilizado primeiramente por A. CALVERLEY et al (8) em 1957.

Os problemas apresentados eram geralmente de ordem prática. Por exemplo, o diâmetro máximo das barras de Si ficavam limitados a 10 mm, as de Tungstênio a 5 mm e isto, segundo o próprio autor, não se deviam a limitações teóricas e sim do próprio aparelho (FIG 3.6).

O vácuo conseguido era suficiente para o processo ( $4 \times 10^{-4}$  Pa, reduzindo-se durante a operação para valores de  $2 \times 10^{-3}$  a  $5 \times 10^{-2}$  Pa). A principal limitação devia-se à câmara que era um tubo de vidro refratário com 500 mm (20 pol) de comprimento e 152,4 mm (6 pol) de diâmetro interno.

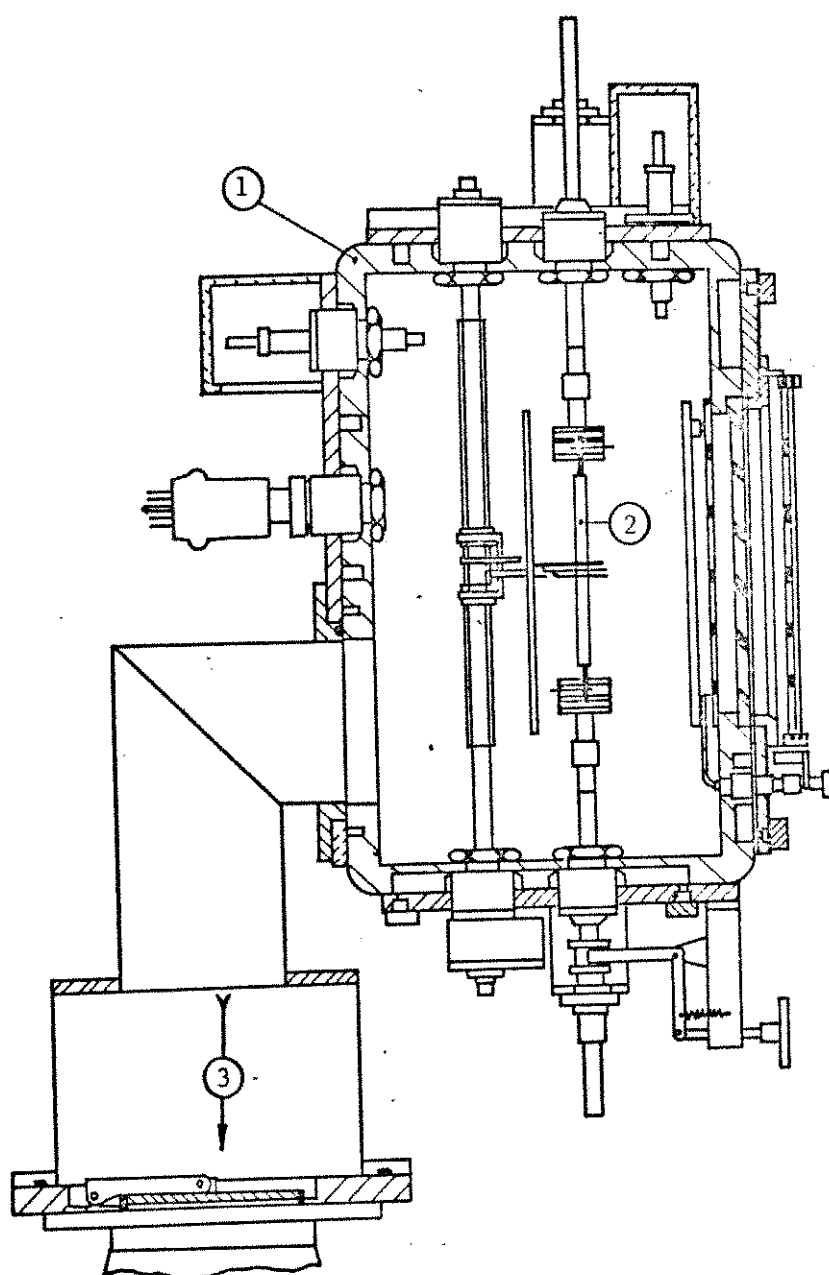
Os catodos eram de tungstênio e foram utilizados dois modelos. O primeiro, um fio de 0,25mm (0,010 pol) de diâmetro e o segundo um anel com espessura variando entre 0,25 e 0,50 mm (0,010 e 0,020 pol).

Como resultado foram obtidos monocristais de diversos materiais, tais como, Tungstênio, Tântalo, Molibidênio, Vanádio, Níquel e inclusive, Silício (fazendo-se uso de uma semente).

A visibilidade do interior da câmara, devido a evaporação de materiais com alto ponto de fusão e alta pressão de vapor e à contaminação oriunda do catodo de tungstênio, que na temperatura de trabalho (da ordem de  $2.300^{\circ}$  C) tem uma pressão de vapor de  $10^{-4}$  Pa, foram problemas contornados posteriormente.

Em 1959, o mesmo pesquisador, apresentou um modelo melhorado, com uma câmara construída em metal o que permitia, entre outras coisas, alto vácuo ( $10^{-4}$  Pa), velocidade





- ① Câmara de atmosfera controlada
- ② Barra a ser trabalhada
- ③ Sistema de vácuo

ESQUEMA DE UMA INSTALAÇÃO PARA  
PURIFICAÇÃO DE METAIS, COM AQUECIMENTO POR FEIXE ELETRÔNICO

FIGURA 3.6 (36)

des de deslocamento de 0 a 3.500 mm/h e potência de bombardeamento em torno de 5 KW.

### III.12 - Características básicas do sistema e das fontes de emissão (9)

Geralmente, para o Silício, a fusão por bombardeamento eletrônico é utilizada em casos especiais de barras com grandes diâmetros. Queremos neste trabalho, apenas caracterizar, sucintamente, os elementos básicos do sistema e os tipos de fontes de emissão utilizados neste caso.

São quatro as unidades principais, necessárias à fusão por bombardeamento eletrônico:

- gerador de alta tensão; circuito limitador de corrente; controlador da corrente de emissão; fonte de emissão.

As disposições básicas do cátodo e ânodo podem ser:

- cátodo isolado e barra servindo de ânodo; cátodo e ânodo isolados.

A escolha do melhor tipo depende, principalmente, do material a ser fundido e de suas dimensões. As relações entre temperatura do filamento, voltagem anódica e corrente de emissão, são variáveis dependentes, basicamente, do vácuo no interior da câmara.

As impurezas voláteis e o próprio material da barra ao atingirem a pressão de vapor, produzem condensação no interior do forno e sobre o cátodo, de forma que é conveniente, às vezes, protegê-lo. Neste caso, utilizam-se cátodos com anel protetor ou placas defletoras (Fig. 3.7A e 3.7B).

Um outro recurso é a aplicação de canhões eletrônicos, que têm como vantagem o controle mais preciso da posição do feixe e intensidade de radiação, mas, são substancialmente mais caros.

### III.13 - Comportamento Térmico e Potência Necessária à Fusão

D.K. Donald (10), determinou a distribuição de temperaturas e potência necessária para manter líquida a zona de fusão de uma barra processada a vácuo, usando como fonte de aquecimento o bombardeamento eletrônico. A análise considerou o equacionamento unidimensional (Fig. 3.8).

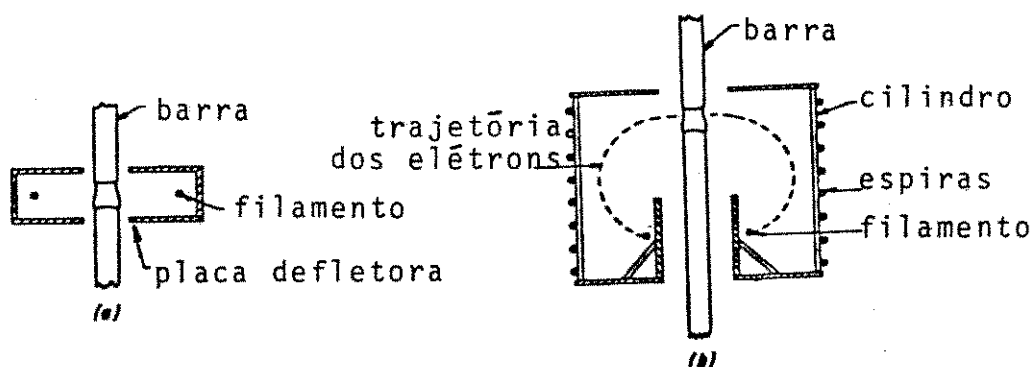
As considerações feitas foram as seguintes:

- o elemento de volume é um disco de comprimento  $dz$  e raio  $R$  (raio da barra);

- energia recebida por condução no elemento de volume é igual a radiação em sua superfície;

- a condutividade térmica  $K$  é considerada constante.

Pode-se determinar a seguinte relação:



ESQUEMAS REPRESENTATIVOS DO SISTEMA DE AQUECIMENTO POR  
FEIXE ELETRÔNICO UTILIZADO NA FUSÃO ZONAL FLUTUANTE.

a) MODELO SIMPLES    b) MODELO DEFLETOR

FIGURA 3.7A (4 - CAP.II)

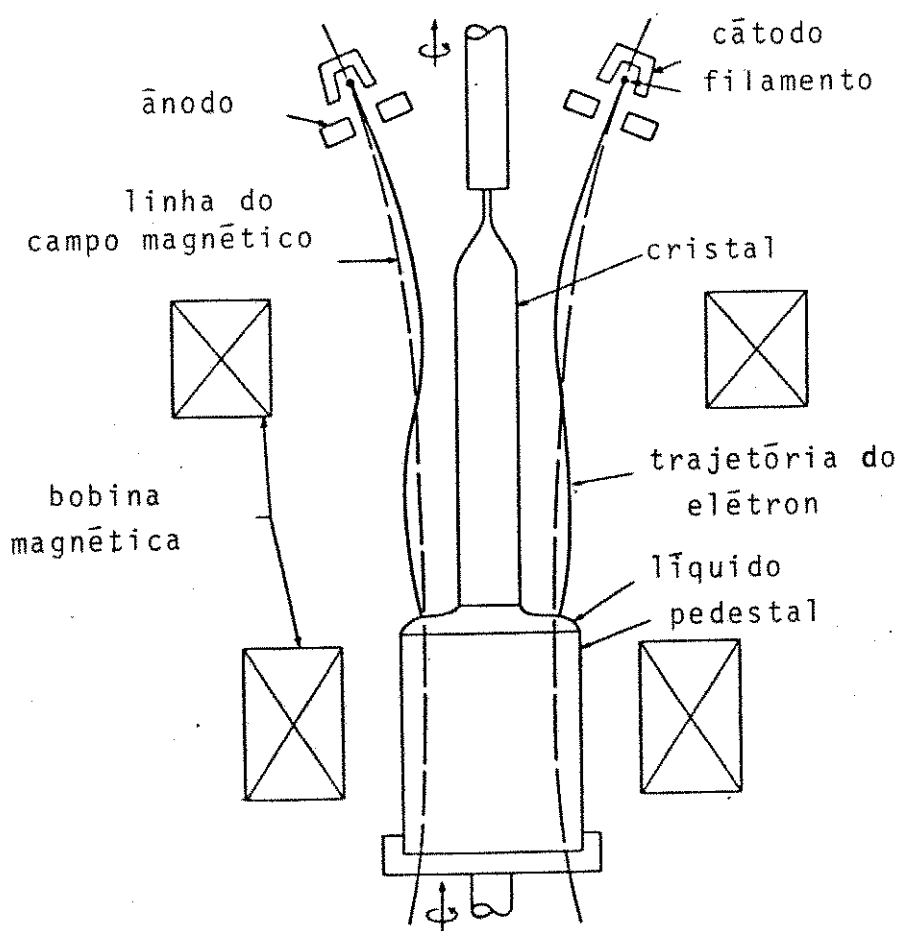


FIGURA 3.7B (32)

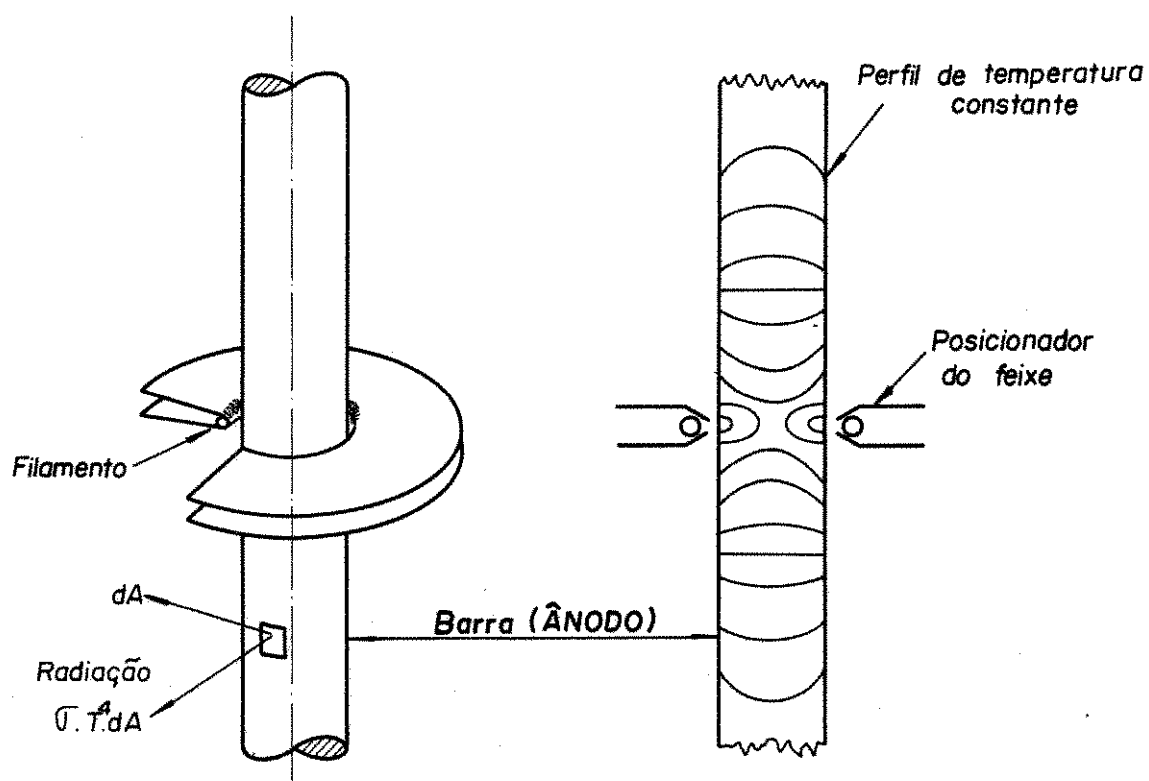


FIGURA 3.8 (10)

$$\pi.R^2.K. \frac{d^2T}{dz^2} . dz = 2. \pi.R.e. \sigma.T^4 dz$$

$$\text{ou } \frac{d^2T}{dz^2} = \frac{2.e. \sigma.T^4}{R.K} \quad (\text{EQ.3.2})$$

onde  $e$  = emissividade total

$\sigma$  = constante de Stefan-Boltzmann

$T$  = temperatura de fusão do material da barra .

A distribuição de temperaturas por perda de calor é dada por:

$$T = T_o \frac{1}{(1 + \frac{z}{\lambda_o})^{2/3}} \quad (\text{EQ. 3.3})$$

sendo  $\lambda_o$  o comprimento característico, definido na origem - para  $z = 0$ .

O comprimento característico  $\lambda$  definido num ponto  $z$  com temperatura  $T$  é dado por:

$$\lambda = \left( \frac{5.K.R}{9.e.\sigma.T^4} \right)^{1/2} \quad (\text{EQ.3.4})$$

A potência teórica absorvida por irradiação - pela superfície da barra é:

$$P = 2.\pi.R. \int_{-\infty}^{\infty} e.\sigma.T^4 dz$$

$$P = 2.\pi.R.e.\sigma.T_o^4 \left( \frac{6}{5} \lambda_o \right) \quad (\text{EQ.3.5})$$

Na prática, a fonte emite calor não apenas linearmente e sim por uma região do espaço. Se considerarmos constante a temperatura da fonte sobre um comprimento  $L$  da barra, poderemos, modificando a equação 3.5 , determinar o valor da potência real:

$$P_{\text{real}} = 2.\pi.R.e.\sigma.T_o^4 . \lambda_o . \left( \frac{6}{5} + \frac{L}{\lambda_o} \right). \quad (\text{EQ.3.6})$$

### III. 14 - Aquecimento por Indução

O aquecimento por indução oferece diversas -

• vantagens. Entre elas destacam-se principalmente a possibilidade (mas não necessidade como no caso anterior) de trabalhar em alto vácuo, menor contaminação pela não utilização de eletrodos e a possibilidade de atmosfera de gás inerte. Esta última é importante quando se trabalha com materiais de alta pressão de vapor e ponto de fusão elevado.

Pode-se destacar também o efeito da levitação eletromagnética que, principalmente, no caso de materiais de baixa tensão superficial e alta condutividade térmica (Cobre por exemplo) ajuda a manter a zona líquida (11).

### III.15 - Frequência da fonte e avaliação da potência necessária à fusão

Conforme BUEHLER (12), a frequência ótima para a fusão zonal, pode ser estimada pela relação:

$$f_o = \frac{6,25 \cdot \rho}{8 \cdot \pi^2 \cdot \mu \cdot R_o^2} \quad (\text{EQ. 3.7})$$

onde  $R_o$  : raio da barra

$\rho$  : densidade do material

$\mu$  : permeabilidade magnética

$f_o$  : menor frequência que permite transmitir a potência necessária

Para uma barra de Silício de 10 mm de diâmetro,  $f_o$  é da ordem de 3,1 MHz.

Segundo as normas ASTM, a faixa de frequência utilizada na fusão do Si, varia entre 450 KHz e 5,0 MHz.(4).

Entretanto GUPTA et al (13), mostraram que com frequências da ordem de 460 KHz, ocorria a formação de uma casca sólida na superfície da barra. Este fenômeno diminuía à medida que era aumentada a frequência e, desaparecia completamente para valores próximos de 3,0 MHz. Isto deve-se à diferença de temperatura entre a superfície e o interior da barra que é função da frequência, como é mostrado na Fig. 3.9.

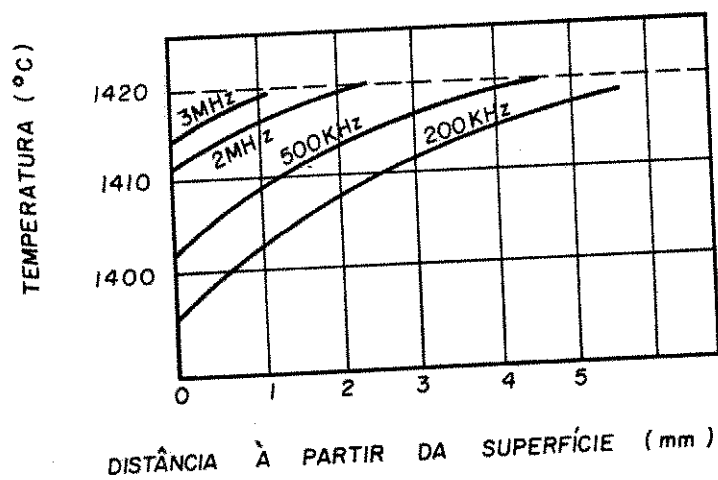


FIGURA 3.9 (13)



A potência necessária para fundir e manter líquida a zona, pode ser estimada de forma teórica, mas deve-se levar em conta que, devido ao baixo rendimento na transferência de potência da bobina para a barra, os valores calculados são bastante diferentes dos utilizados em operação.

Para um cilindro de secção transversal uniforme e utilizando-se uma bobina helicoidal, segundo Buehler, a potência dissipada por centímetro quadrado de área da superfície da barra, pode ser calculada de forma aproximada pela relação:

$$P \approx \frac{H^2 (\bar{R} \cdot \mu \cdot f)^{1/2}}{8 \cdot \pi} \quad (\text{EQ. 3.8})$$

onde:  $\bar{R}$  : resistividade  
 $\mu$  : permeabilidade magnética ( $\approx 1$  para não ferrosos)  
 $f$  : frequência em Hz  
 $H = 4 \cdot \pi \cdot N \cdot I$   
 $N$  : número de espiras  
 $I$  : intensidade de corrente

No modelo teórico desenvolvido por KOBAYASHI (14), estima-se a potência requerida pela expressão:

$$P = \bar{P} (\lambda_s \cdot T_m \cdot r) \quad (\text{EQ. 3.9})$$

onde:  $\bar{P} = 2 \cdot \pi \cdot (0,8H)^{1/2} + 2 \cdot \pi \cdot H \cdot (l/r)$

e  $H = \frac{E \cdot \sigma \cdot T_m^3 \cdot r}{\lambda_s}$

sendo  $P$  : potência  
 $\bar{P}$  : potência adimensional  
 $\lambda_s$  : condutividade térmica do sólido  
 $T_m$  : temperatura de fusão  
 $r$  : raio da barra  
 $H$  : número de Biot  
 $E$  : emissividade  
 $\sigma$  : constante de Stefan-Boltzmann  
 $l/r$  : comprimento adimensional

Considerando-se as propriedades térmicas do Si (vide Tab. 3.2), comprimento de zona de 16 mm e barras com diâmetro máximo de 30 mm, a potência calculada pela Eq. 3.9 é da ordem de 1,2 KW, bem inferior as usuais em operação - (de 5 a 10 KW para barras deste diâmetro).

Pela comparação entre os valores, verificamos que realmente é bastante baixo o rendimento. Isto deve-se - principalmente ao acoplamento bobina-barra, além das perdas nos cabos de alimentação, que podem ser minimizadas com a utilização de barras de Cobre separadas por isolante plástico, fazendo a ligação entre a fonte e a bobina.

### III.16 - Elementos básicos do aquecimento indutivo (15)

Num sistema de aquecimento por indução, pode-se distinguir três elementos principais:

1. Fonte de alta frequência
2. Bobina de indução ou indutor
3. Elemento a ser aquecido.

As fontes podem ser classificadas comercialmente em três categorias que diferem uma da outra pelo sistema empregado para produzir a frequência e pelos valores de potência e frequência disponíveis.

Normalmente, classificam-se em:

- Alternadores (1 a 10 KHz)
- Geradores (25 a 250 KHz)
- Geradores eletrônicos (superior a 100 KHz)

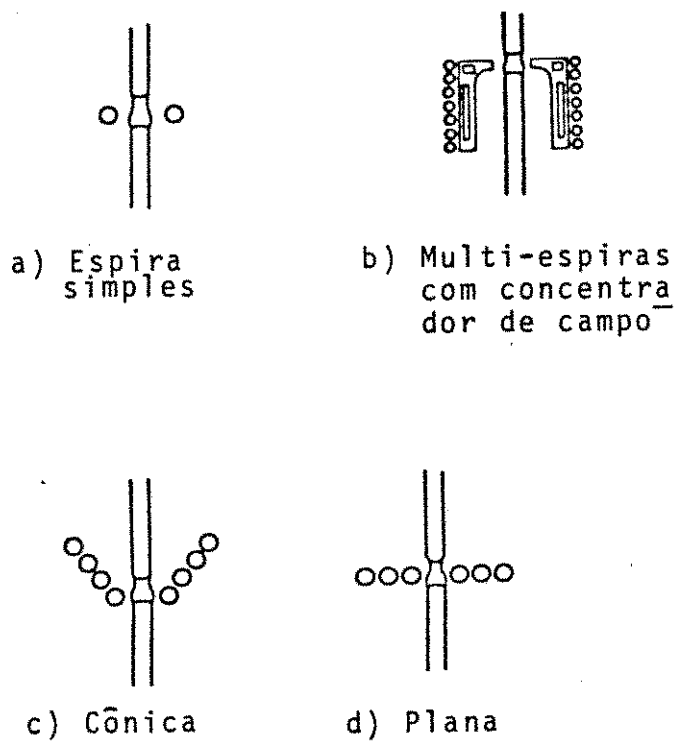
Os indutores podem ter os mais variados formatos.

Agrupando-se em dois grandes conjuntos podemos caracterizá-los em: (Fig. 3.10)

TAB. 3.2 - PROPRIEDADES TÉRMICAS DO SILÍCIO (14)

|             |              |
|-------------|--------------|
| $T_m$       | 1685 K       |
| $\lambda_s$ | 0,220 W/cm.K |
| E           | 0,46         |
| $H^*$       | 0,0570       |
| $\Delta$    | 2,12         |

\* Para cristais de raio 10mm



ESQUEMAS REPRESENTATIVOS DE BOBINAS DE INDUÇÃO  
UTILIZADAS PARA AQUECIMENTO INDUTIVO (RF) NA FU  
SÃO ZONAL FLUTUANTE

FIGURA 3.10 (4 - CAP.II)

1. Monoespiras:
  - formatos especiais
  - usinado em placa
  - usinado em bloco
  - com concentrador de campo
2. Multiespiras:
  - planos
  - cilíndricos
  - cônicos
  - formatos especiais
  - com concentrador de campo

Para fusão zonal, utilizam-se bobinas de espira simples ou multiespiras cônica, plana ou cilíndrica com ou sem concentrador de campo.

Qualquer que seja a forma e a geometria utilizada, a construção deve obedecer aos seguintes critérios básicos:

- A densidade de fluxo magnético sobre a peça é proporcional ao quadrado da distância de acoplamento, portanto, deve-se manter a menor distância possível entre a bobina e a peça. A norma ASTM prevê para o silício, que a distância entre o indutor e a barra seja de no mínimo 1,6 mm (4).

- Na construção de bobinas multiespiras planas ou cilíndricas, deve-se observar que o passo (p) entre as espiras, seja menor ou igual ao diâmetro do tubo ( $p \leq 2D$  - Fig. 3.11).

- Bobinas mono ou multiespiras usinadas em blocos, permitem alterar o formato da zona de fusão (fig.3.12).

- O perfil de aquecimento obtido por um indutor multiespiras pode ser alterado, também, em função de pequenas modificações da geometria e/ou do passo, conforme mostra a fig. 3.13.

- No enrolamento das bobinas, deve-se assegurar que a disposição de construção de duas espiras adjacentes, não diminua o fluxo magnético o que trará, como consequência, uma queda no rendimento térmico (Fig. 3.14).

