



AUTORIZAÇÃO PARA QUE A UNICAMP POSSA FORNECER, A PRE-  
ÇO DE CUSTO, CÓPIAS DA TESE A INTERESSADOS

Data proposta para a Defesa:

assinatura do aluno

Assinatura do aluno

am) 2:10p to 2:20p

### AGRADECIMENTOS

Ao prof. NAURÍCIO PRATES DE CAMPOS FILHO pela orientação segura e indispensável.

Aos professores LUIZ CARLOS BARBOSA, TREVOR WILLIAM CLYNE e ATAÍR RIOS NETO pelas críticas e sugestões apresentadas ao trabalho.

À toda equipe técnica e de apoio do Projeto TELEBRÁS-MGE que de alguma forma colaboraram na elaboração deste trabalho.

À senhorita ATSUKO ISHIDA pelos trabalhos de datilografia.

Ao prof. RICARDO PEREIRA LIMA CARVALHO da UNESP - FEIS pela colaboração no sentido de facilitar a elaboração deste trabalho.

Ao Projeto TELEBRÁS-MGE pelo suporte financeiro, material e pessoal.

PROJETO E CONSTRUÇÃO DE UM EQUIPAMENTO PARA  
PURIFICAÇÃO DE SILÍCIO PELO MÉTODO DE FUSÃO  
ZONAL VERTICAL COM AQUECIMENTO POR RF.

À minha esposa Maria Isabel  
e à minha filha Lúcia.

TÍTULO: PROJETO E CONSTRUÇÃO DE  
UM EQUIPAMENTO PARA PU  
RIFICAÇÃO DE SILÍCIO PE  
LO MÉTODO DE FUSÃO ZO  
NAL VERTICAL COM AQUECI  
MENTO POR RF.

RESUMO

Através de uma análise da importância econômica e estratégica do silício, chegou-se ao método de purificação utilizado. Verificou-se, através de um estudo teórico, a influência de algumas variáveis (composição inicial das impurezas, forma e tamanho da zona fundida, etc) na purificação de materiais pelo método de zona flutuante. O equipamento é constituído de três sistemas: o de aquecimento para a obtenção da zona fundida; o de controle de temperatura, forma e tamanho da zona e o de trabalho que é responsável pela movimentação da barra. Analisou-se as principais características de cada um dos componentes destes três sistemas. O estudo teórico (citado acima) e a análise das características dos componentes dos três sistemas reuniram os elementos necessários à execução do projeto. Com o equipamento já otimizado e em funcionamento, realizou-se uma experiência com uma barra de silício de 6 mm de diâmetro, com o objetivo de aferição do equipamento, sendo que os resultados obtidos foram satisfatórios. Com exceção do pirômetro óptico, todos os componentes empregados no equipamento foram de procedência do mercado nacional. Houve grande dificuldade de encontrar alguns componentes, no mercado nacional, que apresentassem os requisitos necessários ao funcionamento dos mesmos. A maior dificuldade encontrada no decorrer da fase de testes foi o controle da atmosfera da câmara de trabalho (argônio com excesso de impurezas). Finalmente, sugeriu-se algumas linhas de pesquisa decorrentes do trabalho, sendo que estas se referem ao equipamento e ao processo de purificação.

TITLE: PROJECT AND CONSTRUCTION OF AN APPARATUS FOR  
PURIFICATION OF SILICON USING FLOATING ZONE  
AND RF. HEATING.

ABSTRACT

An economical and strategical analysis was performed to choose the most reliable method for purification of silicon. The influence of some variables ( initial impurity concentration, shape and size of the fused zone, etc) in the floating zone purification process was analysed theoretically. The apparatus is composed of three main systems:

- The heating system to create the fused zone;
- The system to control the temperature, size and shape of the zone;
- The work system which is responsible for the movement of the silicon bar.

The main characteristics of the components of each system were analysed. The theoretical analysis cited above with the analysis of the characteristics of the three systems are used in the execution of the design. After building and optimizing the system, a test was made using a 6mm diameter silicon bar, to check the performance of the apparatus and good results were obtained. Except for the optical pyrometer the components used in the manufacturing of the system were purchased in the brazilian market. Some difficulty to find in the brazilian market components according to the requeriments of the project was noticed. The major difficulty noticed during the testing was the controll of the work atmosphere due to the presence of impurities in the argon gas. Some suggestions to improve the apparatus are given.

## Í N D I C E

	Página
CAPÍTULO 1 - INTRODUÇÃO .....	01
1.1. CONSIDERAÇÕES GERAIS .....	01
1.2. IMPORTÂNCIA ECONÔMICA E ESTRATÉGICA DO SILÍCIO .....	02
1.3. OBJETIVOS DO PRESENTE TRABALHO .....	05
CAPÍTULO 2 - FUNDAMENTOS TEÓRICOS .....	12
2.1. INTRODUÇÃO .....	12
2.2. FUNDAMENTOS TEÓRICOS DE FUSÃO ZONAL .....	13
2.2.1. Coeficiente de distribuição .....	14
2.2.2. Redistribuição de soluto .....	15
2.2.2.1. Solidificação com convecção completa no líquido e sem difusão no sólido .....	16
2.2.2.2. Solidificação com convecção limitada no líquido e sem difusão no sólido .....	17
2.2.3. Estabilidade da interface plana .....	18
2.2.4. Teoria de fusão zonal .....	19
2.2.4.1. Redistribuição de soluto no primeiro passe .....	20
2.2.4.2. Redistribuição de soluto para vários passes .....	20
2.2.4.3. Redistribuição de soluto após um número grande de passes ..	21
2.3. FUNDAMENTOS TEÓRICOS DE PROJETO .....	22
2.3.1. Noções sobre o desenvolvimento de projetos .....	22
2.3.2. Fases de um projeto .....	23
2.3.3. Critérios básicos de projeto adotados.	24
CAPÍTULO 3 - ANÁLISE DO PROJETO BÁSICO .....	32
3.1. INTRODUÇÃO .....	32

	Página
3.2. SISTEMA DE AQUECIMENTO .....	32
3.2.1. Análise da potência requerida .....	33
3.2.2. Análise da frequência .....	36
3.2.3. Análise da geometria da espira de indução .....	37
3.3. SISTEMA DE CONTROLE .....	38
3.4. SISTEMA DE TRABALHO .....	39
3.4.1. Análise da câmara de trabalho .....	39
3.4.2. Análise do sistema de movimentação ...	40
CAPÍTULO 4 - PROJETO E CONSTRUÇÃO DO EQUIPAMENTO ....	51
4.1. INTRODUÇÃO .....	51
4.2. SISTEMA DE AQUECIMENTO .....	51
4.2.1. Especificação da fonte de RF .....	51
4.2.2. Aquisição da fonte de RF .....	53
4.3. SISTEMA DE CONTROLE .....	53
4.4. SISTEMA DE TRABALHO .....	55
CAPÍTULO 5 - OTIMIZAÇÃO, CALIBRAÇÃO E OPERAÇÃO DO <u>E</u> QUIPAMENTO .....	70
5.1. INTRODUÇÃO .....	70
5.2. OTIMIZAÇÃO E CALIBRAÇÃO DO EQUIPAMENTO .....	70
5.3. TÉCNICA DE OPERAÇÃO DO EQUIPAMENTO .....	73
5.3.1. Preparação do silício e da câmara de trabalho .....	73
5.3.2. Procedimento para o funcionamento do <u>e</u> quipamento .....	74
CAPÍTULO 6 - CONCLUSÕES .....	82
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....	85
BIBLIOGRAFIA COMPLEMENTAR .....	87
LINHAS DE PESQUISA DECORRENTES DESTA TRABALHO .....	89



	Página
APÊNDICE I - LISTA DOS SÍMBOLOS UTILIZADOS NESTE <u>TRA</u> BALHO .....	91
APÊNDICE II - CURVAS DE CONCENTRAÇÃO RELATIVA DE SOLU <u>TO</u> , EM FUNÇÃO DA DISTÂNCIA EM COMPRIMEN <u>TOS</u> DE ZONA, PARA VÁRIOS VALORES DE k E PARA VÁRIOS NÚMEROS DE PASSES .....	93
APÊNDICE III - MEMORIAL DO CUSTO DO EQUIPAMENTO <u>CONS</u> TRUÍDO, BASEADO EM VALORES DE DEZEMBRO DE 1978, SEM COMPUTAR A MÃO-DE-OBRA ..	109
APÊNDICE IV - ENDEREÇOS DAS PRINCIPAIS FIRMAS <u>CONTATA</u> DAS .....	110

## CAPÍTULO 1

### INTRODUÇÃO

#### 1.1. CONSIDERAÇÕES GERAIS

O desenvolvimento de certas áreas no campo científico e tecnológico, como por exemplo a dos semicondutores, a aeroespacial, a nuclear, etc, gerou a necessidade de se obter materiais cada vez mais puros. Isso devido ao fato de que as impurezas presentes, mesmo em quantidades ínfimas, exercem grande influência em algumas propriedades físicas dos materiais.

No campo de semicondutores, objetivo principal de nossas pesquisas, a necessidade de materiais ultrapuros foi crucial, pois até a 2.<sup>a</sup> Guerra Mundial, a tecnologia existente conseguia produzir materiais nesse campo de no máximo 99,9% de pureza, que segundo os especialistas dessa área, os materiais com esse grau de pureza, eram denominados materiais de grau metalúrgico. Esse índice de pureza representava um valor muito baixo para os objetivos da indústria eletrônica da época, pois dependendo do dispositivo a ser fabricado, necessitava-se, por exemplo, de materiais com pureza da ordem de 99,999999%, representando aproximadamente 1 grama de impureza em 100 toneladas do material. Para se atingir esse nível de pureza foi necessário o desenvolvimento de novas técnicas de purificação, com a finalidade de se chegar a um material de grau eletrônico (MGE).

Literalmente falando, materiais de grau eletrônico, compreendem todas as espécies de materiais utilizados na confecção de componentes e dispositivos eletrônicos. Como exemplo podemos mencionar os materiais dielétricos para capacitores, plásticos para encapsulação, contatos metálicos, "wafers" semicondutores e mesmo os reagentes e gases ultrapuros utilizados na manufatura dos mesmos.

A classificação geral dos MGE (1), com relação às suas características físico-químicas, está esquematizada na figura 1.1. Esta inclui uma ampla faixa de materiais, alguns utilizados na fabricação de dispositivos (semicondutores),

outros na proteção dos mesmos (polímeros, etc) e outros es senciais durante os processos (líquidos, gases, etc).

O termo MGE traduz a característica fundamental desta classe de materiais, qual seja, a sua elevada e controlada pureza química, quando comparada com a pureza exigida nos materiais convencionais.

O mesmo material pode ser utilizado em aplicações convencionais como também na microeletrônica, diferenciando-se apenas pelo seu grau de pureza química. Por exemplo, o alumínio utilizado em aplicações convencionais possui um teor de pureza da ordem de 98,5%, enquanto que sua utilização na tecnologia de microcircuitos, requer uma pureza química não inferior a 99,995% (2).

A elevação da pureza de um material convencional (grau metalúrgico), a nível MGE, envolve processos de alta densidade tecnológica, o que resulta em um aumento de várias ordens de grandeza no custo unitário do material.

A indústria de semicondutores é bastante recente, e seu nascimento pode ser identificado com o surgimento no mercado do primeiro transistor de germânio, na década de 50. Esta época marca o início de importante mudança tecnológica: a substituição de válvulas a vácuo por dispositivos a estado sólido (semicondutores). Surgiram, portanto, as primeiras empresas nesse ramo e se intensificaram os trabalhos de aprimoramento do transistor, buscando ampliação de sua utilização (alta potência, alta frequência, dispositivos especiais, etc). A utilização do silício como matéria prima básica dos transistores, ganhou corpo logo em seguida da utilização do germânico nos mesmos (3).

## 1.2. IMPORTÂNCIA ECONÔMICA E ESTRATÉGICA DO SILÍCIO

O silício de grau eletrônico é a matéria prima básica para a produção da maioria dos dispositivos semicondutores utilizados na indústria eletrônica, sendo que no Brasil, atualmente, a produção de Si (MGE) é nula. A nível internacional sua demanda é relativamente grande, com tendências ao crescimento, devido à expansão da indústria eletrônica e principalmente a sua difícil substituição por outro material.

Basicamente, a tecnologia atual da construção de dispositivos eletrônicos, consiste na introdução controlada de determinadas impurezas (dopagem) em monocristais de silício.

O nível de pureza necessário ao silício, varia de acordo com o dispositivo a ser feito, bem como a impureza em particular. O ouro, cobre, ferro, sódio e os dopantes comuns (grupos III-A e V-5), frequentemente devem ser reduzidos às concentrações da ordem de partes por bilhão de átomos (ppba).

O silício é encontrado na natureza, na forma de óxidos (quartzo, etc) e de silicatos (mica, asbestos, etc), sendo o segundo elemento mais abundante da crosta terrestre (25,7% em peso) [4]. A obtenção do silício MGE, envolve uma série de etapas, sendo que a matéria prima de partida pode ser de três tipos, como mostrado no fluxograma simplificado da figura 1.2: sílica comum (areia), silício metalúrgico (produzido e exportado pelo Brasil) e fluoreto de silício (subproduto rejeitado na produção do fosfato de Pato de Minas), todas extremamente abundantes e de baixo custo. A obtenção a partir do seu fluoreto, por redução direta, está ainda sujeita a pesquisa e sua viabilidade econômica ainda é duvidosa. A maioria dos processos industriais partem do silício de grau metalúrgico.

Existem várias técnicas para a purificação e produção de monocristais, sendo que as mais importantes, para o silício, são a de fusão por zona e a de puxamento vertical (Czochralski).

Na técnica de Czochralski o lingote de silício (pré-purificado e policristalino) é fundido em um cadinho de grafite revestido de quartzo. Uma "semente" de monocristal de silício é montada em um suporte de molibidênio, tântalo, quartzo ou grafite. Com o silício fundido no cadinho (aproximadamente 1600 °C), a semente toca-o por algum tempo, até que haja fusão de uma pequena camada da própria semente. Após isso, a semente é levantada, cristalizando silício ao seu redor. Controlando-se os gradientes térmicos, a velocidade de puxamento e as rotações tanto da semente como do cadinho, pode-se conseguir um lingote monocristalino. A figura

1.3 mostra um esquema simplificado dessa técnica [5].

Na técnica de fusão por zona, uma pequena zona líquida caminha vagarosamente ao longo da barra de silício (pré-purificado e policristalino), arrastando consigo uma porção de impurezas solúveis na mesma. A distribuição final de impurezas depende do tamanho, número e sentido de avanço das zonas, da distribuição inicial e das propriedades intrínsecas das impurezas. Entretanto, para o caso do silício, o corre um problema grave devido ao fato do mesmo ser altamente reativo no estado líquido, atacando todos os cadinhos conhecidos até o presente. Isso foi solucionado com o desenvolvimento da técnica de zona flutuante (sem cadinho), que nada mais é do que a fusão por zona vertical (fusão zonal vertical).

Na técnica de zona flutuante, uma barra de silício é mantida na posição vertical dentro de uma câmara com atmosfera rigorosamente controlada, sendo fixada somente pelas suas extremidades. Uma zona fundida, compreendendo toda a secção transversal da barra é produzida por intermédio de uma fonte de rádio frequência (RF) com uma espira de indução. A purificação é produzida pelo movimento ascendente e repetido da zona flutuante, de uma extremidade à outra da barra. Geralmente, após a passagem de várias zonas, produz-se um monocristal com orientação indefinida. Para se obter um monocristal com orientação definida, utiliza-se uma semente com a orientação desejada, colocando-a na parte da barra onde se inicia o processo. A figura 2.1 mostra um esquema dessa técnica.

Ambos os métodos tem suas bem conhecidas vantagens e desvantagens. Se as condições gerais de crescimento cristalino forem mais favoráveis na técnica de Czochralski (menores gradientes térmicos, nenhuma zona crítica), o problema de pureza somente poderá ser solucionado pelo método de zona flutuante. Assim, os materiais manufaturados pela zona flutuante são as únicas fontes para dispositivos de alta voltagem ou então que vão operar em altas temperaturas, os quais requerem materiais com alta resistividade.

Atualmente, a nível internacional, devido ao fato de alta produção, 70% do silício destinado à indústria de se

micondutores é manufaturado pela técnica de Czochralski e 30% pela técnica de zona flutuante.

Na tabela 1.1 se encontram, de forma comparativa, alguns dados típicos de cristais de silício referentes às duas técnicas e na tabela 1.2 a aplicação do silício em tecnologia de dispositivos como função de sua gama de resistividade. Convém notar que a gama de resistividade obtida pela técnica de Czochralski (tabela 1.1) é limitada no que se refere à sua aplicação na tecnologia de dispositivos (tabela 1.2). (6).

No caso do Brasil, como não há necessidade de alta produção, a técnica de zona flutuante é mais interessante, pois além de purificar produz monocristal.

A independência tecnológica de nossa indústria de telecomunicações, computação, instrumentação e outras afins, depende diretamente de nossa independência tecnológica na obtenção e produção de silício de grau eletrônico. De uma maneira geral, os sistemas e equipamentos eletrônicos formam a copa de uma árvore tecnológica cujas raízes são constituídas pelos MGE, como procura ilustrar de forma simplificada a figura 1.4.

### 1.3. OBJETIVOS DO PRESENTE TRABALHO

Tendo em vista a necessidade de insumos para a produção de dispositivos semicondutores, o presente trabalho tem por objetivo o projeto e a construção de um equipamento para a purificação de silício pelo método de zona flutuante (fusão zonal vertical) com aquecimento por rádio frequência (RF), utilizando o máximo possível de recursos nacionais e com as seguintes características:

- a. Fonte de RF com frequência fixa (4 MHz);
- b. Um sistema de controle com possibilidade de ajustagem da potência requerida em função das dimensões da zona fundida de silício, bem como controlar esta potência em todo o transcorrer do processo de purificação;
- c. Câmara de trabalho (ou câmara de fusão) de quartzo (para permitir uma boa visibilidade da zona fundida), cilíndrica, com diâmetro interno variável de 20 até 60 mm e com

primento fixo de 800 mm;

- d. Versatilidade no que se refere aos movimentos de translação da zona fundida (de zero até 190 mm/h), de rotação da parte superior da barra de silício (de zero até 30 rpm) e de rotação da parte inferior (de zero até 30 rpm) independente da rotação da parte superior;
- e. Possibilidade de purificação de barras de silício, com comprimento variando de 100 até 350 mm e diâmetro de até 30 mm.

Parâmetro		Puxamento Vertical (Czochralski)	Zona Flutuante
Qualidade do cristal		livre de discordâncias	
Diâmetro máximo		~ 100 mm	~ 90 mm
Gama de Resistividade	Tipo P	0,005-50 ohm.cm	0,1-3000 ohm.cm
	Tipo N	0,005-50 ohm.cm	0,1-800 ohm.cm
Dopantes mais comuns		B, P, Sb, As	B, P
Orientações		(111), (110), (100)	(111), (100), (511)
Quantidade de oxigênio		$10^{16}$ - $10^{18}$ átomos/cm <sup>3</sup>	abaixo do limite detectável
Quantidade de carbono		$10^{17}$ átomos/cm <sup>3</sup>	abaixo do limite detectável

Tabela 1.1. Parâmetros típicos de cristais de silício ( 6 ).

Faixas de Resistividade ( $\Omega$ . cm)	Aplicações em Tecnologia de Dispositivos
0,001 - 0,5	Díodos Zener
0,5 - 25	Díodos Sintonizadores Células Solares
15 - 40	Transistores de Potência Transistores - HF Díodos SCR'S Tíristores de Baixa Voltagem Triacs Díacs Retificadores
40 - 100	Díodos Tíristores Retificadores
100 - 1000	Tíristores de Alta Potência Díodos de Potência Detectores

Tabela 1.2. Faixas de resistividade do silício com áreas de aplicações em tecnologia de dispositivos ( 6 ).