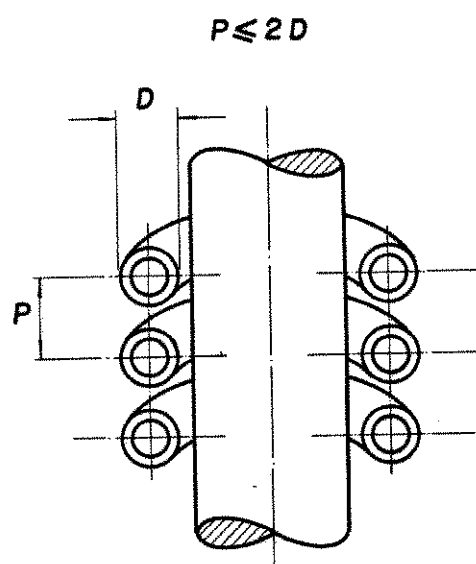


FIGURA 3.11 (15)

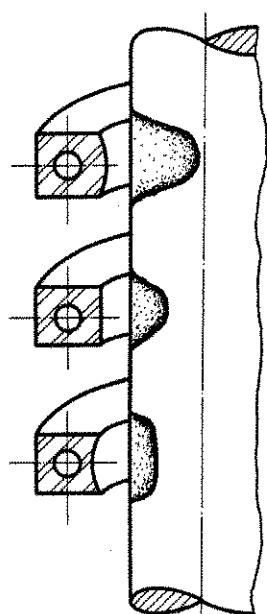


FIGURA 3.12 (15)

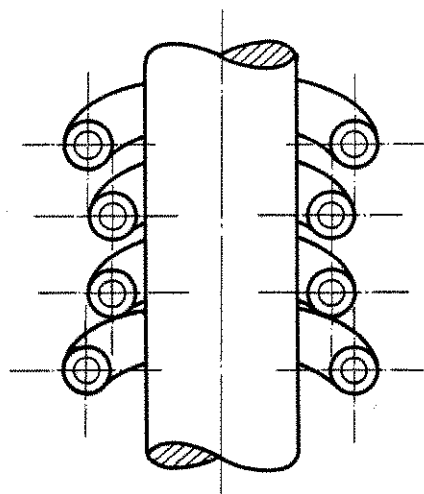
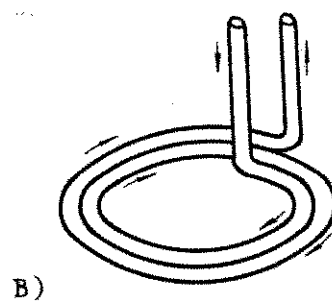
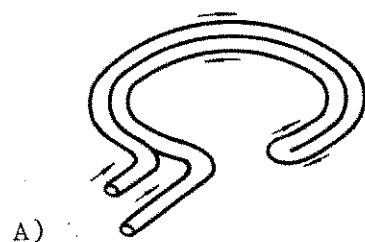


FIGURA 3.13 (15)





A) ANULAÇÃO DO FLUXO

B) CORRETO

FIGURA 3.14 (15)

Além disto, deve-se observar que para baixas frequências, a distribuição de correntes induzidas sobre toda - uma secção transversal, é aproximadamente constante. Com o aumento da frequência, a corrente não se distribui mais igualmente sobre as camadas externas do condutor, ocasionando o que se conhece como "efeito pelicular" (Fig. 3.15). Devido a este fato, podem ocorrer problemas com o resfriamento do indutor.

A resistência própria do material da bobina e, principalmente a utilização de altas frequências, provoca uma elevação considerável de temperatura no indutor.

O canal ou canais de circulação de água de resfriamento, asseguram um funcionamento em temperaturas aceitáveis.

A potência absorvida pela água de resfriamento, pode ser estimada pela fórmula: (EQ.3.10)

$$P = \frac{0,668 \cdot L \cdot (t + 32)}{N}$$

sendo:  $P$  = potência absorvida [KW]

$L$  = quantidade de água [l/min]

$t$  = temperatura em que o indutor deve ser mantido [ $^{\circ}\text{C}$ ]

$N$  = rendimento térmico [ $\approx 80\%$ ]

A densidade de potência a ser aplicada à superfície da barra, determina a quantidade de calor para elevação da temperatura.

Para uma dada massa a ser aquecida, pode-se utilizar a fórmula:

Densidade de corrente

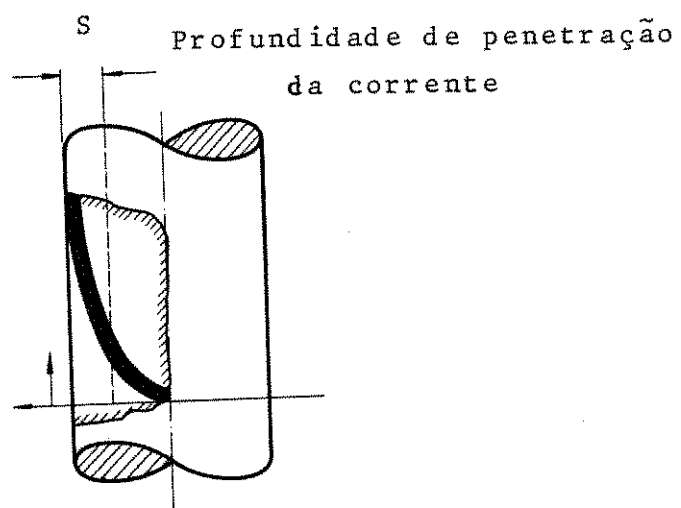


FIGURA 3.15 (15)

$$Q = \frac{m.c.(t_2-t_1)}{\theta} \quad (\text{EQ. 3.11})$$

Sendo:  $Q$  = quantidade de calor [Kcal/s] por unidade de tempo

$m$  = massa do material a aquecer [g]

$c$  = calor específico do material [Kcal/g°C]

$t_2$  = temperatura final [°C]

$t_1$  = temperatura inicial [°C]

$\theta$  = tempo [s]

A profundidade de penetração de corrente ( $S$ ) pode ser avaliada pela expressão:

$$S = \left( \frac{\bar{R} \times 10^9}{2 \cdot \pi \cdot \sqrt{2} \cdot \mu \cdot f} \right)^{1/2} \quad (\text{EQ.3.12})$$

ou  $S = 3,560 \left( \frac{\bar{R}}{\mu f} \right)^{1/2}$

sendo:  $\bar{R}$  = resistividade [ohm.cm<sup>-3</sup>]

$f$  = frequência [Hz]

$\mu$  = permeabilidade magnética ( $\approx 1$  para não ferrosos)

A Técnica do Pedestal

A técnica do pedestal foi introduzida por WIL-  
LIAN C.DASH (16) e publicada em 1957. Descreve um processo  
de obtenção de cristais de Silício sem discordâncias detectá-  
veis, segundo o próprio autor.

Esta técnica foi inventada por LOGAN e PETERS  
(17) quando descreveram a possibilidade de reduzir sensivel-  
mente o percentual de oxigênio dissolvido no Si e a diminui-  
ção do tamanho dos pontos de descontinuidade (pontos de cor-  
rosão).

Dash utilizou um tubo de quartzo como câmara,  
dentro da qual foi produzida uma atmosfera de argônio. Um -  
pedestal de Si com 12,5 mm (1/2") de diâmetro foi utilizado  
como base. Um disco sólido de Si, pesando entre 2 e 3 gra-  
mas, foi colocado no topo do pedestal. A seguir, o disco -  
foi aquecido por meio de uma bobina de indução, até a fusão.

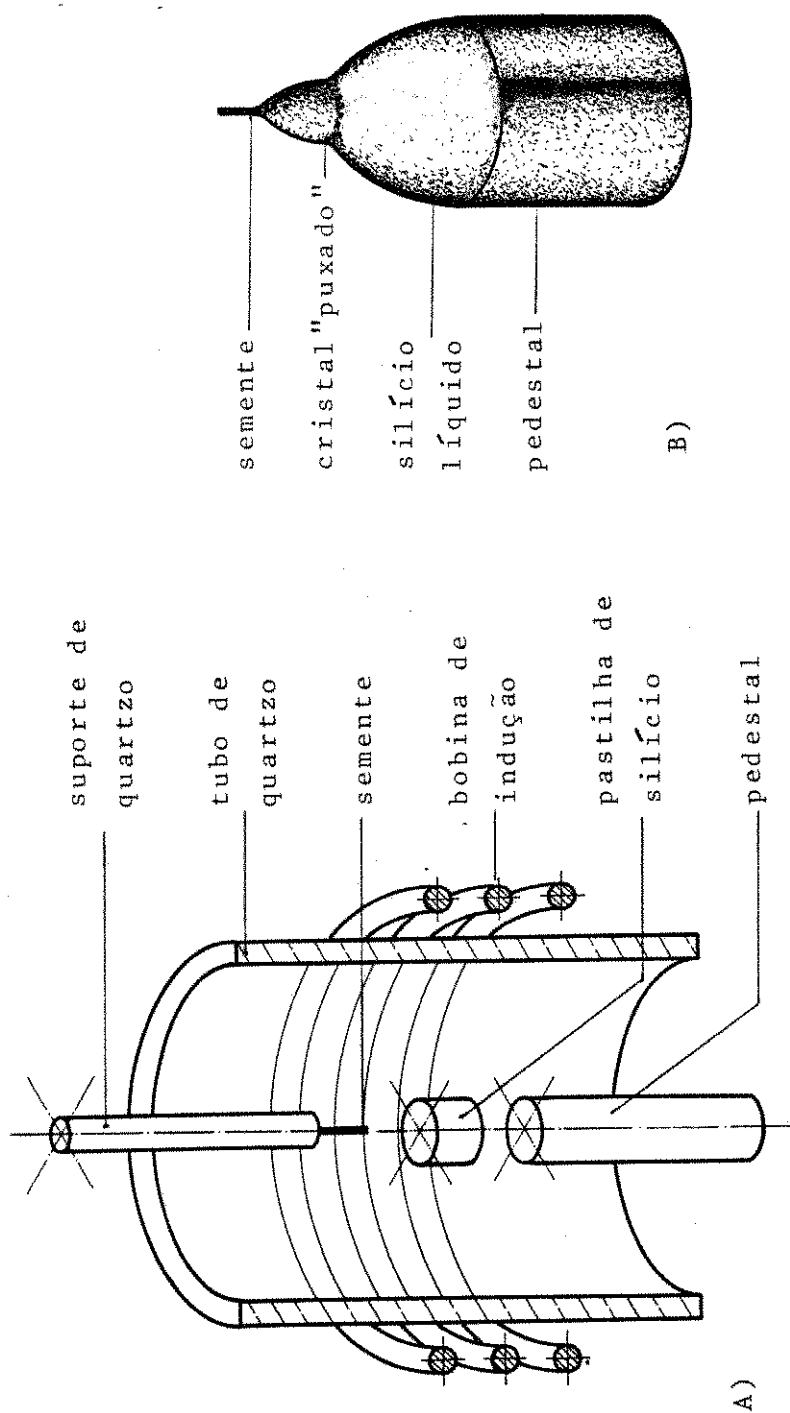
Segundo a descrição do pesquisador, "o Silício  
mantém-se sobre o pedestal devido a sua alta tensão superfí-  
cial e também em virtude da levitação eletromagnética provo-  
cada pela bobina"...

Uma semente de diâmetro 0,25 mm (0,010") foi -  
levada até a massa líquida e iniciou-se o puxamento de for-  
ma análoga ao do processo Czochralski, conforme é mostrado  
na Fig. 3.16.

Para determinação das deslocções contidas no  
cristal puxado, este foi seccionado conforme mostra a Fig.-  
3.17 para exame com luz infravermelha. Do exame, Dash con-  
cluiu que este método permitia crescer cristais livres de -  
oxigênio detectável e sem deslocções observáveis.

III.18 - Fatores de influência no puxamento diferencial

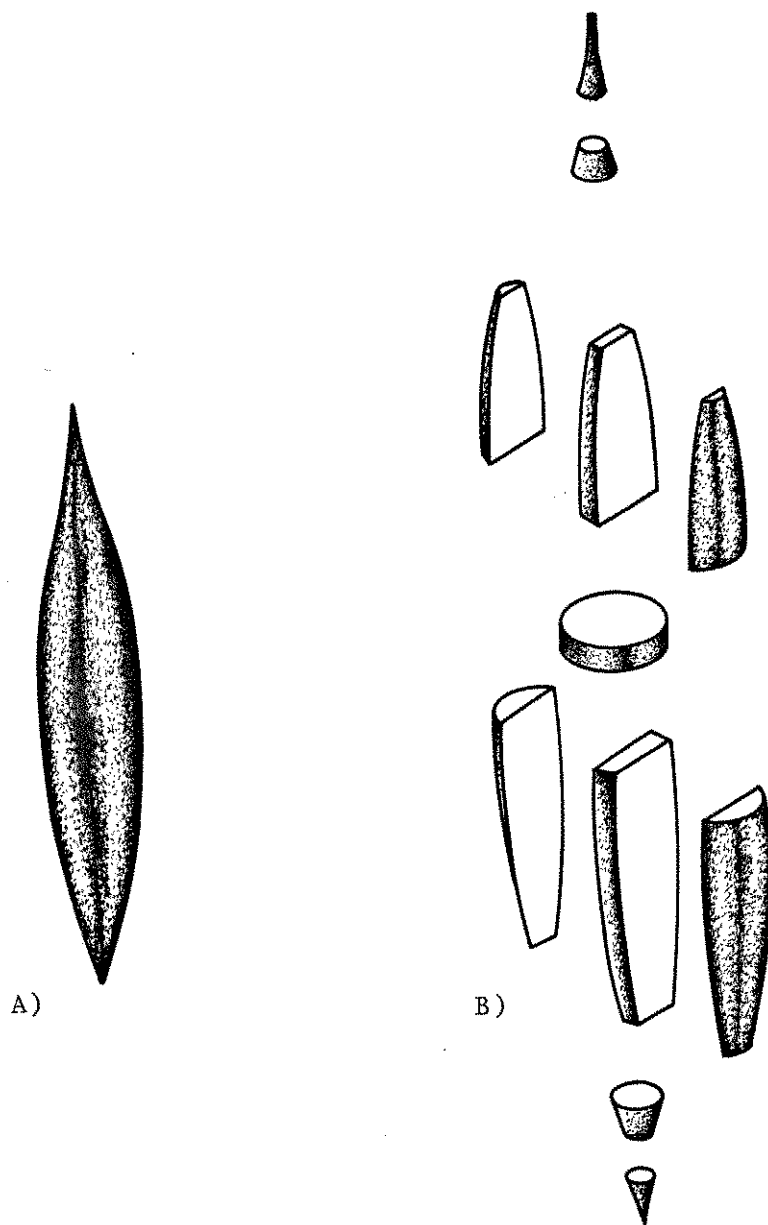
Vários são os fatores que interferem direta ou  
indiretamente na qualidade dos cristais obtidos pela técnica  
do pedestal. Os de maior importância são a distribuição de



A) Esquema do Equipamento utilizado por DASH na aplicação da técnica do pedestal.

B) Pedestal durante o crescimento do cristal.

FIGURA 3.16 (16)



A) Formato do cristal obtido por DASH

B) Cristal seccionado para análise

FIGURA 3.17 (16)

temperaturas e a velocidade de puxamento visto que trazem consequência diretas principalmente sobre:

- o formato das interfaces ( 18 )
- a taxa de crescimento ( 19, 20 )
- defeitos pontuais ( 21 )
- microdefeitos ( 22, 23 )

### III.19 - Efeitos da Temperatura

Por influência da temperatura, os microdefeitos podem levar a deformações mensuráveis macroscopicamente - ( 24 ).

Estudos sobre a formação de defeitos em cristais ( 25 ), mostraram que as velocidades de resfriamento do cristal e o gradiente de temperaturas nas interfaces sólido-líquido quando não controladas, se tornam críticas na geração e crescimento de microdefeitos.

As interfaces de crescimento do cristal podem ser côncavas ou convexas. Dois parâmetros primários interferem diretamente no formato das interfaces ( 26 ):

- a) o calor latente de fusão (11 Kcal/mol para o Si)
- b) o aquecimento superficial característico dos sistemas de indução.

No caso de aquecimento por fonte de R.F., o formato da bobina tem importância primária no processo, pois interfere diretamente no perfil de temperatura da zona fundida, além do que a levitação eletromagnética auxilia a manutenção da zona líquida.

### III.20 - Velocidade de Puxamento

Para que haja continuidade no processo de crescimento, as velocidades de puxamento da barra fina e do deslocamento do pedestal devem obedecer a relação: ( 27 )



$$V_p = V_f \cdot \frac{D_f^2}{D_p^2} \quad (\text{EQ. 3.13})$$

onde:

$V_p$  : velocidade de deslocamento do pedestal

$V_f$  : velocidade de puxamento da barra fina

$D_f$  : diâmetro da barra fina

$D_p$  : diâmetro do pedestal

### III.21 - Distribuição de Impurezas no Silício (3)

O coeficiente de distribuição de impurezas  $K$ , é o principal fator em relação ao nível de purificação alcançado na fusão zonal.

Da Tab. 2.1, observa-se que a maioria das impurezas no Silício, apresentam valores de  $K$  bem inferiores a unidade. Para estes elementos pode-se garantir a eficácia da purificação.

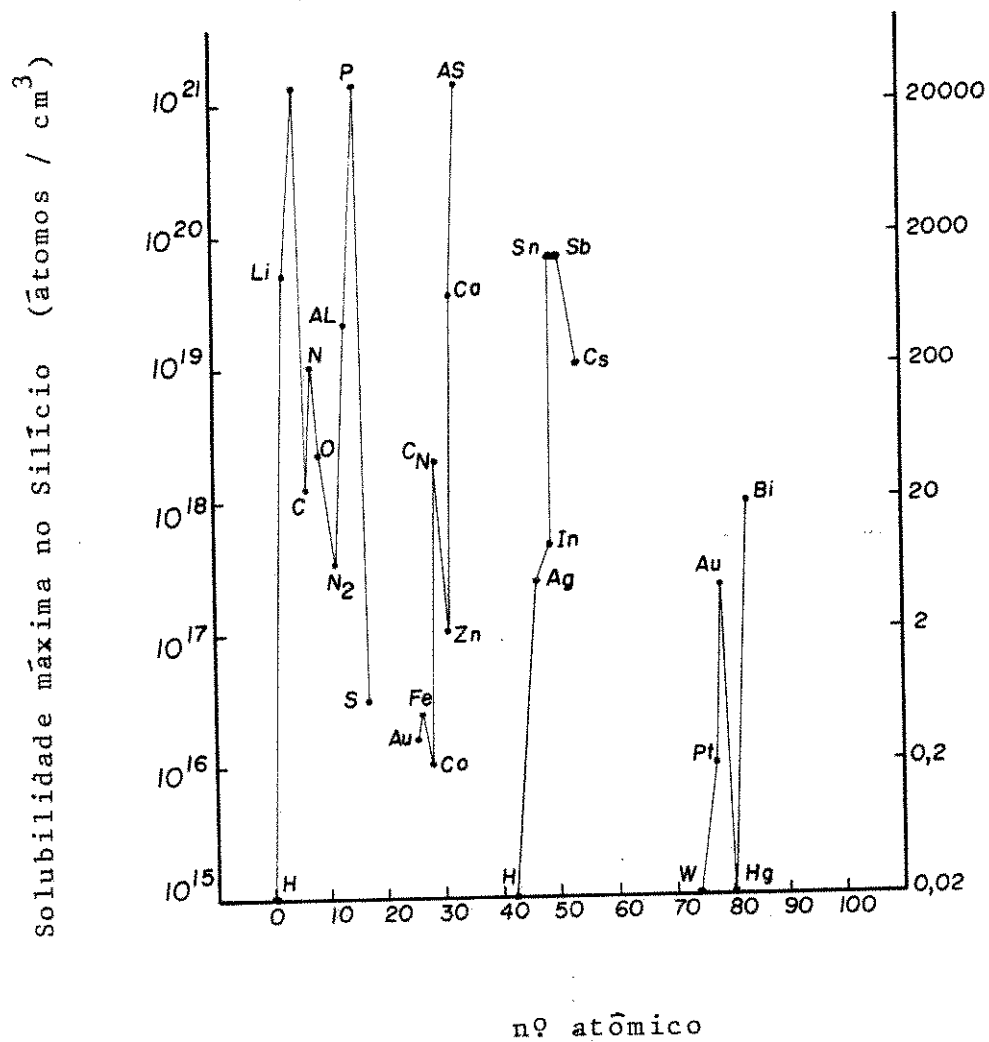
No caso de impurezas com coeficientes intermédios (P, O, As, etc), procedendo-se a diversas passagens - da zona líquida pela barra, pode-se obter a remoção.

A grande excessão é o Boro ( $K = 0,8$ ), que para ser retirado, deve ser submetido, anteriormente, a uma etapa de purificação química.

Existem, entretanto, outros fatores que interferem na obtenção do Silício dito de Grau Eletrônico.

O Silício tem comportamento anômalo em relação aos metais. Cristaliza-se na estrutura cúbica do diamante com grandes interstícios no interior da célula unitária, permitindo a difusão rápida de impurezas intersticiais em sua rede. O coeficiente de difusão de impurezas no Silício sólido é, portanto, outro fator a ser considerado.

Outro ponto, é a máxima solubilidade sólida - das impurezas (Fig.3.18). Impurezas com alto coeficiente de difusão tem pequena solubilidade sólida máxima, com o inconveniente de apresentarem "Solubilidade retrógrada".



Solubilidade máxima de vários elementos  
no Silício.

FIGURA 3.18 (3)

O caráter p-n é outro fator a observar. Este é dado pelos níveis de energia introduzidos no interior do gap - proibido entre as bandas de valência e condução.

Finalmente, consideremos que os defeitos encontrados na rede cristalina do Silício (contornos de grãos, discordâncias, maclas, vacâncias, etc), também produzem níveis de energia no interior do gap, tendo caráter elétrico ativo, levando-nos a afirmar que a produção de monocristais livres de defeitos, também influi na purificação.

### III.22      Equacionamento das Impurezas pelo Coeficiente de Segregação

Vários pesquisadores têm feito estudos para equacionar a distribuição de impurezas em barras de Si obtidas por puxamento diferencial (28, 29, 30).

Para o equacionamento, são feitas as seguintes - considerações (Vide Fig. 3.19) (31):

- a) A zona líquida tem concentração uniforme de soluto  $C_1$ , em qualquer posição do volume  $V_0$  e, o formato cônico;
- b) o volume da zona líquida é constante durante o crescimento;
- c) a temperatura de toda a zona líquida é constante;
- d) as interfaces de solidificação e fusão movimentam-se com velocidades  $V_f$  e  $V_m$  respectivamente.

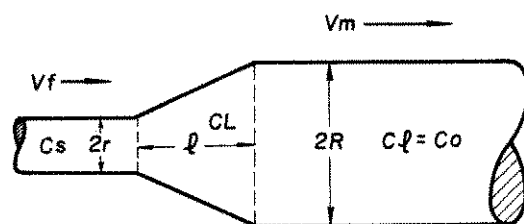


FIGURA 3.19 (31)

e) as impurezas do pedestal são uniformemente distribuídas ao longo do comprimento e têm concentração  $C_0$ .

f) os diâmetros da barra fina e do pedestal são respectivamente  $2r$  e  $2R$ .

g) a concentração de impurezas nas interfaces sólida e líquida são respectivamente  $C_s$  e  $C_l$ .

A taxa de troca de impurezas na zona líquida em cada momento é dado por:

$$\frac{d(V_0.C_l)}{dt} = \pi.R^2.C_l.V_m - \pi.r^2.C_s.V_f \quad (\text{EQ.3.14})$$

Substituindo  $C_l = \frac{C_f}{K}$  onde  $K$  é o coeficiente de segregação efetivo de soluto,  $C_l = C_0$  e fazendo-se a integração da equação temos:

$$\frac{C_s}{C_0} = \frac{P^2.V_m}{r^2.V_f} - \left( \frac{P^2.V_m}{r^2.V_f} - K \right) \exp \left( - \frac{\pi.r^2.K.V_f.t}{V_0} \right) \quad (\text{EQ.3.15})$$

Para o volume constante da zona líquida:

$$\frac{R^2.V_m}{r^2.V_f} \cdot d = 1 \quad (\text{EQ.3.16})$$

sendo  $d$  a relação entre a densidade do pedestal e da barra fina.

Para  $d = 1$ , podemos escrever:

$$\frac{C_s}{C_0} = 1 - (1-K) \exp \left( - \frac{\pi.r^2.K}{V_0} x \right) \quad (\text{EQ.3.17})$$

onde  $x = V_f.t$  representa a razão de crescimento da barra fina.

Pelo item d) das considerações iniciais, podemos escrever:

$$V_0 = \frac{1}{3} \cdot \pi \cdot l (R^2 + r^2 + R.r) \quad (\text{Eq.3.18})$$

Definindo  $R/r = n$  e substituindo a eq.3.18 na eq.3.17, temos:

$$\frac{C_s}{C_o} = 1 - (1-K) \exp \left( - \frac{K \cdot \Psi \cdot x}{l} \right) \quad (\text{EQ.3.19})$$

onde  $\Psi = 3/(n^2 + n + 1)$

Se  $R = r$  ou seja  $n = 1$  a equação 3.19 se reduz a

$$\frac{C_s}{C_o} = 1 - (1-K) \cdot \exp. \left( - \frac{Kx}{l} \right)$$

que é a equação de Pfann definida no Capítulo II.

Na fig. 3.20, temos a curva obtida da equação 3.19 para  $K = 0,35$  (coeficiente de segregação do fósforo no silício), admitindo-se  $R = 10$  mm,  $r = 5$  mm e  $l = 10$  mm. Observa-se que a curva se ajusta bem aos dados experimentais.

### III.23 - Posicionamento da Semente

A semente pode ser posicionada, para dar início ao puxamento da barra, basicamente de duas maneiras:

- a) Centralizada - caso mais usual - Fig.1.9.b e 3.21a.
- b) Excentricamente - Fig.1.9.c, 3.21b e 3.22.

Para o Si, geralmente se emprega o aquecimento por indução e, como já foi dito, o perfil das isoterms é simétrico em relação ao eixo da barra, concluindo-se que a centralização da semente ajuda a estabilizar as interfaces sólido-líquido.

Quando o aquecimento é feito por feixe de elétrons e, particularmente para barras de diâmetro relativamente grande (da ordem de 40 mm), utiliza-se o posicionamento excêntrico conforme relata CISZEK em seu trabalho ( 32 ).