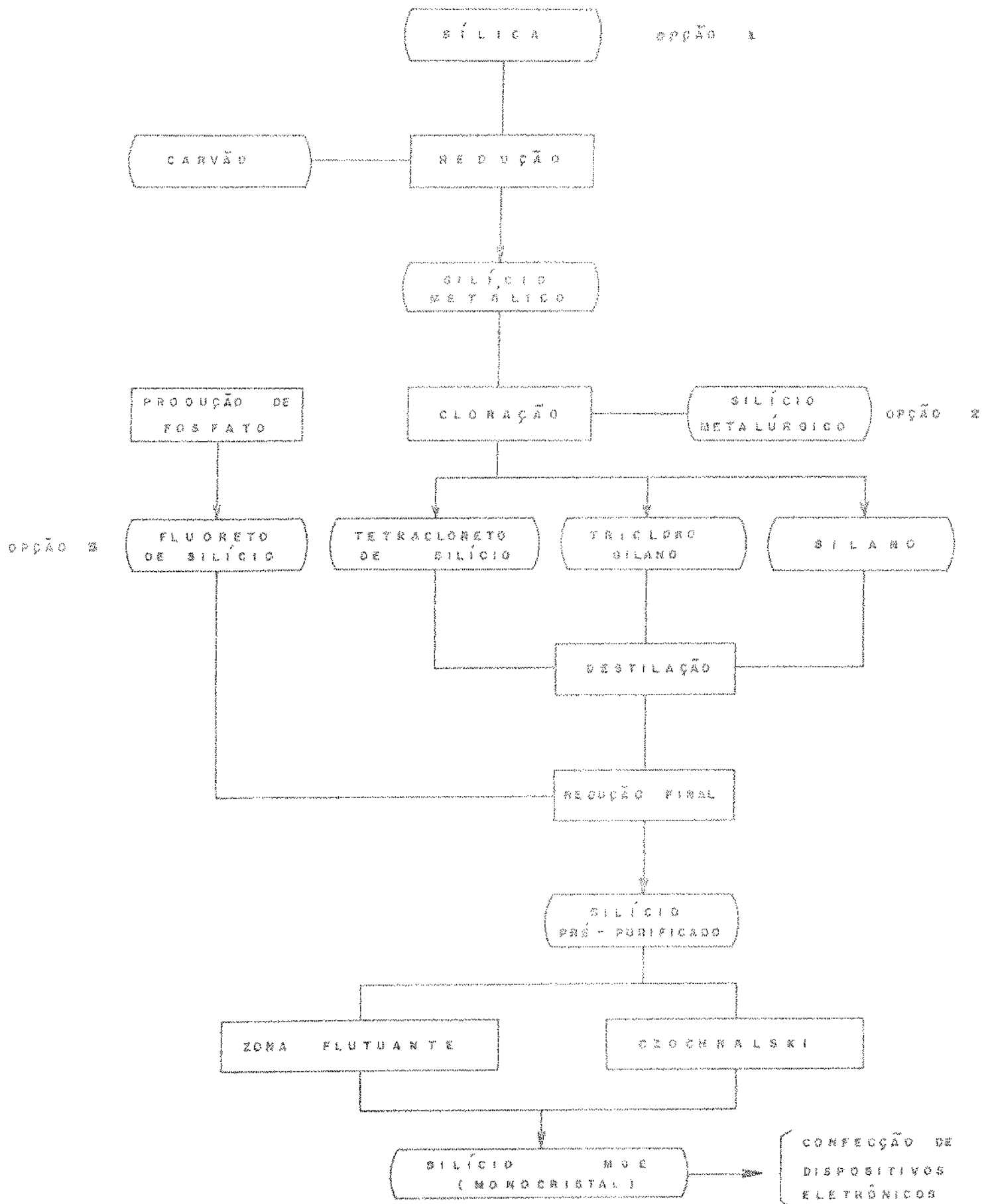


Fig. 1.2. Fluxograma geral de obtenção, pré-purificação e purificação final do silício.

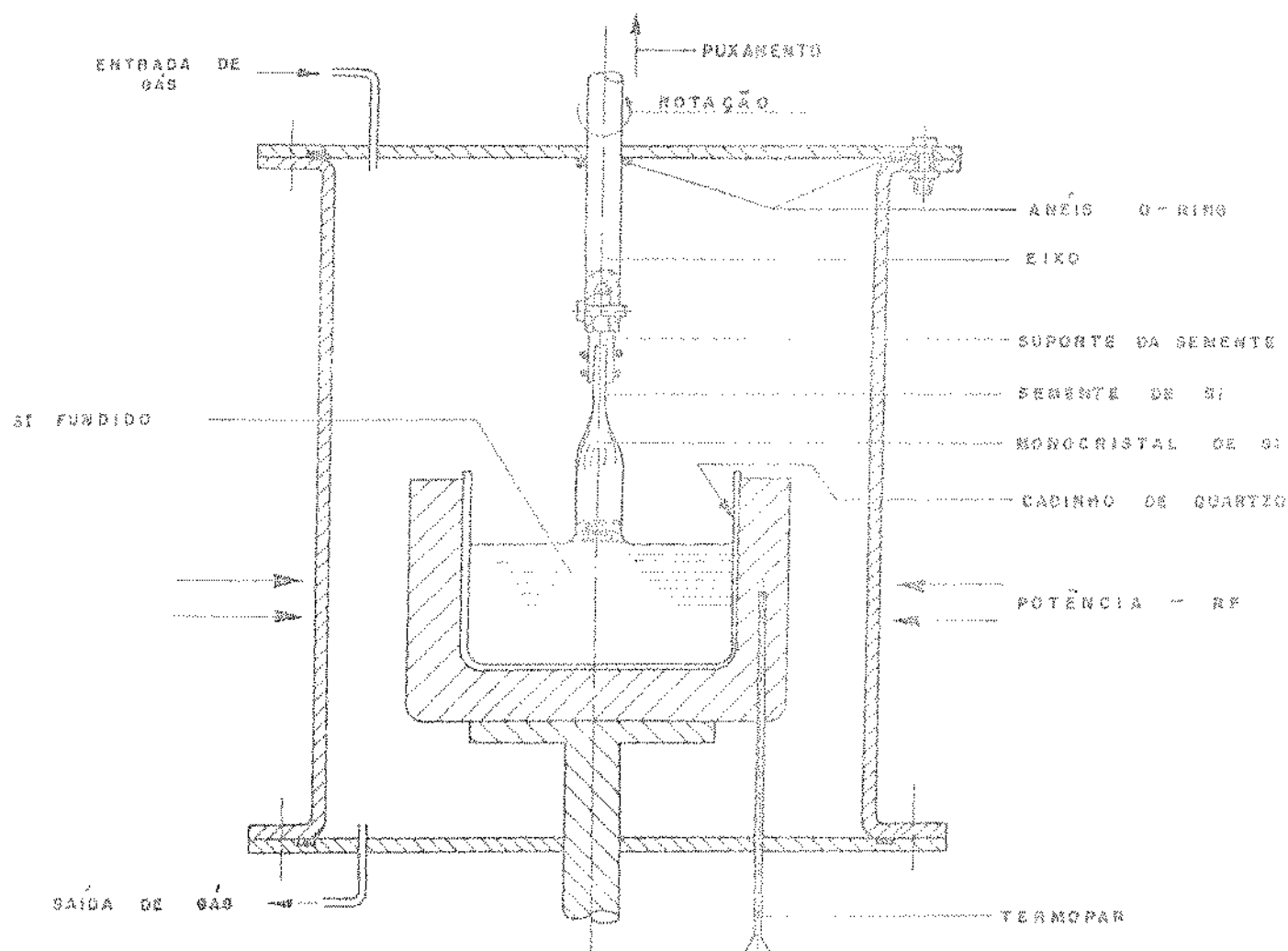


Fig. 1.3. Sistema simplificado para o crescimento de monocristais de silício pela técnica de Czochralski.

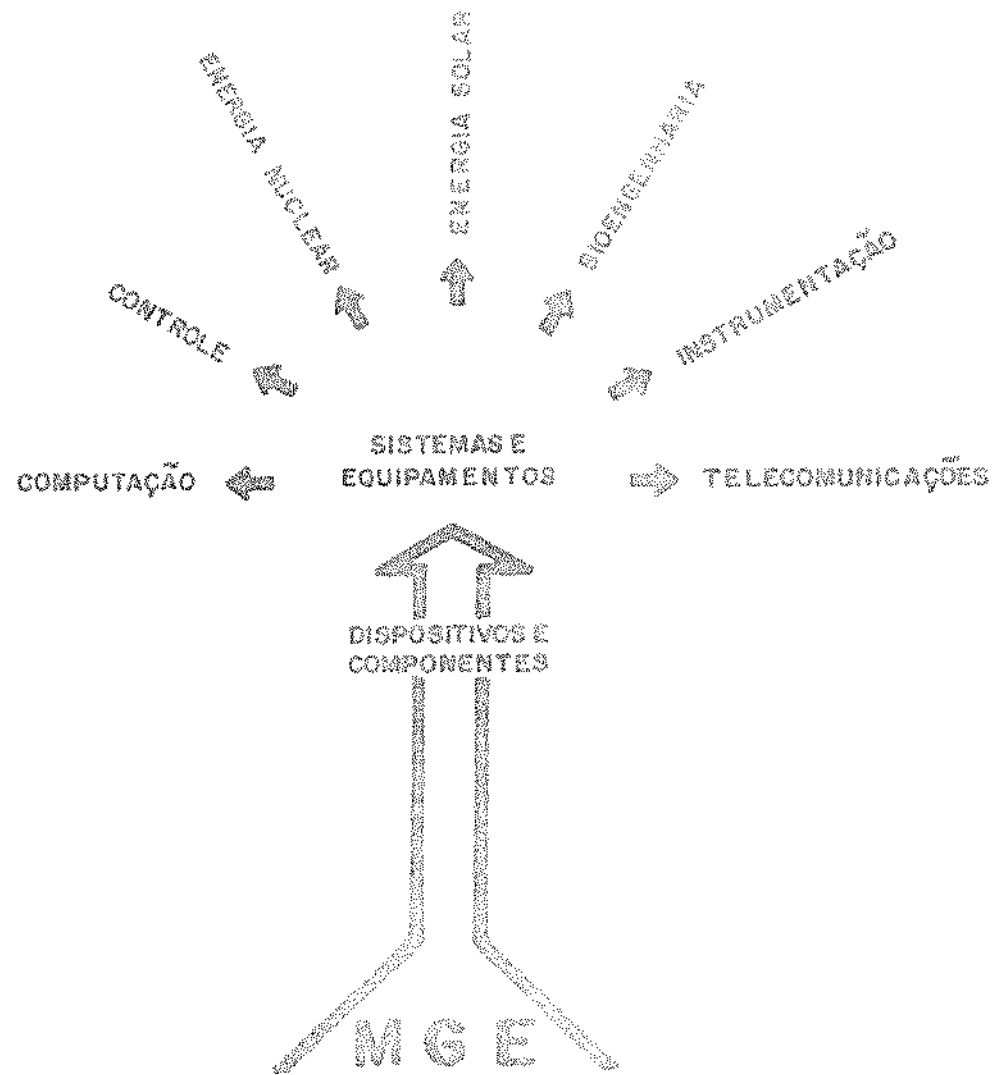


Fig. 1.4. Árvore tecnológica dos MGE (2).

## CAPÍTULO 2

### FUNDAMENTOS TEÓRICOS

#### 2.1. INTRODUÇÃO

A purificação e crescimento monocristalino do silício destinado à indústria de semicondutores, passa por um estágio onde há fusão. Essa fusão (do silício) pode ser parcial ou total, dependendo do método utilizado para sua purificação. Quando pequenas quantidades de impurezas estão presentes no silício, no estágio onde ocorre fusão, estas vão influenciar a posterior solidificação.

Durante a solidificação, dois aspectos são de interesse: como as impurezas afetam essa solidificação e qual a distribuição final das mesmas no sólido. A última proposição é de particular importância pois a quantidade, o tipo e a distribuição final dessas impurezas no cristal de silício irão influenciar diretamente na sua resistividade. Na dopagem essa influência é marcante, pois nesse caso ocorre a introdução controlada de impurezas com o objetivo de controle do tipo e resistividade do cristal de silício. Portanto, a purificação e posterior dopagem do silício destinado à indústria de semicondutores é obtida pelo alto controle da solidificação.

Na purificação do silício pelo método de zona flutuante (7), a solidificação controlada é obtida segundo determinadas condições relativas ao processo e ao equipamento utilizados. Quanto ao processo, os aspectos básicos seriam de caráter metalúrgico e quanto ao equipamento, este seria desenvolvido pelos fundamentos teóricos de projeto. Torna-se necessário, então, fazer um estudo teórico dos aspectos de processo e de projeto, obtendo-se assim condições para a elaboração do projeto e construção do equipamento para purificação de silício pelo método de zona flutuante.

O método de zona flutuante foi desenvolvido por P. H. Keck e independentemente por R. Emeis e H. C. Theurer (3) e estudado detalhadamente por Pfann (7). Esse método pode ser aplicado para purificação de uma grande variedade

de materiais, sendo que a aplicação maior está no campo de semicondutores, principalmente no caso do silício.

No método de zona flutuante, funde-se uma pequena zona da barra do material que se deseja purificar. Essa barra é colocada na posição vertical dentro de uma câmara com atmosfera rigorosamente controlada e suportada apenas pelas suas extremidades. A zona fundida, suportada apenas pela tensão superficial do material fundido, percorre a barra de uma extremidade à outra. Existe ainda um movimento de rotação da parte da barra onde ocorre a solidificação ou crescimento. Esse método está esquematizado na figura 2.1.

O equipamento necessário para a purificação de materiais pelo método de zona flutuante, deve ser composto de três sistemas básicos. Um sistema de aquecimento, para a obtenção da zona fundida; um sistema de controle de temperatura, forma e tamanho da zona fundida e um sistema responsável pela movimentação da zona fundida e da barra do material que se deseja purificar.

A purificação de silício pelo método de zona flutuante é influenciada por um grande número de variáveis (7). As mais importantes relacionadas com o processo, seriam: o coeficiente de distribuição (depende do tipo de impureza presente no silício); a composição inicial das impurezas na barra de silício; a forma e tamanho da zona fundida; a velocidade da zona fundida ao longo da barra de silício; a rotação da parte da barra onde ocorre o crescimento; o número de vezes que se repete o processo, ou seja, o número de vezes que se passa a zona ao longo da barra.

Neste capítulo procura-se mostrar, nos fundamentos teóricos de fusão zonal, a influência na purificação de materiais pelo método de zona flutuante, das principais variáveis acima mencionadas. Procura-se também mostrar, nos fundamentos teóricos de projetos, noções do desenvolvimento de um projeto, as etapas pelas quais passam um projeto, e estabelecer os critérios básicos de projetos que foram adotados neste trabalho.

## 2.2. FUNDAMENTOS TEÓRICOS DE FUSÃO ZONAL

Procurar-se-á aqui estabelecer as principais variáveis que afetam o processo de purificação com zona flutuante, reunindo os elementos necessários para se poder analisar o sistema global de purificação.

### 2.2.1. Coeficiente de distribuição

A purificação de um metal ou semicondutor pelo método de zona flutuante depende de parâmetros relacionados com os aparatos (comprimento e forma da zona fundida, comprimento do lingote, número de passes, etc) e de um parâmetro relativo aos materiais (impurezas e o material a ser purificado) que é o coeficiente de distribuição, também conhecido por coeficiente de partição, ou ainda, coeficiente de segregação.

O fenômeno da segregação é o ponto de partida para se entender o mecanismo de purificação de metais e semicondutores pelo método de zona flutuante. A segregação pode ser examinada através do estudo de um diagrama de equilíbrio. Para simplificar, será utilizado um diagrama de equilíbrio binário e idealizado (as linhas "líquidus" e "sólidus" são retas), que está esquematizado na figura 2.2. Nesta figura, uma liga de composição  $C_o^*$ , no estado líquido é constituída do soluto (impureza) no solvente (material a ser purificado). Se a temperatura desse sistema foi baixada até  $T_L$ , iniciar-se-á a precipitação do sólido, isto é, a formação de cristal de composição  $C_s^*$ .  $C_s$  terá menor porcentagem de soluto quando o coeficiente de distribuição for menor do que 1 (figura 2.2.a) e terá maior porcentagem de soluto quando o coeficiente de distribuição for maior do que 1 (figura 2.2.b). Quando a temperatura na interface é  $T_i^*$ , as composições das fases em equilíbrio na mesma serão  $C_L^i$  e  $C_s^i$ . Nestas condições, o coeficiente de distribuição  $k$ , é definido como:

$$k = \frac{C_s^i}{C_L^i} \quad (2.1)$$

onde  $C_s^i$  é a concentração do soluto no sólido à temperatura  $T_i$  e  $C_L^i$  é a concentração do soluto no líquido na mesma temperatura.

O fenômeno de variação da composição em função da diminuição da temperatura no decorrer da solidificação cha

\* Ver apêndice I

ma-se segregação. Na maioria dos casos, onde a velocidade de resfriamento é sensível, esse fenômeno é bastante nítido [ 8 ].

O coeficiente de distribuição varia com a natureza do solvente e do soluto. Na tabela 2.1 encontram-se valores do coeficiente de distribuição para as principais impurezas (soluto) no silício, no germânio e no alumínio [ 9 ].

#### 2.2.2. Redistribuição de Solute

Durante a solidificação controlada de um metal ou semicondutor, ocorre o fenômeno de transporte de soluto (impurezas). Esse fenômeno é responsável pela purificação. Torna-se necessário, então, fazer uma análise teórica para poder estimar o grau de purificação do metal ou semicondutor em função dos diversos parâmetros relacionados com o sistema.

A purificação de um metal ou semicondutor pelo mé todo de zona flutuante, é obtida pela solidificação zonal controlada. Sendo essa solidificação zonal uma das derivações da solidificação convencional, torna-se necessário, então, desenvolver os aspectos matemáticos gerais da solidificação e depois particularizá-los ao caso da solidificação zonal.

A redistribuição de soluto que resulta do processo de purificação convencional, será descrita impondo ao sistema as seguintes condições:

- a. As ligas a serem tratadas serão binárias diluídas;
- b. O processo de solidificação será unidirecional, que pode ser visualizado como uma barra que solidifica paulatinamente de uma extremidade à outra do material;
- c. A interface sólido-líquido, de crescimento, permanece macroscopicamente e microscopicamente plana, durante todo o transcorrer do processo;
- d. A interface sólido-líquido se movimenta com velocidade constante durante todo o transcorrer do processo;
- e.  $k^*$  permanece constante durante o transcorrer do processo.

De acordo com essas condições, a distribuição de soluto ao longo da fração da barra do material solidificado, pode ser determinada. Existem várias hipóteses para se determinar essa distribuição [10]. Os casos que devem ser conside

\* Ver apêndice I



rados são:

- 1º Equilíbrio completo durante a solidificação;
- 2º Não ocorrência de difusão no sólido e não ocorrência de convecção no líquido;
- 3º Não ocorrência de difusão no sólido e convecção completa no líquido;
- 4º Não ocorrência de difusão no sólido e convecção no líquido limitada.

Neste trabalho serão estudados apenas os dois últimos casos, pois são os de maior interesse prático, quando aplicados em fusão zonal (11).

#### 2.2.2.1. Solidificação com convecção completa no líquido e sem difusão no sólido.

Nesse caso, considera-se ainda, que a composição do líquido é sempre uniforme e é dada pela composição da interface de crescimento  $C_L(x)$ .

Considere uma liga, de um metal ou semiconductor, inicialmente líquida e com composição uniforme  $C_0$ . Pela figura 2.2.a, nota-se que durante o resfriamento da liga, o primeiro sólido a se formar possui composição  $kC_0^*$ , pois neste ponto  $C_s^* = kC_0$ . Quando  $k$  é menor do que 1, vai haver uma rejeição de soluto no líquido, aumentando assim, sua composição. Com as hipóteses acima mencionadas, e através da figura 2.3, obtêm-se o seguinte resultado durante a solidificação:

$$(C_L(x) - C_s(x)) dx = (L - x) dC_L \quad (2.2)$$

mas  $f_s = \frac{x}{L}$  (fração de sólido em  $x$ ) e  $k = \frac{C_s(x)}{C_L(x)}$ . Então:

$$\frac{df_s}{(1 - f_s)} = \frac{dC_L}{C_L(x)(1 - k)} \quad (2.3)$$

integrando entre os limites apropriados

$$\int_0^{f_s} \frac{df_s}{(1 - f_s)} = \int_{C_0}^{C_L} \frac{dC_L}{C_L(x)(1 - k)} \quad (2.4)$$

\* Ver apêndice I

obtem-se:

$$C_s(x) = k C_o f_L^{(k-1)} \quad (2.5a)$$

ou

$$C_L(x) = C_o f_L^{(k-1)} \quad (2.5b)$$

onde:  $C_s(x)$  é a composição de sólido em  $x$ ;  
 $C_L(x)$  é a composição de líquido em  $x$ ;  
 $C_o$  é a composição inicial do soluto (impureza) no líquido;  
 $k$  é o coeficiente de distribuição;  
 $f_L = 1 - \frac{x}{L}$  é a fração de líquido em  $x$ .

A equação 2.5 é normalmente chamada de equação de Scheil e ocasionalmente chamada de equação de Pfann (10).

A distribuição final do soluto no sólido vai depender da composição de máximo solubilidade  $C_{MS}$ , ver figura 2.4. A equação de Scheil se refere somente à fase  $\alpha$ , e pode ser usada para encontrar a fração de entético.

#### 2.2.2.2. Solidificação com convecção limitada no líquido e sem difusão no sólido.

Nesse caso, como não é completa a convecção no líquido, existe uma pequena camada enriquecida de soluto (de espessura  $\delta_s$ ) próximo à interface de crescimento. Nessa camada, ocorre redistribuição de soluto, apenas por difusão. A espessura da camada, varia de 0,01 até 1 mm, dependendo da intensidade da convecção.

Considere, também nesse caso, uma liga de um metal ou semiconductor, inicialmente líquido e com composição  $C_o$ . Pela figura 2.2, notamos também, que durante o resfriamento da liga, o primeiro sólido a se formar possui composição  $kC_o$ . Durante a solidificação, figura 2.5, observamos que no líquido, longe da interface de crescimento, ocorre convecção. Essa convecção faz com que o líquido, longe da interface de crescimento, fique com composição uniforme  $C_\infty$ .

Nesse caso é interessante definir um coeficiente de distribuição efetivo,  $k_e$ , como:

$$k_e = \frac{C_s(x)}{C_\infty} \quad (2.6)$$

onde  $C_s(x)$  é a composição do sólido em  $x$  e  $C_\infty$  é a composição do líquido longe da interface de crescimento.

Quando não ocorre convecção  $k_e$  vale 1, então  $C_s(x)$  é igual a  $C_\infty$ , e ambos são iguais a  $C_0$ . Um outro extremo seria o caso de ocorrência de convecção completa. Neste,  $C_\infty$  é igual a  $C_L(x)$ , ou seja,  $k_e = k$ . Para um caso geral,  $k_e$  varia de  $k$  até 1, e pode ser expressado em função de  $k$  como:

$$k_e = k(k + (1-k) \cdot \exp(-\frac{R}{D_L} \cdot \delta_s))^{-1} \quad (2.7)$$

onde  $R$  é a taxa de crescimento da interface,  $D_L$  é o coeficiente de difusão do soluto no líquido e  $\delta_s$  é a espessura da camada enriquecida de soluto.