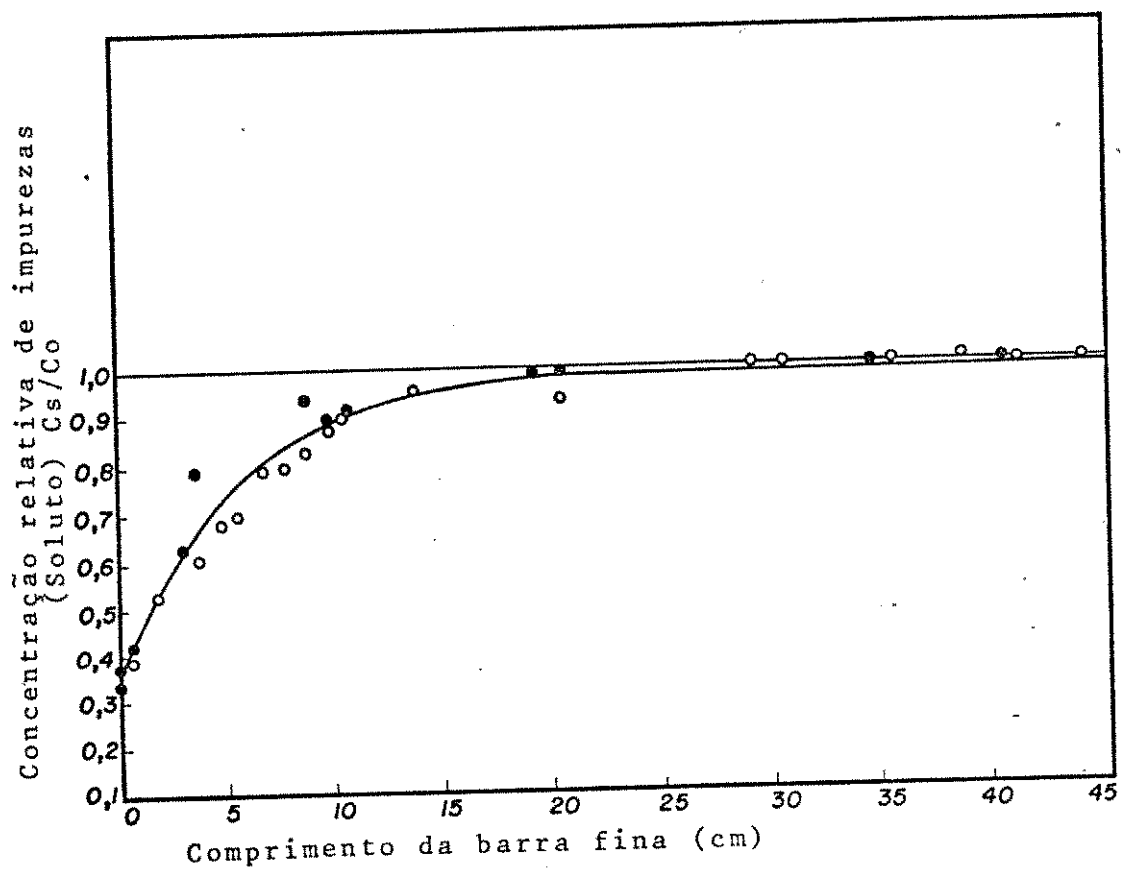
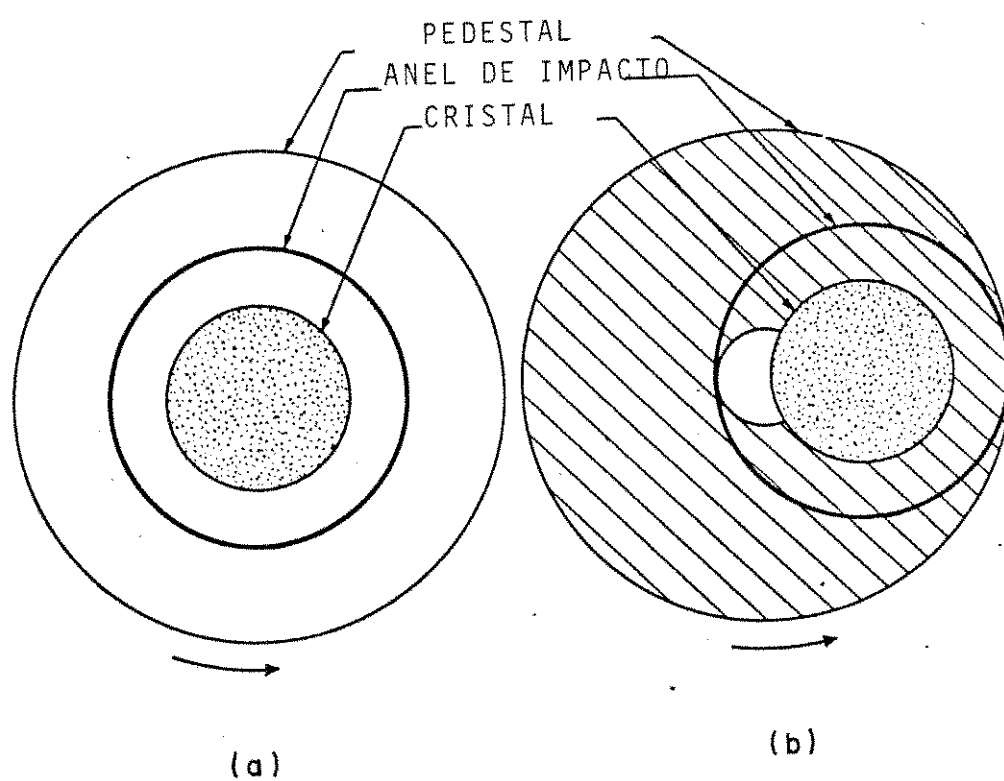


FIGURA 3.20

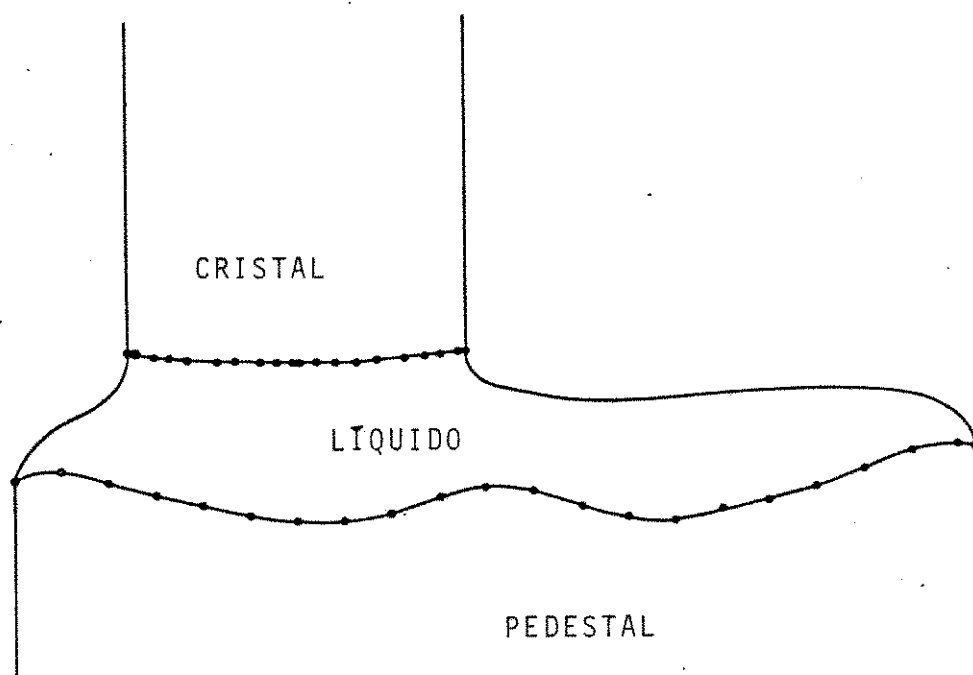


(a) CENTRALIZADA

(b) EXCENTRICA

FIGURA 3.21 (32)





PUXAMENTO EXCENTRICO

FIGURA 3.22 (32)

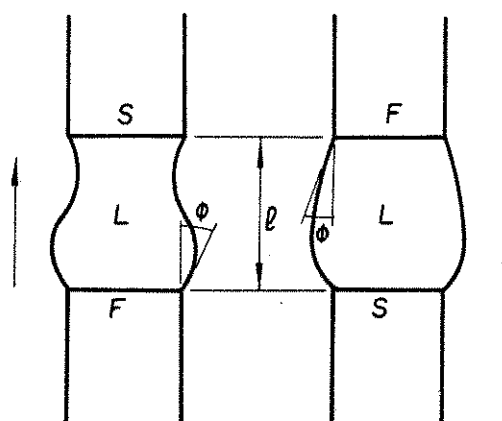
Segundo o pesquisador, há a necessidade de se dirigir o feixe de elétrons excentricamente sobre o topo da barra pois no posicionamento concêntrico, observa-se a formação - de um anel sólido que impede a continuidade do processo. Consequentemente a semente é posicionada excentricamente.

### III.24 - Ângulo do Menisco (33)

Um critério para a estabilidade do cristal é o ângulo relativo formado entre o eixo de crescimento e a superfície líquida na zona de fusão. Este ângulo é designado por  $\theta_0$ .

Os valores de  $\theta_0$  dependem da orientação cristalográfica de crescimento. Para a orientação  $\{1\ 1\ 1\}$  no caso do silício o valor de  $\theta_0 = 11^\circ \pm 1^\circ$  (34) e para a mesma orientação no germânio,  $\theta_0 = 13^\circ \pm 1^\circ$ . A direção de movimento da barra alterna as interfaces de fusão e solidificação, modificando o formato da zona líquida e o ângulo do menisco .

A fig. 3.23 mostra,esquematicamente, o que foi dito.



### ÂNGULO DO MENISCO

- A seta indica o sentido de movimento da barra
- S e F são respectivamente as interfaces de fusão e solidificação.

FIGURA 3.23 (33)

## CAPÍTULO IV - DESENVOLVIMENTO DO PROJETO

### IV.1 - INTRODUÇÃO

Os dados bibliográficos, coletados nos três primeiros capítulos deste trabalho, serviram para fornecer a estrutura básica de informações mínimas indispensáveis à realização do projeto de construção da parte mecânica do protótipo.

Como referência, quatro pontos foram ponderados:

#### a) Pesquisa básica

Coleta de dados que permitiu caracterizar possíveis problemas e respectivas soluções; pontos específicos de aplicações do equipamento; problemas mecânicos tais como: alinhamento de eixos, rigidez, acabamentos superficiais recomendados, nível de vibrações transmitidas, controle da atmosfera da câmara, vedação, etc.

#### b) Desenhos de estudo

Com o sentido de caracterizar um equipamento - simples, preciso e de custo compatível com os objetivos esperados.

#### c) Adaptação

Com o propósito de se atingir o maior índice - de nacionalização possível.

#### d) Especificações e desenvolvimento

Baseando-se, tanto quanto possível, em dados - obtidos em trabalhos anteriores de pesquisa sobre MGEs, realizados no Brasil.

### IV.2 - CONSIDERAÇÕES INICIAIS

Para início do projeto, as principais considerações levantadas da bibliografia, já citada, foram:

- velocidade média de deslocamento dos eixos da -  
ordem de 40 mm/h;
- rotação média da barra de 20 r.p.m.;
- resfriamento dos eixos principais, de modo a man\_ter estáveis suas dimensões e evitar a destruição dos anéis -  
de vedação;
- minimização das vibrações transmitidas à barra,-  
tanto em consequência dos movimentos dos eixos, como da circu\_lação da água de resfriamento;
- utilização de materiais que permitam trabalhar -  
em temperaturas elevadas, sem contaminar a barra;
- disposição dos componentes e qualidade de usina\_gem que permitam movimentos suaves e precisos;
- sistema compatível com o processamento tanto de  
barras grossas como de barras finas;
- posicionamento rápido tanto da barra como da se-  
mente;
- equipamento compacto e de fácil manutenção;
- por se tratar de equipamento de laboratório, o  
sistema deve permitir pequenas adaptações.

Serão considerados três itens:

1. Sistema Mecânico;
2. Sistema de Controle;
3. Sistema de Aquecimento.

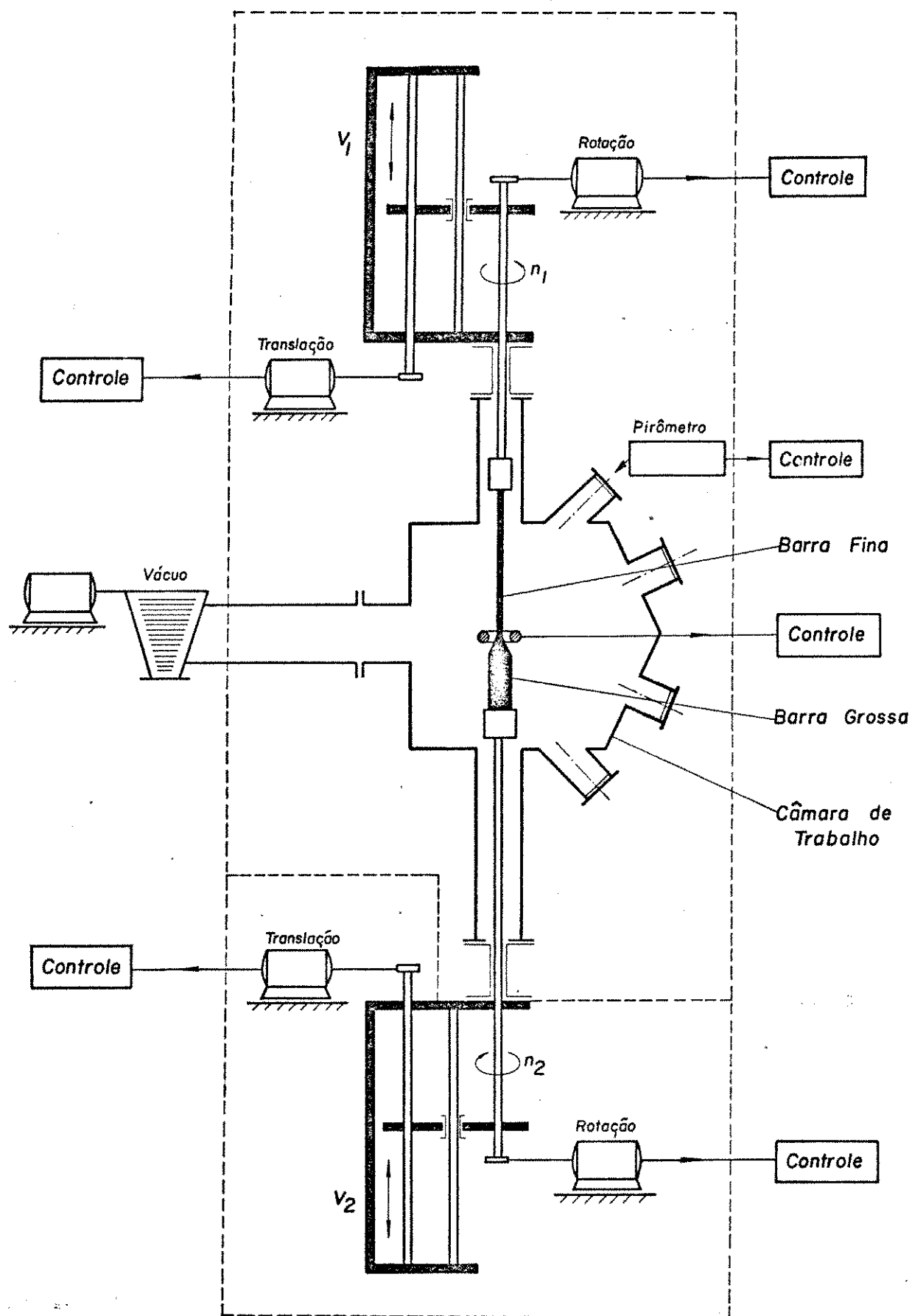
Um esquema geral é mostrado na figura 4.1.

#### IV.3 - Sistema Mecânico

##### IV.3.1 . Cabeçotes de Puxamento

Vários desenhos de estudo foram feitos antes da determinação da forma final dos cabeçotes. A título ilustra\_tivo, apresentamos alguns através dos desenhos D01 e D02.

Para melhor compreensão do texto a seguir, faremos uma breve descrição do mecanismo desenvolvido.



ESQUEMA GERAL  
FIGURA 4.1

Basicamente, os cabeçotes de puxamento foram construídos em dois blocos, sendo o primeiro composto de motor - de translação com redutor e sistema de posicionamento rápido. Um segundo conjunto composto de motor-redutor e respectivos eixos de translação e rotação, é acionado pelo primeiro por meio de um parafuso de esferas recirculantes.

Os dois blocos estão interligados pelas bases inferior e superior e alinhados por eixos guias.

Com a movimentação dos motores independentes, conseguimos rotar e translacionar os eixos separadamente.

Com isto consegue-se o controle independente de - movimentação da barra, bastante sensível, e a minimização das vibrações transmitidas à zona líquida devido ao mecanismo.

A figura 4.2 ilustra o que foi dito.

Os itens apresentados a seguir descrevem o funcionamento de cada subconjunto de cada cabeçote de puxamento.

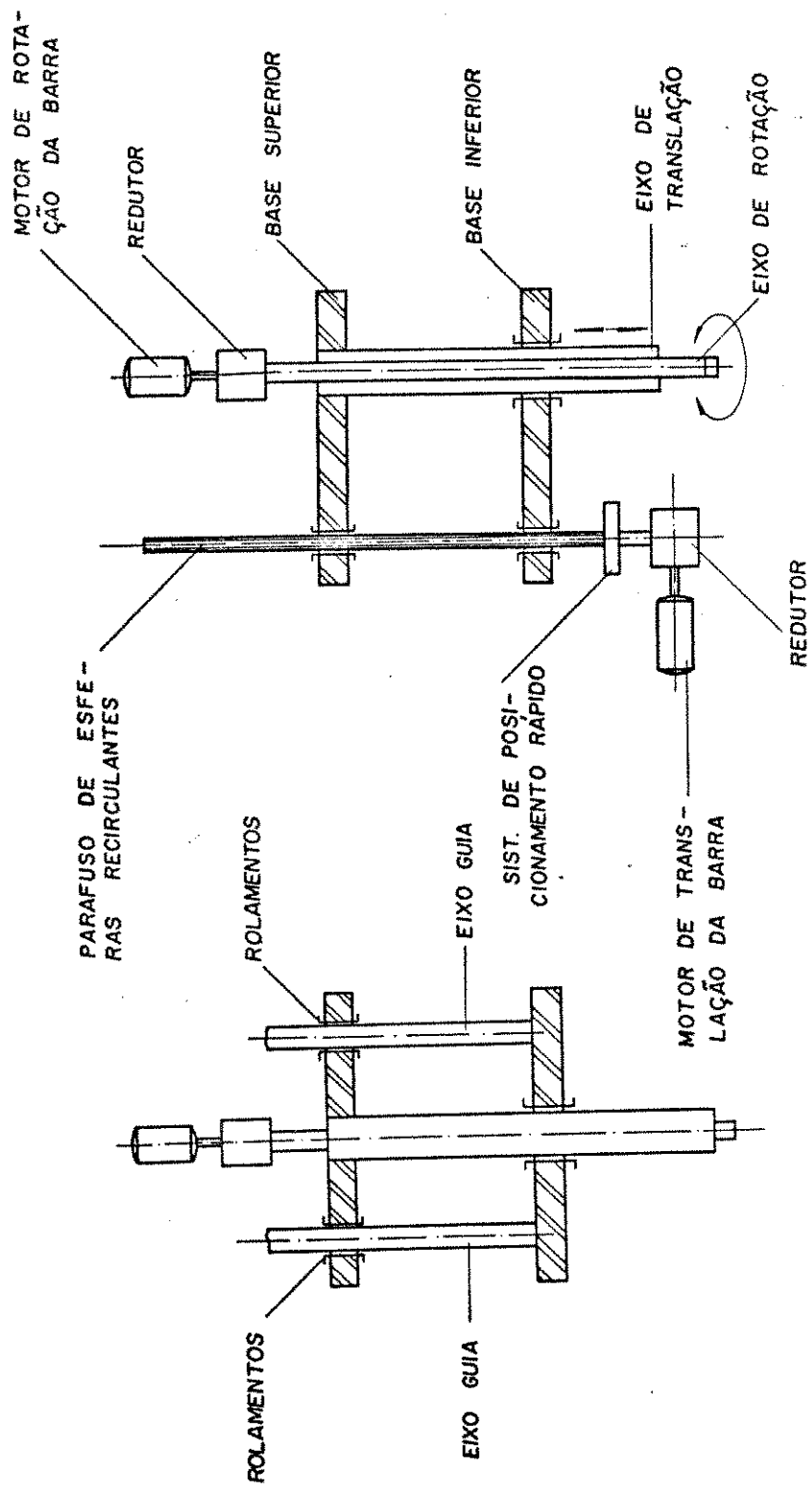
#### IV.3.2 . Translação dos eixos, moto-redutores

Para a escolha dos motores que provocam a translação dos eixos, levou-se em consideração a necessidade de deslocamentos extremamente lentos. Consequentemente as rotações de saída deveriam ser reduzidas e o momento de torção transmitido, constante.

Optou-se por motores cujas características são: \*

- tensão de alimentação: 24 VCC
- potência dissipada: 37 W
- rotação: 2.475 r.p.m.
- rotação de saída: 45 r.p.m.
- torque de travamento: 75 Kpcm
- peso: 1,250 kg

Para as faixas de rotações apresentadas, houve a necessidade de utilizar um redutor. Devido às suas características peculiares em termos de dimensões, materiais dos -



ESQUEMA GERAL DO CABEÇOTE DE PUXAMENTO

FIGURA 4.2



componentes e relação global de transmissão, optou-se pela - construção de um conjunto cujas características permitissem uma relação de transmissão total de 1:400.

As engrenagens de 40 dentes foram cortadas em nylon enquanto que os parafusos de 2 entradas foram usinados - em latão a fim de assegurar o mínimo de vibrações transmitidas.

Para detalhes e conjunto vide desenhos D03/01-03.

#### IV.3.3 . Fusos de movimento

Para movimentação dos eixos pensou-se inicialmente em parafusos de rosca de perfil trapezoidal ou quadrada , mas, algumas limitações, que descreveremos a seguir, nos fizeram optar por outro elemento de transmissão de movimentos. Nos fusos de acionamento convencionais, o coeficiente de atrito entre parafuso e porca varia entre 0,10 e 0,15, dependendo da qualidade de usinagem, sendo que na partida estes valores são acrescidos em aproximadamente 35%.

Ainda que estes coeficientes praticamente independam da carga axial e suas variações possam ser desprezadas - quando em velocidades normais, devido a movimentação extremamente lenta, teríamos, inevitavelmente, a ocorrência do fenômeno de frenagem-escorregamento, trazendo, em consequência - do movimento descontínuo, provável instabilidade da zona líquida pela vibração transmitida.

Outra questão é a folga axial entre porca e parafuso que chega a assumir valores elevados (da ordem de - 0,75 mm) acentuando o problema já citado.

Por estas razões, optou-se por parafusos de esferas recirculantes que, embora tenham um maior custo, mostram melhores características devido a seu princípio de funcionamento e construção. Apresentam, principalmente, um baixo coeficiente de atrito (da ordem de 0,01) e um rendimento mecânico bastante elevado (chegando a 90%).

Um gráfico comparativo pode ser visto na fig. 4.3

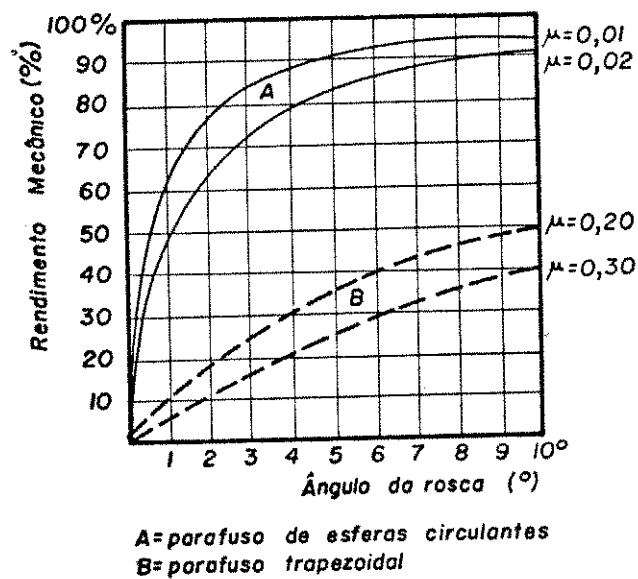


GRÁFICO COMPARATIVO  
 PARAFUSO DE ESFERAS x PARAFUSO TRAPEZOIDAL  
 FIGURA 4.3

A movimentação irregular, característica dos parafusos trapezoidais, não ocorre devido ao contato e recirculação permanente das esferas, permitindo movimentos regulares inclusive em rotações muito baixas.

As folgas axiais nos parafusos da série standart são de 0,25 mm, mas podem ser eliminadas com a utilização de porcas duplas.

No projeto empregamos um parafuso standart da série RM cujas características são: \*

- tolerância de passo em 300 mm, menor que 0,2mm
- eficiência de movimento rotativo para linear: 90%
- eficiência de movimento linear para rotativo: 80%
- material, aço para rolamentos (temperado).

Escolheu-se o parafuso RM 0705C1 cujas dimensões básicas e das extremidades para fixação e posicionamento dos rolamentos são mostradas nas figuras 4.4 e 4.5 respectivamente.

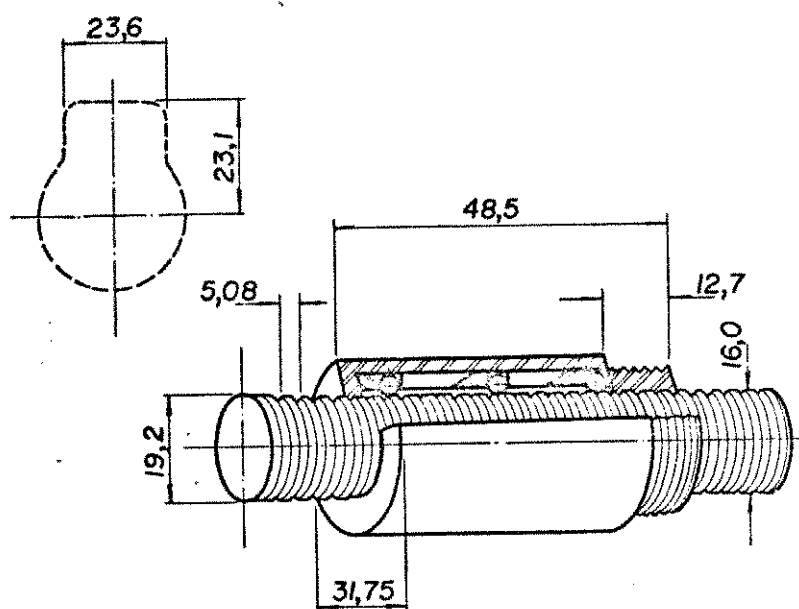
#### IV. 3.4 . Mancais

Devido às características próprias do projeto do cabeçote, utilizamos rolamentos lineares para as guias. Praticamente foram os únicos itens da parte mecânica que recorremos a uma firma importadora.

O uso destes rolamentos deveu-se ao seu baixo coeficiente de atrito (da ordem de 0,0030), grande rigidez dimensional, o que permitiram alinhamentos precisos e ajustes de montagem cujas folgas calculadas para o tipo L.B.A.R. (fechado) são  $F_{\max} = 56 \mu\text{m}$  e  $F_{\min} = 5 \mu\text{m}$  para os eixos de diâmetro 50 mm e  $F_{\max} = 50 \mu\text{m}$  e  $F_{\min} = 5 \mu\text{m}$  para os eixos de 30 mm de diâmetro.

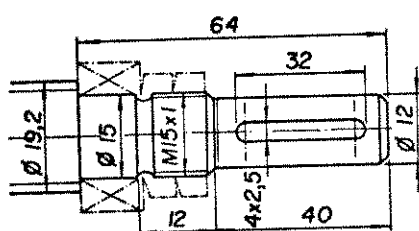
Nos rolamentos tipo L.B.A.T.\* (aberto) as folgas

\* - vide anexo I



DIMENSÕES BÁSICAS DO PARAFUSO DE  
ESFERAS RECIRCULANTES.

FIGURA 4.4



DIMENSÕES DAS EXTREMIDADES DO PARAFUSO  
DE ESFERAS RECIRCULANTES

FIGURA 4.5

de montagens calculadas foram  $F_{\max} = 24 \mu\text{m}$  e  $F_{\min} = 3 \mu\text{m}$ , para eixos de 50 mm de diâmetro.

Em cada cabeçote foram utilizados quatro rolamentos lineares, sendo dois para os eixos guia, um na base inferior para garantir o alinhamento do eixo de translação e um - como guia entre a base superior e o parafuso de esferas recirculantes.

#### IV.3.5 . Rotação da barra - Motor redutor

O conjunto motor redutor, para rotação da barra, é mais simples que o de translação, visto que a rotação do eixo está dentro da faixa de trabalho do motor.

Adaptamos uma correia dentada e um par de rodas - com relação de transmissão 1:2 a fim de garantir o sincronismo de movimento.

Pode-se, desta forma, trabalhar dentro da faixa ótima de rotações do motor que é da ordem de 30 r.p.m.

#### IV.3.6 . Eixos de rotação e translação da barra

O par de eixos concêntricos, que permite os movimentos de rotação e translação da barra, foi projetado para permitir circulação de água internamente a fim de refrigerá-lo.

O eixo externo translaciona a barra enquanto o interno realiza a rotação.

No eixo externo (translação) foram colocadas duas aletas (chicanas) de forma a termos um par de câmaras interligadas pela base.

A água é injetada pelo topo de uma das câmaras, - desce à base do eixo e volta a subir pela outra câmara.

Garantem-se deste modo, a circulação conveniente e a expulsão de bolhas de vapor que eventualmente venham a se formar.

No eixo interno, foi montado um tubo central que - garante a circulação e evita o problema se houver formação de bolhas.

Os esquemas dos eixos podem ser vistos nas figuras 4.6 e 4.7.