A equação 2.7 é conhecida por equação de Burton, Prim e Slichter (10).

A distribuição final do soluto no sólido é dada pela equação de Scheil (equação 2.5), trocando  $k$  por  $k_e$  (10). O perfil de distribuição, mostrado na figura 2.6, vai depender da taxa de crescimento. Por um outro lado, a estrutura da interface também varia com a taxa de crescimento da mesma. Será dada atenção especial à forma da interface no item 2.2.3.

Como no caso anterior, esse caso vai também depender da composição de máxima solubilidade  $C_{MS}$ . Ver figura 2.6. A equação de Scheil, trocando-se  $k$  por  $k_e$ , também só se refere à fase  $\alpha$ .

### 2.2.3. Estabilidade da interface plana

A estrutura e forma da interface de crescimento (12) influencia o número e a forma de imperfeições cristalinas (13, 14, 15, 16) no sólido resultante. Há uma tolerância bastante pequena quanto ao número de imperfeições estruturais nos monocristais de silício, utilizados pela indústria de semicondutores.

No estudo sobre redistribuição de soluto, do item anterior, fez-se a hipótese de que a interface sólido-líquido

do, de crescimento, permanece macroscopicamente e microscópicamente plana, durante todo o transcorrer do processo de solidificação. Isso acontece quando as condições de crescimento são favoráveis.

As condições básicas, favoráveis ao crescimento com interface plana, são dadas pela expressão.

$$\frac{G_L}{R} \geq \frac{M_L C_o (1-k)}{D_L} \frac{k_e}{k} \quad (2.7)$$

onde  $G_L$  é o gradiente térmico no líquido próximo à interface;  $R$  é a taxa de crescimento da interface;  $M_L$  é o gradiente da linha "liquidus" do diagrama de fases (assumindo constante);  $C_o$  é a concentração inicial do soluto no solvente;  $D_L$  é o coeficiente de difusão do soluto no líquido;  $k_e$  é o coeficiente de distribuição efetivo e  $k$  é o coeficiente de distribuição.

Existem outros fatores que influenciam na estabilidade da interface plana. Um destes fatores se refere às vibrações do sistema durante o transcorrer do processo de purificação. Todos estes fatores serão considerados sob controle.

#### 2.2.4. Teoria de fusão zonal

A redistribuição de soluto ao longo da barra de material solidificado, no processo de fusão zonal, é facilmente determinada para o primeiro passe da zona ao longo da barra e também para o passe de última distribuição, que seria o passe, que além do qual, não ocorre mais transporte de soluto. As redistribuições para os passes intermediários, são difíceis de serem determinadas, mas podem ser derivadas por métodos matemáticos ou computacionais (11).

Para a determinação da redistribuição de soluto no primeiro passe, assume-se inicialmente solidificação sem difusão no sólido e difusão completa no líquido (11).

A redistribuição de soluto na fusão zonal será descrita, impondo ao sistema as seguintes condições:

- a. As ligas a serem tratadas serão binárias diluídas;
- b. A interface sólido-líquido, de crescimento, permanece na

- microscopicamente e microscopicamente plana durante todo o transcorrer do processo;
- c.  $k$  permanece constante durante todo o transcorrer do processo;
- d. O comprimento e a secção transversal da zona são constantes em todo o comprimento da barra a ser purificada.

#### 2.2.4.1. Redistribuição de soluto no primeiro passe

Considere uma liga, de um metal ou semiconductor, inicialmente com composição  $C_0$  uniforme. Durante a passagem da zona fundida ao longo da barra, ocorre transporte de soluto quando  $k^* < 1$ , da forma como esquematizado na figura 2.7 (a).

A distribuição final de soluto, após a passagem de uma zona, está esquematizada na figura 2.7 (b). Essa curva possui três regiões distintas: uma região inicial (transiente inicial), uma região onde a composição é aproximadamente constante e uma região final (transiente final). A equação que descreve o processo mostrado na figura 2.7 (b) é

$$\frac{C_s(x)}{C_0} = 1 - (1-k) \exp. (-kx/\ell) \quad (2.8)$$

onde  $C_s(x)$  é a composição do sólido à distância  $x$  do ponto onde se formou o primeiro sólido e  $\ell$  é o comprimento da zona fundida. Essa equação é válida em todo o comprimento da barra ( $L$ ), menos no último trecho de comprimento  $\ell$  (7).

A figura 2.8 mostra a distribuição de soluto, com um passe, para vários valores de  $k^*$ . No apêndice II encontram-se várias curvas, com  $k$  variando de 0,1 até 1,5 para vários números de passes. Convém notar, que para  $k$  próximo de 1 (como é o caso do boro e do fósforo no silício - ver tabela 2.1) a purificação se torna ineficiente.

#### 2.2.4.2. Redistribuição de soluto para vários passes

A redistribuição final de soluto na fusão zonal, para vários passes, pode ser determinada com auxílio de métodos matemáticos ou computacionais. Esta redistribuição de

\* Ver apêndice I

soluto pode ser visualizada nas figuras do apêndice II.

A purificação obtida pelo método de fusão zonal, na maioria dos casos é obtida após a passagem de várias zonas. A purificação requerida vai determinar, de uma maneira geral, o número de passes para cada sistema soluto-solvente. É importante observar, nas figuras do apêndice II, que para  $k$  próximo de 1 (como é o caso do boro e do fósforo no silício - ver tabela 2.1), a eficiência na purificação é baixa, necessitando portanto de muitos passes para se conseguir uma purificação razoável.

Portanto, a purificação de silício pelo método de zona flutuante (fusão zonal vertical), se torna impraticável quando as impurezas no mesmo possuem  $k$  próximo de 1 (ver tabela 2.1). A retirada de impurezas no silício, nesse caso, é feita em uma etapa anterior à zona flutuante, sendo esta uma purificação química.

#### 2.2.4.3. Redistribuição de soluto após um número grande de passes

Após muitos passes, a redistribuição de soluto atinge um estado estável, que representa o máximo transporte de soluto. Este estado é conhecido por última distribuição.

A última distribuição é representada pela equação

$$C_s(x) = A \cdot \exp. (B \cdot x) \quad (2.9)$$

onde  $C_s(x)$  é a composição do sólido à distância  $x$  do ponto onde solidificou o primeiro sólido,  $A$  e  $B$  dados pelas equações:

$$A = \frac{C_o BL}{\exp. (BL) - 1} \quad (2.10)$$

$$k = \frac{B \cdot \ell}{\exp. (B\ell) - 1} \quad (2.11)$$

onde  $C_o$  é a composição inicial,  $L$  é o comprimento total da barra e  $\ell$  é o comprimento da zona fundida.

A equação 2.9, quando colocada em um gráfico monolog ( $C_s(x)$  em escala logarítmica e  $x$  em escala decimal), se

rã representada por uma reta. Isto pode ser visto nas figuras do apêndice II.

É importante notar, que a redistribuição de soluto na fusão zonal, é influenciada pelo comprimento da zona fundida.

### 2.3. FUNDAMENTOS TEÓRICOS DE PROJETO

Procura-se-ã aqui, estabelecer os elementos gerais que regem o desenvolvimento de um projeto, mostrando as fases pelas quais passam um projeto e estabelecendo os critérios básicos de projetos adotados neste trabalho. Não houve a preocupação em se desenvolver os aspectos teóricos de resistência dos materiais, por serem poucos utilizados no transcorrer deste trabalho.

#### 2.3.1. Noções sobre o desenvolvimento de projetos

O projeto real é uma combinação de princípios teóricos com indicações práticas, resultantes do bom-senso e da experiência. Deve-se sempre ter em mente que projetar máquinas é uma arte que exige anos de estudo, meditação e prática.

A observação do contínuo aperfeiçoamento de um projeto, desde as primeiras tentativas até a forma aperfeiçoada, evidencia a falta de experiência por ocasião da primeira tentativa, e que apenas passo a passo, de tentativa em tentativa, é possível aproximar-se do projeto ideal.

De um modo geral, o aperfeiçoamento de uma criação técnica dá-se segundo a conhecida curva de crescimento biológico, figura 2.9. Para quaisquer tentativas de aperfeiçoamento de um projeto, é interessante saber em que trecho da curva se encontra o nível de aperfeiçoamento atual, pois, quanto mais aperfeiçoado estiver um projeto, tanto menor o progresso que ainda pode ser obtido e tanto maiores as despesas que para isso se fazem necessárias [17].

Esse aperfeiçoamento pode receber novos impulsos, devidos a novos conhecimentos (novos materiais, novos métodos, novas fontes de energia, etc), ou novas necessidades (transformações políticas, sociais, econômicas, etc), e que podem dar origem a novas soluções.

O desenvolvimento de certas áreas no campo científico e tecnológico, como por exemplo a dos semicondutores, a aeroespacial, a nuclear e etc, gerou a necessidade de se obter materiais cada vez mais puros. No campo de semicondutores, a necessidade de materiais ultra puros foi crucial, pois até a 2.<sup>a</sup> Guerra Mundial, a tecnologia utilizada para a purificação dos mesmos não era suficiente. Essa necessidade, no campo de semicondutores, deu condições ao desenvolvimento de novas técnicas, surgindo assim, a fusão zonal vertical (zona flutuante) e outras.

De início os equipamentos para purificação de metais e semicondutores pela técnica de zona flutuante eram relativamente simples, sendo que atualmente existem certos equipamentos, totalmente automatizados, e com controle numérico responsável pelo controle do processo.

### 2.3.2. Fases de um projeto

As fases de um projeto, com suas devidas iterações estão mostradas na figura 2.10.

Um projeto nasce em função de necessidades. A fase inicial de um projeto, que é a identificação dessas necessidades, reúne todos os elementos que justificam o projeto.

Na definição do problema se incluem todas as especificações prévias dos elementos que serão projetados. Essas especificações prévias são as entradas e saídas do sistema, as características e as dimensões dos espaços que os componentes do sistema devem ocupar, com todas as suas limitações [18]. Essas especificações prévias definem, então, o custo, o número a ser manufaturado, a vida esperada, a confiabilidade, etc.

Depois do problema ter sido definido, com suas devidas características e especificações prévias, se faz a sintetização juntamente com uma análise profunda, onde se procura chegar a uma solução ótima. Na fase de análise e otimização são utilizados modelos matemáticos com as possíveis simplificações.

A avaliação é uma fase significativa no processo total e em alguns casos envolve testes de protótipos em labo



ratório. Nessa fase procura-se detectar problemas, e sempre que houver, haverá uma reavaliação das fases anteriores para se chegar a uma nova solução. Quando nessa fase se apresentar uma solução, que após uma avaliação completa estiver satisfatória, então o projeto está pronto para ser apresentado.

### 2.2.3. Critérios básicos de projeto adotados

Um sistema é constituído de vários componentes. Cada um dos componentes devem ser analisados no conjunto e depois detalhados separadamente. A análise e posterior especificação de um componente, devem ser baseadas em critérios.

Os critérios básicos de projeto adotados, para a execução deste trabalho, foram de aspectos económicos, funcionais e de segurança.

Os aspectos económicos foram a especificação de componentes normalizados e existentes no mercado nacional, o projeto de componentes baseados em produtos normalizados, o projeto de componentes visando o baixo custo de fabricação, a escolha de materiais e processos adequados, etc.

Os aspectos funcionais foram o projeto e especificação de componentes visando a construção de um sistema versátil e de fácil operação.

Os aspectos de segurança foram levados em consideração no projeto de todos os componentes.

Solutos	Solventes		
	Al	Si	Ge
Li		0,01	0,02
Be	0,1		
B		0,8	17
Mg	0,5		0,00001
Al	1	0,002	0,073
Si	0,14	1	5,5
P		0,35	0,08
S		0,00001	0,0000011
Ti	1,4		
V	3,7		
Cr	1,4		0,0000003
Mn	0,8	0,00001	0,000001
Fe	0,03	0,000008	0,00003
Co	0,02	0,000008	0,000001
Ni	0,009		0,000003
Cu	0,17	0,0004	0,000015
Zn	0,4	0,00001	0,0004
Ga	>1	0,008	0,087
Ge	0,13	0,33	1
As		0,3	0,02
Se			0,000001
Zr	2,5		
Nb	1,57		0,000005
Mo	2,3		
Pd	>1		0,00000001
Ag	0,07	0,00000001	0,0000004
Cd		0,00000001	0,00001
In		0,0004	0,001
Sn	>1	0,016	0,02
Sb	0,09	0,023	0,003
Te	>1	0,000004	0,000001
W	17,8		
Ta	>1,6	0,008	0,000003
Pt	>1		0,000005
Au	>1	0,000025	0,000013
Hg	>1		
Tl			0,00004
Pb	0,13	0,000	0,00017
Bi	0,45	0,0007	0,00045
V			0,0000003
N		0,0000001	
O		0,5	
C		0,07	

Tabela 2.1. Coeficientes de distribuição (9).

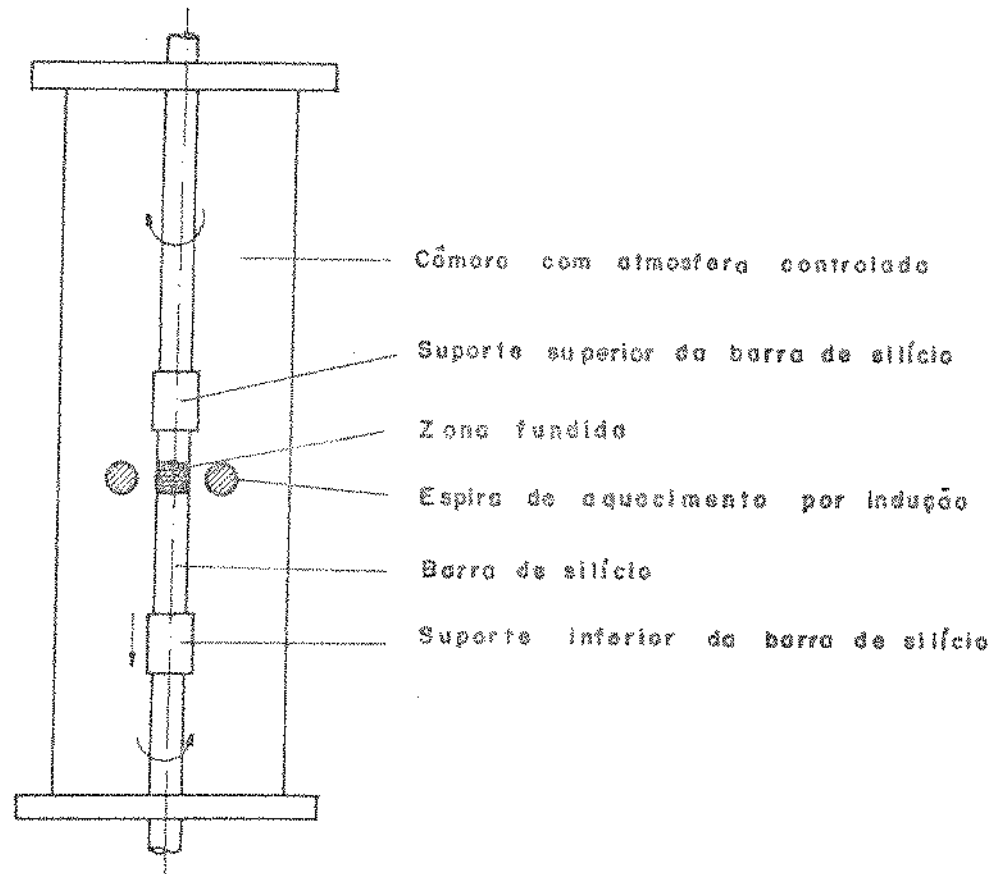


Fig. 2.1. Esquema do método de zona flutuante.

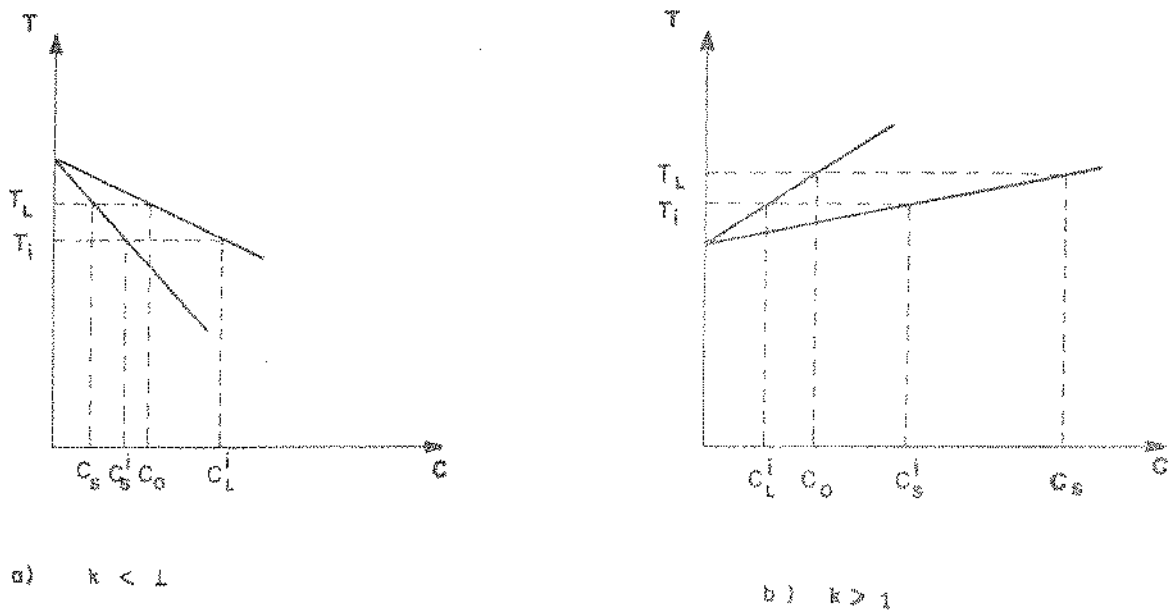


Fig. 2.2. Diagrama do equilíbrio binário idealizado (as linhas "liquidus" e "solidus" são retas).



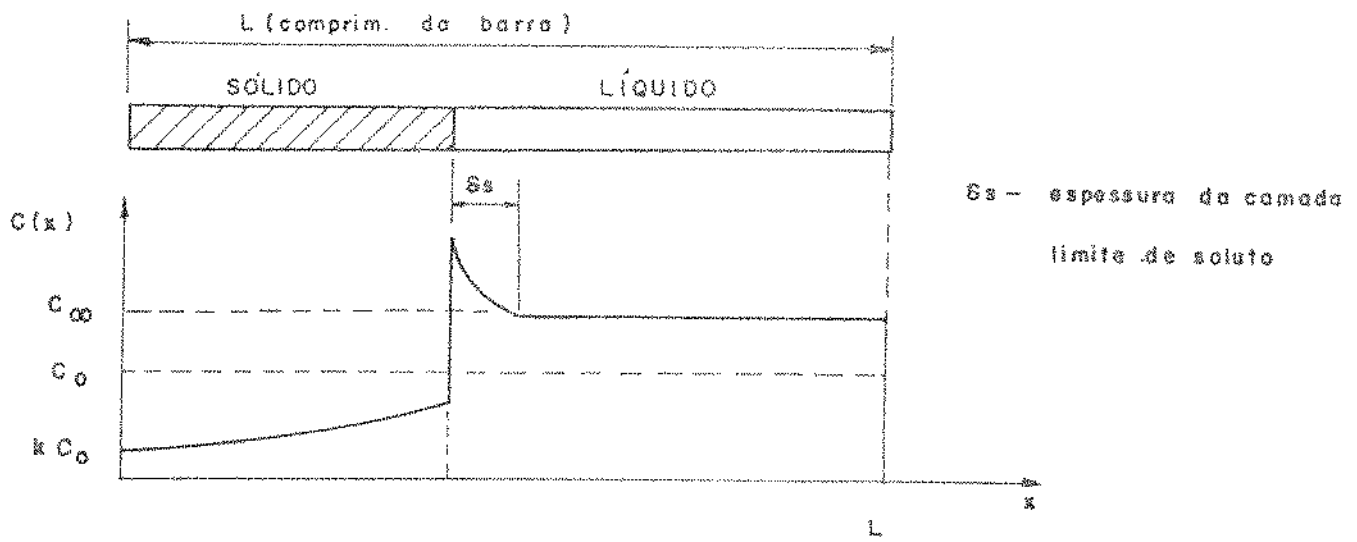


Fig. 2.5. Solidificação com convecção limitada no líquido e sem difusão no sólido (10).