Um anel de vedação foi colocado entre os dois eixos e serve para garantir a atmosfera dentro da câmara.

Um desenho esquemático é mostrado na figura 4.8 .

O material dos eixos é o aço AISI 316L, assim como de todas as peças deste conjunto que ficam no interior da câmara (porca de ajuste, anel de encosto e anel trava).

Para detalhes gerais, vide desenho D04/01-03.

#### IV.3.7 . Eixos guia

Servem para garantir o alinhamento de todo o conjunto. Foram usinados em aço ABNT 1045, cementados com 2,2 mm de profundidade e retificados.

Para detalhes vide desenho D05/01-02.

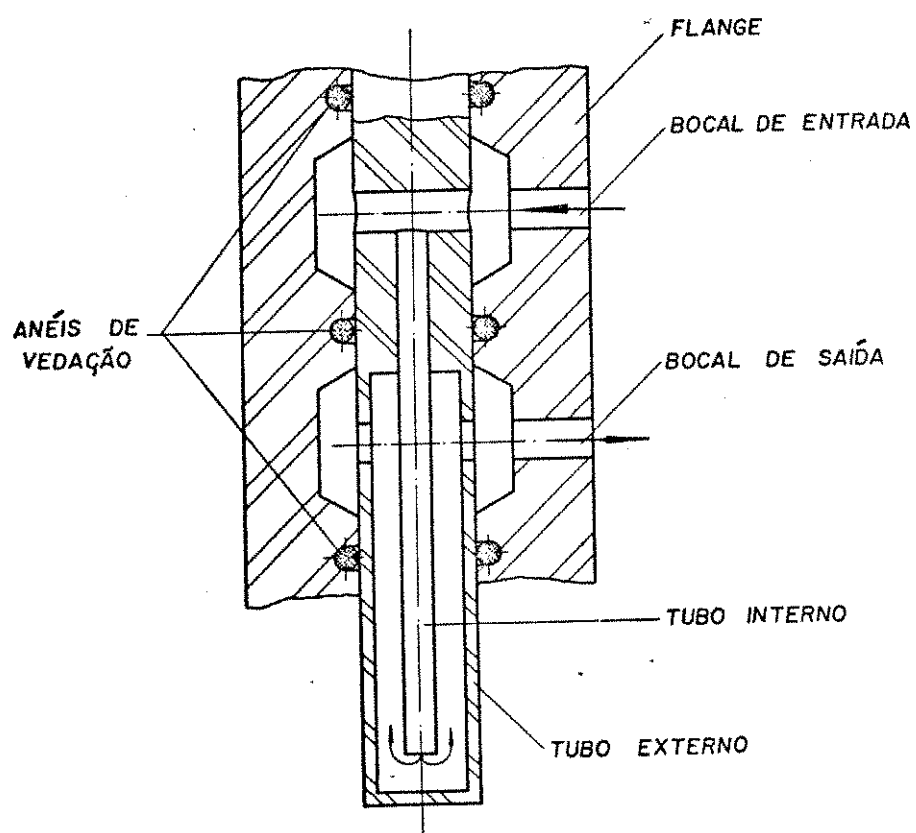
#### IV.3.8 . Dispositivo de posicionamento rápido

Para permitir um posicionamento rápido da barra - quando da preparação da mesma, antes do início da fusão, previu-se um dispositivo simples que permita levar rapidamente o eixo de translação à posição conveniente.

Nas diversas consultas feitas a catálogos, bibliografia especializada e mesmo a equipamentos disponíveis, observou-se que a preparação inicial, ou seja, o posicionamento da barra era conseguido, geralmente, por meio do próprio motor de trabalho acoplado ao eixo. Para tanto, variando-se a rotação, devido à enorme gama disponível de rotações desses motores, os eixos podem ser deslocados tanto lentamente em operação como rapidamente, na preparação.

No entanto, como já citamos anteriormente, os motores disponíveis no mercado nacional não estão dentro de uma faixa de rotações que permita suas aplicações diretas.

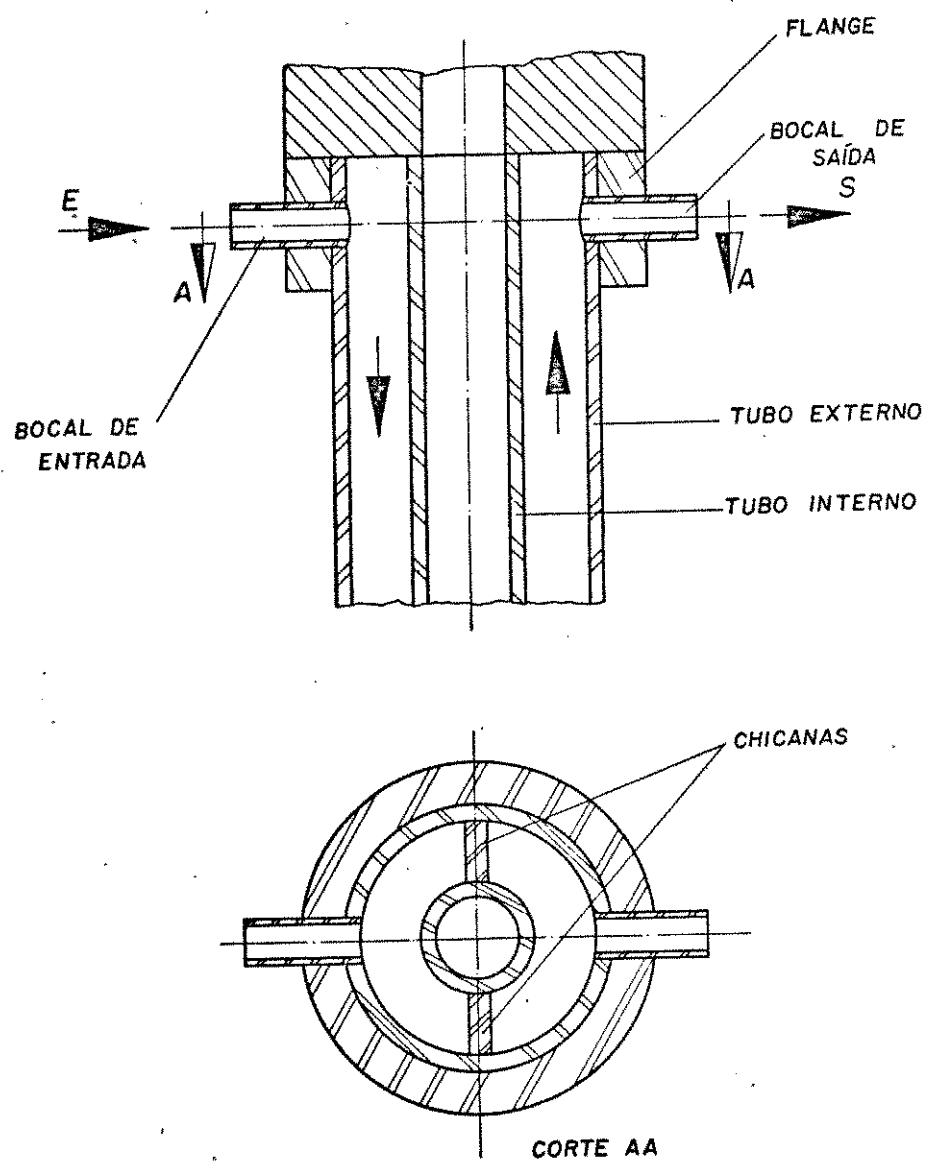
Teoricamente, havia duas possibilidades para re-



DESENHO ESQUEMÁTICO DO EIXO INTERNO

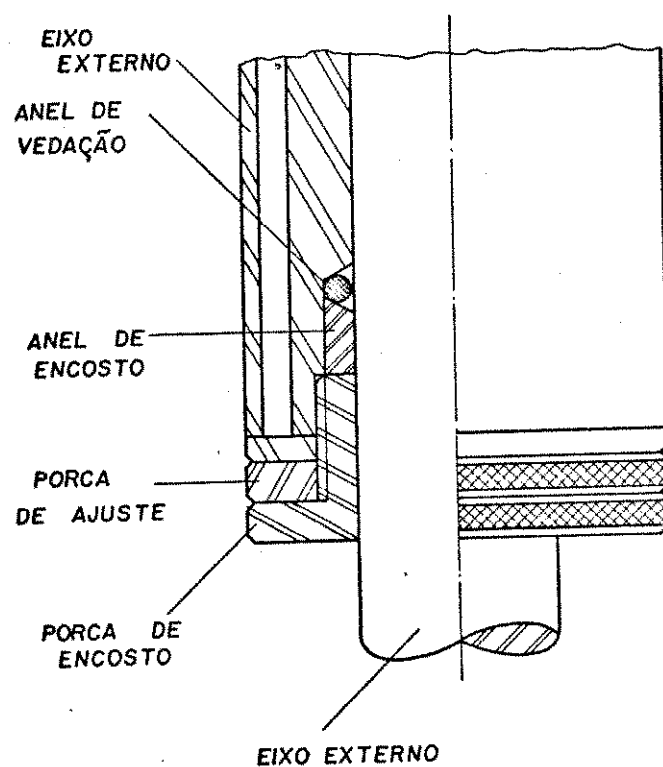
FIGURA 4.6





DESENHO ESQUEMÁTICO DO EIXO EXTERNO  
(SISTEMA DE RESFRIAMENTO)

FIGURA 4.7



DETALHES DE CONSTRUÇÃO

REFERÊNCIA : EIXOS

FIGURA 4.8

solução do problema: a primeira a utilização de um motor auxiliar acoplado a um sistema de engate que seria acionado - somente na etapa de preparação. Devido, principalmente, ao - custo, optando-se por um dispositivo bem mais simples e igual - mente eficiente, cujo esquema é mostrado na figura 4.9.

A segunda resolução seria o posicionamento manual.

Projetou-se um dispositivo composto, basicamente, por dois eixos escalonados fixos por uma braçadeira. Em um - dos eixos foi colocado um pequeno volante. Este conjunto é - chavetado ao parafuso de esferas recirculantes e o outro, ao redutor. Desta forma ao fixar a braçadeira, mantemos o siste - ma de transmissão motor-redutor-parafuso de esferas recirculan - tes. Ao soltá-la, libertamos os dois eixos e por meio do vo - lante posicionamos a barra.

Os desenhos parciais de montagem e detalhes de u - sinagem são mostrados nos desenhos D06/01-02 .

#### IV.3.9 . Plataforma

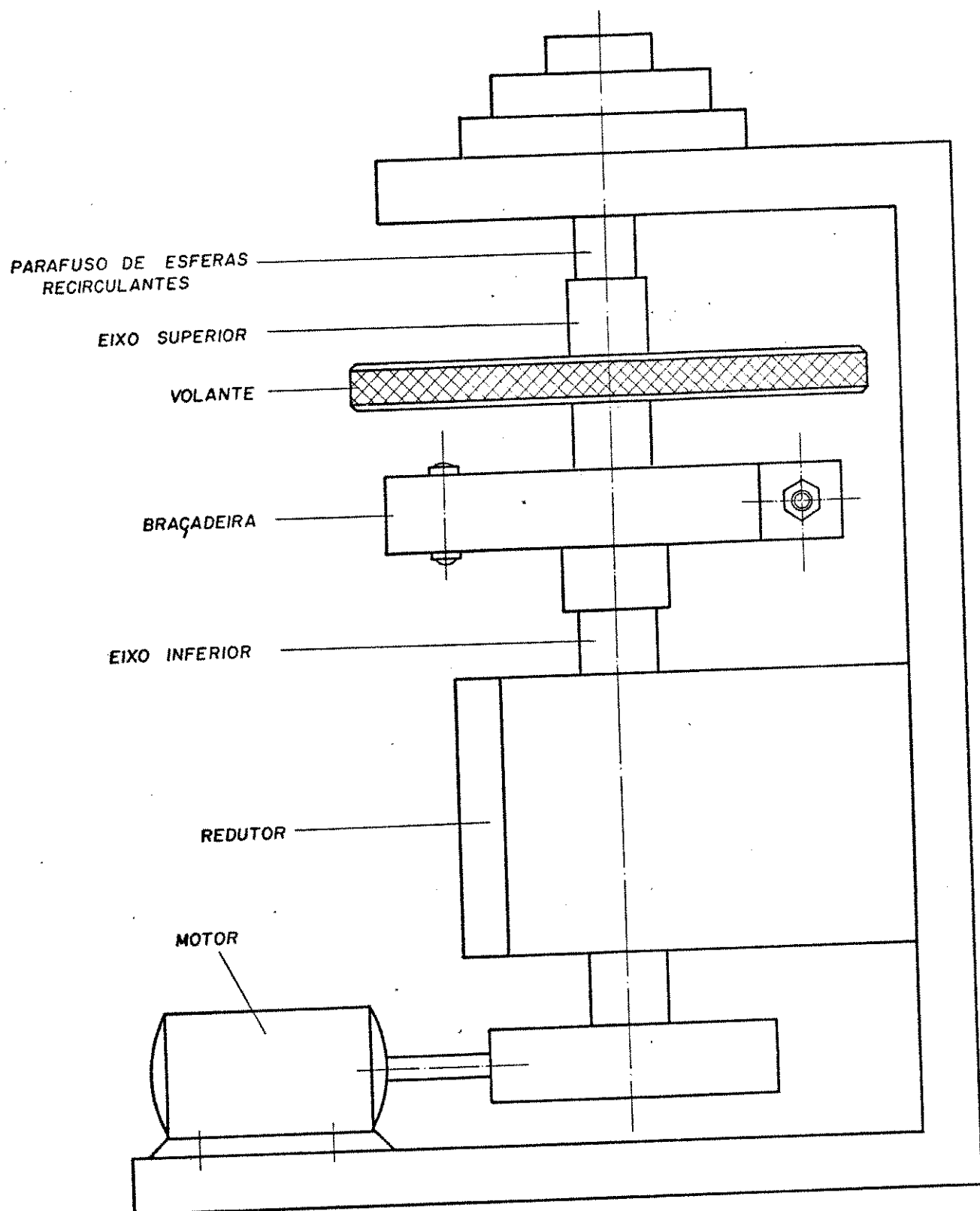
Para fixação dos cabeçotes, câmara, motores e de - mais acessórios, utiliza-se uma plataforma cujas dimensões, material e detalhes de montagem encontram-se no desenho - D07/01 ,

#### IV.3.10 . Conjunto do cabeçote de puxamento

As partes descritas anteriormente formam o conjun - to do cabeçote de puxamento. Os subconjuntos, fusos de movi - mento, mancais, eixos de rotação e translação, eixos guia e - demais partes estão mostrados nos desenhos de detalhes D08/01- 12 e no desenho geral de montagem D09/01 .

#### IV.3.11 . Câmara de atmosfera controlada

Para o projeto da câmara considerou-se, principal - mente, o acesso ao seu interior, pontos que permitissem a ob - servação do processo e tomada de temperatura , sistema de res - friamento e circulação de gases para formação da atmosfera.



ESQUEMA - DISPOSITIVO DE POSICIONAMENTO RÁPIDO

FIGURA 4.9

O primeiro projeto apresentou problemas principalmente quanto ao formato, o que dificultaria a formação do vácuo apropriado, além de soldas com qualidade não recomendável para o fim a que se destinava.

Houve um particular cuidado com a circulação da água de resfriamento como pode-se observar pelo desenho D10.

A segunda câmara construída, cujo esquema é mostrado na figura 4.10, é formada por dois cilindros concêntricos, sendo o interno de aço AISI 316L e espessura de chapa de 5 mm e o externo de aço AISI 304 e espessura de 3,5 mm. A diferença de materiais deve-se exclusivamente ao custo e a menor probabilidade de contaminação da barra pelo aço 316L quando em operação.

As bases superior e inferior foram usinadas em aço AISI 316L, com 10 mm de espessura e na parte externa, montadas câmaras para circulação de água.

Na câmara formada pelos cilindros principais, a água é injetada por meio de três bocais colocados radialmente na extremidade inferior e retirada por outros três posicionados abaixo da base superior.

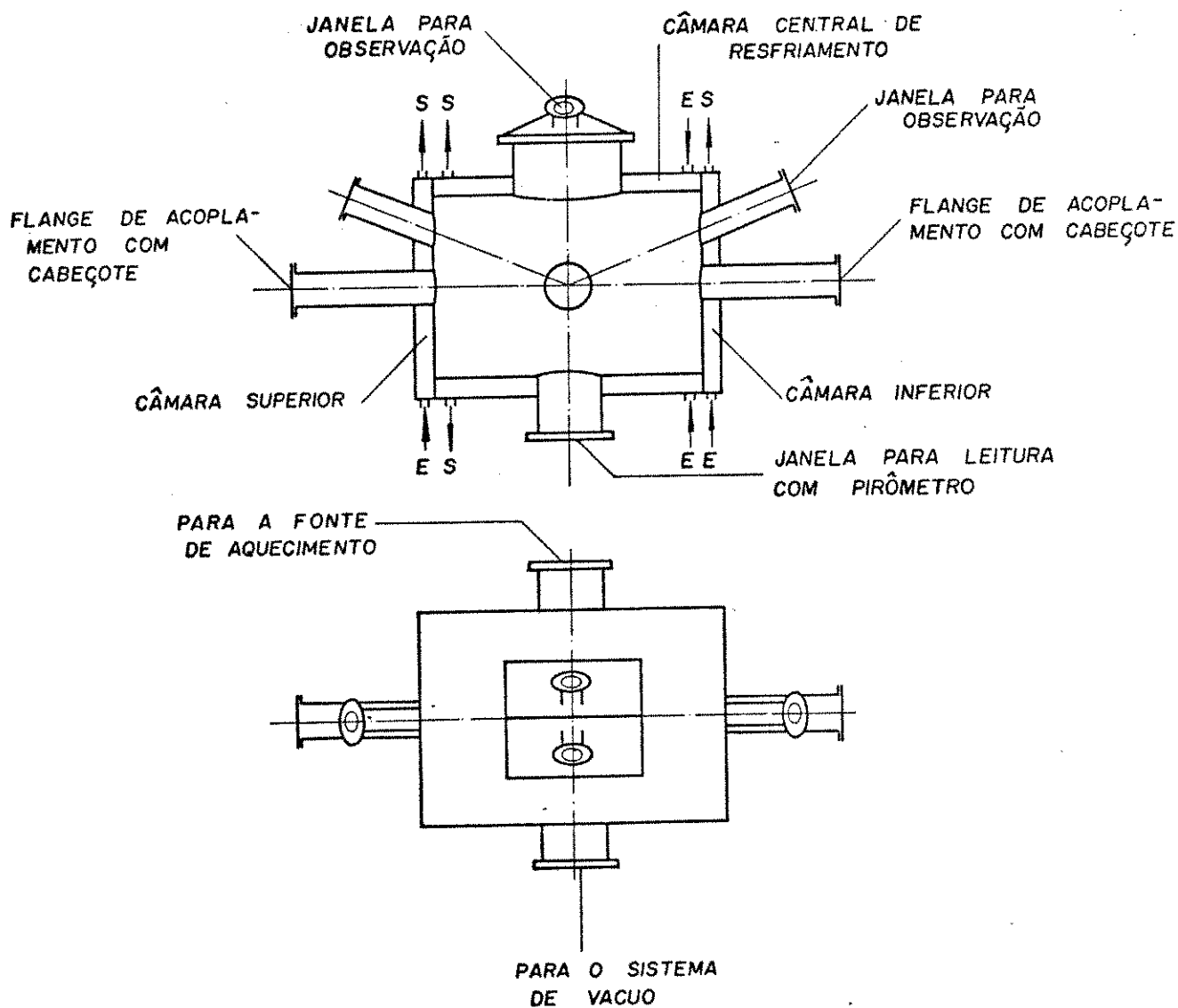
Têm-se três conjuntos de câmaras independentes.

A tampa lateral tem duas janelas de observação colocadas em ângulo, de forma que o ponto de cruzamento passe pelo centro da zona líquida.

Considerando-se a câmara vista frontalmente, à direita tem-se a flange de acoplamento com a fonte de aquecimento; à esquerda a flange que permite a ligação ao sistema de vácuo; na parte posterior, um visor para leitura da temperatura da barra e duas janelas de observação foram colocadas sobre as bases inferior e superior para permitir a observação do processo.

Todas as flanges foram usinadas em aço AISI 304.

Para detalhes de construção da câmara vide desenho D11. Os detalhes de usinagem das flanges são mostrados nos desenhos D12/01-04.



DESENHO ESQUEMÁTICO DA CÂMARA  
DE ATMOSFERA CONTROLADA.

FIGURA 4.10

#### IV.3.12 . Tampa Frontal

Para permitir acesso ao interior da câmara (na limpeza e preparação da barra), foi posicionado frontalmente um bocal de 200 mm de diâmetro.

A vedação necessária à obtenção da atmosfera de trabalho, é conseguida por uma tampa frontal usinada em aço AISI 304. Dois tubos com extremidades flangeadas, sobre as quais são colocados visores, permitem o acompanhamento do processo de fusão.

Os desenhos D13/01-04 mostram detalhes de usinagem e do conjunto.

Um projeto de tampa frontal, objetivando aumentar a área de visão ao interior da câmara, é apresentado nos desenhos D14/01-02. Neste caso, são utilizados um disco de quartzo e um filtro de radiação, entre os quais são colocados um anel de separação e retentores. Pelo anel central é possível circular água de resfriamento (entre os discos) o que permite controlar a temperatura do visor.

#### IV.3.13 . Posicionamento da bobina de indução

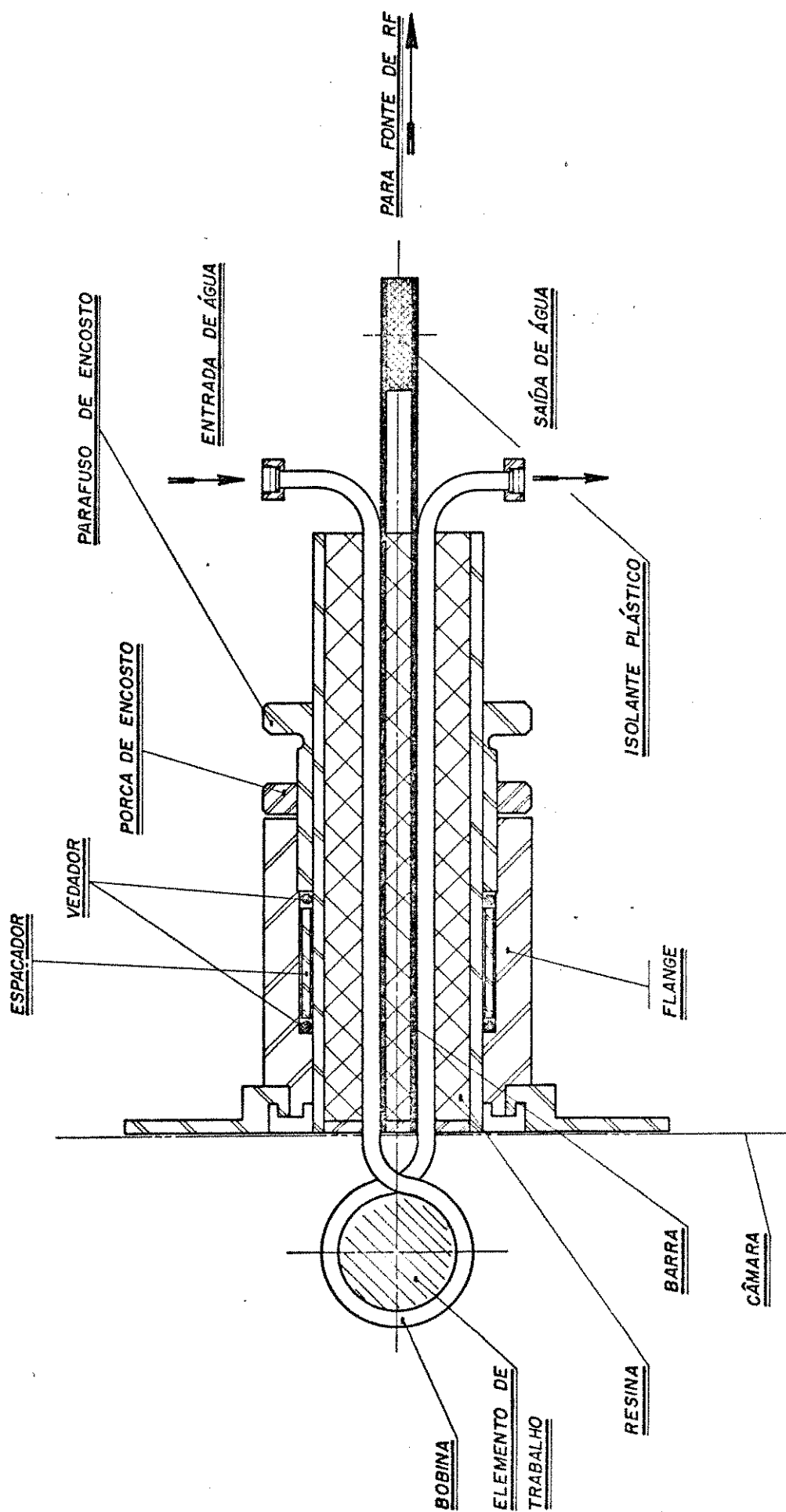
Para garantir o posicionamento correto do indutor em relação à barra, foi projetado um conjunto composto por uma flange, tubo posicionador e anéis de fixação, espaçadores e de vedação.

Duas barras de cobre, entre as quais se coloca um isolante plástico, são soldadas à bobina que por sua vez é colocada dentro do tubo posicionador, isolado com resina.

O tubo é passado pela flange e dois anéis de vedação entre os quais se coloca um espaçador. A fixação é feita por meio de uma porca e respectiva trava que, ao deslocar o espaçador, comprime os anéis fixando o conjunto e garantindo a vedação.

O esquema ilustrativo deste conjunto pode ser visto na figura 4.11.

Para detalhes de usinagem, vide desenho D15/01-03.



ESQUEMA DO POSICIONAMENTO E DA BOBINA DE INDUÇÃO.

FIGURA 4.11



#### IV.3.14 . Bobina de indução

Uma bobina mono espira usinada em bloco foi projetada de forma a permitir, se necessário, alterar o formato da zona de fusão da barra.

O elemento de trabalho pode ser substituído por - outro com o formato que mais convenha a cada experimento.

Os desenhos D16/01-04 mostram detalhes de construção e dos conjuntos.

#### IV. 4 - Sistemas de Controle

##### Iv.4.1 . Controle de temperatura

As temperaturas a serem controladas são a da barra na zona de fusão, a água de resfriamento da câmara e da bobina de indução.

Variações de temperatura da zona líquida podem provocar sua solidificação ou derramamento. Para controle, utiliza-se um pirômetro de radiação com as seguintes características:\*

-marca: IRCON

-modelo: MODLINE série 2.000

-resposta espectral: 0,70 a 0,97  $\mu\text{m}$

-precisão de calibração: 1% da temperatura de fundo de escala

-repetibilidade: 0,3% da temperatura de fundo de escala

-resolução óptica: 300 vezes o tamanho mínimo do objeto

-faixa de temperatura: 1.100° C a 2.000° C

-sinal de saída: 0 a 1 mA (c.c.)

-alimentação: 220 V (50/60 Hz)

\* - vide anexo I

Com relação a água de resfriamento, são diversos - os pontos em que a temperatura deve ser controlada.

Pensou-se, inicialmente, em utilizar um termômetro eletrônico bastante simples cujo diagrama esquemático pode - ser visto na figura 4.12.

Entretanto, devido à quantidade de pontos a controlar, optou-se por um circuito que permitisse a leitura automática.

Os pontos indicados no mostrador mostram a leitura sequencial instantânea de cada saída e respectiva temperatura em intervalos de 30 segundos.