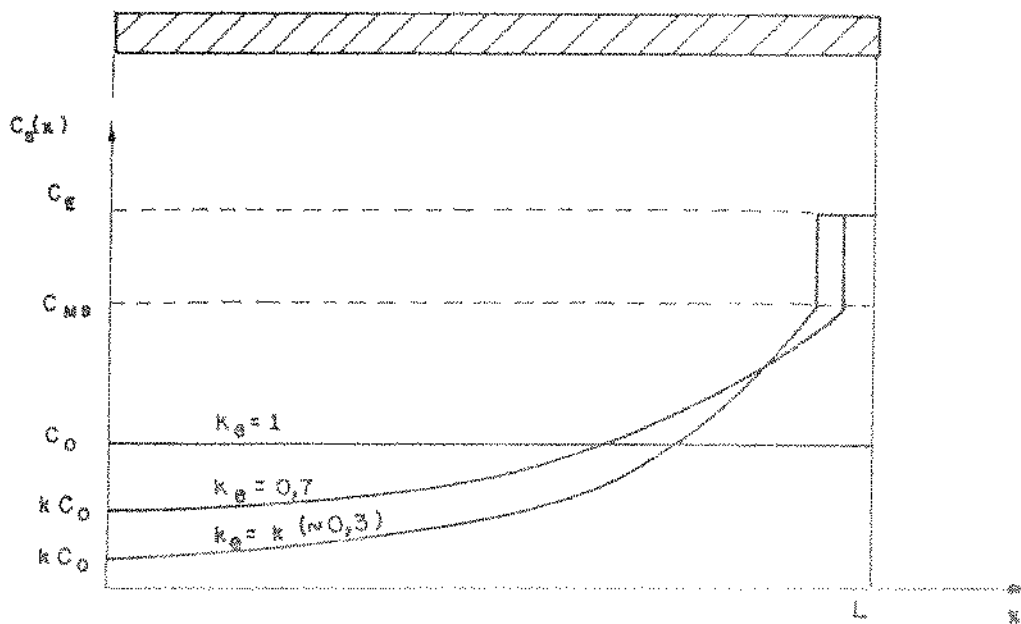


Fig. 2.6. Distribuição final de soluto, na solidificação com convecção limitada no líquido e sem difusão no sólido (10).

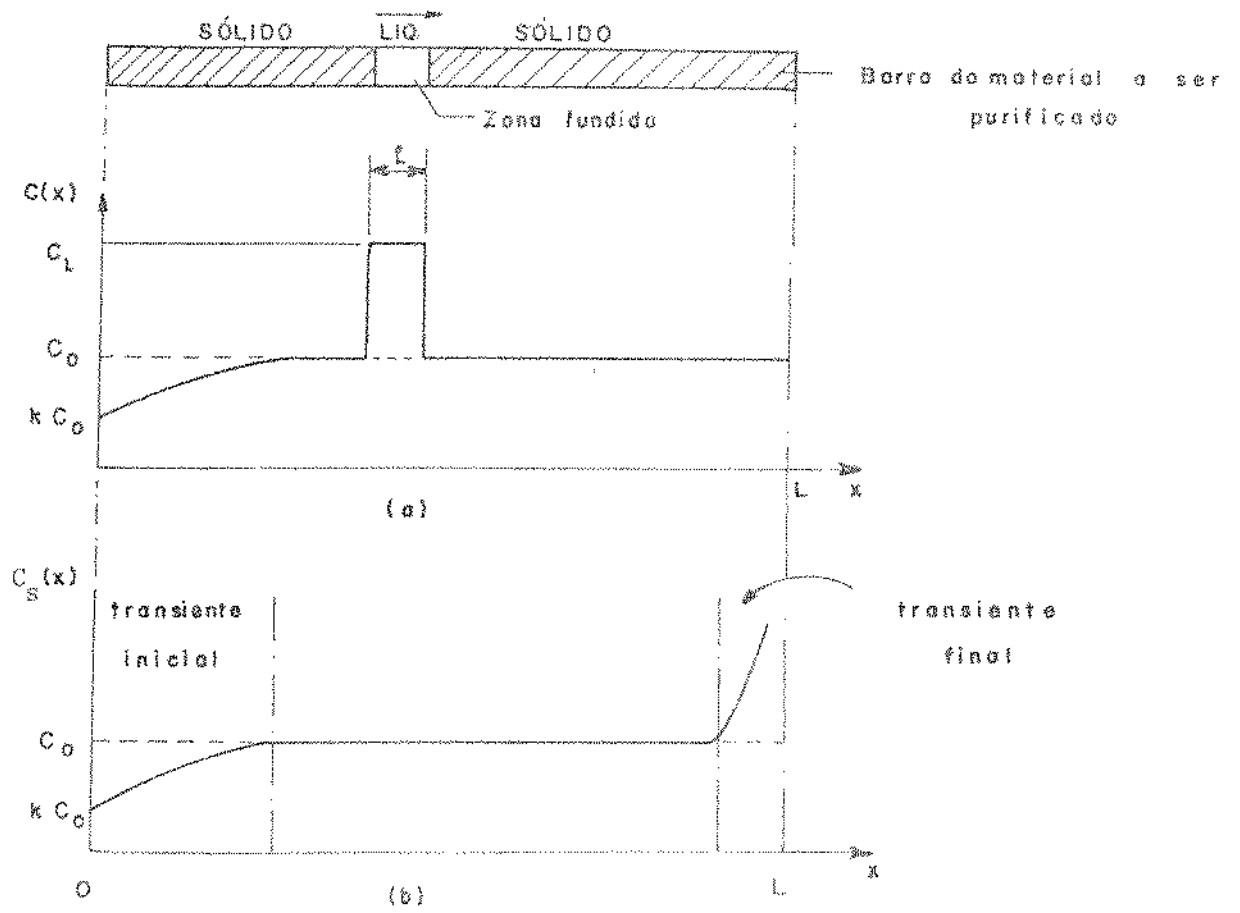


Fig. 2.7. Redistribuição de soluto, na fusão zonal, no primeiro passe (a) durante a passagem da zona e (b) após a passagem da zona (7).

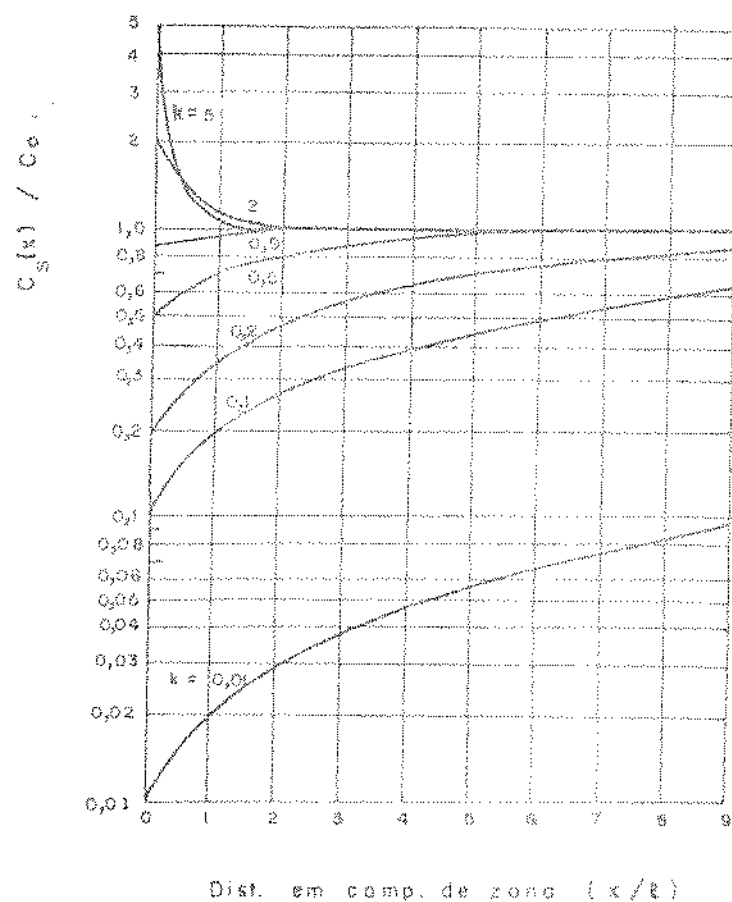


Fig. 2.8. Distribuição de soluto, com um passo, para vários valores de  $k$  (7).

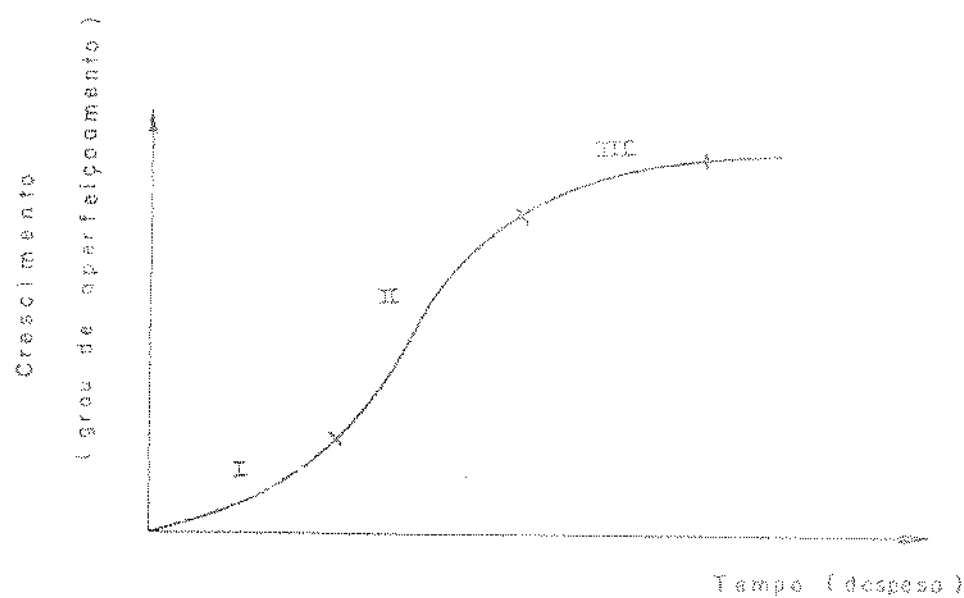


Fig. 2.9. Curva de crescimento biológico. No estado de madureza (trecho III), conseguem-se apenas pequenos progressos, à custa de grandes despesas (17).

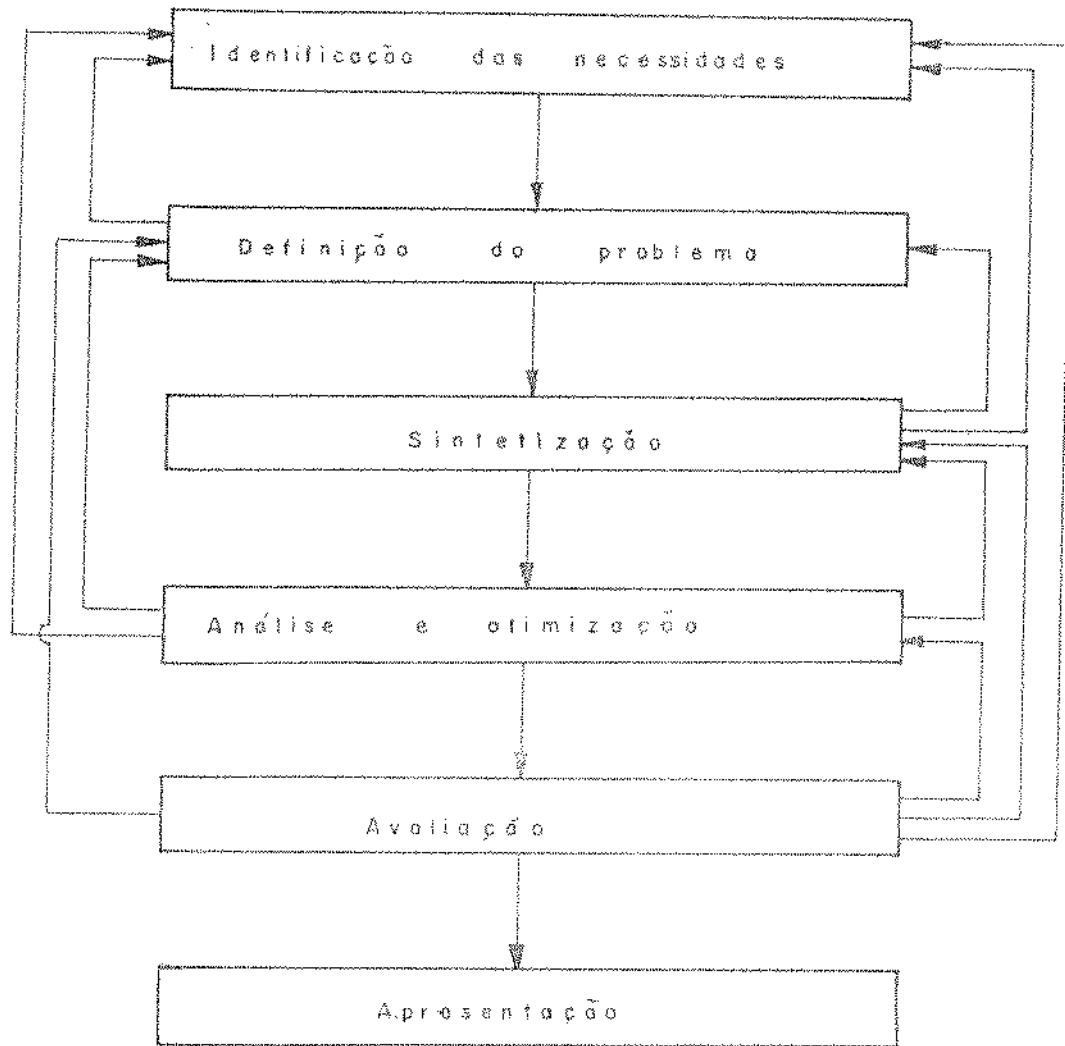


Fig. 2.10. As fases de um projeto com suas iterações (18).



## CAPÍTULO 3

### ANÁLISE DO PROJETO BÁSICO

#### 3.1. INTRODUÇÃO

Um equipamento para purificação de silício pelo método de zona flutuante deve possuir três sistemas básicos; o de aquecimento, o de controle e o de trabalho. A ligação entre estes sistemas está esquematizada na figura 3.1.

O sistema de aquecimento que normalmente é constituído de uma fonte de rádio frequência (RF), poderá também ser constituído de uma fonte de "electron beam". Este último é utilizado para a purificação de materiais com alto ponto de fusão, como é o caso do tungstênio, molibidênio, etc, e possui um custo bem superior quando comparado com a fonte de RF. No Brasil existem fabricantes somente de fonte de RF, sendo que o "electron beam", se utilizado, deveria ser importado. A fonte de RF, juntamente com a espira de aquecimento por indução serão analisadas no item 3.2.

O sistema de controle deve ser composto de um sensor de temperatura (pirômetro), um variador de potência da fonte de RF, um registrador de temperatura (ligado na saída do sensor) e um amplificador para enviar o sinal proveniente do sensor (da ordem de milivolts) ao variador de potência (com entrada da ordem de volts) e consequentemente automatizar o processo. Estes componentes serão analisados no item 3.3.

O sistema de trabalho consta de uma câmara de trabalho (ou câmara de fusão) com atmosfera rigorosamente controlada e de um sistema para movimentação da barra de silício. Este sistema pode variar bastante quanto ao tipo construtivo, sendo que as suas características estão colocadas no item 3.4 e o seu projeto será detalhado no item 4.4.

#### 3.2. SISTEMA DE AQUECIMENTO

Baseado em pesquisas bibliográficas [107, 10, 19, 20, 21] e de acordo com os aspectos econômicos e funcionais, chegou-se à conclusão que o sistema de aquecimento para a pu

rificação do silício por zona flutuante (temperatura de fusão do silício  $1420^{\circ}\text{C}$ ) deve ser constituído de uma fonte de rádio frequência (RF), pois a outra opção que seria uma fonte de "electron beam" possui um custo bem superior e só deve ser utilizada para a purificação de materiais de alto ponto de fusão (Mo -  $2617^{\circ}\text{C}$ ; Ta -  $2996^{\circ}\text{C}$ ; W -  $3420^{\circ}\text{C}$ ), pois para os quais é impossível a utilização de fontes de RF.

O princípio de funcionamento de uma fonte de RF está esquematizado na figura 3.2. Como variáveis básicas, para a análise da fonte de RF, pode-se citar a potência, a frequência e a geometria da espira de indução. Será dada atenção especial à última variável por ser esta de fundamental importância no controle de alguns parâmetros relativos à técnica de zona flutuante.

### 3.2.1. Análise da potência requerida

A forma da interface de crescimento do cristal de silício influencia a densidade de discordâncias e a segregação de dopantes no crescimento do cristal. No item 2.2.3 se chegou às condições básicas favoráveis ao crescimento do cristal com interface plana, o que é indispensável para se obter um cristal com baixa densidade de imperfeições cristalinas.

As potências requeridas para formar e para manter a zona fundida no aquecimento por RF foram estudadas por Kobayashi (22) e os efeitos de alguns parâmetros na forma da interface de crescimento da zona fundida foram detalhados por Braun e Pelian (31) e por Keller (32). No aquecimento por "electron beam", Belk (33) obteve empiricamente a potência requerida para obter a zona fundida e Donald (34) obteve a fórmula teórica da potência requerida para manter a zona fundida.

Kobayashi (22) desenvolveu um modelo teórico simplificado para estimar as potências requeridas para formar e para manter a zona fundida, estabelecendo correlações da potência com a forma da interface de crescimento. As hipóteses estabelecidas no seu modelo dão margem para uma correlação com a potência requerida para a zona flutuante do silício. De seu trabalho se conclui que a potência requerida para for

mar a zona fundida depende de quatro variáveis, que para simplificar serão tratadas como adimensionais:

a. Número de Biot (H), que de um dado material é dado pela expressão:

$$H = \epsilon \sigma T_m^3 a / \lambda_s \tag{3.1}$$

onde  $\epsilon$  é a emissividade,  $\sigma$  é a constante de Stefan-Boltzmann,  $T_m$  é a temperatura de fusão,  $a$  é o raio da barra e  $\lambda_s$  é a condutividade térmica do sólido;

b. Razão da condutividade térmica ( $A$ ), dado por  $A = \lambda_e / \lambda_s$ , onde  $\lambda_e$  e  $\lambda_s$  são respectivamente a condutividade térmica do líquido e do sólido;

c. Comprimento adimensional da zona aquecida ( $L_q$ ), dado por  $L_q = \ell_q / a$ , onde  $\ell_q$  é o comprimento da zona aquecida (ver figura 3.3);

d. Comprimento adimensional da barra ( $L_1$ ), dado por  $L_1 = L / a$ , onde  $L$  é o comprimento da barra.

A tabela 3.1 mostra as principais propriedades térmicas de alguns materiais, incluindo metais, semicondutores e óxidos.

Tabela 3.1. Propriedades Térmicas de Alguns Materiais (22).

MAT.	Cu	W	Ge	Si	SBN	Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
PROP.						
T <sub>m</sub> (K)	1356	3653	1210	1685	1470	2538
λ <sub>s</sub> (W/cm.K)	3,3	0,895	0,174	0,220	0,008	0,04
ε	0,056	0,36	0,59	0,46	0,88	0,8
H*	0,000241	0,112	0,0342	0,0570	1,99	1,86
A	0,503	0,788	2,93	2,12	0,62**	0,62**

\* Para cristal de raio 1 cm.  
\*\* Valores estimados.

A figura 3.4 mostra a potência requerida para a formação de três tipos de zonas; uma zona com o núcleo sólido, uma zona sem o núcleo sólido e com a interface não plana e uma zona sem o núcleo sólido e com a interface aproximadamente plana, em função do número de Biot quando  $A = 1$ ,  $L_q = 2$  e  $L_1 = 40$ .

O esquema da figura 3.5 mostra a relação entre a altura da zona e o suprimento de potência, destacando a forma da interface. Convém notar que a interface plana é obtida quando o comprimento da zona na periferia da barra ( $\ell_z$ ) é igual ao comprimento da zona no centro da barra ( $\ell_z$ ).

A potência requerida para manter uma zona fundida, de comprimento adimensional  $\ell/a$ , se baseando, também, no modelo teórico de Kobayashi (22), é igual à soma do calor conduzido através da interface ( $2\pi (0,8H)^{1/2}$ ) com o calor radiado da superfície da zona ( $2\pi H(\ell/a)$ ), onde na forma adimensional resulta:

$$P = 2\pi (0,8H)^{1/2} + 2\pi H(\ell/a) \quad (3.2)$$

onde  $H$  é o número de Biot. A potência requerida, na forma dimensional, pode ser determinada pela relação:

$$p = P(\lambda_s T_m a)^* \quad (3.3)$$

Convém lembrar que as potências acima analisadas são baseadas em um modelo teórico simplificado, não levando em consideração as diversas formas de perda de potência.

A potência requerida para manter a zona fundida estável, no decorrer do processo de purificação, pode agora ser estimada, sendo esta aproximadamente igual à potência necessária à formação da mesma zona fundida. Como o objetivo deste trabalho é o projeto e a construção de um equipamento para a purificação de barras de até 30 mm de diâmetro, torna-se necessário estimar a potência para manter a zona estável em uma barra de silício com este diâmetro.

A tabela 3.1 fornece para o silício  $H = 0,0570$  para um cristal de raio 1,0 cm. Como  $H$  é diretamente proporcional a  $a$  (ver equação 3.1), temos:

$$H(a) = (0,0570/1,0) \cdot a \quad (3.4)$$

sendo  $a$  em cm e  $H(a)$  adimensional. Logo, para  $a = 1,5$  cm  $H(1,5) = 0,0855$ .

Com relação ao comprimento da zona fundida na zona flutuante, convém citar que existe um comprimento máximo permissível para cada material, onde acima do qual a zona se torna instável. Esse comprimento máximo, de acordo com

---

\* Ver apêndice I

Heywang, é dado pela relação:

$$\ell_{\max} = 2,8 \sqrt{\frac{\text{tensão superficial do líquido}}{\text{densidade} \times \text{aceleração da gravidade}}} \quad (3.5)$$

Como o silício tem tensão superficial igual a 720 dinas/cm e densidade 2,33 g/cm<sup>3</sup>, o comprimento máximo de zo na permissível na zona flutuante é de 1,6 cm.