Podem ser feitas 10 leituras, de forma que a cada 3 segundos, um novo ponto é mostrado.

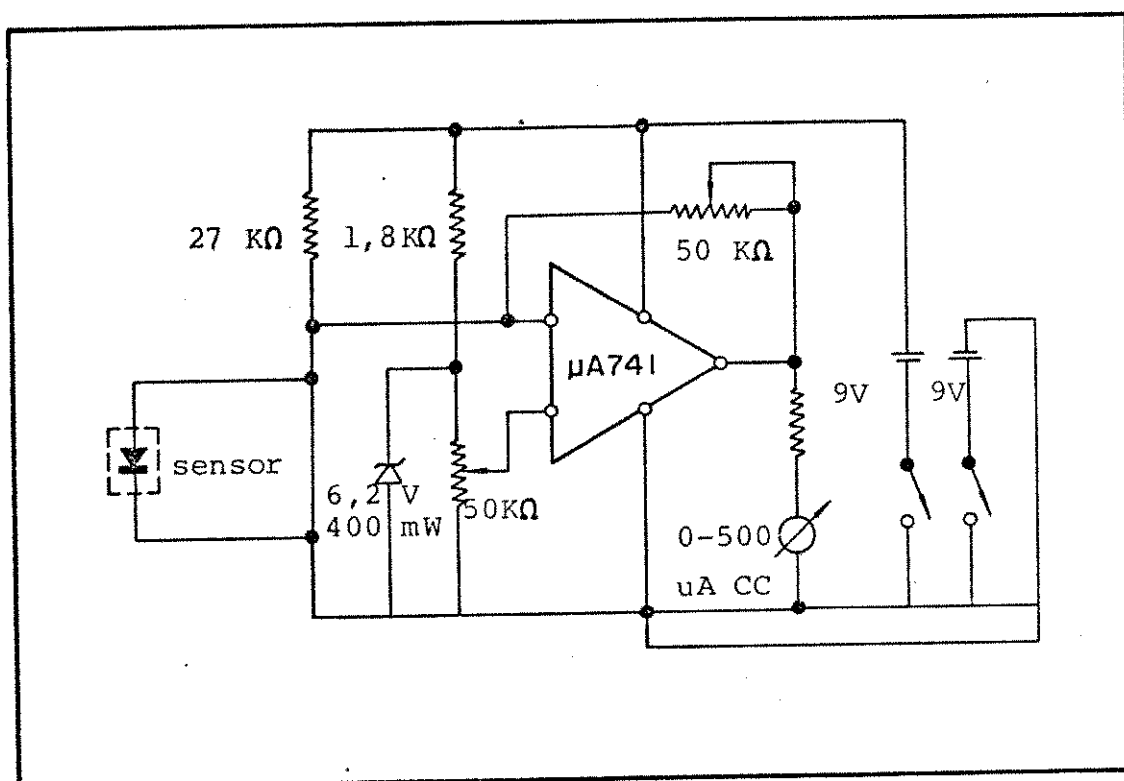
Controlam-se desta forma as temperaturas:

1. eixo de rotação (cabeçote superior)
2. eixo de translação (cabeçote superior)
3. câmara superior
4. câmara central
5. câmara inferior
6. eixo de rotação (cabeçote inferior)
7. eixo de translação (cabeçote inferior)
8. bobina de indução

Como sensores podem-se utilizar termistores, diodos de germânio ou de silício.

Os primeiros são mais caros que os demais. Sensores de germânio admitem temperaturas de trabalho na faixa de -30° C a 70° C, incompatíveis com os pontos de mudança de estado da água. A opção são os sensores de silício que trabalham na faixa de -55°C a 180°C e são facilmente encontrados e a custo baixo.

Para mais detalhes, vide desenho D17/01.



TERMOMETRO (circuito)

FIGURA 4.12

#### IV.4.2 . Controle das velocidades de rotação dos motores

Já foi destacada a importância de ter-se velocidade de rotação e translação da barra assumindo valores precisos. Pequenas variações podem trazer inúmeros problemas.

Como as velocidades de trabalho são muito baixas (20 rpm e 40 mm/h), o controle deve ser sensível a ponto de detectar pequenas variações e corrigi-las.

Propusemos um controlador automático de velocidades para motores d.C. O diagrama de blocos do aparelho é mostrado na figura 4.13.

Para operação, acopla-se um sensor óptico ao eixo do motor, o que permite determinar sua velocidade instantânea de rotação. Seleccionamos, através de chaves, o valor em que o motor deve atuar e determinamos a rotação padrão.

A velocidade instantânea do eixo do motor e a rotação padrão são amplificadas (multiplicadas) e comparadas pelo comparador de fase. Na saída, temos um sinal proporcional a diferença das velocidades (instantânea e padrão).

Sendo a rotação real maior que a padrão, o comparador fornece um sinal que permite desligar o motor. Se ocorrer o contrário, o motor é ligado de forma a estabilizar sua velocidade que varia em torno do valor selecionado. (Figura 4.14).

A amplitude  $\Delta V$  será tanto menor quanto maior for a velocidade do sistema. Para baixas rotações temos um  $\Delta V$  maior quando atuamos em tempo real.

A solução é simular um motor de alta rotação amplificando (multiplicando) a velocidade real.

A verdadeira rotação do motor é lida por meio de um medidor digital que, depois de atingido o regime, deve mostrar o mesmo valor das chaves selecionadas previamente ajustadas.

#### IV.4.3 . Controle automático por meio de um microcomputador

DIAGRAMA DE BLOCOS DO SISTEMA  
DE CONTROLE DE ROTAÇÃO E TRANSLAÇÃO

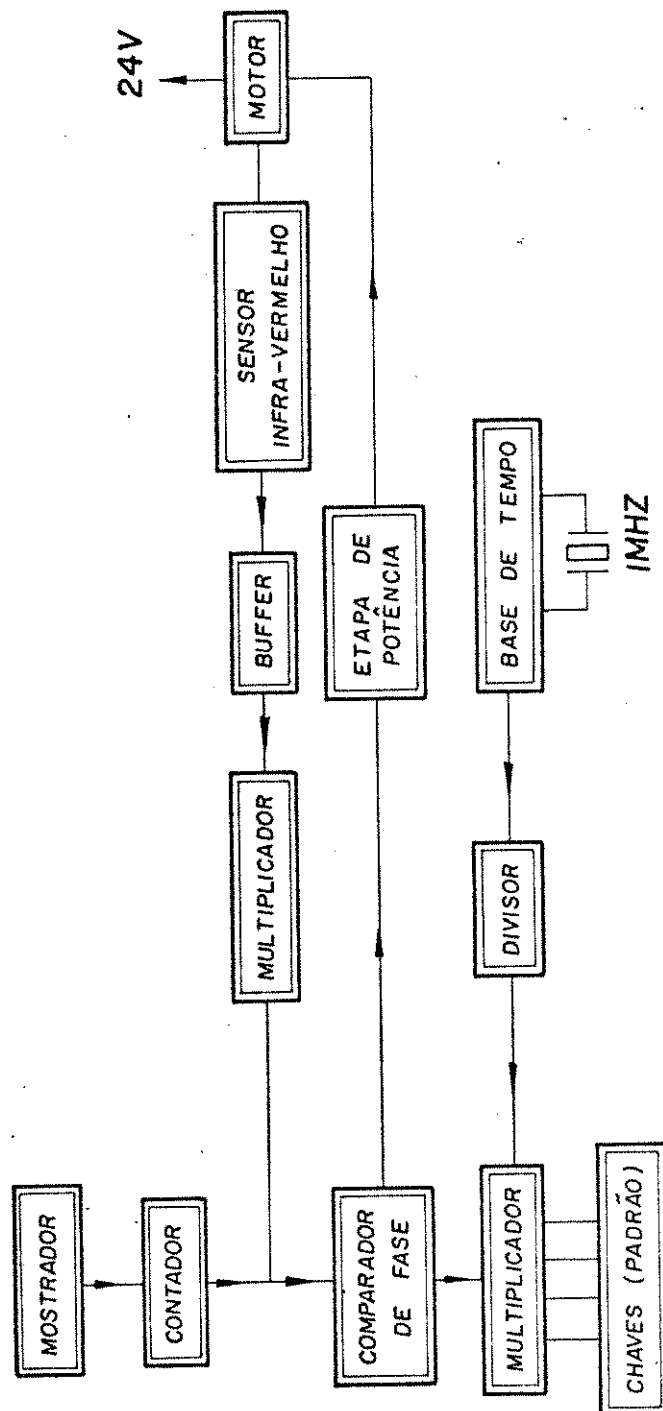


FIGURA 4.13

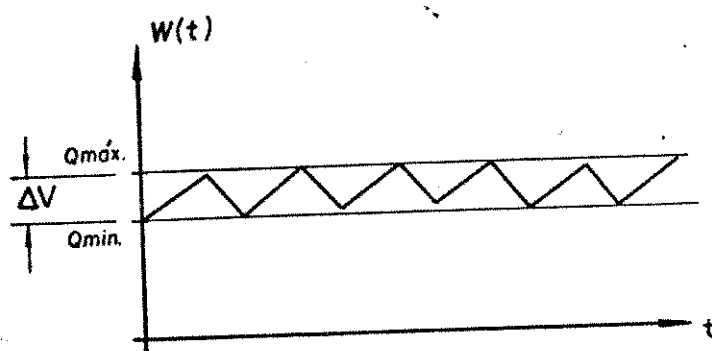


GRÁFICO DE VELOCIDADES

FIGURA 4.14

Uma das formas de obter-se o controle automático - de um processo é com a utilização de um microcomputador.

No nosso caso, podemos substituir os controladores de velocidades e temperatura por um único sistema baseado no microprocessador de 8 bits, Z80.

Neste estão interligadas duas memórias RAM 2114, - uma EPROM 2716, um teclado, uma PPI 8255 e um mostrador de - seis dígitos.

Na memória EPROM, grava-se os programas que permitem que o micro opere como controlador de velocidades e/ou medidor de temperaturas.

As memórias RAM guardam os resultados intermediários do programa, novos valores padrões, assim como o valor - do intervalo de tempo durante o qual o sinal de entrada será medido.

O teclado permite alterar os valores padrões ou refazer todo o programa.

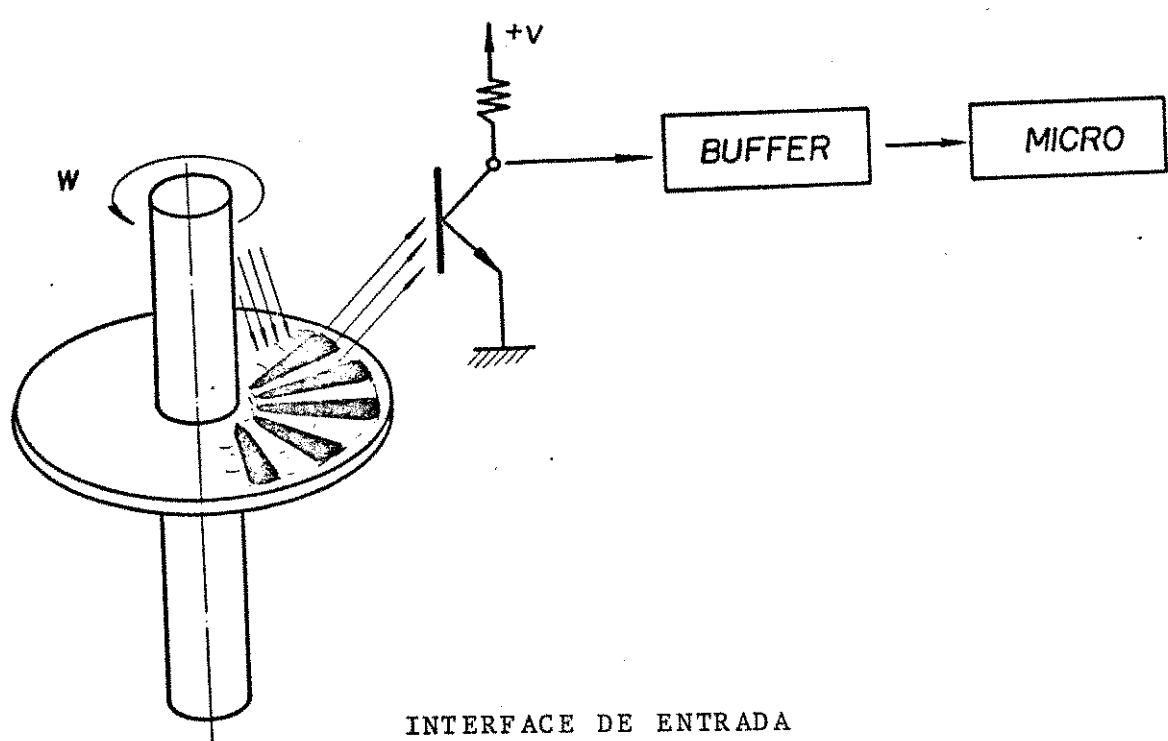
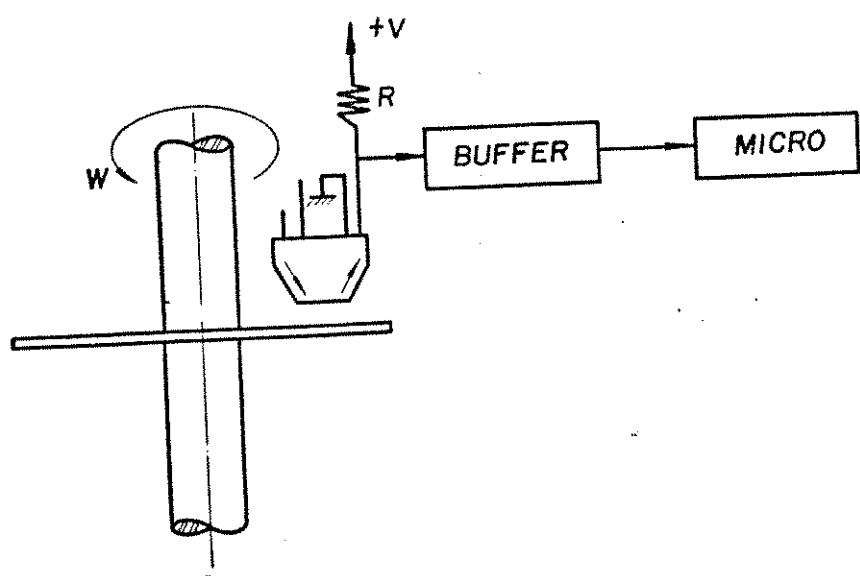
O controlador das velocidades das rotações dos motores, com a aplicação do microcomputador é composto, basicamente, por duas interfaces, uma de entrada e outra de saída, sendo que a primeira, tem a função de detectar a rotação do - eixo motor, lê-la e traduzi-la para níveis de tensão compatíveis com o circuito.

Como sensor utiliza-se um acoplador infra-vermelho que funciona por reflexão e absorção.

Fixando ao eixo motor um disco cujo setor circular é dividido em partes claras e escuras ou vazado, temos reflexão ou absorção de luz. Desta forma obtém-se, na saída do sensor, uma frequência proporcional à rotação do eixo.

A interface de entrada está esquematizada na figura 4.15.

A forma de onda do sinal na saída do sensor, não possui valor de tensão compatível com o micro, sendo necessária a utilização de um circuito Buffer para torná-lo aceitável.



INTERFACE DE ENTRADA

FIGURA 4.15



Este sinal é aplicado na entrada do micro, e corresponde à rotação instantânea do motor que é comparada com o valor do padrão previamente programado. Temos as duas possibilidades já citadas anteriormente:

a) rotação do motor > rotação padrão  $\Rightarrow$  DESLIGAR

b) rotação do motor < rotação padrão  $\Rightarrow$  ACIONAR

Deste modo mantêm-se a rotação real sempre próxima do valor programado. (vide figura 4.14).

A forma dentada significa que o motor adquire rotação ora maior ora menor que o padrão.

Logo que a comparação entre as rotações for efetuada, o microcomputador envia, à saída, um sinal de acionamento ou não. Portanto, tem-se uma interface de saída que equipara os níveis de tensão e corrente compatíveis ao acionamento do motor.

Esta interface é basicamente um transistor funcionando como chave que ora corta ora satura (desliga-liga), como é mostrado na figura 4.16.

O controle de temperaturas da água de resfriamento fica extremamente simplificado, já que o circuito lê diretamente a tensão enviada pelos termistores.

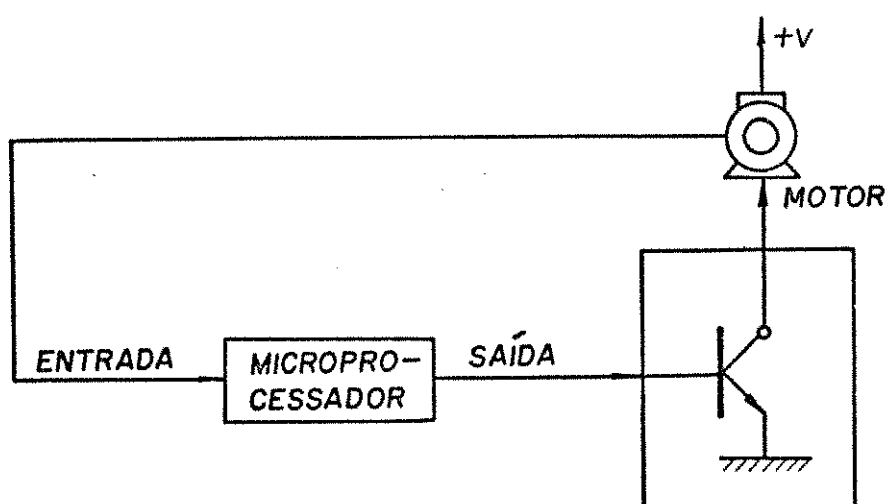
Um diagrama geral é mostrado na figura 4.17.

#### IV.5 - Sistema de Aquecimento

##### IV.5.1 . Fonte de R.F. e Variador de Potência

Como foi dito na introdução do capítulo anterior, as fontes de aquecimento básicas são as resistivas, indutivas e as que utilizam feixes ópticos ou eletrônicos.

A aplicação de resistores como fonte de aquecimento, limita-se a elementos cujos pontos de fusão situam-se na faixa de 300° C (Ga) e 660° C (Al). A fonte de Rádio Frequência (R.F.) é utilizada para temperaturas no intervalo de 630° C.



INTERFACE DE SAÍDA

FIGURA 4.16

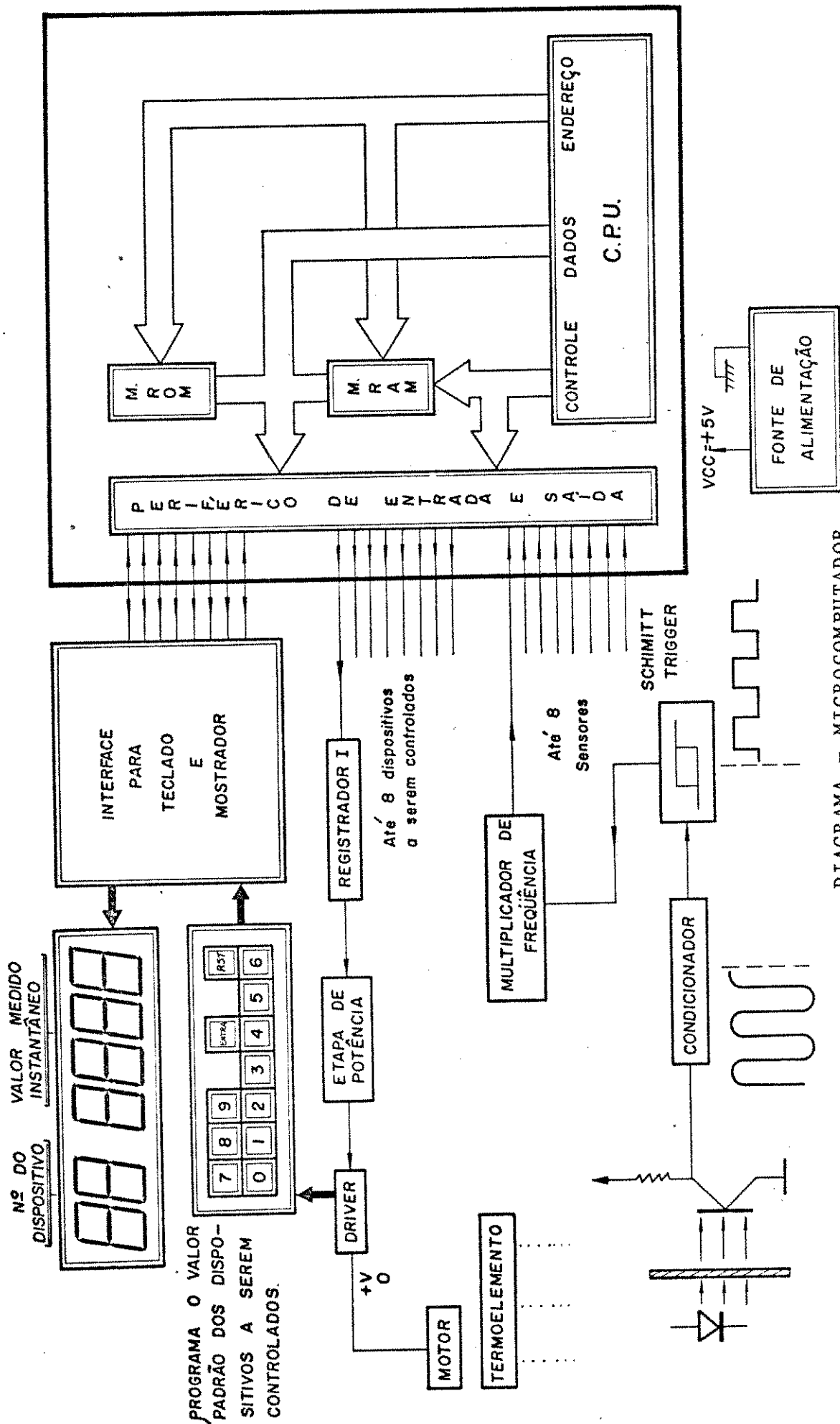


DIAGRAMA - MICROCOMPUTADOR

FIGURA 4.17

(Sb) a 1.852º C (Zr). O feixe eletrônico é mais utilizado no intervalo 1.452º C (Ni) a 3.410º C (W). (Vide tab.4.1).

Todos os intervalos citados devem ser considerados com as devidas reservas, verificando-se para cada elemento a ser estudado, a fonte que melhor se adapta às condições peculiares do experimento.

As fontes de aquecimento resistivo são insuficientes para a fusão do Silício e, portanto, serão descartadas.

O aquecimento por feixe eletrônico poderia ser utilizado, no entanto, seriam necessárias grandes adaptações ao sistema já existente o que se tornaria extremamente oneroso. Além disso, esse tipo de aquecimento, para o Silício, tem sido utilizado particularmente para barras de grandes diâmetros onde as bobinas de R.F., além de terem formatos especiais, - praticamente trabalham "mergulhadas" na massa líquida, tornando bastante sensível o controle do processo.

No nosso caso em particular, devido a objetivarmos trabalhar com Si, com barras de pequeno e médio diâmetros e - por estarmos dando continuidade a um trabalho de pesquisa onde já foi utilizada uma fonte de R.F. com variador de potência, descreveremos as especificações do equipamento e estes dados servirão de base para a continuidade do trabalho.

#### Fonte de R.F.

Potência: 10 KW (máxima)

Frequência: 4 MHz (fixa)

Entrada: 30 KVA

220 V

60 Hz

Trifásico

#### Variador de Potência

- seletor de ajuste de tensão de alimentação da fonte
- controlador com circuito PID
- seletor para controle local e remoto
- amperímetro na entrada da fonte de R.F.

- capacidade: 30 KVA  
 220 V  
 60 Hz  
 Trifásico

O painel com dimensões e o circuito elétrico do Variador de Potência estão mostrados nos desenhos D18/01-02.

#### IV.5.2 . Resfriamento da Bobina

Um valor aproximado da quantidade de água necessária ao resfriamento de cada parte do sistema, particularmente a bobina de indução, pode ser calculado pela relação:  $Q = c \cdot \rho \cdot L \cdot t$  onde Q é a quantidade de calor em Watts,  $\rho = 995 \text{ kg.m}^{-3}$ ,  $c = 4.180 \text{ J. kg}^{-1}\text{K}^{-1}$ , L a quantidade de água em  $\text{m}^3\text{s}^{-1}$  e t a temperatura média da água em °C.

Podemos reescrever a relação acima de modo mais conveniente:

$$Q = \frac{4.180 \times 995}{1.000} \times \frac{L \cdot t}{60.000}$$

ou

$$Q = 0,069 \text{ L.t}$$

sendo Q em KW e L em  $\text{l.min}^{-1}$ .

Para uma temperatura média da água de 30° C, teremos aproximadamente  $L = Q/2,1$ .

Fazendo uso desta expressão, podemos estimar que a quantidade de água de resfriamento que deverá passar pela bobina de indução e pelas câmaras de resfriamento do forno é da ordem de  $2,5 \text{ l.min}^{-1}$ .

| ELEMENTO | PONTO DE FUSÃO<br>°C | FONTE DE AQUECIMENTO    |                         |
|----------|----------------------|-------------------------|-------------------------|
| Ga       | 30                   | RESISTOR (RS)           | RÁDIO-FREQUÊNCIA (R.F.) |
| In       | 156                  |                         |                         |
| Sn       | 232                  |                         |                         |
| Bi       | 271                  |                         |                         |
| Cd       | 321                  |                         |                         |
| Pb       | 327                  |                         |                         |
| Zn       | 420                  |                         |                         |
| Sb       | 630                  |                         |                         |
| Mg       | 650                  |                         |                         |
| Al       | 660                  |                         |                         |
| Ag       | 961                  | FEIXE ELETRÔNICO (F.E.) |                         |
| Au       | 1063                 |                         |                         |
| Cu       | 1083                 |                         |                         |
| Si       | 1420                 |                         |                         |
| Ni       | 1452                 |                         |                         |
| Co       | 1493                 |                         |                         |
| Fe       | 1535                 |                         |                         |
| Pt       | 1769                 |                         |                         |
| Zr       | 1852                 |                         |                         |
| Cr       | 1893                 |                         |                         |
| Ir       | 2454                 |                         |                         |
| Mo       | 2610                 |                         |                         |
| Ta       | 2996                 |                         |                         |
| Re       | 3130                 |                         |                         |
| W        | 3410                 |                         |                         |

TABELA 4.1

## CAPÍTULO V - CONSTRUÇÃO DO EQUIPAMENTO

### V.1 - INTRODUÇÃO

Ao iniciarmos este trabalho, o objetivo era a construção e otimização de todos os elementos que compõem o forno de fusão zonal flutuante. Entretanto, devido a problemas organizamentários, ficamos impossibilitados de efetivar completamente os objetivos iniciais.

Praticamente, todos os componentes que demandaram maior tempo de estudo, foram construídos, com exceção da plataforma. A falta desta e de alguns outros elementos tais como motores, visores, etc. impediu-nos de completar a montagem.

O texto a seguir descreve os itens construídos procurando mostrar algum fato específico que se tenha destacado durante os trabalhos de construção e o acompanhamento de algumas fotos ilustrando as descrições. Lembramos que os testes feitos ficaram limitados por terem sido realizados isoladamente.

### V.2 - Cabeçote de Puxamento

Dois conjuntos foram construídos a partir das especificações dos desenhos D 08/01-12 e D 09/01.

Os problemas ocorridos durante a construção foram poucos e geralmente limitavam-se a encontrar, no mercado, materiais ou componentes adequados. Tal fato ocorreu em relação aos rolamentos lineares abertos e os respectivos eixos-guias, além da dificuldade de encontrar tubos de aço inoxidável, particularmente os 316L, com os padrões dimensionais adequados.

Quanto à usinagem, embora todo o sistema tenha sido projetado com tolerâncias apertadas, o único problema que nos parece importante destacar refere-se à usinagem final (retificação) do eixo-guia do rolamento linear aberto.

Por conter um rasgo que abrange praticamente todo o seu eixo longitudinal (vide desenho D 08/01-12) havia o problema da deformação radial provocada pela pressão exercida pe

lo rebolo. Por se tratar de guia de rolamento, havia a necessidade de tratamento térmico anterior e, conseqüentemente, seria impossível obterem-se o acabamento e as tolerâncias necessárias.

Para evitar esses problemas, utilizou-se um segundo eixo colocado internamente ao principal de forma a suportar a carga exercida pela ferramenta e, conseqüentemente, aumentar a rigidez do conjunto.

As fotos F01 a F12 ilustram o texto.

### 5.3 - Redutores

Como já destacamos, todos os elementos deveriam apresentar um nível de vibração baixo. Os redutores, além disto, são indispensáveis grandes reduções e pequenas dimensões.

No caso, optamos para que a usinagem fosse feita pela equipe de apoio da oficina mecânica do Programa MGE. Apenas o corte das engrenagens foi feito externamente ao Departamento de Engenharia Mecânica.

Quanto aos componentes, todas as engrenagens são de nylon, com 40 dentes, cortadas em freza módulo de 1,5 mm. Os sem-fim são de latão e foram usinados com duas entradas. Os mancais, tanto radiais como axiais, são de latão ou bronze fosforoso, com o objetivo de aumentar a precisão e a suavidade dos movimentos.

Foi construído um redutor, mostrado nas fotos F13 e F14, com dimensões reduzidas (vide desenhos D03/01-03), redução global de 1:400, obtida pela utilização de dois pares coroa sem-fim, cada qual com relação de velocidade de 1:20 e, devido ao tipo de material utilizados, as vibrações praticamente não ocorreram.

Um teste simples realizado para ajustagem consistiu em acoplar o eixo do redutor à placa de um torno, fixar a rotação de entrada e verificar a de saída.

### 5.4 - Sistema de posicionamento rápido

Sua usinagem é bastante simples e foi realizada dentro das oficinas da UNICAMP.



As dimensões têm tolerâncias bastante abertas que vieram a facilitar a confecção do conjunto.

Especificamente, o maior cuidado tomado e que demandou maior tempo de usinagem foi a obtenção do ângulo da cunha interna da braçadeira.

A montagem do volante com o eixo foi feita por interferência. Os demais componentes não apresentaram qualquer dificuldade para fabricação. (Vide Fotos F15 e F16).

#### V.5 - Posicionador da bobina de indução

O conjunto foi projetado para ser fixado à lateral direita da câmara de atmosfera controlada (desenhos DM V-01 e D15-01/03), e permitir o correto posicionamento da bobina.

O material utilizado para todas as peças foi o aço AISI 304.

O principal detalhe de construção é a união entre a flange e o tubo principal (corpo), obtida por meio de soldagem por fusão das abas usinadas em cada uma das peças. Esse detalhe é mostrado no desenho D15- DM03/03 det. A.

Inicialmente, o conjunto era composto de seis itens como é mostrado na vista explodida DV V/03 e F17. Posteriormente, foi acrescentado um anel de encosto (item 7 do desenho DM 03/03) que serve basicamente para evitar a danificação do anel de vedação que se encontrava em contato direto com o parafuso de ajuste. Com sua utilização, quando o parafuso é girado, o vedador é apenas comprimido entre o anel de encosto e o espaçador, não sofrendo avarias provocadas pelo movimento relativo.

A foto F18 mostra a disposição interna de montagem do posicionador. Nas fotos F19 e F20 pode-se observar, respectivamente, as peças utilizadas na montagem e o conjunto.

#### V.6 - Câmara de atmosfera controlada

Foram construídas duas câmaras. A primeira, montada por uma firma de calderaria leve (vide anexo I), apresentou inúmeros problemas. Dentre eles, o principal foi referente às soldas que não apresentaram o padrão de qualidade necessário

aos equipamentos de vácuo.

O formato da câmara também não era adequado, o que foi constatado posteriormente. A justificativa para esta escolha inicial foi a falta de experiência anterior em projetos relacionados com sistemas a vácuo associada ao problema de custo. No entanto, mesmo neste primeiro projeto, houve a preocupação com itens tais como manter sob controle a temperatura das paredes da câmara (como pode ser observado no desenho D10 e Fotos F21 e F22), o posicionamento dos visores, acesso ao interior e outros. O material utilizado para confecção foi o aço AISI 304. A foto F23 mostra o aspecto final da primeira câmara.

Uma nova câmara foi construída, posteriormente, em substituição à primeira da qual foram aproveitados os tubos flangeados e a tampa frontal.

As paredes laterais formam uma câmara central de circulação de água. Duas Câmaras secundárias foram colocadas juntamente com as tampas superior e inferior, garantindo o resfriamento.

Destaque-se que, nesta nova construção, as paredes internas foram construídas de aço AISI 316L, mais recomendável para trabalhos em altas temperaturas.

Um fator importante foi a manutenção rigorosa do perpendicularismo e planicidade entre as flanges de apoio dos cabeçotes de puxamento. Da precisão desta usinagem depende o alinhamento dos eixos de movimentação da barra e, consequentemente, a estabilidade da zona líquida.

Para tal, fez-se uso de uma mandriladora comandada por controle numérico, cuja precisão de giro de mesa é de 1 - segundo em 180°.

Quanto a testes, não foi possível verificar o nível de vácuo devido à impossibilidade de montagem do equipamento. A única verificação feita foi quanto à circulação de água de resfriamento que não apresentou problemas.

As fotos F24 a 28 mostram o conjunto e alguns detalhes.

#### V.7 - Controlador de temperatura da água de resfriamento

Foi montado o circuito que permite fazer as leituras sequenciais automáticas da temperatura da água em diver-

sos pontos (F29).

Trata-se de parte importante do conjunto.

Fizemos a apresentação e direcionamento do problema como um todo elaborando as placas de circuitos impressos e - procurando dispor da melhor forma, os componentes com o objetivo de compactação.

Foram realizados alguns testes simples visando, basicamente, a aferição dos sensores por ajustagem dos potenciômetros.

Finalmente, destaque-se que o aparelho não foi colocado em caixa protetora, pois a intenção era montá-lo em um - painel juntamente com os demais instrumentos.

#### V.8 - Sistema de controle dos movimentos

Foi iniciada e não completada, por problemas organizatórios, a montagem de um micro-computador com as respectivas interfaces que permitiriam controlar não somente os movimentos da barra como poderiam substituir o controle de temperatura e tornar extremamente versátil todo o sistema.

Um aparelho semelhante, que foi utilizado como modelo pode ser visto nas fotos F30 a F33.

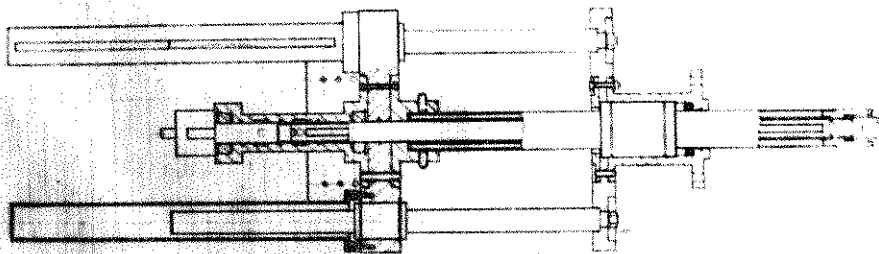
#### V.9 - Montagem do conjunto

Como já foi dito anteriormente, não houve a possibilidade de realizar a montagem do conjunto. No entanto, com as partes construídas (correspondente a praticamente todo o sistema mecânico), foi possível posicionar parcialmente os elementos com a disposição que ocupariam definitivamente.

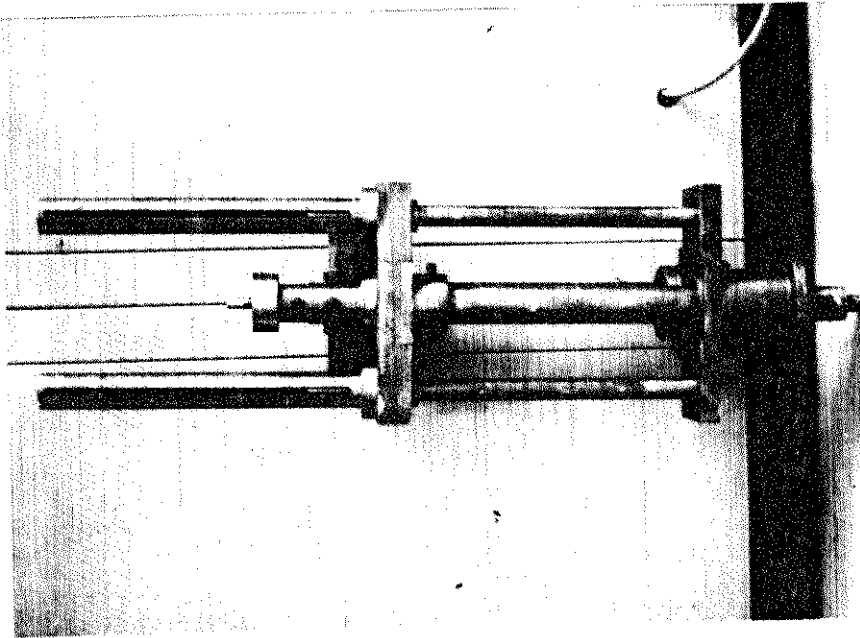
As fotos F34 a F36 mostram o posicionamento da Câmara de atmosfera controlada, de um dos cabeçotes (mostrado nas duas posições extremas) e do posicionador da bobina de indução.

#### V.10 - Fonte de R.F.

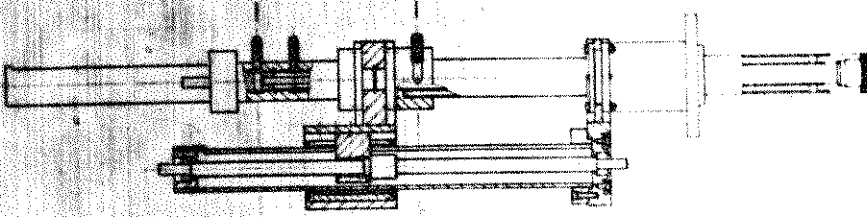
Apenas para complementar o trabalho, está sendo mostrado nas fotos F37 e F38, respectivamente, a fonte de R.F. e o acoplamento da bobina de indução.



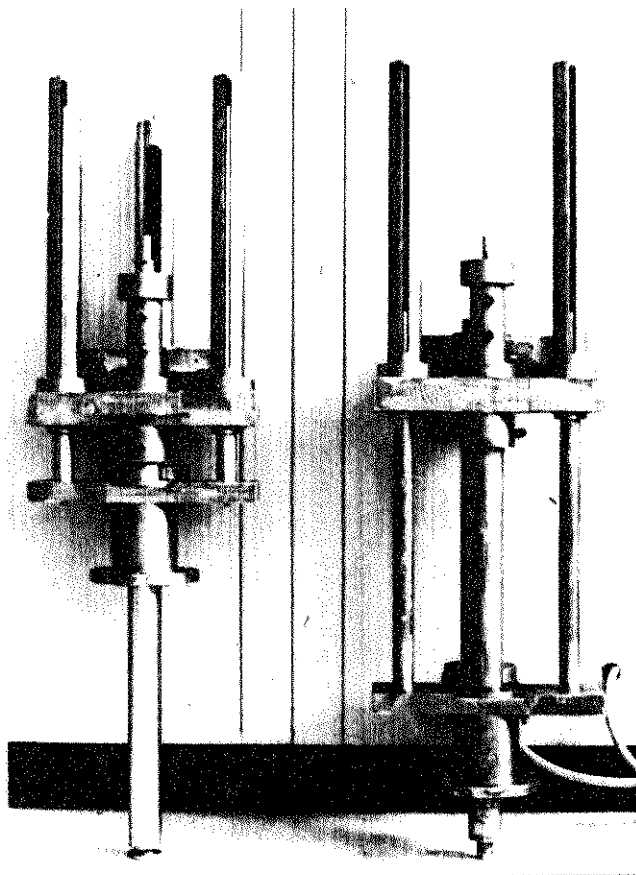
F01 - Reprodução Foto-  
gráfica do desenho D09/01  
Vista frontal do Cabeçote



F02 - Cabeçote de  
Puxamento



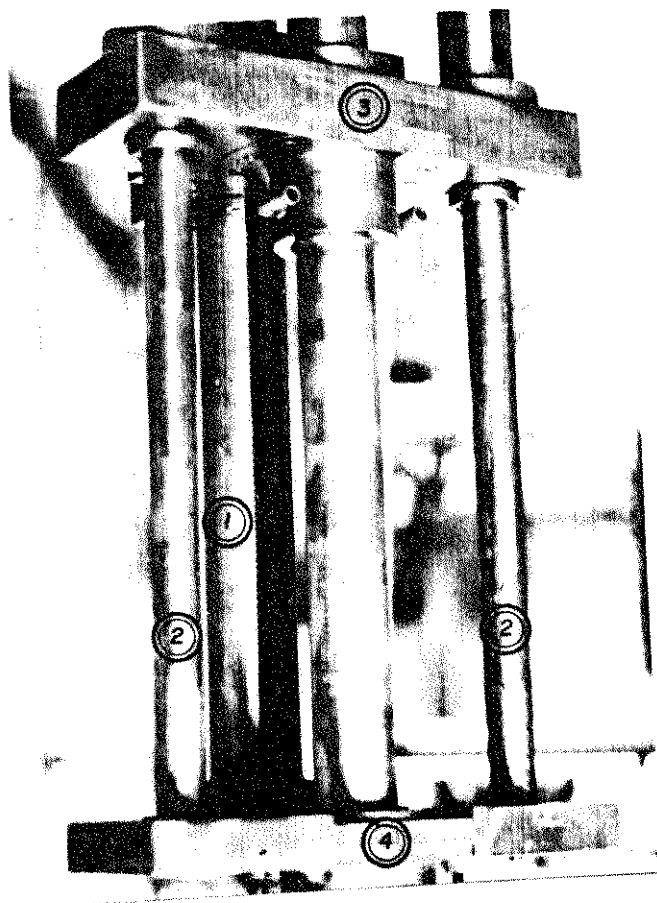
F03 - Reprodução Foto-  
gráfica do desenho D09/01  
Vista lateral do cabeçote



F04 - Cabeçotes de puxamento -

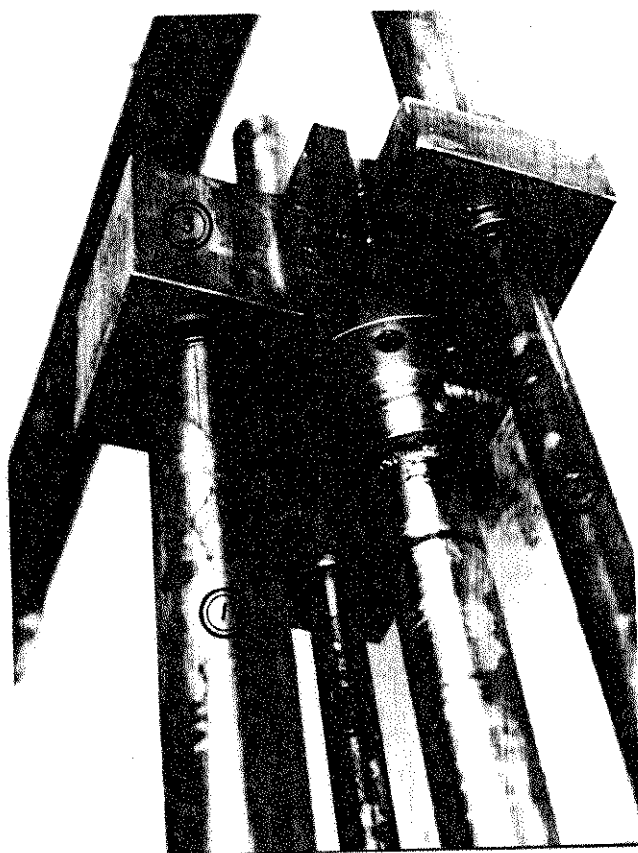
A esquerda: cabeçote estendido

A direita : cabeçote recolhido

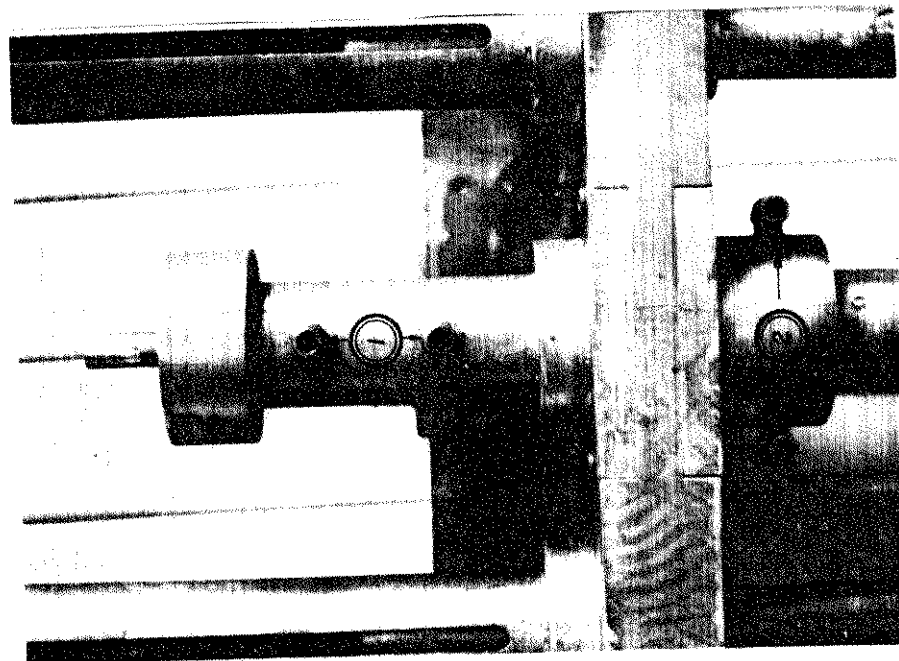


F05

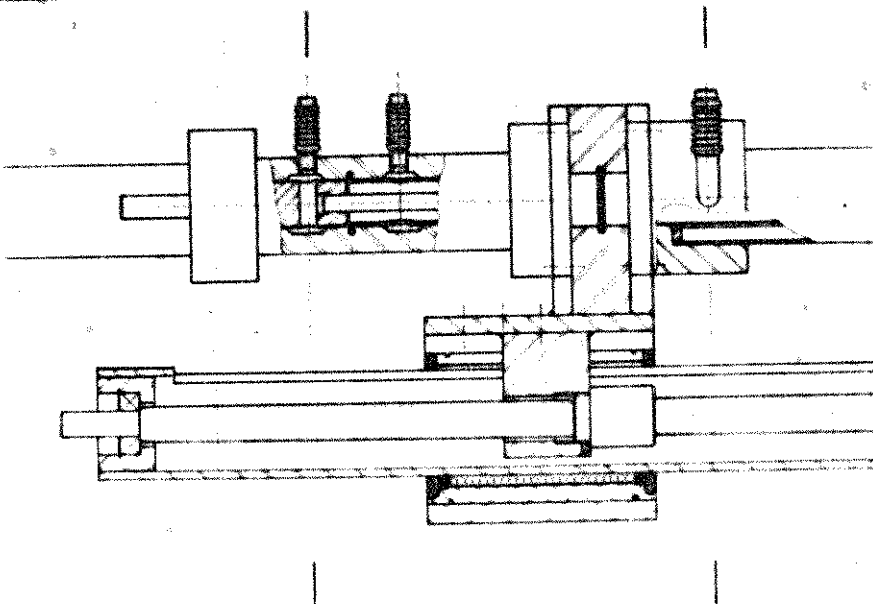
- ①. Eixo guia do rolamento linear aberto
- ②. Eixo guia
- ③. Base superior
- ④. Base inferior



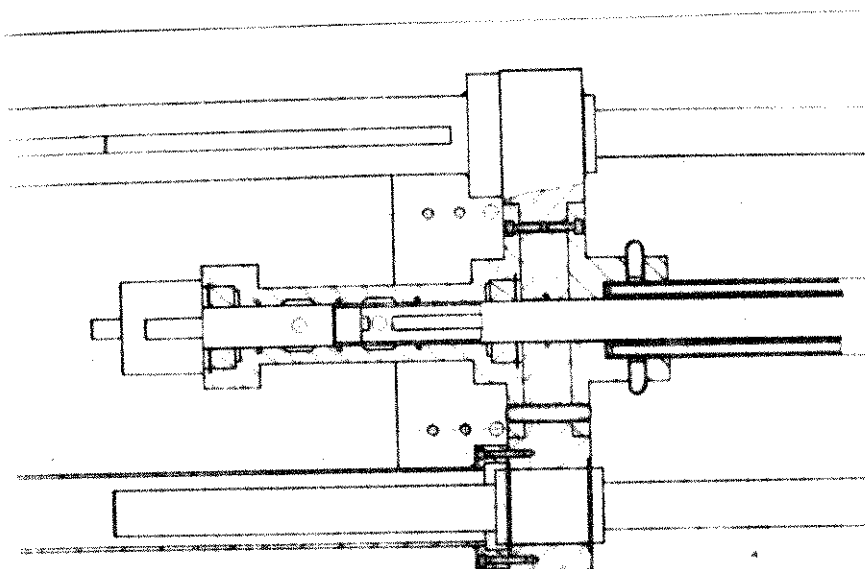
F06



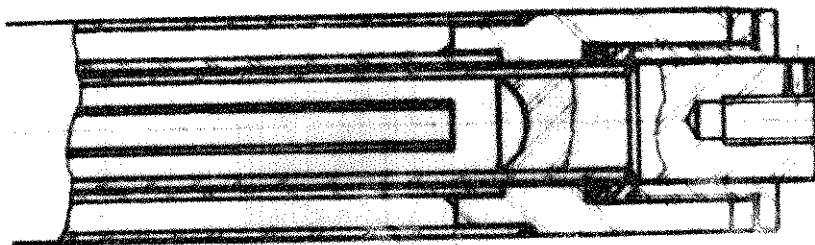
F08 - Bocais de circulação  
de água de resfriamento.  
① Circulação para eixo interno  
② Circulação para eixo externo



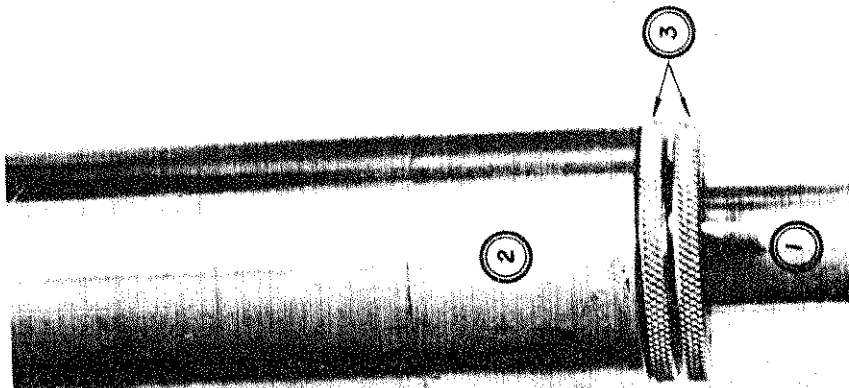
F09 - Reprodução Fotografia  
fica do desenho D09/01 -  
Vista lateral



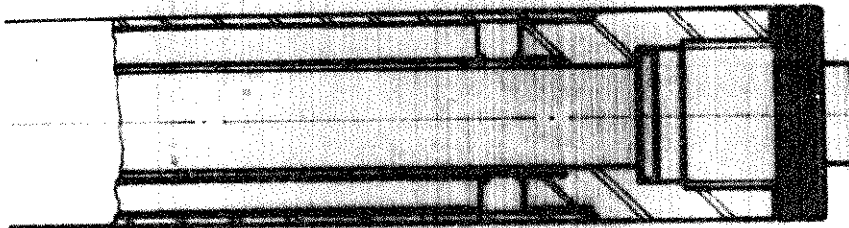
F07 - Reprodução Fotografia  
fica do desenho D09/01 -  
Vista frontal



F10 - Reprodução Fotografia  
fica do desenho D09/01  
Detalhe em corte total dos  
eixos de rotação e translação

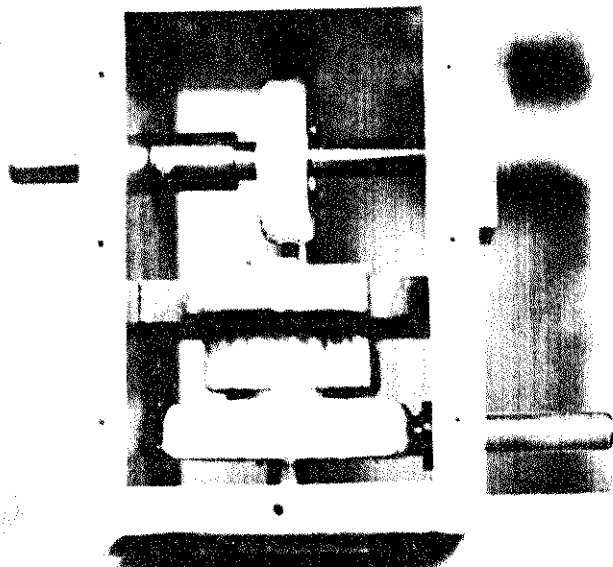


F11 - Aspecto dos eixos  
de rotação ①, translação  
② e anéis de fixação do  
do vedador ③

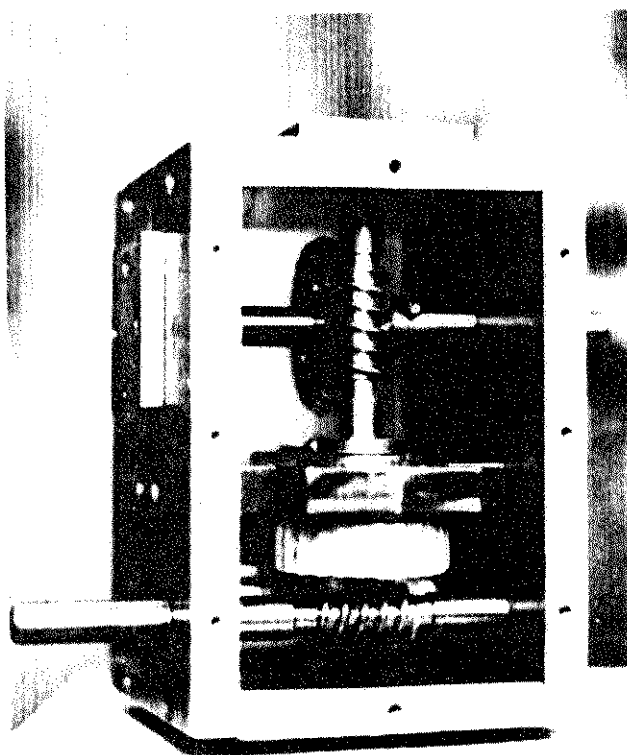


F12 - Reprodução Fotografia  
fica do desenho D09/01  
Detalhe do corte do eixo -  
externo