Então, a situação de máxima potência seria uma zo na de 1,6 cm de comprimento em uma barra de 3,0 cm de diâmetro. A potência necessária para manter uma zona fundida estã vel nestas condições, de acordo com as equações 3.2 e 3.3, é da ordem de 1,2 kW.

### 3.2.2. Análise da frequência

A análise da frequência da fonte de RF para a zona flutuante de silício dá margem para um longo estudo, o que será evitado neste trabalho.

A norma técnica ASTM F41-68 (21), sobre preparação de monocristais de silício pela técnica de zona flutuante, recomenda a utilização de frequências na faixa de 450 kHz a 5,0 MHz, sendo esta faixa permitida pela "Federal Communication Commission" (USA).

Gupta, Gregory e Rossnick (19) mostram as difícúl dades da utilização de frequência menores do que 1 MHz na zona flutuante do silício. Frequências baixas provocam o apa recimento de uma "casca sólida" na superfície externa da zo na fundida, com espessura da ordem de 1 a 3 mm e com vários furos superficiais. A espessura dessa casca diminui com o au mento da frequência. Em suas experiências (19) eles mostram a formação da casca superficial nas frequências 230 kHz e 460 kHz, sendo que na frequência de 3 MHz não houve formação dessa casca.

Como na zona flutuante do silício se necessita de uma zona completamente fundida e com interface tão plana quanto possível, os resultados experimentais de Gupta, Gregory e Rossnick (19) limitam a utilização de frequências abai xo de 1 MHz.

A figura 3.6 mostra que a diferença entre a tempe

ratura da superfície e do interior da barra de silício é bem maior para baixas frequências, o que justifica a formação da casca superficial nas mesmas.

Existe também o problema de agitação do líquido, que afeta a estabilidade da zona fundida, sendo também em alguns casos eficiente na segregação de soluto. Clyne (10) estabelece para o silício as faixas de operação com agitação, sem agitação e com transferência ineficiente de calor, que estão esquematizadas na figura 3.7. Dessa figura também se conclui que frequências acima de 5 MHz são problemáticas pois resultam em transferência ineficiente de calor, que além de aumentarem demasiadamente a potência da fonte de RF não conseguem fundir o núcleo da zona.

### 3.2.3. Análise da geometria da espira de indução

A espira de indução é o elemento de ligação entre a fonte de RF e a câmara onde será efetuada a fusão zonal vertical do silício.

Para a obtenção da zona fundida pode-se utilizar diretamente a espira de RF como mostrado na figura 3.8 ou também utilizar a espira acoplada a um concentrador como mostrado na figura 3.9. A geometria, em ambos os casos, é importante no controle da forma e dimensões da zona, influenciando também a transferência de potência da espira para a barra de silício.

A espira e o concentrador podem variar muito quanto ao tipo construtivo, mas devem possuir duas características básicas; um canal interno para a circulação de água de refrigeração e serem confeccionadas em cobre ou algum outro material que possui alta condutividade elétrica e térmica.

O tipo construtivo das espiras e concentradores depende também do diâmetro da barra de silício. Para barras com diâmetros menores do que 30 mm as espiras podem ser uma só peça como mostrado nas figuras 3.8 e 3.9, ao passo que para barras com diâmetros maiores do que 30 mm as espiras devem ser desmontáveis (bipartidas) como mostrado nas figuras 3.11 e 3.12, pois para essas, a espira deve "penetrar" na barra (ver figura 3.10), o que dificulta a separação de um

bas-espira e barra - no final do processo.

A geometria ótima da espira e concentrador, no que se refere à estabilidade da zona e transferência eficiente de potência, na maioria das vezes é determinada experimentalmente, pois varia de sistema para sistema.

Convém lembrar que a eficiência, na transferência de potência (espira-zona fundida), diminui com o aumento da diferença (distância) entre o diâmetro externo da zona fundida e o diâmetro interno da espira ou concentrador. Por um outro lado, quanto mais perto o concentrador (ou espira) estiver da zona fundida, maior é a incidência de contaminação do silício. Por isso, deve existir uma folga mínima de 1,6 mm, estabelecida pela ASTM F41-68 [21].

### 3.3. SISTEMA DE CONTROLE

Como visto no item 3.2.1, a potência necessária para formar a zona fundida e mantê-la estável no decorrer do processo de purificação por zona flutuante, depende das dimensões da zona fundida (comprimento e diâmetro) e de uma série de outros parâmetros. Então, para cada diâmetro da barra, haverá uma potência ótima com a qual se obtém uma interface plana (ver figura 3.4). O sistema de controle tem por finalidade ajustar esta potência ótima, para formar a zona fundida com interface plana, e controlá-la durante todo o transcorrer do processo de purificação.

Para isto, o sistema de controle deve ser composto de um sensor de temperatura (pirômetro), um variador de potência da fonte de RF (acoplada à fonte), um registrador de temperatura (ligado na saída do sensor) e um amplificador para enviar o sinal proveniente do sensor (da ordem de milivolts) ao variador de potência (com entrada da ordem de volts) e consequentemente automatizar o processo.

O sensor de temperatura deve ser instalado à distância da zona fundida, para evitar contaminação, pois o silício é altamente reativo quando no estado líquido. Neste caso só existe um tipo de sensor que satisfaz, que é o pirômetro óptico. Existem dois tipos básicos de pirômetros ópticos; um se baseia no princípio da comparação através de co

res (possui um filamento, alimentado por uma bateria, que uma vez aquecido e igualado à cor da temperatura que se deseja medir, fornece a temperatura), não servindo para ser utilizado no sistema de controle por não possuir sinal de saída. O outro tipo de pirômetro óptico possui basicamente um foto-diodo (ou um conjunto com pequenos "termopares" ligados em série) e que uma vez incidindo luz sobre ele haverá a saída de um sinal associado com a temperatura e que pode ser usado para controle da mesma.

O variador de potência deve ter condições de variar a potência de saída da fonte de RF, de um valor mínimo até o máximo estabelecido pela fonte, com ajustagem fina de potência em toda a faixa de variação da mesma. O suprimento de potência deve ser tal, que mantenha a zona estável, durante todo o transcorrer do processo, independentemente de qualquer variação do diâmetro ao longo da barra. O variador de potência deve possuir um controlador de temperatura (acoplado ao sensor) com circuito do tipo proporcional, integral e derivativo (PID), para executar um controle efetivo em torno do ponto de controle.

### 3.4. SISTEMA DE TRABALHO

O sistema de trabalho consta de uma câmara onde se efetuará o processo de purificação e de um sistema para movimentação da barra de silício, associado à câmara.

#### 3.4.1. Análise da câmara de trabalho

A câmara de trabalho é o local onde a barra de silício permanece durante todo o transcorrer do processo de purificação. Ela deve possuir (20) as seguintes características básicas:

- a. Facilidade para colocação e retirada da barra de silício;
- b. Boa visibilidade da região da zona fundida durante a operação;
- c. Ausência total de vibrações, quando em funcionamento;
- d. A atmosfera no interior da câmara deve ser rigorosamente controlada;
- e. Precisão permanente de alinhamento dos eixos suportes (da



- barra de silício) superior e inferior (ver figura 3.13);
- f. Deve possuir condições de fazer o acoplamento indutivo inicial no suporte inferior da barra ou em um fio de molibidênio ou tântalo ou grafite, colocado próximo ao suporte inferior da barra;
  - g. Os materiais de todos os componentes da câmara, localizados no interior da mesma, devem ter pressão de vapor menor do que  $133.10^{-6} P_a$  ( $\sim 10^{-6}$  torr), quando em operação;
  - h. Os suportes da barra e da semente (para crescimento monocristalino) devem ser confeccionados em molibidênio, tântalo, tungstênio ou quartzo, para minimizar a contaminação do silício (ver figura 3.13);
  - i. Os componentes do interior da câmara, localizados nas proximidades da zona fundida, devem ser resfriados a água para minimizar a contaminação (ver figura 3.13);
  - j. Deve haver uma folga mínima de 1,6 mm entre a barra (principalmente a zona fundida) e qualquer membro estrutural da câmara.

Algumas dessas características estão relacionadas com o sistema de movimentação, como é o caso do acesso à câmara, das vibrações e da precisão permanente de alinhamento dos eixos suportes.

Para se ter uma boa visibilidade da barra durante o processo de purificação, a câmara deve ser constituída de um tubo de quartzo (ver figura 3.13) ou ainda, de dois tubos de pìrex com circulação de água entre eles, para resfriamento.

A atmosfera da câmara deve ser vácuo ou gás inerte. Se utilizar vácuo, a pressão de operação não deve ser inferior a  $133.10^{-5} P_a$  ( $\sim 10^{-5}$  torr). No caso de gás inerte deve-se usar argônio ou hélio ou ainda uma mistura de quaisquer destes dois gases com 10% de hidrogênio. Esses gases devem ser ultra puros, sendo que o teor de vapor de água e de oxigênio não devem ultrapassar 10 p.p.m. (21).

#### 3.4.2. Análise do sistema de movimentação

O sistema de movimentação deve trabalhar associado

ã câmara de trabalho e deve executar três tipos básicos de movimentos; um movimento de translação da zona fundida ao longo da barra de silício, um movimento de rotação da parte inferior da barra e um movimento de rotação da parte superior da barra (oposto ao movimento de rotação da parte inferior). Deve possuir ainda um pequeno movimento de translação da parte superior com relação a parte inferior da barra de silício, para evitar que a zona fundida encoste no concentrador (ou na espira) ou se afaste demais do mesmo, durante a passagem da zona ao longo da barra de silício (23).

No crescimento monocristalino, existem velocidades de translação da zona (taxa de crescimento) e rotações da barra, que formam um número mínimo de imperfeições cristalinhas, sendo que as velocidades e rotações ótimas dependem da orientação cristalina e do diâmetro da barra de silício. Para cristais com diâmetros grandes (na faixa de 60 a 10 mm) a velocidade ótima está na faixa de 120 a 240 mm/h e sendo que para cristais de diâmetros menores (abaixo de 60 mm) a velocidade ótima está situada abaixo de 150 mm/h. A ASTM F41-68 (21) recomenda a velocidade de translação da zona (taxa de crescimento) em  $100 \pm 5$  mm/h, independente do diâmetro e da orientação do cristal.

A rotação da semente e a rotação (no sentido contrário à da semente) da barra também dependem da orientação cristalina e do diâmetro da barra. A ASTM F41-68 (21) recomenda apenas a rotação da semente e entre 5 e 6 rpm.

Como o equipamento a ser projetado será utilizado basicamente para pesquisa, ele deve permitir uma grande faixa de variação tanto de velocidade de translação da zona, como também das rotações das partes superior e inferior da barra de silício. Para isso deve-se utilizar motores elétricos com grande precisão na rotação e que não transmitam nenhuma vibração para a câmara de trabalho.

Esse sistema de movimentação, juntamente com a câmara de trabalho, pode variar bastante quanto ao tipo construtivo, sendo que outros detalhes serão citados no projeto dos mesmos no item 4.4.

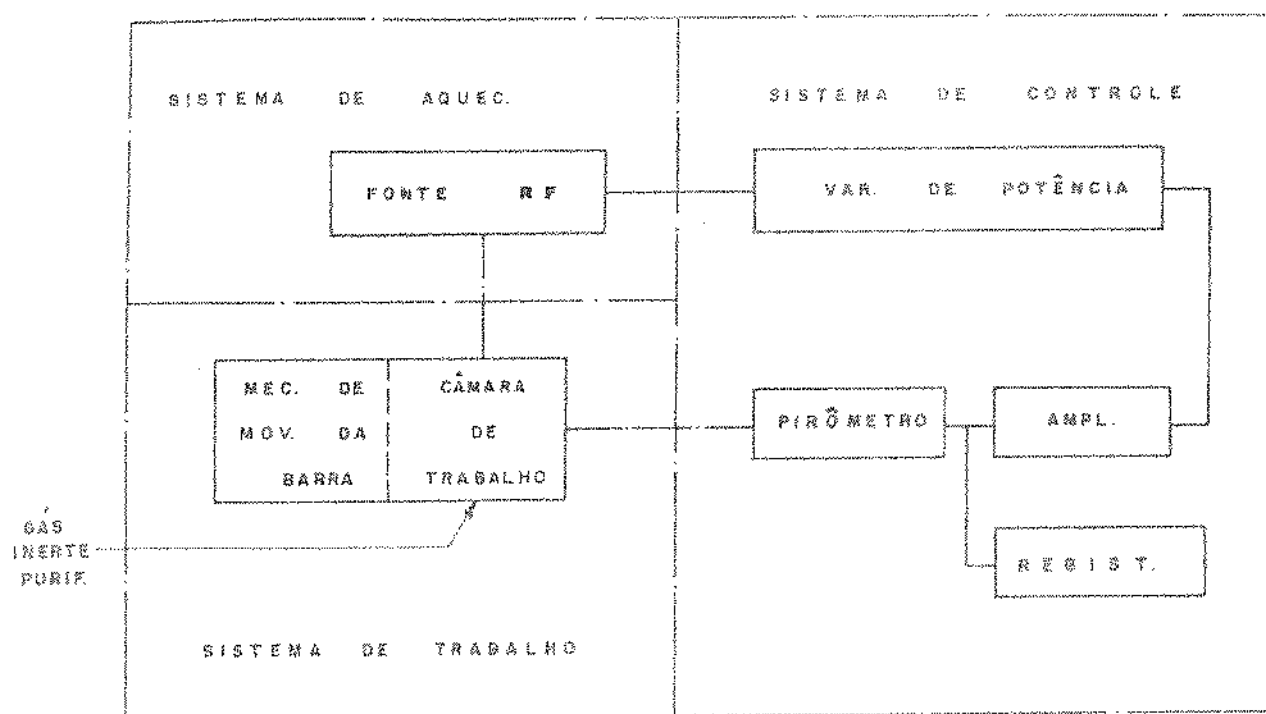


Fig. 3.1. Ligação esquemática entre os três sistemas.

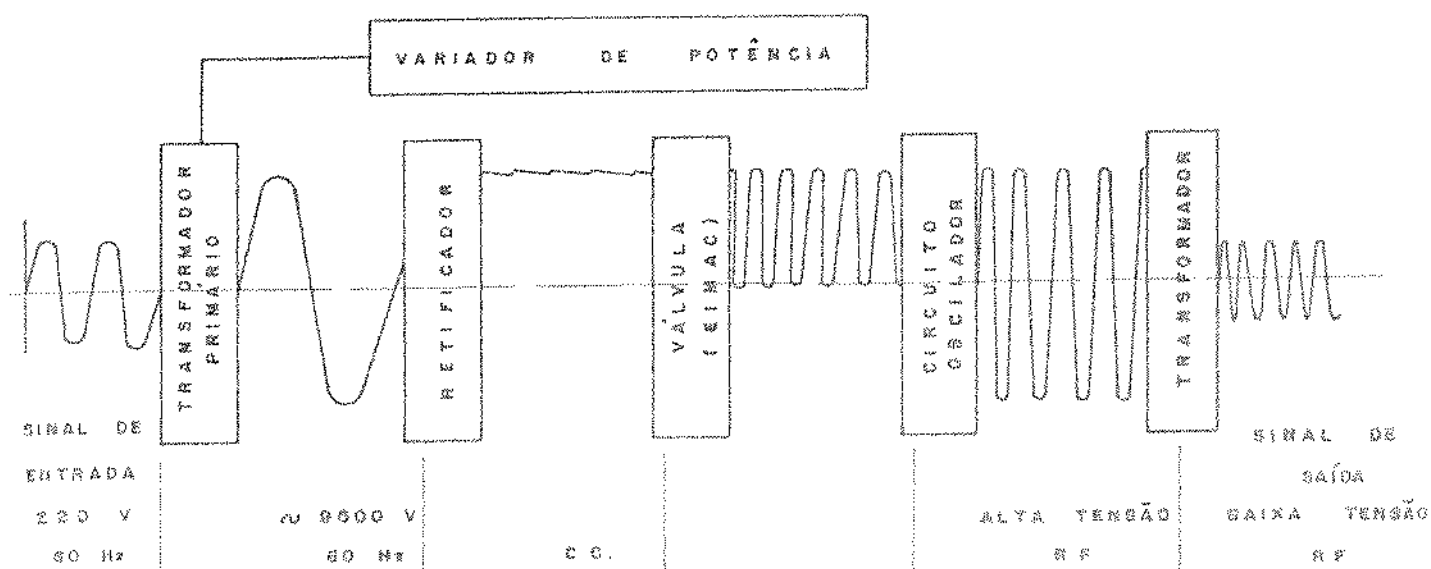


Fig. 3.2. Princípio de funcionamento de uma fonte de RF convencional, para aplicação em zona flutuante.

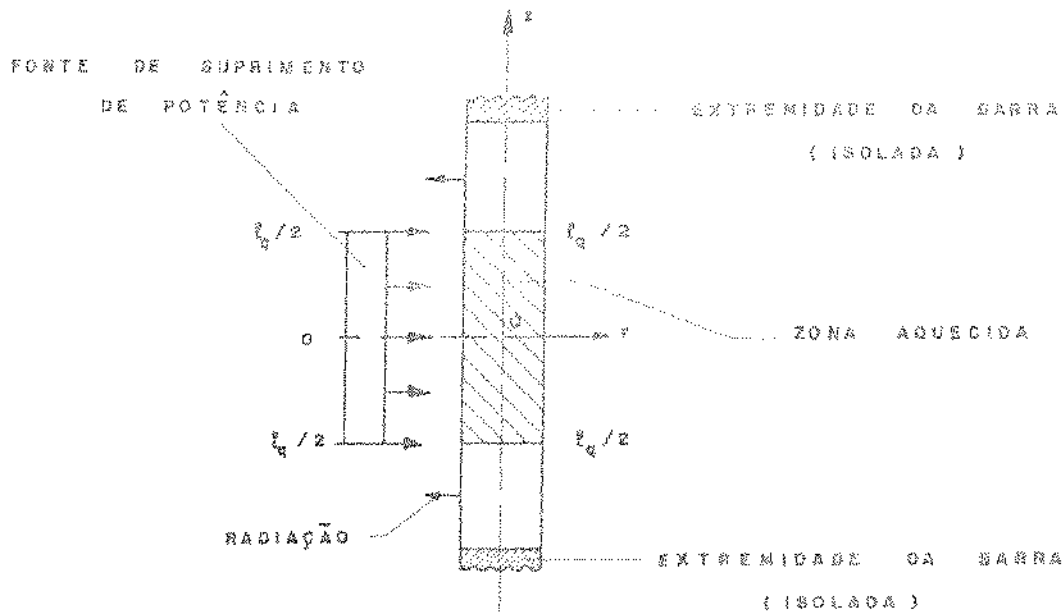


Fig. 3.3. Modelo simplificado de zona flutuante. O suprimento de potência para a parte central da barra é uniforme (22).

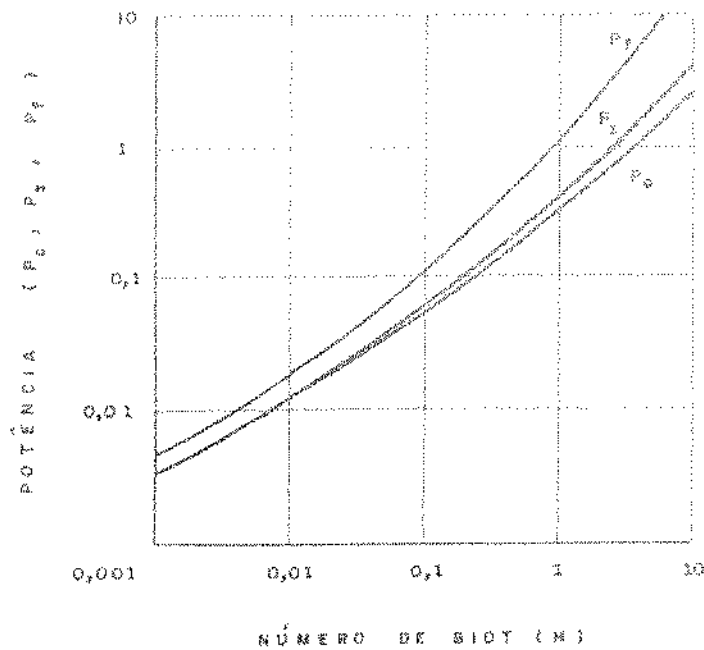


Fig. 3.4. Potência adimensional requerida para a torseção da zona com o núcleo sólido ( $P_c$ ), sem o núcleo sólido ( $P_s$ ) e com a interface aproximadamente plana ( $P_f$ ) em função do número de Biot, para  $A=1$ ,  $\bar{t}_q/\alpha=2$  e  $1/\alpha=40$  (22).