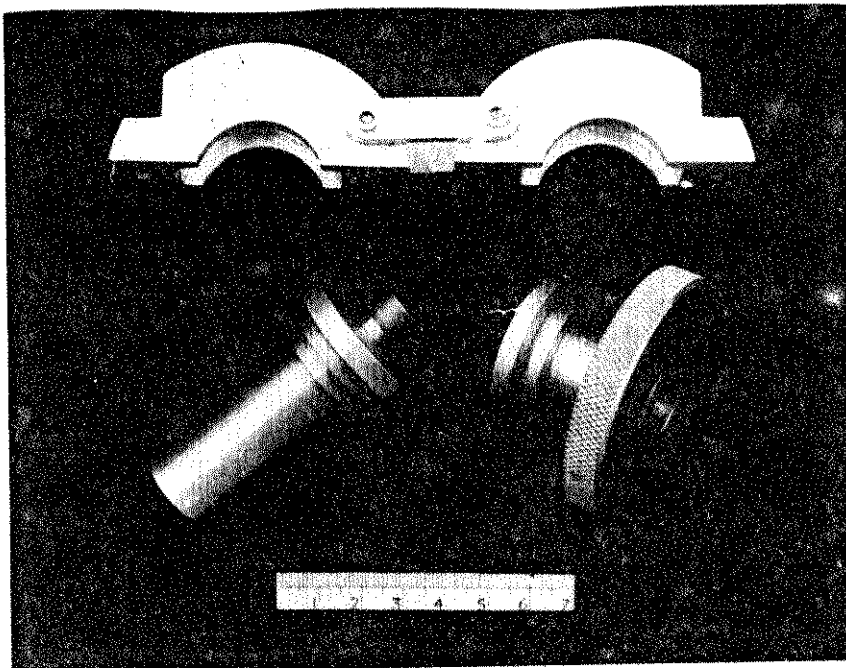




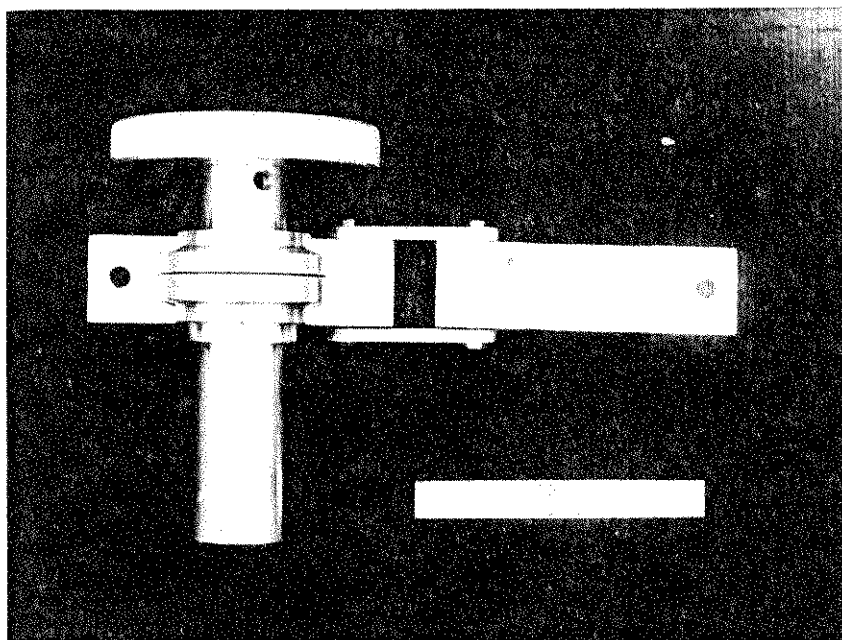
F13 - Redutor  
Posicionamento  
das engrenagens



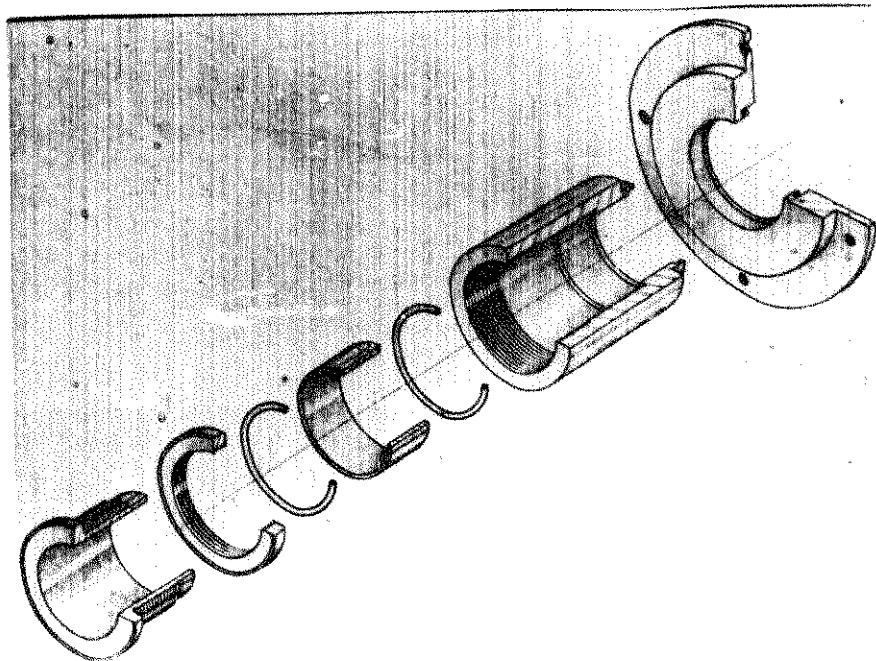
F14 - Redutor  
Posicionamento  
dos sem-fim



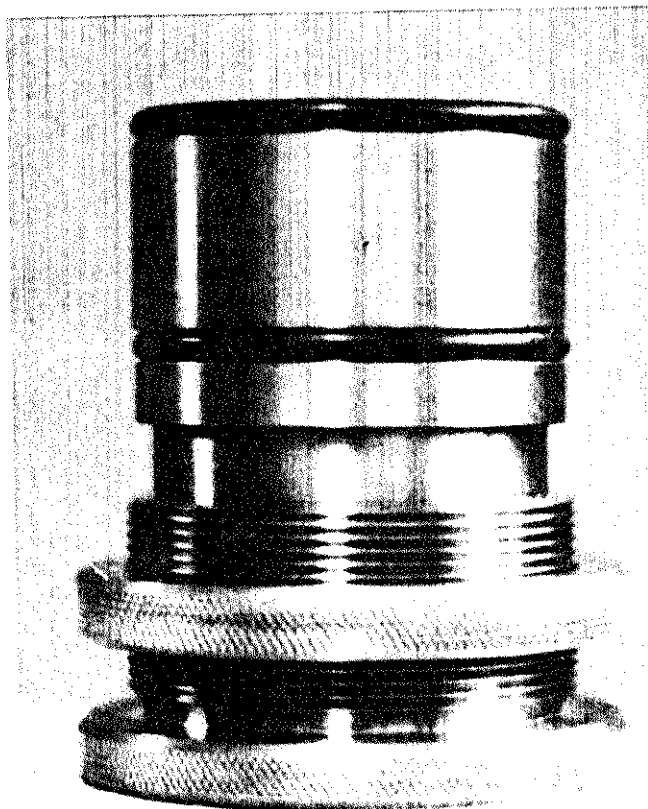
F15 - Dispositivo de posicionamento  
rápido - Peças



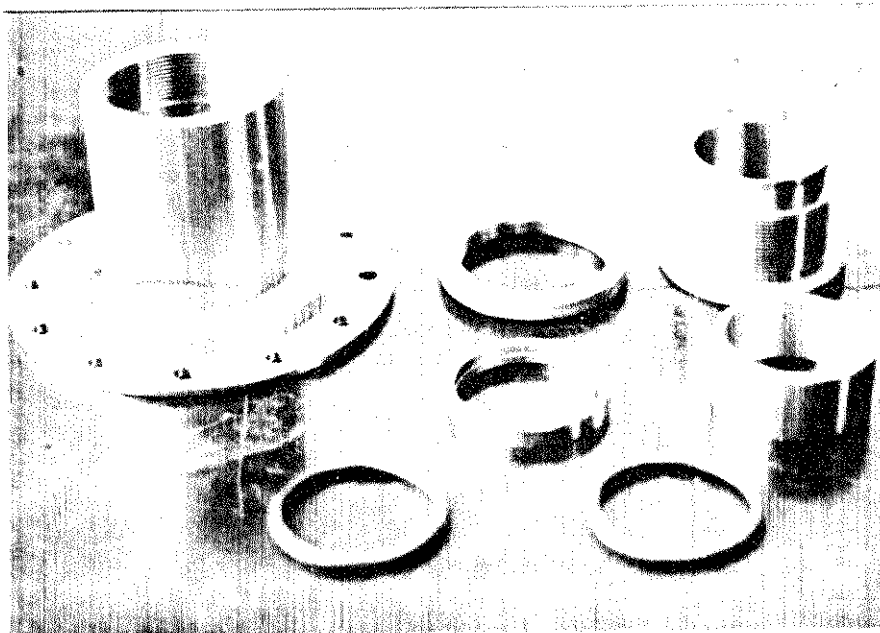
F16 - Dispositivo de posicionamento  
rápido - Conjunto



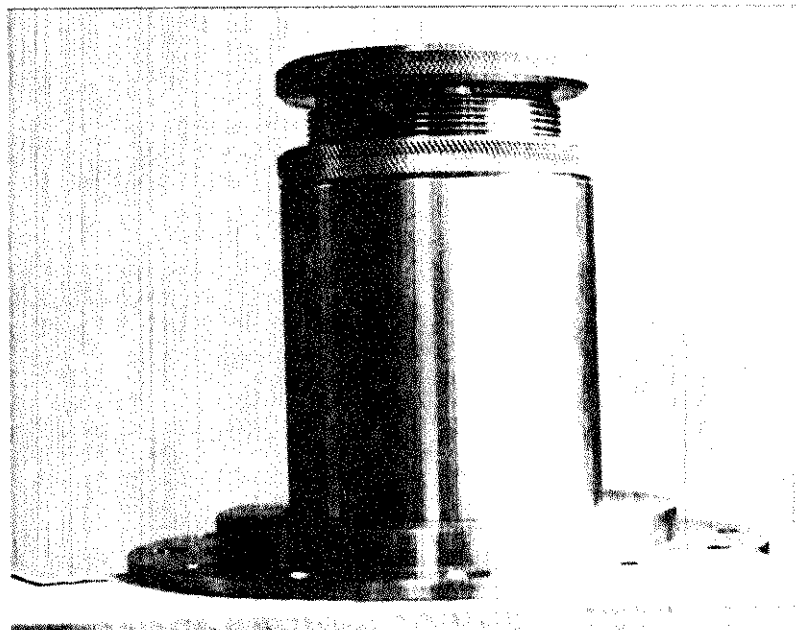
F17 - Reprodução Fotográfica  
do desenho DV V/03  
Vista explodida do posiciona  
dor da bobina de indução



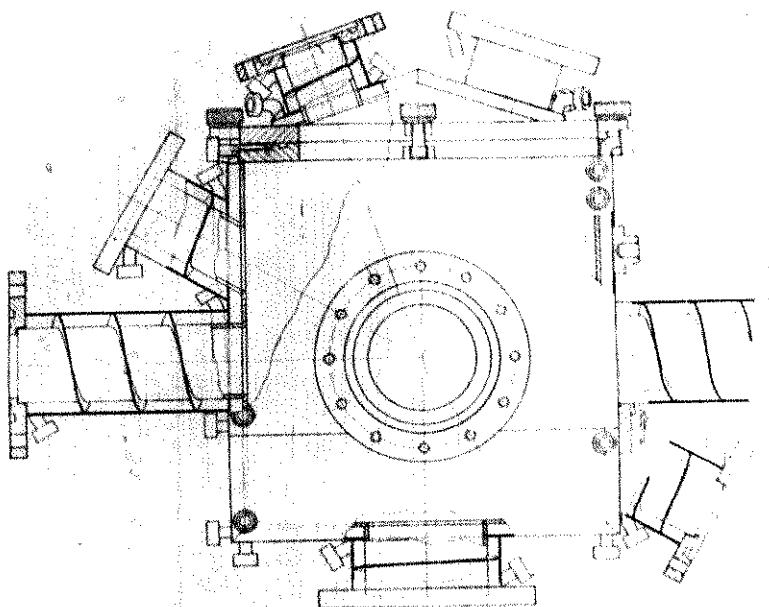
F18 - Disposição interna  
de montagem



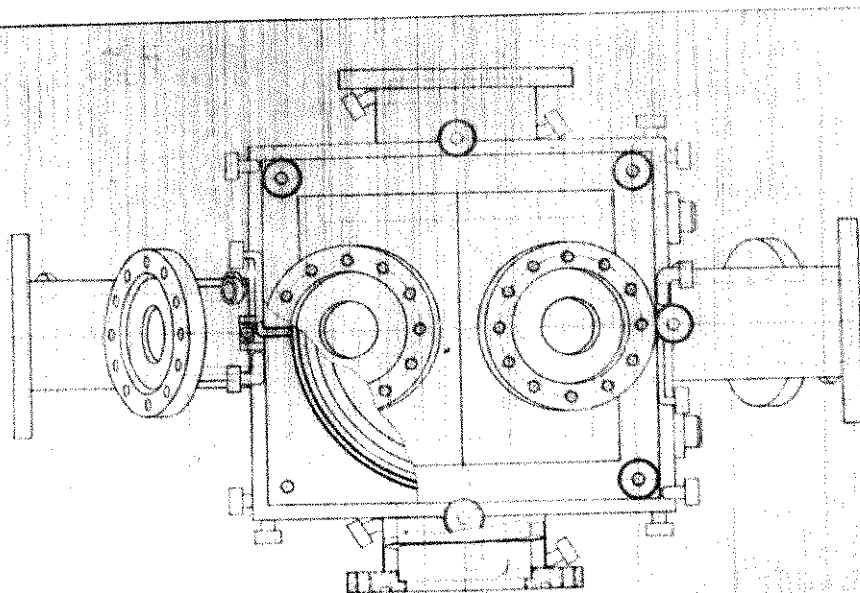
F19 - Peças utilizadas na montagem



F20 - Conjunto montado  
(Posicionador da Bobina de Indução)

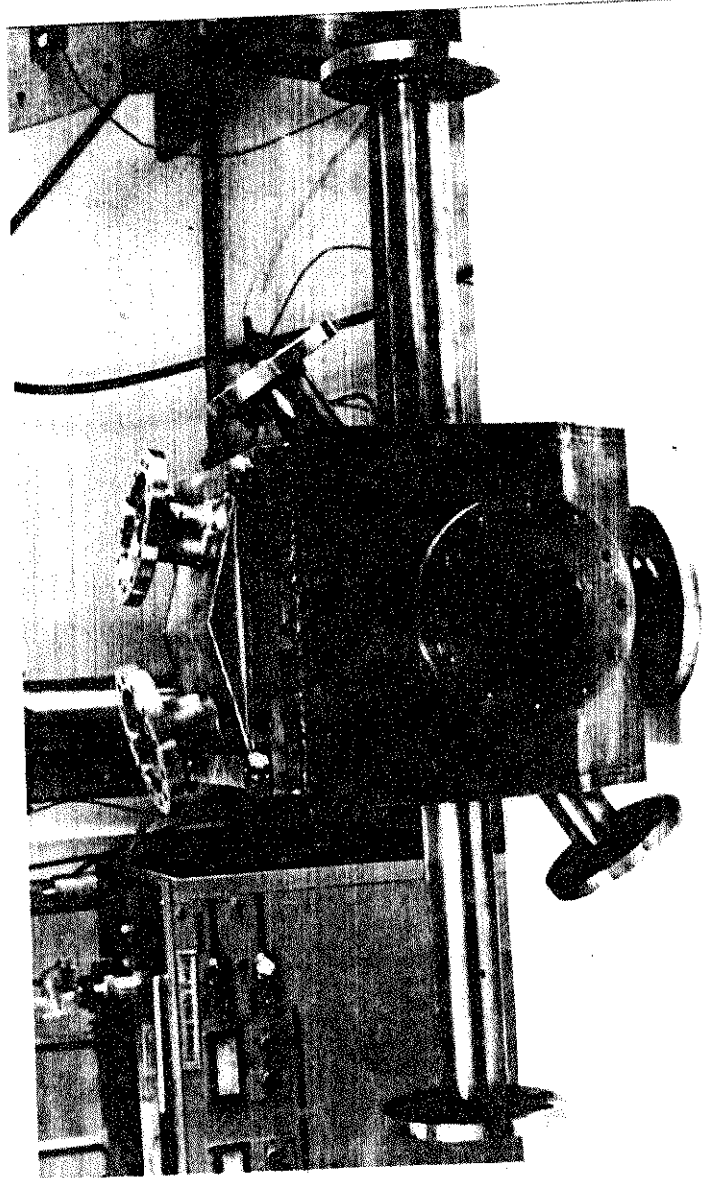


F21

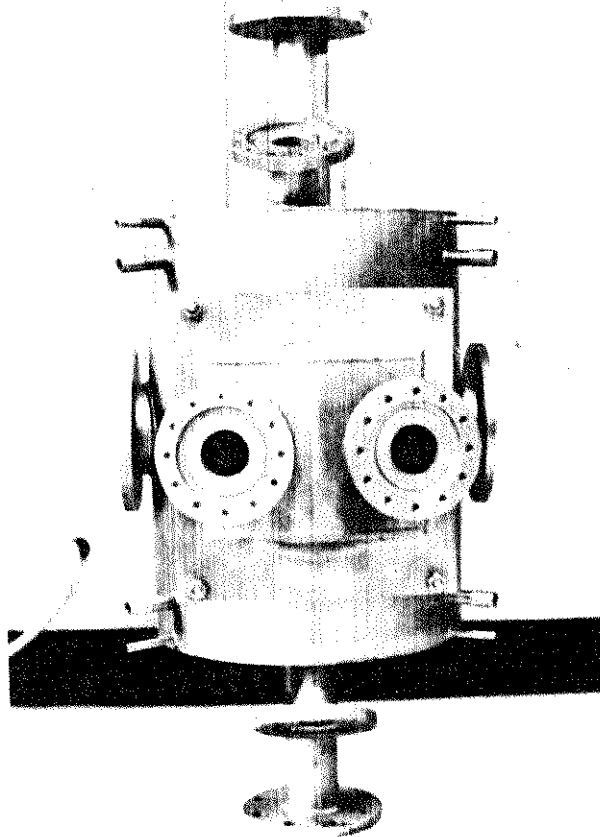


F22

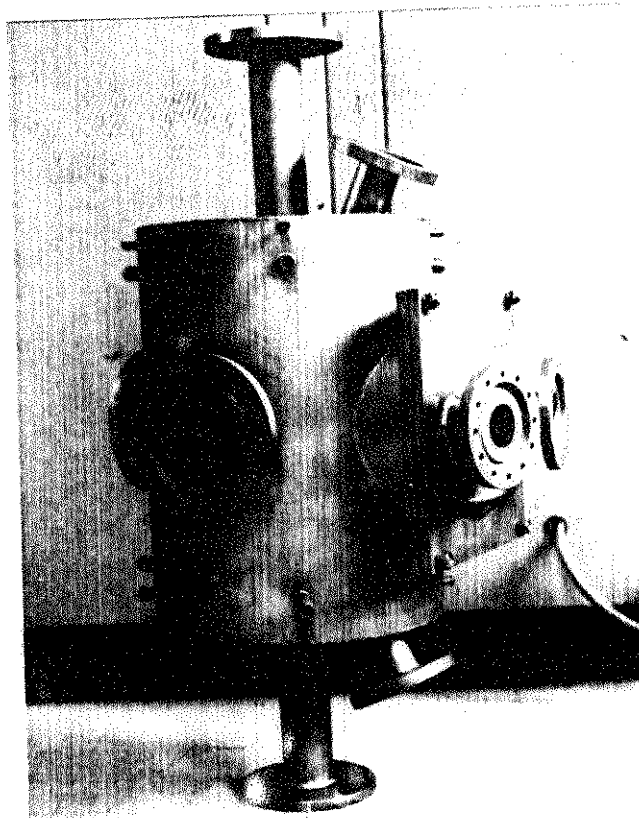
F21 e F22 - Reprodução fotográfica do desenho D10.  
Câmara de atmosfera controlada (1º projeto)



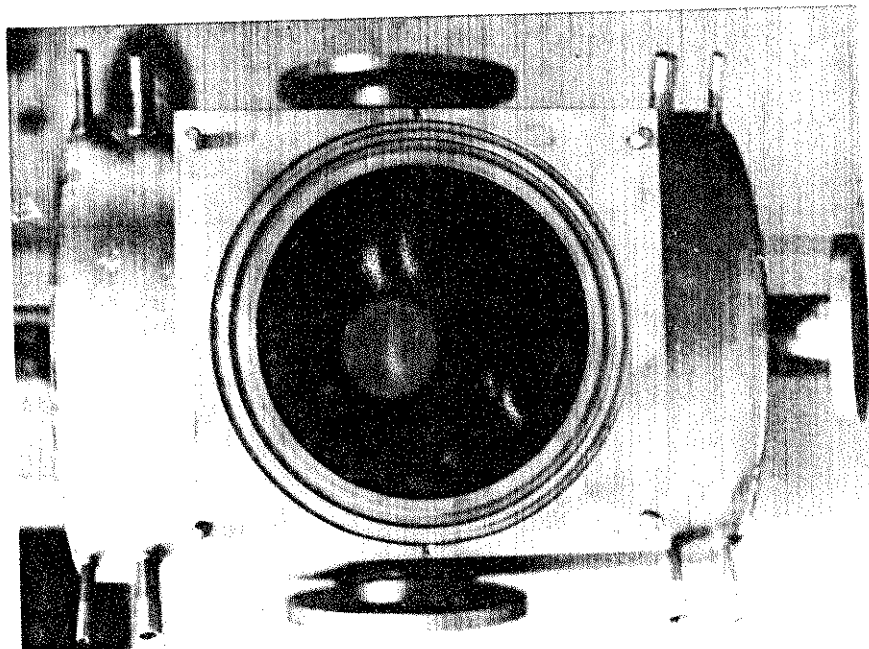
F23 - Câmara de atmosfera controlada  
( primeiro projeto )



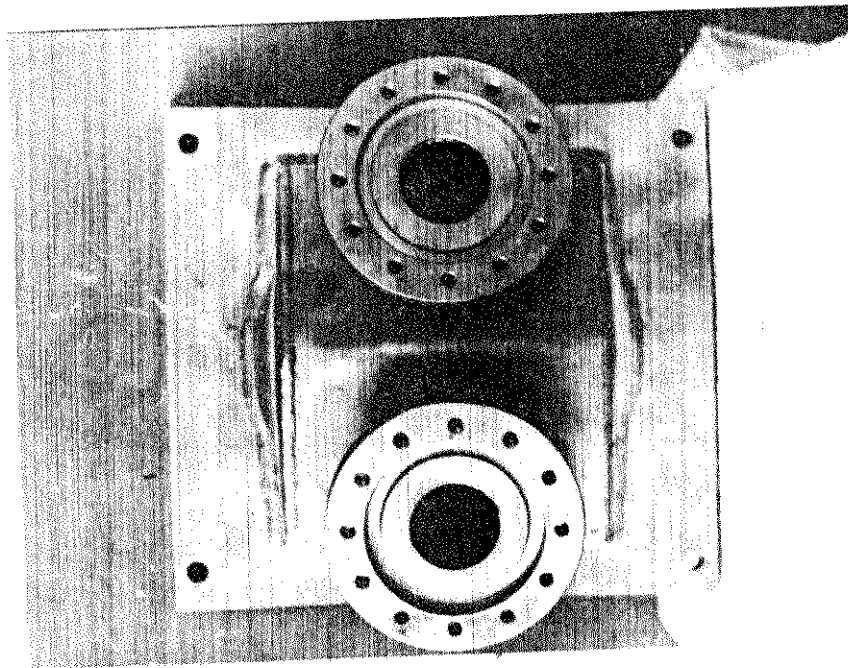
F24 - Câmara - Vista Frontal



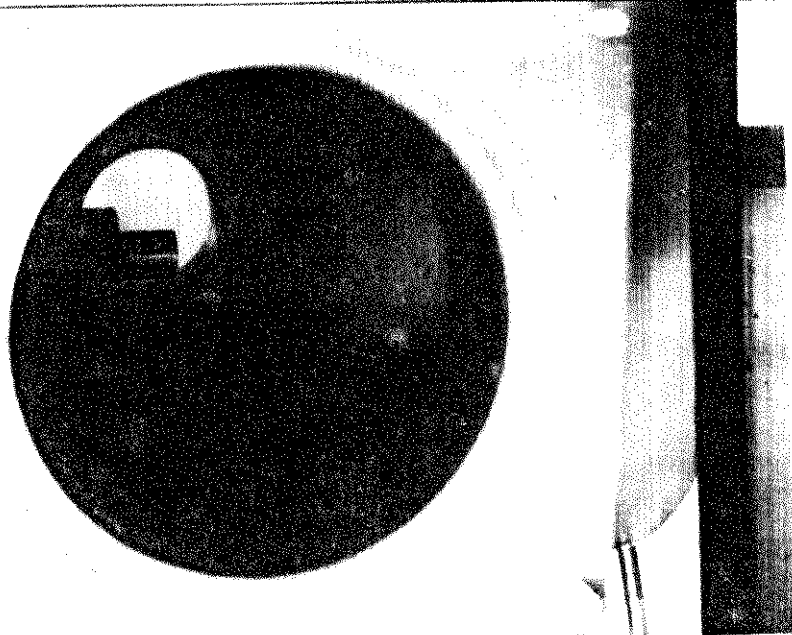
F25 - Câmara - Vista Lateral



F26 - Bocal de acesso ao interior da câmara

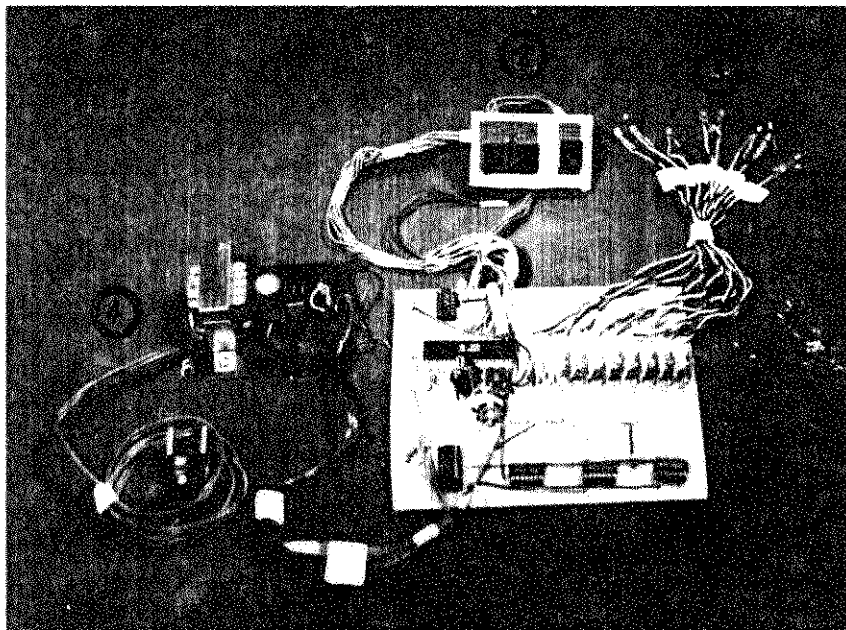


F27 - Tampa



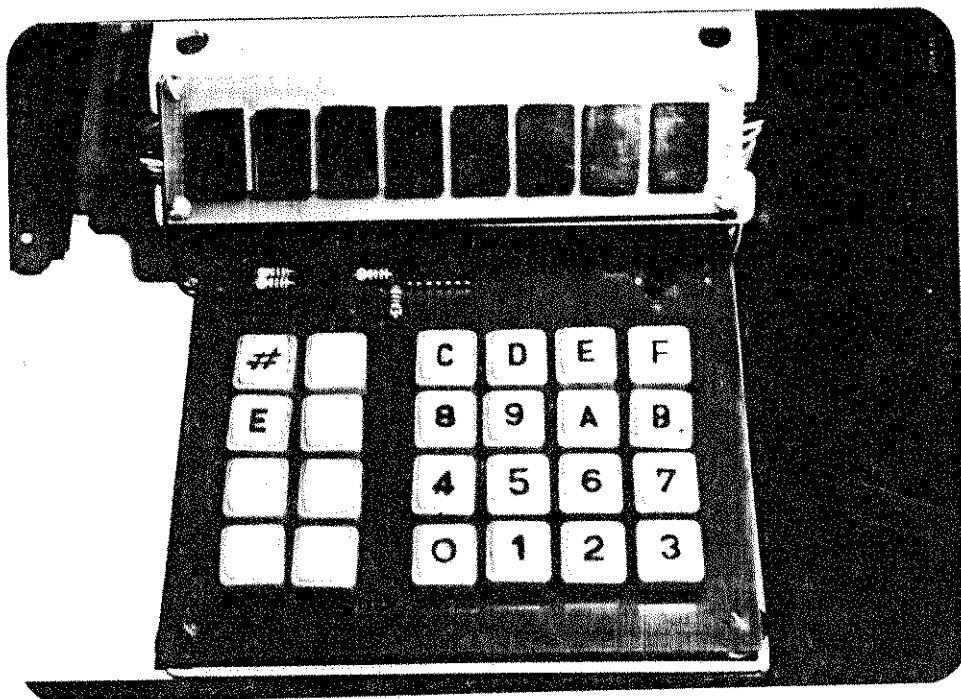
F28 - Posição da extremidade do cabeçote (eixos de rotação e translação em relação ao centro da câmara)



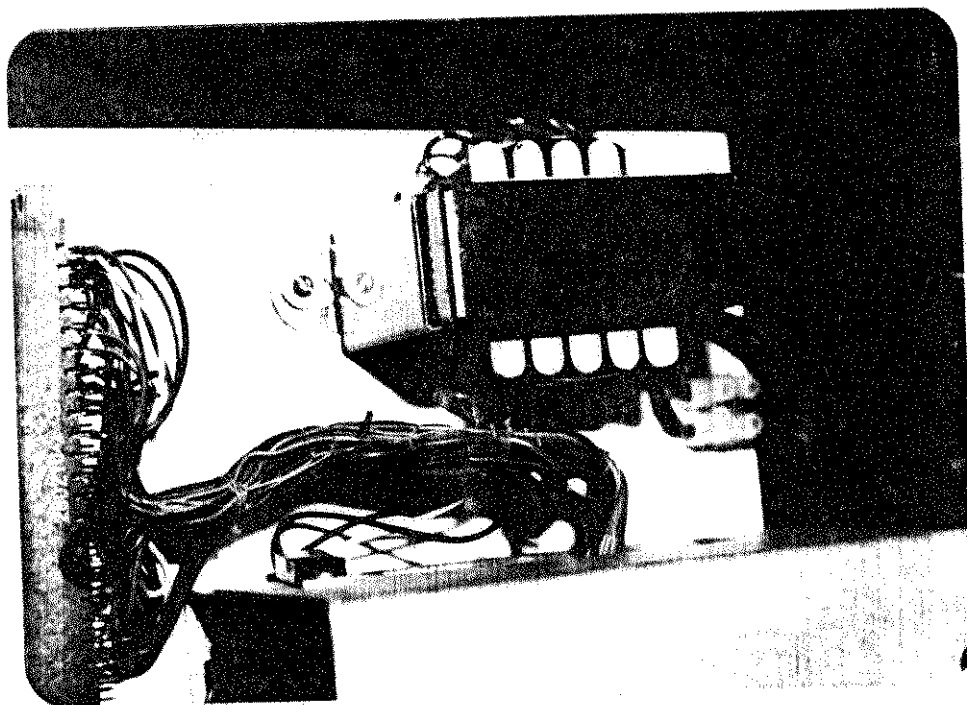


F29 - Circuito do controlador  
de temperatura.

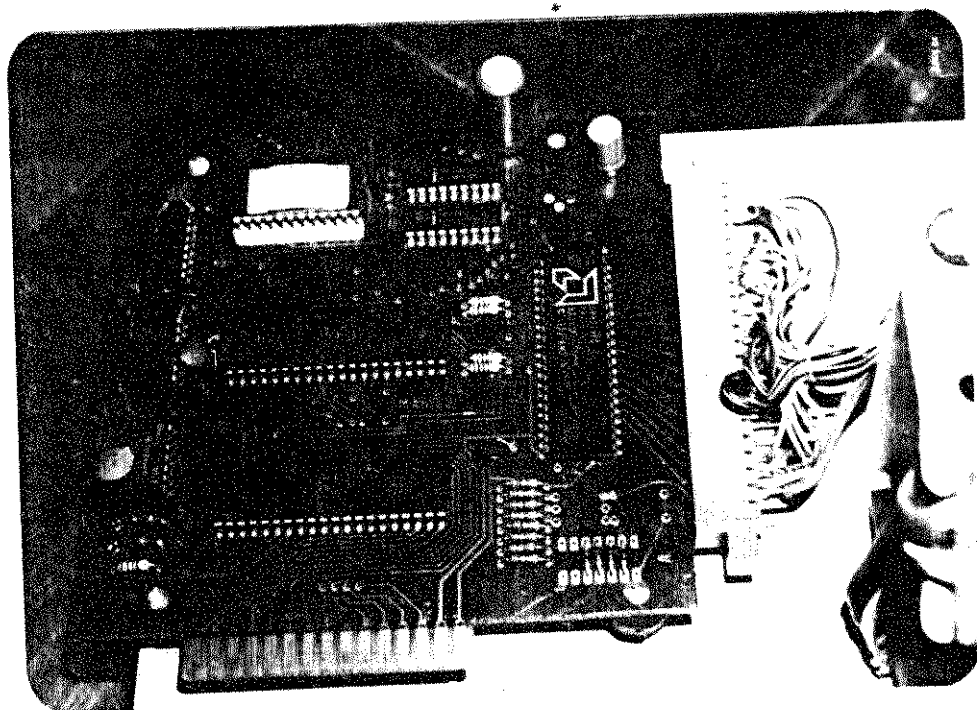
- ① Circuito base
- ② Display
- ③ Sensores
- ④ Fonte de alimentação



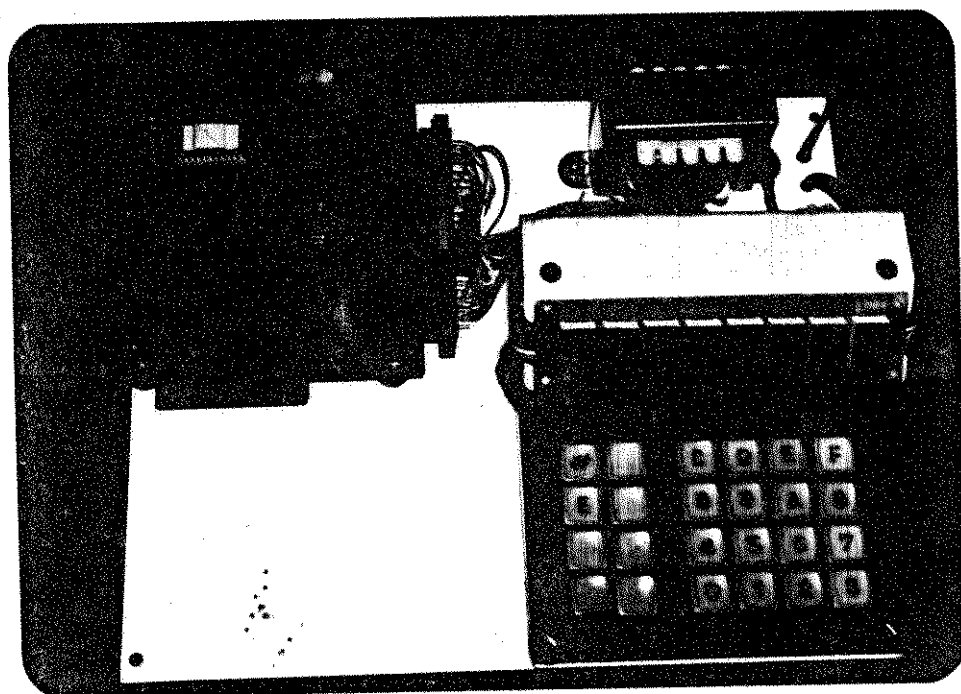
F30 - Teclado e Visor



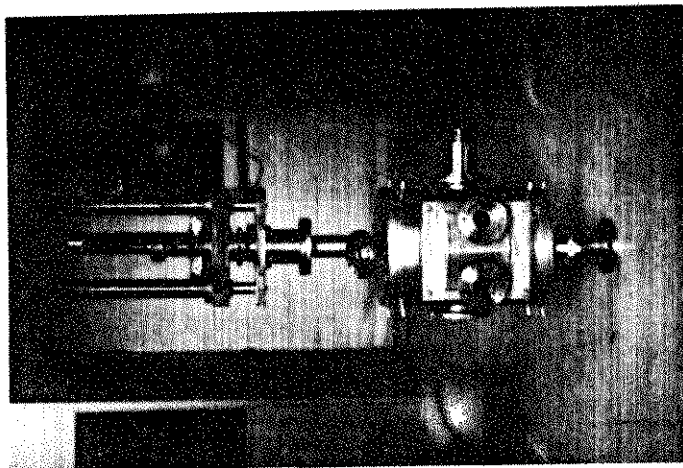
F31 - Interface de saída e  
Fonte de alimentação



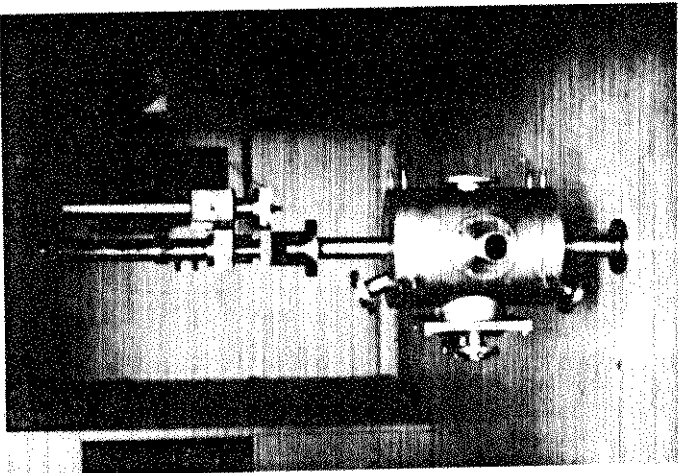
F32 - Disposição dos componentes no circuito



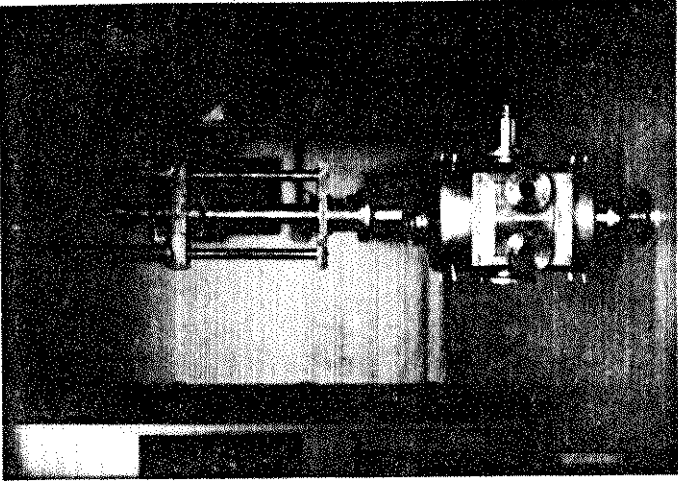
F33 - Vista geral do Microprocessador



F34



F35



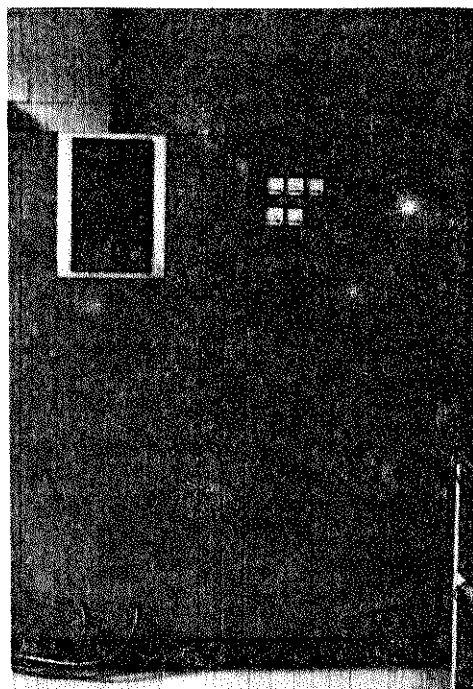
F36

Disposição de montagem de um cabeçote de puxamento em relação a câmara de atmosfera controlada.

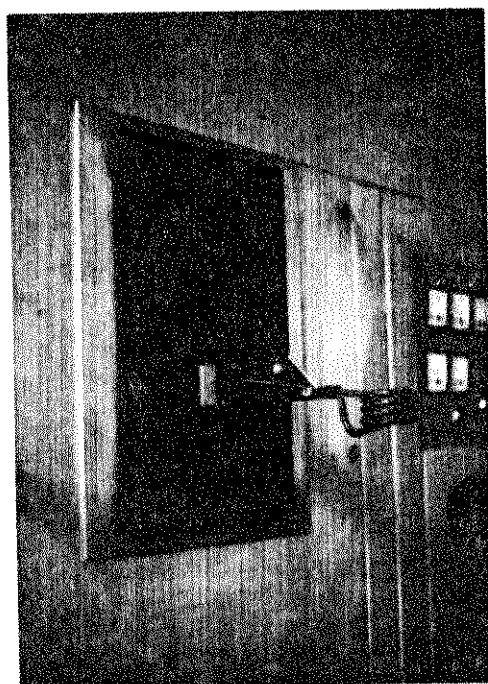
F34 - Vista frontal, cabeçote recolhido

F35 - Vista lateral, cabeçote recolhido

F36 - Vista frontal, cabeçote estendido



F37 - Fonte de R.F.  
(Já existente)



F38 - Bobina de indução  
( já existente )

## CAPÍTULO VI - CONCLUSÕES

### VI.1 - Descrição

As conclusões tiradas deste trabalho serão apresentadas a seguir e terão como referência os objetivos propostos no capítulo primeiro.

Os materiais e componentes utilizados foram, praticamente todos, encontrados no mercado nacional, exceção feita aos rolamentos lineares abertos e os parafusos de esferas recirculantes para os quais recorreremos a um importador.

Os motores utilizados nos sistemas de movimentação, são os disponíveis no mercado, apesar da faixa de rotação não ser compatível com nossas necessidades, o que nos levou à construção de redutores auxiliares.

A precisão dos movimentos pôde ser conseguida pela disposição do conjunto mecânico e pela utilização de parafusos de esferas recirculantes.

A câmara de atmosfera controlada tem seu interior - construído em aço AISI 316 L, material este que mais se presta para trabalhos em altas temperaturas, além de um sistema eficiente de refrigeração conseguido por meio das três subcâmaras de circulação de água, garantindo desta forma a não contaminação da barra.

As dimensões do bocal de acesso facilitam o manuseio da barra e a limpeza do interior da câmara.

Como houve aproveitamento dos tubos flangeados da primeira câmara para a construção da segunda, o diâmetro máximo das barras poderá, teoricamente, alcançar 50 mm, sendo que o comprimento de 400 mm ficou limitado pelas etapas anteriores de processamentos. Uma solução para diminuir as limitações quanto às dimensões das barras processadas, é a fixação das flanges de acoplamento dos cabeçotes diretamente sobre o corpo da câmara.

O sistema de posicionamento da bobina de indução garante a fixação precisa da mesma.

Previu-se pequenas possibilidades de modificações na câmara central e por este motivo, todos os acessos foram dirigidos para o centro de fusão.

É possível fazer-se a injeção de gases tanto para a

manutenção da atmosfera quanto para a dopagem da barra, além da colocação de sensores de temperatura, pressão, etc.

Conforme ficou demonstrado o aquecimento por RF é o mais indicado.

A minimização das perdas de potência podem ser conseguidas com o uso de barras de cobre isoladas por plásticos em substituição aos cabos convencionais.

A automatização dos controles dos deslocamentos e das temperaturas da barra foi conseguida, parcialmente, devido a falta de recursos que permitissem concluir a construção do microcomputador.

Finalmente destacamos que a montagem do equipamento não pôde ser completada, pela falta de itens tais como a plataforma de sustentação, motores, visores e os elementos já citados anteriormente.

Finalizando, com a construção dos cabeçotes de puxamento, redutores e câmara de atmosfera controlada, com exceção da plataforma, todo o sistema mecânico foi completado. Em relação ao sistema de controle somente os controladores das temperaturas da água de resfriamento puderam ser completados.

## VI.2 - Previsão Orçamentária para complementação do projeto

Os valores abaixo foram estimados em O.R.T.Ns., considerando-se a média dos preços consultados.

| Descrição                                | Quant.  | Valor<br>(O.R.T.N.) | Valor<br>(O.R.T.N.) |
|------------------------------------------|---------|---------------------|---------------------|
| Plataforma (material)                    | 160 kg  | 17,63               | 170,99              |
| Motores                                  | 4 unid. | 44,53               |                     |
| Tubo Inox 316 L (s/c)                    | 0,5 m   | 8,52                |                     |
| Tubo Inox 304 (c/c)                      | 0,5 m   | 6,31                |                     |
| Solda (Prata 35 1/16")                   | 0,1 kg  | 3,58                |                     |
| Solda (Eletrodo Inox 1/8")               | 0,5 kg  | 1,63                |                     |
| Filtro (azul cobalto Ø60x3mm)            | 4 unid. | 13,73               |                     |
| (1) Visor (Boro - Silicato)<br>Ø60 x 3mm | 4 unid. | 7,15                |                     |
| (2) Visor (Quartzo Ø60 x 3mm)            | 4 unid. | ---                 |                     |
| Aço Inox 304/316 (placa)                 | 20 kg   | 9,89                |                     |
| Diversos                                 | -       | 18,55               |                     |
| Sub-total:                               |         | 131,52              |                     |
| Mão de obra                              |         | 39,45               | 39,45               |
| TOTAL:                                   |         | 170,97              | 334,81              |

- (1) - Para utilização de visores de vidro (boro silicato) a temperatura não deve ultrapassar 350°C. É portanto necessário o fazer-se o resfriamento dos flanges. Pode-se também, modificar a tampa frontal conforme mostra o desenho D14/01-02.
- (2) - Os visores de quartzo foram incluídos no orçamento mas, - devido a seu preço, serão computado separadamente.
- No total deduz-se o custo dos visores de Boro silicato.

### VI.3 - Linhas de Pesquisa Decorrentes deste Trabalho

#### VI.3.1. Relativas ao Equipamento

1. Inicialmente, o Forno de Fusão Zonal Flutuante deve - ser montado na plataforma conforme ficou estipulado no capítulo referente ao Projeto.
2. O novo modelo de tampa frontal deverá permitir uma melhor observação do processo.
3. A construção de um microprocessador é indispensável para a automatização do sistema.
4. Os motores de acionamento propostos no presente trabalho poderão ser substituídos por motores de passo que, somados ao microprocessador deverão permitir maior eficiência dos movimentos.
5. O controle da cilíndricidade da barra poderá ser efetuado por um sistema automático utilizando-se como sensor a variação de campo entre a bobina e a zona de fusão, provocada pela movimentação da última.

#### VI.3.2. Relativas ao Processo

1. Comparações entre os valores teóricos encontrados na - Literatura e os experimentais obtidos pela utilização do equipamento.
2. Purificação e crescimento de outros materiais fazendo-se as adaptações necessárias ao equipamento.



## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

### CAPÍTULO I

- (1) HEYWANG, W.; SPENKE - Silicon - the material of electronics  
Siemens Review XLVIII (1981), 6
- (2) BRUK, V; GARSHENIN, V; KURNOSO V, A  
Produccion de Dispositivos Semicondutores - Cap.II- 30  
Editorial MIR (1971)
- (3) MC HUGH, MAUREEN - Publicação Técnica  
Solarex International - V3 (1980)
- (4) SCIENCE AND TECHNOLOGY - V.7 (1971) - 622, 623 -  
Mc.Graw-Hill
- (5) PAULING - General Chemistry - (1958) 602
- (6) FINK - Standard Handbook for Electrical Engineers -  
(1972) - 270, 274
- (7) ARRUDA, A.C.F. - Curso "Materiais de grau Eletrônico"  
Capítulo IV - UNICAMP
- (8) PINTSCH, A.G. Julius - patente DRP 304.857 (28.05.1916)
- (9) HOLBLING, R., Chemistry - 40 (1927) 655
- (10) TEAL, G.K.; STORKS, K - I.E.E.E. Trans.Electron Devices  
23 (1946) 621
- (11) BISCHOFF, F - Us. Patent 3.146.123 (08.12.1961) patente  
(25.08.1964)
- (12) BISCHOFF, F - D.B.P. 1.134.459 (18.05.1954) patente -  
(09.08.1962)
- (13) BRIDGMAN, P.W. - Proc.Amer.Acad.Arts and Sciences 60 -  
(1925) 305
- (14) COLLINS, R.L. - J.Crystal Growth, 42 (1977) 490, 492

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

### CAPÍTULO II

- (1) BRIDGMAN, P.W. - Proc.Amer.Acad.Arts and Sciences 60  
(1925) 305
- (2) PFANN, W.G. - Zone Melting - J.W.and Sons Inc.(1966)
- (3) SPENKE, E, HEYWANG, W - Phys, Stat.Sol. 64 (1981) -  
11 - 44
- (4) BARDSLEY, W et al - Crystal Growth - ed. North-Holland  
Publishing Company - 1979
- (5) PAMPLIN, B - Crystal Growth - Science of the Solid -  
State - Vol.16 - 2th edition - Pergamon  
Press - 1980
- (6) RUTTER, W.J - Techniques of Crystal Growth and Control-  
led Microstructures - Capítulo 22 -  
Crystal Growth from the liquid phase -  
McGraw-Hill

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

### CAPÍTULO III

- (1) VEECO - Machines de Tirage de Monocristaux  
Publicações Técnicas (1979)
- (2) JUNGLE, C.H. - "Vacuum Heat Processing" - Metals -  
Engineering Institute- American Soc.  
for Metals
- (3) ARRUDA, A.C.F. - Curso "Materiais de Grau Eletrônico"  
Cap. VI - UNICAMP
- (4) ASTM - F41 - 68 - Standart Method for Preparing Sili-  
con Crystals by the Floating - Zone  
Technique (N.Y. 1972)
- (5) KELLER, W. - Journal of Crystal Growth 36 (1976) 215, 231
- (6) BARBOSA, L.C.; ARRUDA, A.C.F. - "Parâmetros que influ-  
enciam a Fusão Zonal Flutuante do Silí-  
cio". ABM- Vol.38, nº 295 (1982) 339-342
- (7) HEYWANG, C - Zur Stabilität Senkrechter Naturforsch 11A,  
238 (1956)
- (8) CALVERLEY, A - Services Electronics Research Laboratory
- (9) BELK, J.A. - Tecnologia del Vacío en Metalurgia - Edi-  
tora Mir - Cap. VI
- (10) DONALD, D.K. - Review of Science Instruments, 32 (1961)  
811, 813
- (11) HERICY, N.J. - Centre d'Etudes de Chimie Metallurgique  
de Vitry 221 - 228
- (12) BUEHLER, E - Rev.Science Instruments 28 (1957) 453

- (13) GUPTA, K.P.; GREGORY, R.O.; ROSSNICK, M - J. Crystal Growth 44 (197 ) 526, 532
- (14) KOBAYASHI, N - J. Crystal Growth 43 (1978) 417, 424
- (15) WARBURTON, D.; BROWN - "Pratique du Chauffage par Induction"- Ed. Eyrolles
- (16) DASH, W.C. - J. Appl. Phys 29 (1958) 736
- (17) LOGAN, R.A.; PETERS, A.J.- J.Appl. Phys 28 (1957)819
- (18) KOPETSKII, Ch.V.; MARCHENKO, V.A. - Intr.Exp.Tech.14 (1971) 1536
- (19) SINGR, R.etal - J.Electrochemical Soc. 115 (1968) 112
- (20) MURGAI, A etal- J.Electrochemical Soc. 123 (1976) 224
- (21) WEBB, W.W. - J. Appl. Phys 33 (1962) 1961
- (22) KOCK, A.J.R. etal - J.Crystal Growth 22 (1974) 311
- (23) PETROFF, P.M.; KOCK, A.J.R. - J.Crystal Growth 36 - (1976)4
- (24) KOCK, A.J.R.etal - J.Crystal Growth 30 (1975) 279
- (25) CHIKAWA, J.; SHIRA, S. - J.Crystal Growth 39 (1977)328
- (26) BRAUN, J.H.; PELLIN, R.A. - J.Electrochemical Soc.108 (1961) 972
- (27) CISZEK, T.F - J. Crystal Growth 12 (1972) 281-287
- (28) JAIN, G.C. etal - J.Crystal Growth 57 (1982) 428-431
- (29) GERETH, R - J. Electrochemical Soc. 103(1962) 1068
- (30) NAKAMOTO, H; KAMADA, K - J.Crystal Growth 30 (1975)145
- (31) JAIN, G.C. etal - J.Crystal Growth 57 (1982) 428- 431

- (32) CISZEK, T.F. - J.Crystal Growth 12 (1972) 281,287
- (33) SUREK, T; CORIELL, S.R - J.Crystal Growth 37 (1977)  
258
- (34) SUREK, T; CHALMERS, B - J.Crystal Growth 29 (1975) 1
- (35) QUENISSET, J.M.; NASLAIN, R - J. Crystal Growth 30-  
(1975) 170
- (36) A. CALVERLEY - "La méthode de la "zone fondue" flottante utilisant le chauffage par bombardement d'électrons."  
Services Electronics Research Laboratory

A N E X O     I

RELAÇÃO DE FIRMAS CONTATADAS

- WESTFALIA SEPARATOR DO BRASIL IND.E COM.DE CENTRÍFUGAS LTDA.  
Rod. caminas Monte-Mor, Km 12  
Sumaré - SP. - (0192) 421555
  
- \* INDÚSTRIA DE MÁQUINAS E EQUIPAMENTOS ELETRÔNICOS MAQUEL LTDA.  
Rua Rodrigo Vieira, 141  
São Paulo - SP. - 549.5177
  
- UNILAB ARTIGOS PARA LABORATÓRIOS LTDA.  
Av. Dr. Gentil de Moura, 277  
São Paulo - SP. - 273.4107 - 274.0406
  
- MÁQUINAS PIRATININGA S/A.  
Rua Eduardo Gonçalves, 38  
São Paulo - SP. - 292.7759 - 292.8013
  
- INDÚSTRIAS MECÂNICAS MULTIMATIC LTDA  
Rua Bela, 50  
Santo André - SP. - 454.2664
  
- VARIMOT S/A. EQUIPAMENTOS INDUSTRIAIS  
Av. Hum, 420  
São Paulo - SP. - 261.4022
  
- ELETROTÉCNICA SOTTO MAYOR LTDA  
Rua Florêncio de Abreu, 474  
São Paulo - SP. - 228.3005 - 228.3011
  
- \* ROLAMENTOS PAULISTA S/A.  
Rua Florêncio de Abreu, 441  
São Paulo - SP. - 227.1366