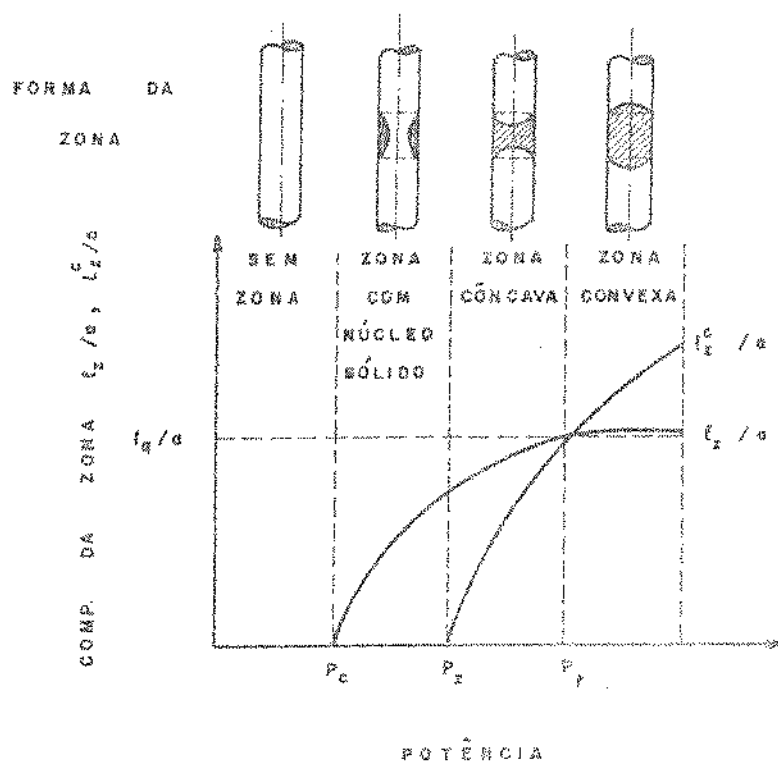


Fig. 3.5. Esquema ilustrativo da relação entre o comprimento da zona e o suprimento de potência, onde  $l_z$  é o comprimento da zona na periferia da barra e  $l_z^c$  é o comprimento da zona no centro da barra (22).

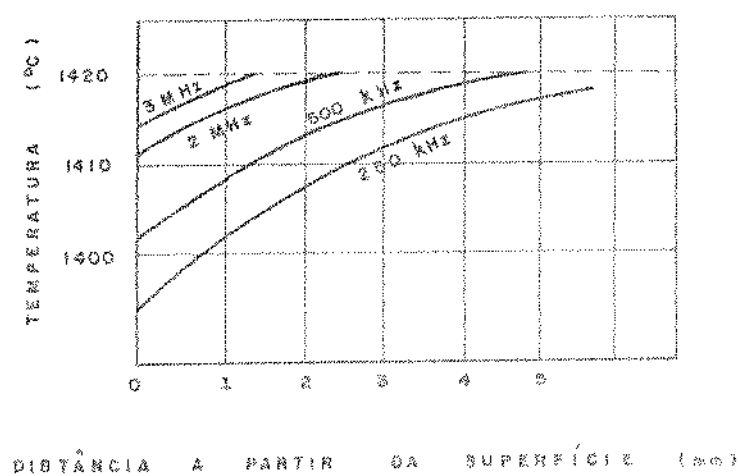


Fig. 3.6. Esquema da distribuição de temperatura no silício sólido, para várias frequências (19).

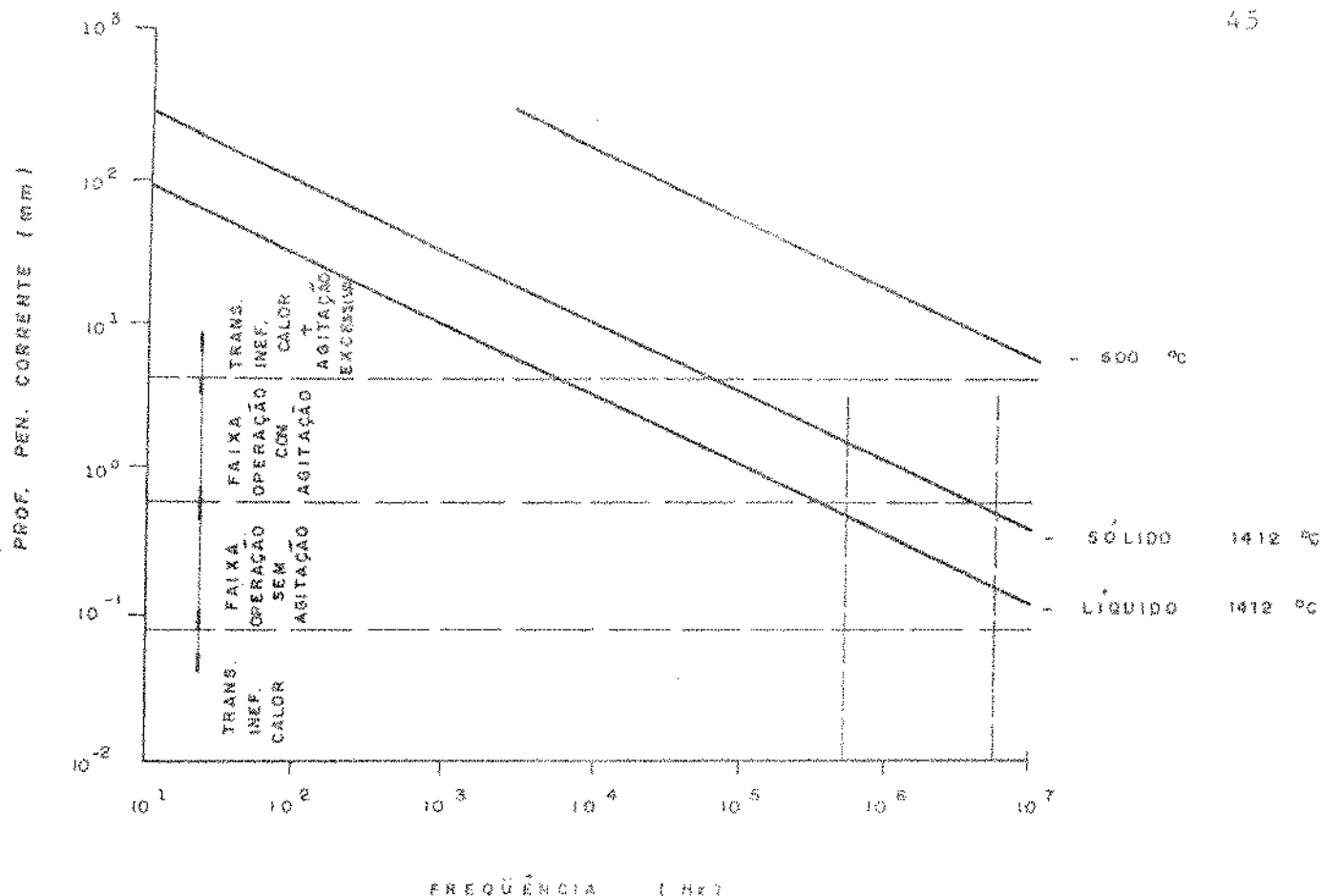


Fig. 3.7. Variação da profundidade de penetração da corrente elétrica com a frequência, para o aquecimento por indução de barras de silício com diâmetros pequenos ( $\approx 10$  mm). A profundidade de penetração pode ser definida como a profundidade na qual a densidade de corrente atinge  $1/e$  ( $\approx 0,368$ ) de seu máximo (na superfície) valor (10).

OBSERVAÇÃO: Segundo Clyne (10), frequências abaixo de 1 MHz (para a zona flutuante do silício) seriam problemáticas apenas devido à a gitação excessiva do líquido, tornando instável a zona fundida, o que não corresponde aos resultados experimentais obtidos por Gupta, Gregory e Rossnick (19), pois estes verificaram (para frequências abaixo de 1 MHz) a formação de uma "casca sólida" na superfície da zona fundida, como foi explicado no item 3.2.2..

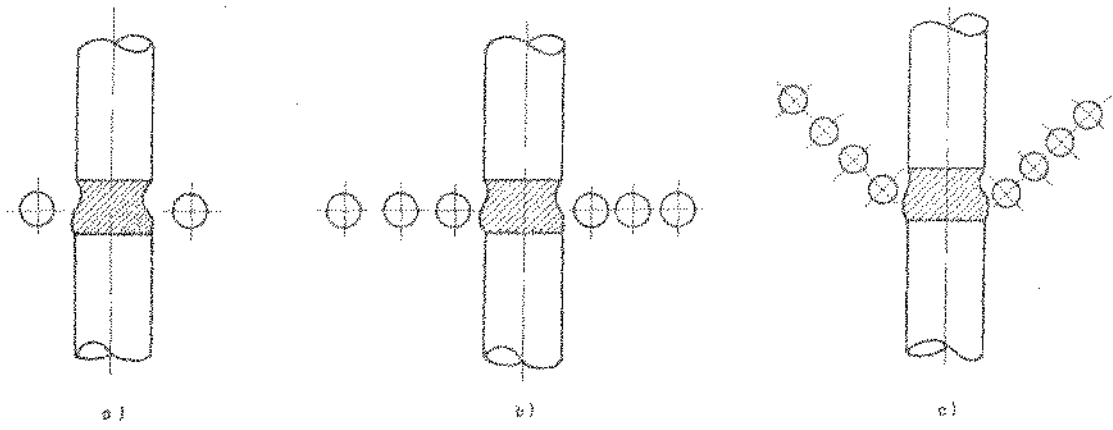


Fig. 3.8. Alguns tipos de espira para fusão zonal vertical. a) Espira com uma única volta. b) Espira plana com várias voltas (bobina achatada). c) Espira de ação aliviadora da zona.

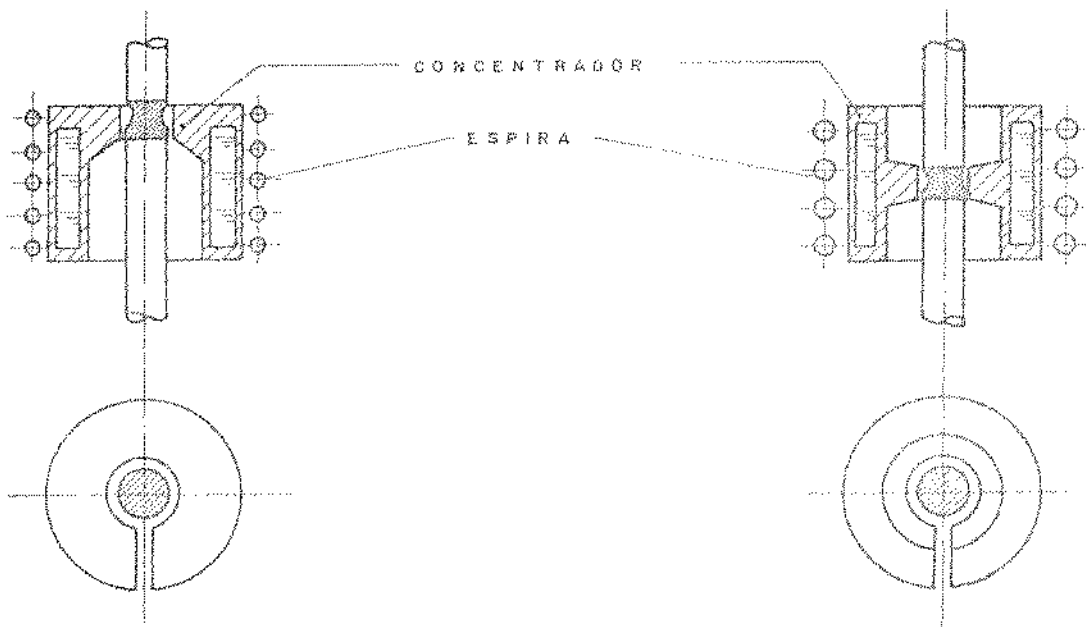


Fig. 3.9. Alguns tipos de espira com concentrador para zona flutuante.

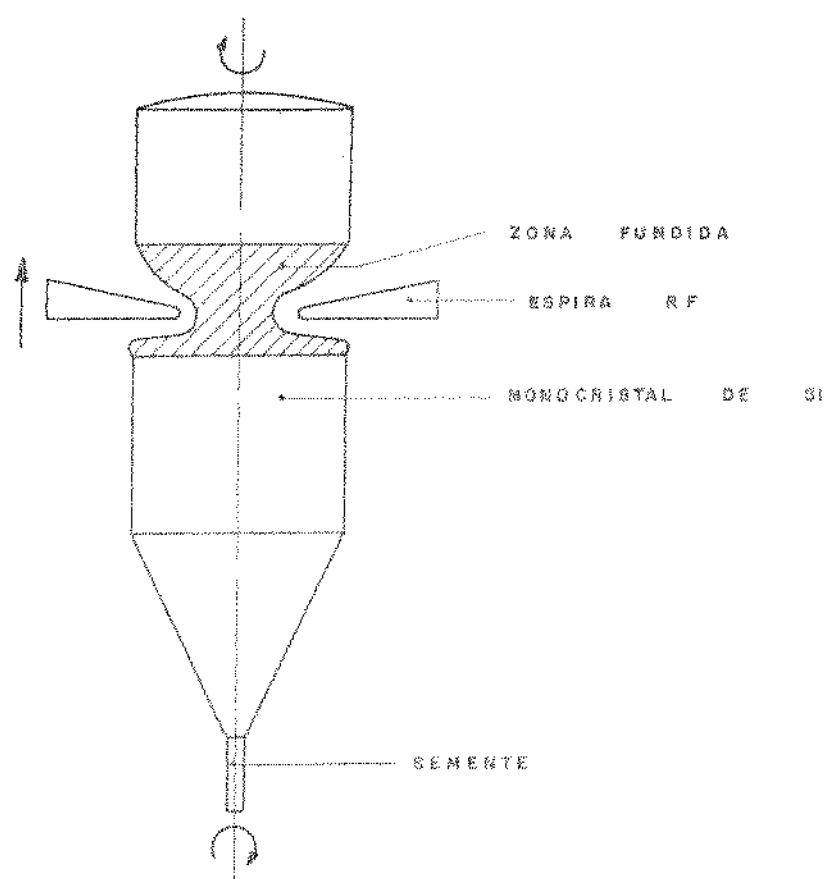


Fig. 3.10. Zona flutuante de silício, para barras acima de 30 mm.



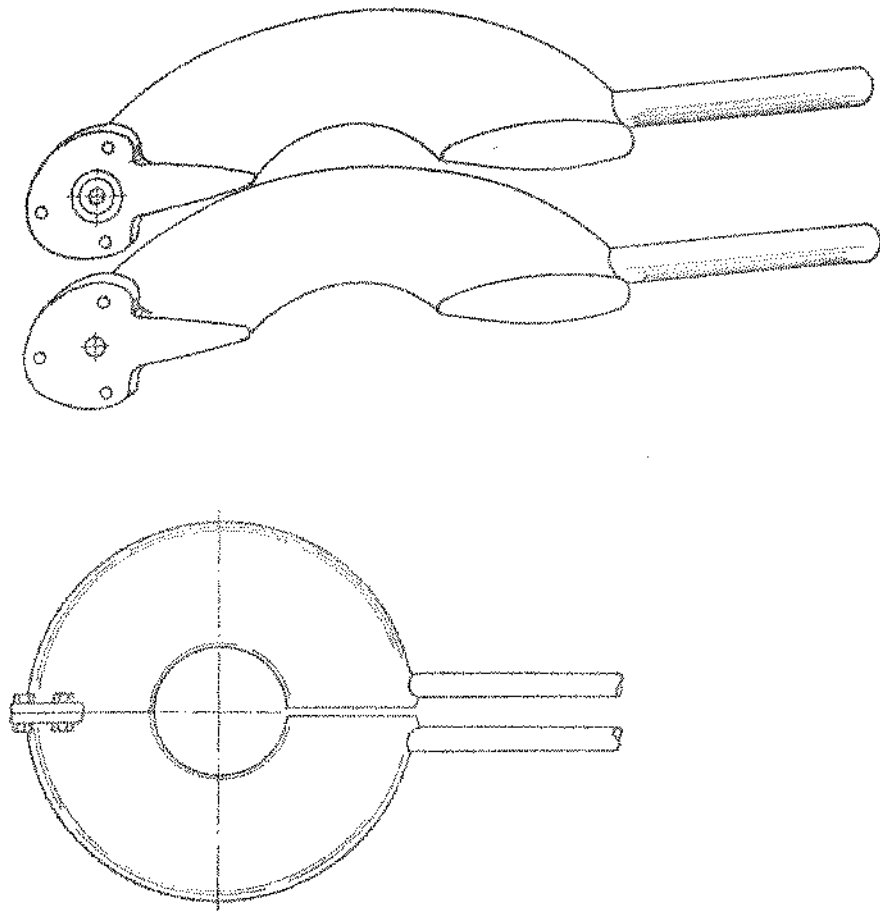


Fig. 3.11. Espira bipartida para utilização em zona flutuante de barras de silício com diâmetros acima de 30 mm.

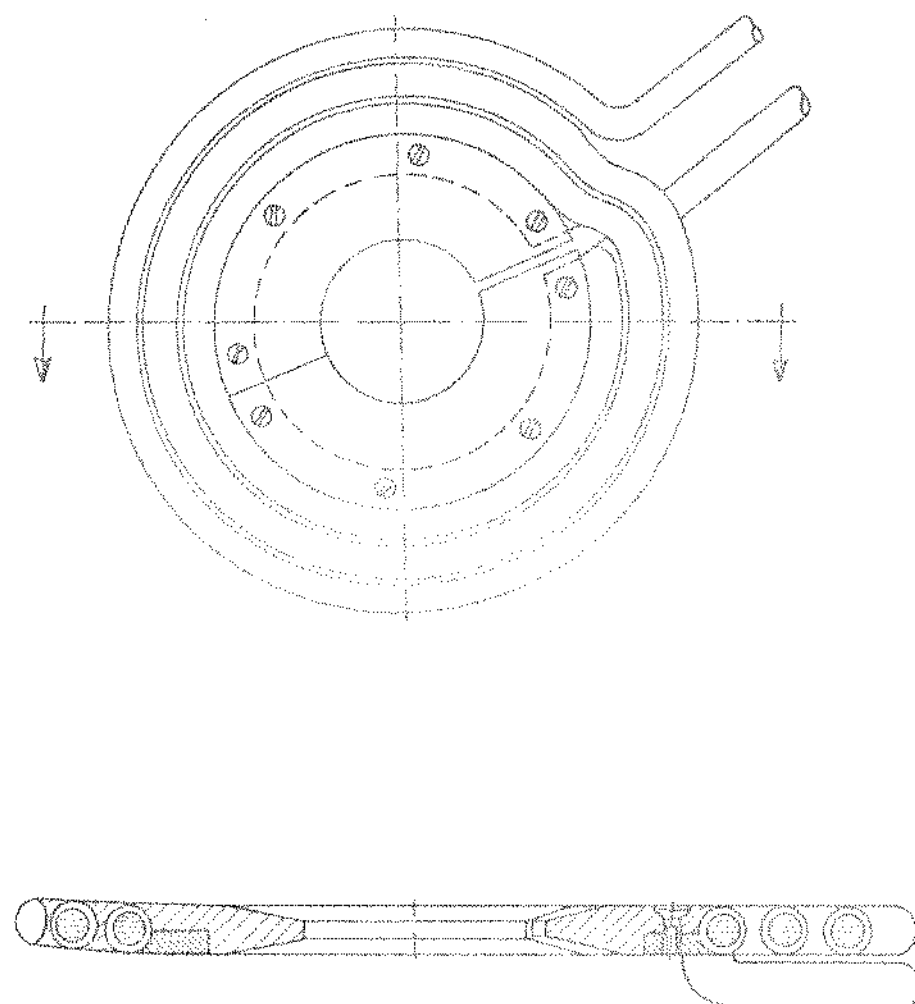


Fig. 3.12. Espira com concentrador utilizada em zona flutuante.

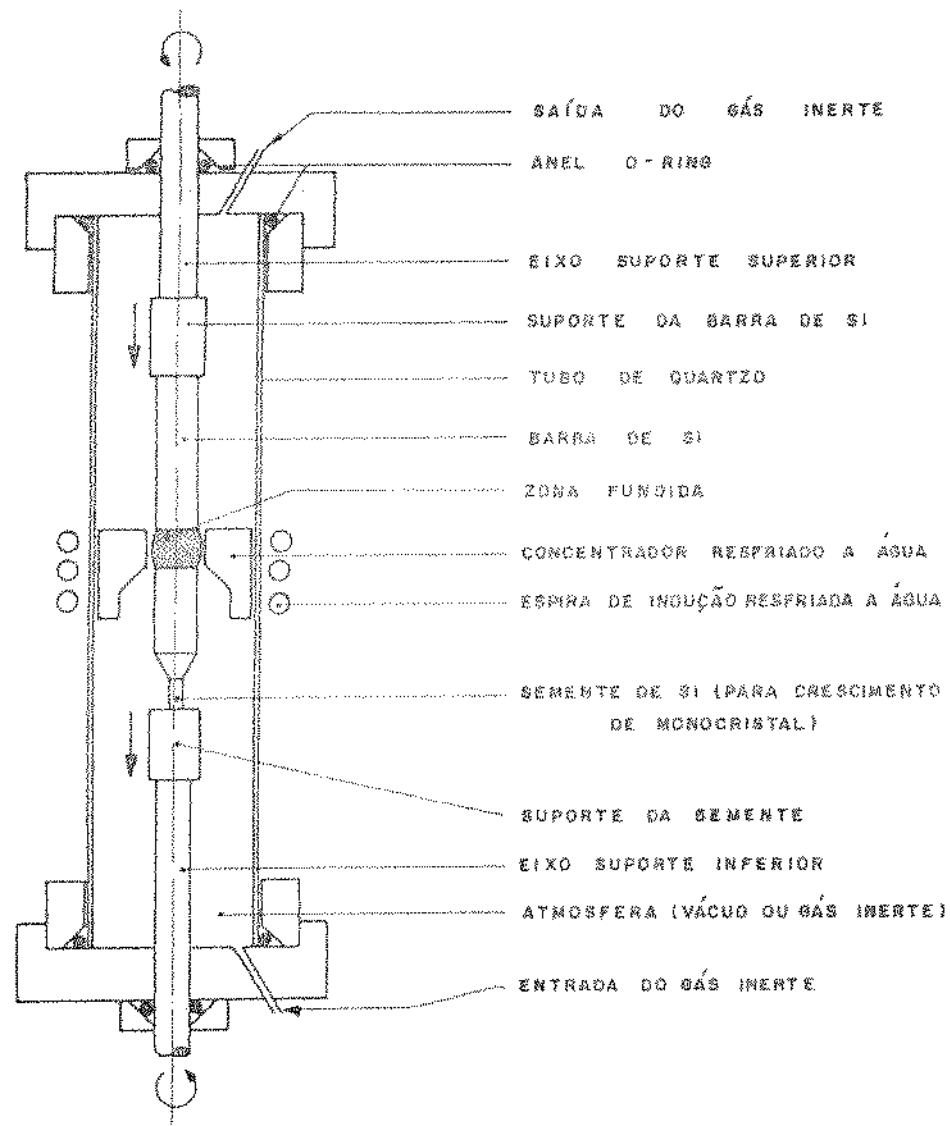


Fig. 3.13. Câmara de trabalho.

## CAPÍTULO 4

### PROJETO E CONSTRUÇÃO DO EQUIPAMENTO

#### 4.1. INTRODUÇÃO

No capítulo anterior foi feita uma análise do projeto básico, com o objetivo de reunir os elementos necessários para se poder especificar alguns componentes e projetar outros, isso de acordo com a importância e facilidade na aquisição de cada um desses componentes.

Nos sistemas de aquecimento e de controle, se fará apenas a especificação dos seus componentes básicos, o suficiente para a aquisição dos mesmos. No sistema de trabalho se fará o projeto detalhado da parte estrutural do mesmo, devido as dificuldades da sua aquisição no mercado nacional.

A parte referente à construção dos três sistemas básicos, será limitada à apresentação destes através de fotografias.

#### 4.2. SISTEMA DE AQUECIMENTO

A fonte de RF, que compõe o sistema de aquecimento, é um sistema complexo, sendo que o seu projeto deve conter todas as informações necessárias à sua confecção. Para isto é necessário a especificação e localização através de desenhos, de cada componente pertencente ao sistema. Neste trabalho, preocupar-se-á apenas com a especificação da fonte de RF, o suficiente para se poder encomendá-la.

##### 4.2.1. Especificação da fonte de RF

No item 3.2. foi feita uma análise global do sistema de aquecimento. A potência requerida para manter a zona fundida pode ser estimada, sendo que a potência de saída da fonte de RF (necessária para manter essa potência requerida na zona) é difícil de ser determinada, pois o rendimento na transferência de potência (da saída da fonte para a zona) é baixo e varia de sistema para sistema. Através da pesquisa bibliográfica (10, 20, 24), chegou-se à conclusão que fontes de RF, com potências máximas na faixa de 5 a 10 kW (na saí

da), são suficientes para a purificação de barras de silício de até 30 mm de diâmetro. Potências na faixa de 10 a 15 kW (na saída) são suficientes para barras de até 40 mm de diâmetro e potências da ordem de 35 kW (na saída) são suficientes para barras de até 80 mm de diâmetro.

Pela análise do item 3.2.1, a potência necessária para manter uma zona fundida, de 1,6 cm de comprimento, em uma barra de silício com 3,0 cm de diâmetro, foi estimada em 1,2 kW. Para barras de silício com este diâmetro, utilizam-se fontes de RF na faixa de 5 a 10 kW (na saída), o que mostra que o rendimento na transferência de potência (da saída da fonte para a barra de silício) é bastante baixo. Como um dos objetivos deste trabalho é a construção de um equipamento que tenha condições de purificar barras de silício de até 30 mm de diâmetro, a potência máxima de saída da fonte de RF será especificada em 10 kW.

A frequência da fonte de RF será especificada em 4 MHz, estando dentro da faixa estabelecida no item 3.2.2 (de 1 a 5 MHz) e também de acordo com a faixa estabelecida pela pesquisa bibliográfica (de 2 a 5 MHz) (19, 20).

Então, a especificação básica da fonte de RF é:

- a. Potência máxima de saída - 10 kW;
- b. Frequência fixa - 4 MHz;
- c. Espira de fácil adaptação à fonte e fixa para minimizar a perda de potência;
- d. Condições de adaptação do variador de potência à fonte, permitindo o controle automático do variador de potência para a fonte;
- e. Deve possuir um sistema de proteção contra sobrecarga e um sistema de proteção contra a falta de água de resfriamento do circuito interno e da espira;
- f. Deve possuir voltímetros e amperímetros instalados no circuito elétrico, para se determinar a potência de saída da fonte;
- g. Entrada - 30 kVA; 220 V; 60 Hz; trifásico.

Utilizar-se-ão vários tipos de espiras para se verificar a funcionalidade de cada uma delas (ver figura 4.15).

#### 4.2.2. Aquisição da fonte de RF

A especificação acima foi o suficiente para se encomendar a fonte de RF. A empresa nacional, que se responsabilizou pela construção da fonte acima especificada foi a POLITRON<sup>\*</sup> - Ind. Nacional Eq. Elétricos. Essa empresa possui bastante experiência de projeto e construção de fontes para aplicações industriais (frequências na faixa de 1 a 10 kHz). Assim se chegou à fonte de RF necessária para a purificação de barras de silício de até 30 mm de diâmetro, que pode ser vista nas figuras 4.1, 4.11 e 4.12.

#### 4.3. SISTEMA DE CONTROLE

Os componentes básicos do sistema de controle são; um pirômetro (com sinal de saída), um variador de potência da fonte de RF (acoplado à fonte) e um amplificador (para enviar o sinal proveniente do pirômetro ao variador de potência). Além desses existe também um componente importante para a pesquisa, que é o registrador de temperatura (ligado na saída do pirômetro).

Haverá também neste sistema, apenas a preocupação de especificar os seus componentes, o suficiente para adquiri-los no comércio.

##### a) Especificação e aquisição do pirômetro com sinal de saída

Os pirômetros com sinal de saída são empregados em função da faixa de temperatura que eles podem medir. No caso do silício - que possui temperatura de fusão de  $1420^{\circ}\text{C}$  - o pirômetro a ser utilizado deve possuir uma faixa de medição de temperatura que contenha, pelo menos, a faixa de 1300 a  $1650^{\circ}\text{C}$ , devendo ainda possuir grande sensibilidade às variações de temperatura.

Um pirômetro que satisfaz esses requisitos é o IRCON<sup>\*</sup> MODLINE série 2000, que apresenta as seguintes características:

- a. Resposta espectral - 0,70 a 0,97 microns;
- b. Precisão de calibração - 1% da temperatura do fundo de escala;
- c. Repetibilidade - 0,3% da temperatura do fundo de escala;

---

<sup>\*</sup> Ver apêndice IV

- d. Resolução óptica - Distância de trabalho = 300 x tamanho mínimo do objeto;
- e. Faixa de medição de temperatura - 1100 - 2000 °C;
- f. Sinal de saída - de 0 a 1 mA c.c.;
- g. Alimentação - 220V, 50/60 Hz.

É interessante observar, que o pirômetro foi o único componente - utilizado no equipamento - que não foi encontrado no mercado nacional, sendo portanto importado.

#### b) Especificação e aquisição do variador de potência da fonte de RF

As características básicas necessárias ao variador de potência são:

- Um seletor de ajuste de tensão de alimentação da fonte (responsável pela variação de potência da fonte de RF);
- Deve possuir um controlador (para a temperatura da zona fundida) com circuito PID (acoplado à fonte de RF e ao pirômetro);
- Um seletor para controle local (para a ajustagem da potência requerida) ou remoto (controle automático com o pirômetro);
- Deve possuir um amperímetro instalados na entrada (alimentação) da fonte de RF;
- Capacidade - 30 kVA; 220V; 60Hz; trifásico.

Existe uma empresa nacional (Saturnia S.A. - Acumuladores Elétricos)\* que fabrica variadores de potência para várias capacidades de fontes. Ela possui a fabricação de variadores de potência com as características acima mencionadas, o que facilitou a aquisição do mesmo.

O variador de potência adquirido (ver figuras 4.2 e 4.3) possui todas as características acima mencionadas, tendo a entrada para o sinal de controle de zero a 6 volts, o que pode ser visto na figura 4.3. Nas figuras 4.11 e 4.12, se encontram fotografias do equipamento, mostrando o variador de potência.

#### c) Amplificador do sinal proveniente do pirômetro

O amplificador é um elemento simples, e é utilizado

---

\* Ver apêndice IV

do para amplificar o sinal do pirômetro (com saída de 0 a 1 mA c.c.) e enviá-lo ao controlador do variador de potência (com entrada de 0 a 6 volts).

O amplificador foi feito sob encomenda pela equipe do LED do Departamento de Engenharia Elétrica da Faculdade de Engenharia de Campinas da UNICAMP.

d) Registrador de temperatura

Pode-se utilizar qualquer registrador, desde que possua condições de adaptação na saída do pirômetro (de 0 a 1 mA c.c.).

#### 4.4. SISTEMA DE TRABALHO

As características necessárias ao sistema de trabalho foram apresentadas no item 3.4. Por ser este sistema de caráter basicamente mecânico, ele pôde ser projetado, baseado nas normas técnicas da ABNT (25), em manuais (17, 18, 26) e vários catálogos de produtos encontrados no mercado nacional\*. O sistema de trabalho foi projetado levando em consideração a capacidade dos sistemas previamente especificados, principalmente a fonte de RF.

Depois de várias tentativas e otimizações - de acordo com os itens 2.3.2 e 2.3.3 - se chegou a um sistema de trabalho satisfatório e condizente com a realidade nacional na maioria dos aspectos (produção baixa, grau de sofisticação baixo, etc). O desenho de conjunto desse sistema está apresentado na figura 4.4 e os seus detalhes estão apresentados nas figuras 4.5, 4.6, 4.7 e 4.8. Convém observar que o sistema, mostrado na figura 4.4, será colocado sobre uma base para se ajustar à altura da câmara de trabalho, com relação à espira de RF que por sua vez permanece fixa na fonte. Esta base está colocada na figura 4.9.

O concentrador de campo RF (peça nº 32 da figura 4.4) pode ser visto na fotografia da figura 4.14, sendo confeccionado em cobre comercialmente puro.

Com relação ao suporte da barra de silício (peça nº 31 da figura 4.4), Hemmat & MacDonald (27) apresentam os problemas que normalmente são encontrados nesse tipo de coi

---

\* Ver apêndice IV



sa e indicam algumas soluções. Após a análise do capítulo 3, se chegou à conclusão que, de início, um suporte simples seria o suficiente. Assim, foi feito o projeto do suporte, apresentado na figura 4.10, sendo o mesmo confeccionado em aço inoxidável AISI 316.

O sistema projetado possui como variáveis básicas, que podem ser ajustadas no processo de purificação, o seguinte:

- a. Condições de purificação de barras de silício de 10 até 35 cm de comprimento útil, com diâmetros de até 30 mm;
- b. Velocidade de translação da zona fundida (ao longo da barra) variável de zero até 190 mm/h;
- c. Rotação da parte superior da barra de silício variável de zero até 30 rpm;
- d. Rotação da parte inferior da barra de silício variável de zero até 30 rpm;
- e. Utilização de atmosfera inerte ou médio vácuo com introdução de gás inerte;
- f. Movimento manual de translação da parte superior com relação à parte inferior da barra de silício, quando em operação.

Para a velocidade de translação da zona, utilizar-se-á um motoredutor de corrente contínua acoplado a um variador de velocidade. Esse motoredutor - modelo Mi 55 shr 8 b 3 da FERRUM Ind. e Comércio Ltda\* - possui as seguintes características; motor com ligação shunt de 186 W (0,25 HP) e rotação máxima na saída do redutor de 1 rpm. O variador de velocidade - adquirido na KUPPER Equipamentos\* (S.P.) - varia a tensão na armadura do motor, possibilitando a utilização de rotações entre zero e 1 rpm na saída do redutor. Esse moto-redutor localizar-se-á na base mostrada na figura 4.9 e trabalhará acoplado ao fuso (peça nº 18 na figura 4.4).

Para a rotação das partes superior e inferior da barra de silício, utilizar-se-á dois motoredutores de corrente contínua acoplados a dois variadores de velocidades (um para cada motor). Esses motoredutores - modelo Mi 50 shr 8 a 2 da FERRUM Ind. e Comércio Ltda\* - possuem as se

---

\* Ver apêndice IV

guintes características; motor com ligação shunt de 74,6 W (0,1 HP) e rotação máxima na saída do redutor de 30 rpm. Os variadores de velocidade - adquiridos na KUPPER Equipamentos (S.P)<sup>\*</sup> - variam a tensão na armadura dos motores, possibilitando a utilização de rotações entre zero e 30 rpm na saída dos redutores.

O movimento da parte superior com relação à parte inferior da barra de silício pode ser feito manualmente através da peça nº 40 - figura 4.4. Esse movimento pode ser automatizado, através da colocação de um sensor para captar variações no acoplamento entre a espira e a barra de silício, ligado a um subsistema com capacidade para controlar esse movimento.

Uma vez projetado, esse sistema foi construído parte na oficina mecânica da FEC/UNICAMP e parte na oficina mecânica do Projeto TELEBRÁS/MGE localizada no DEM/FEC/UNICAMP. As figuras 4.11, 4.12 e 4.13 mostram fotografias desse sistema, juntamente com os outros sistemas que compõem o equipamento.

---

\* Ver apêndice IV

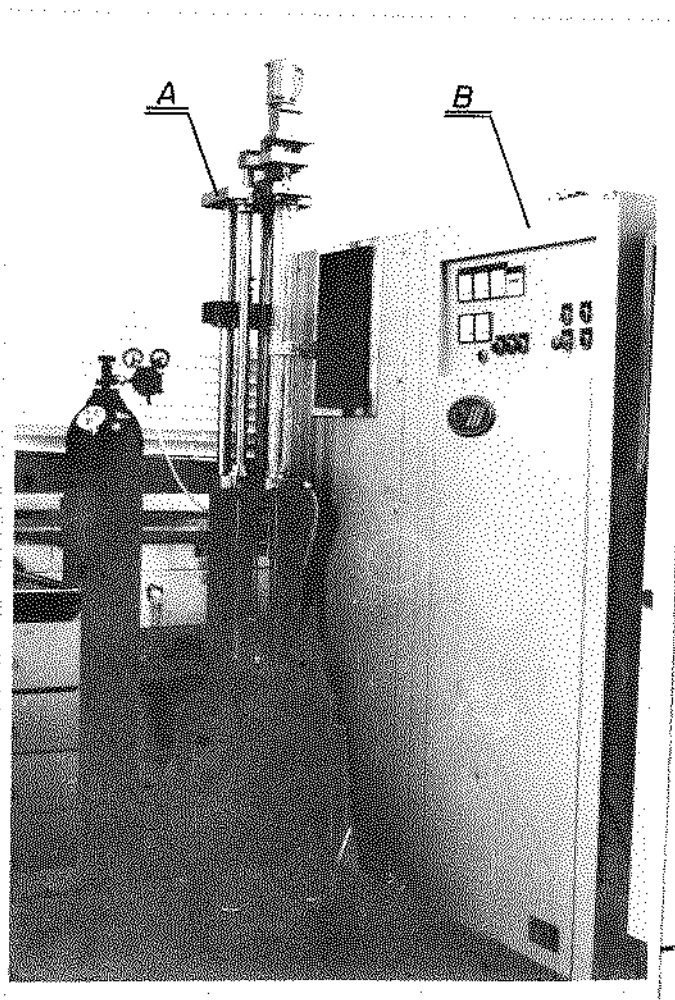


Fig. 4.1. Fotografia da fonte de RF (B) e do Sistema de Trabalho (A).

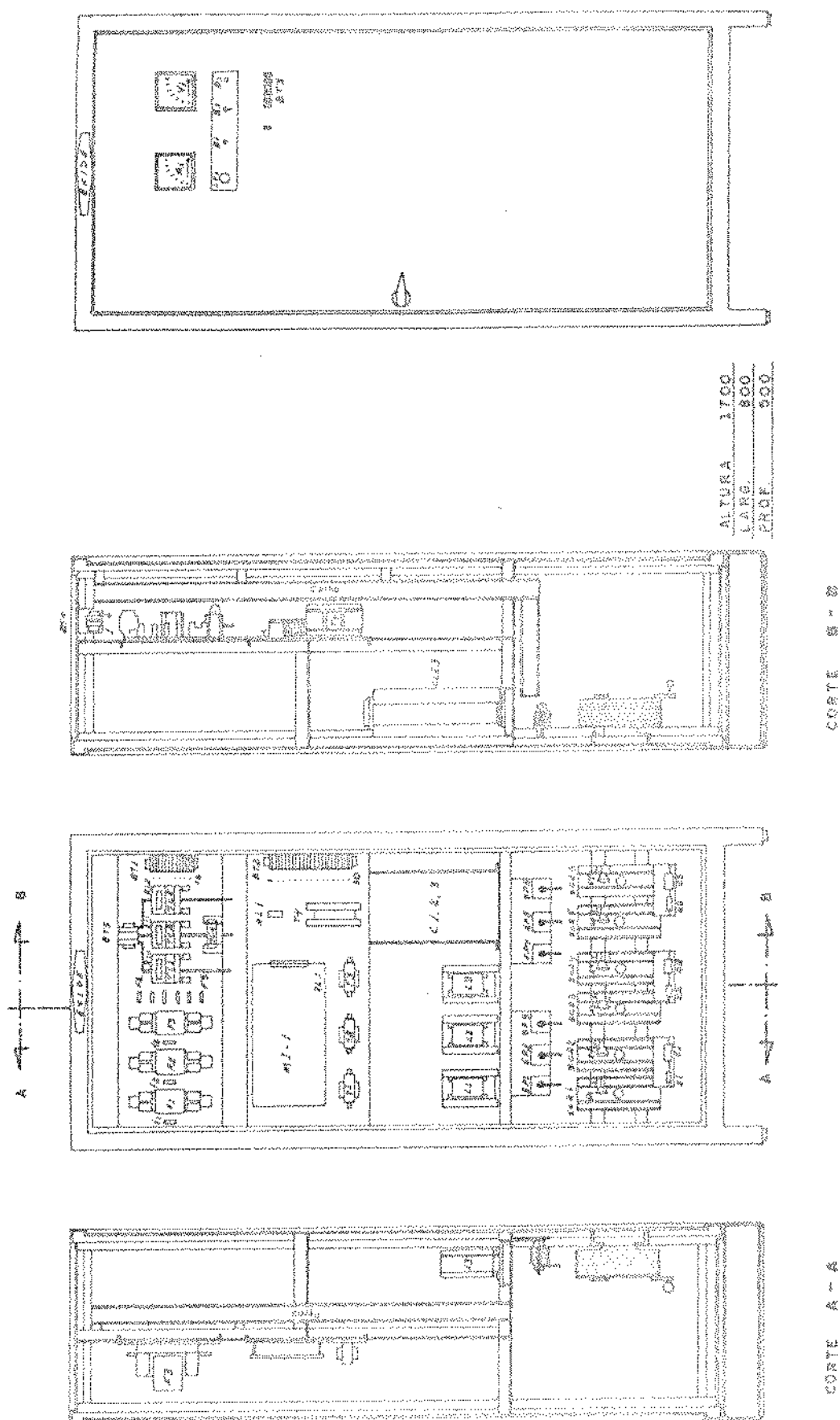
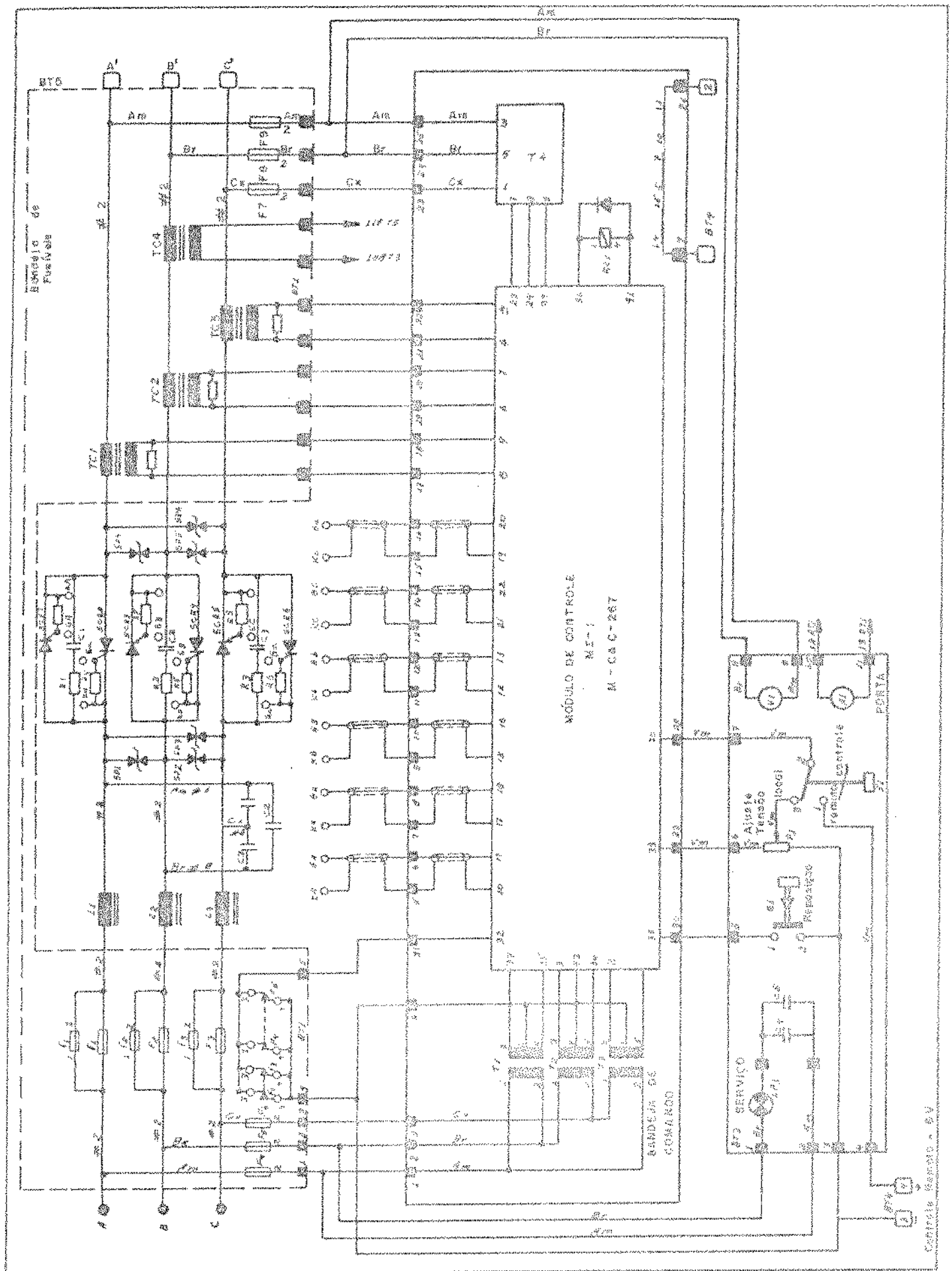
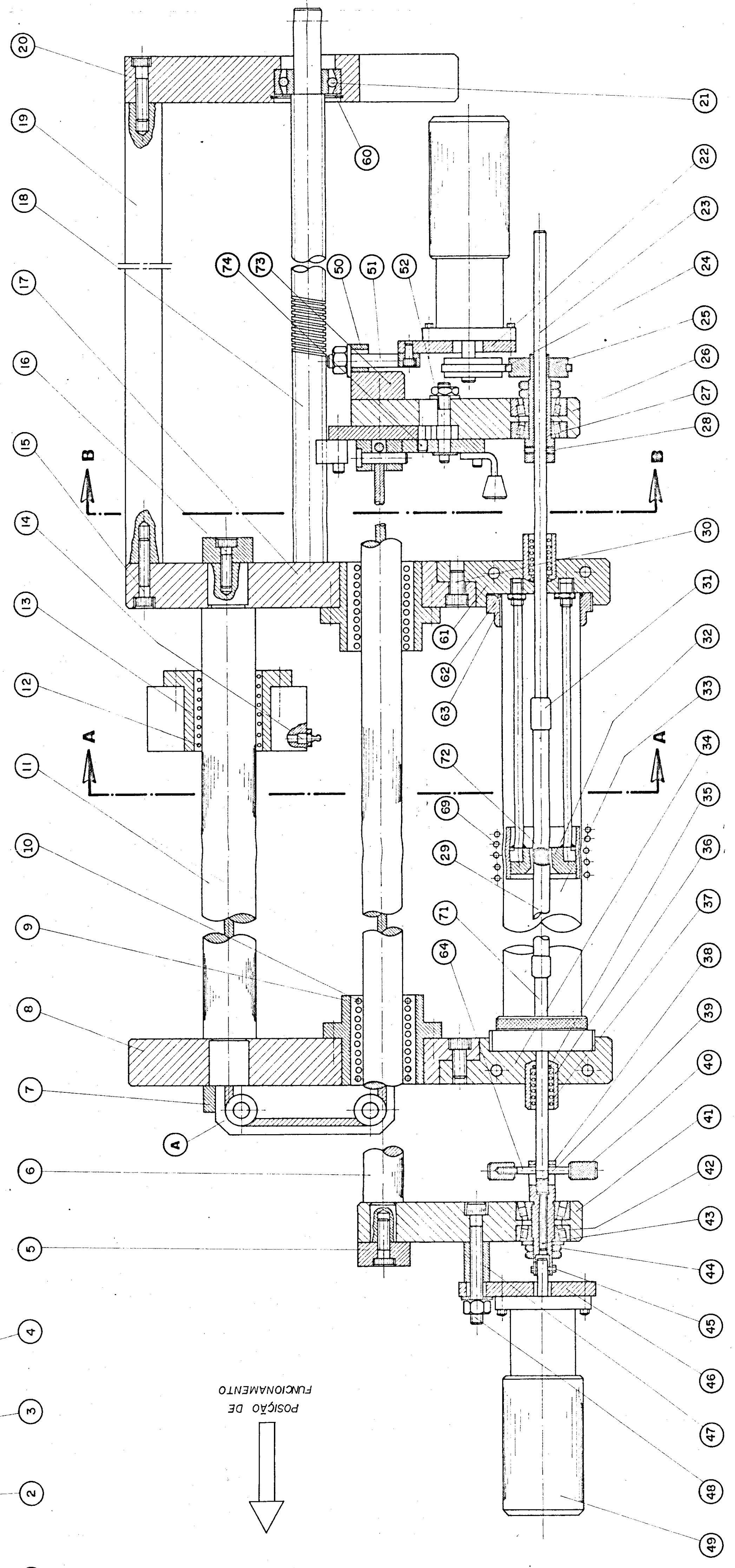
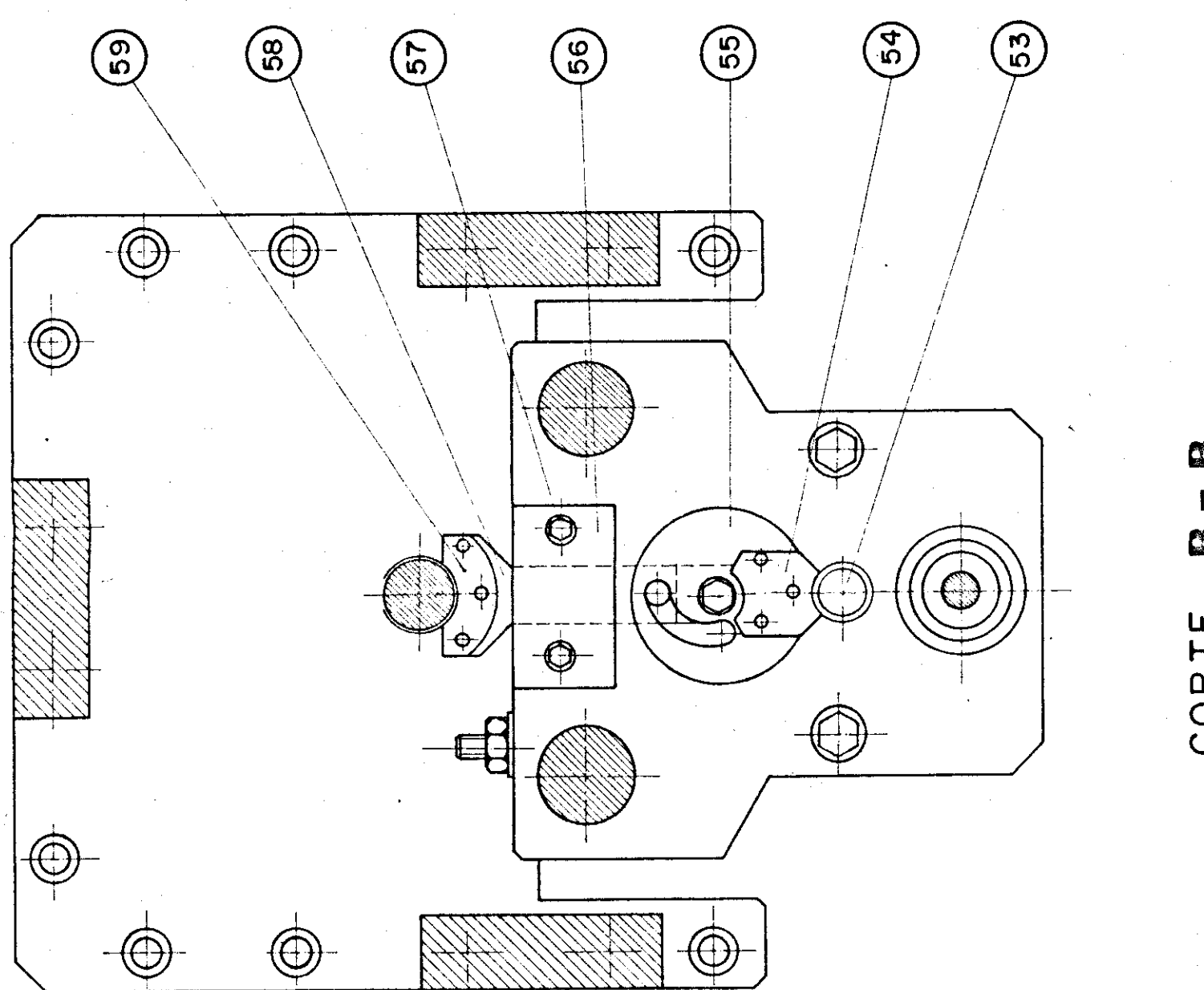
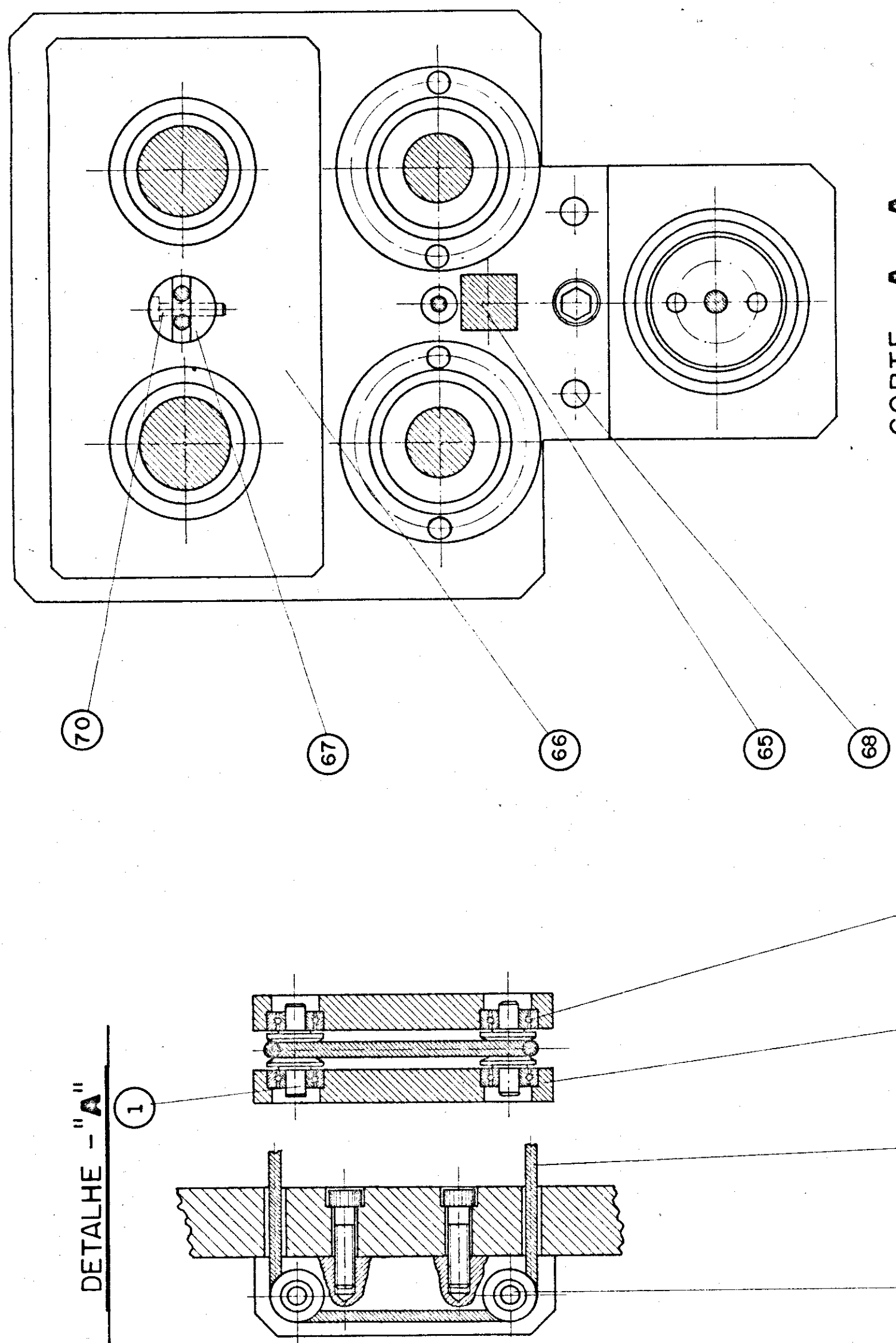


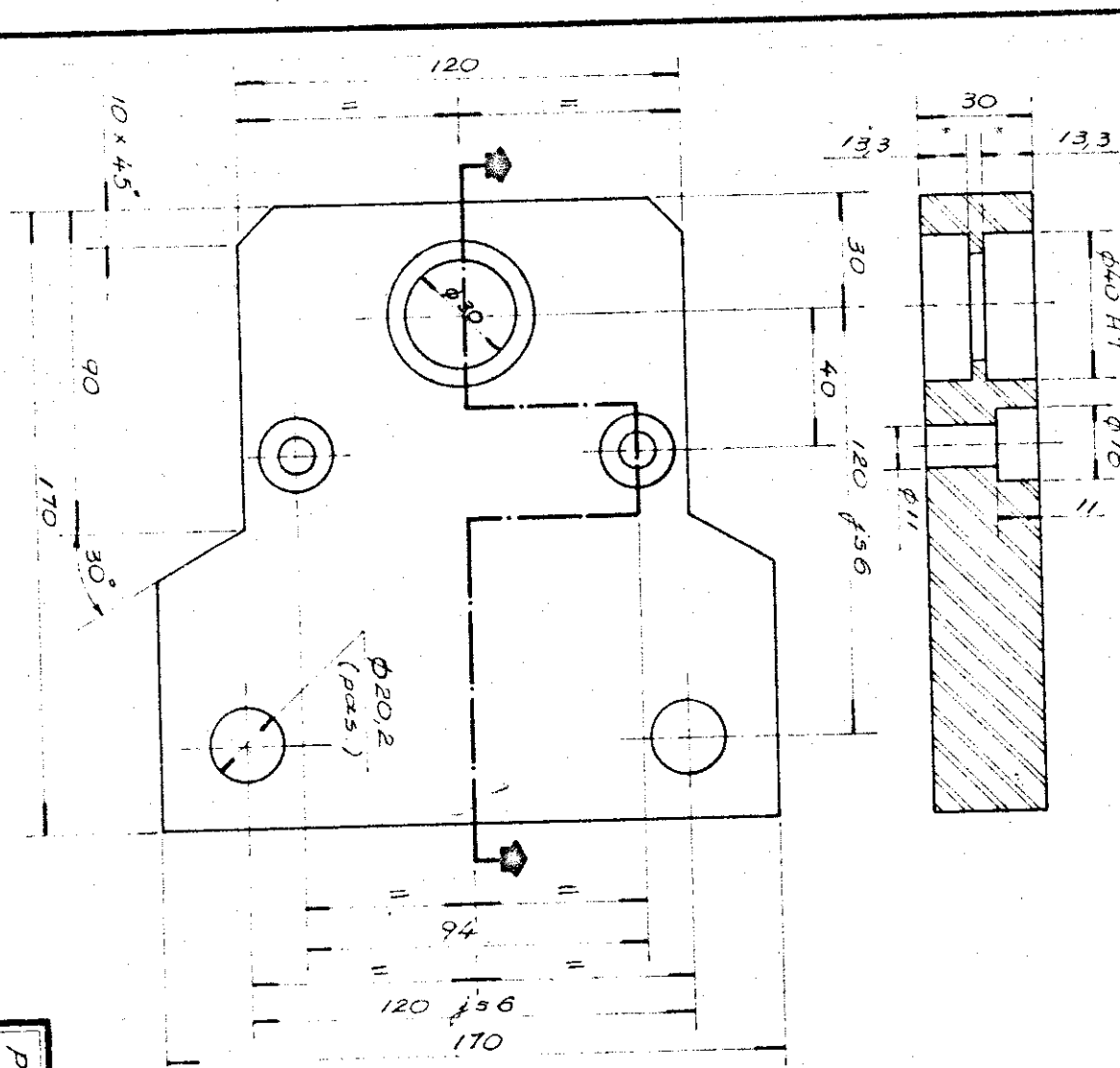
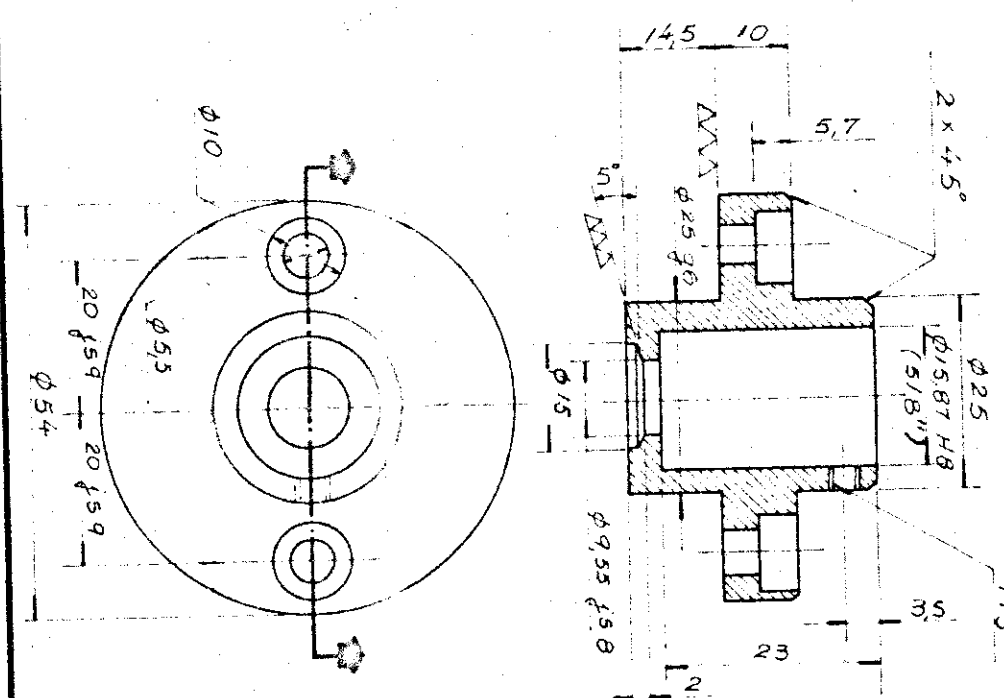
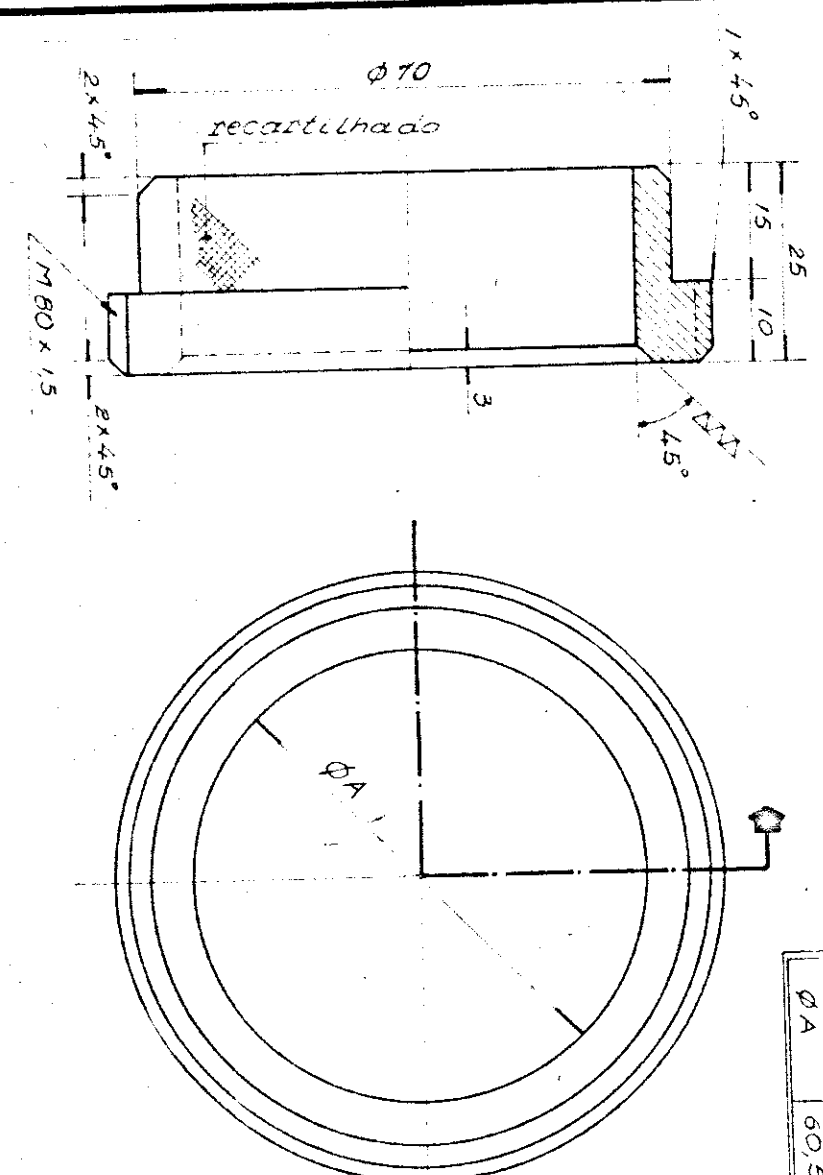
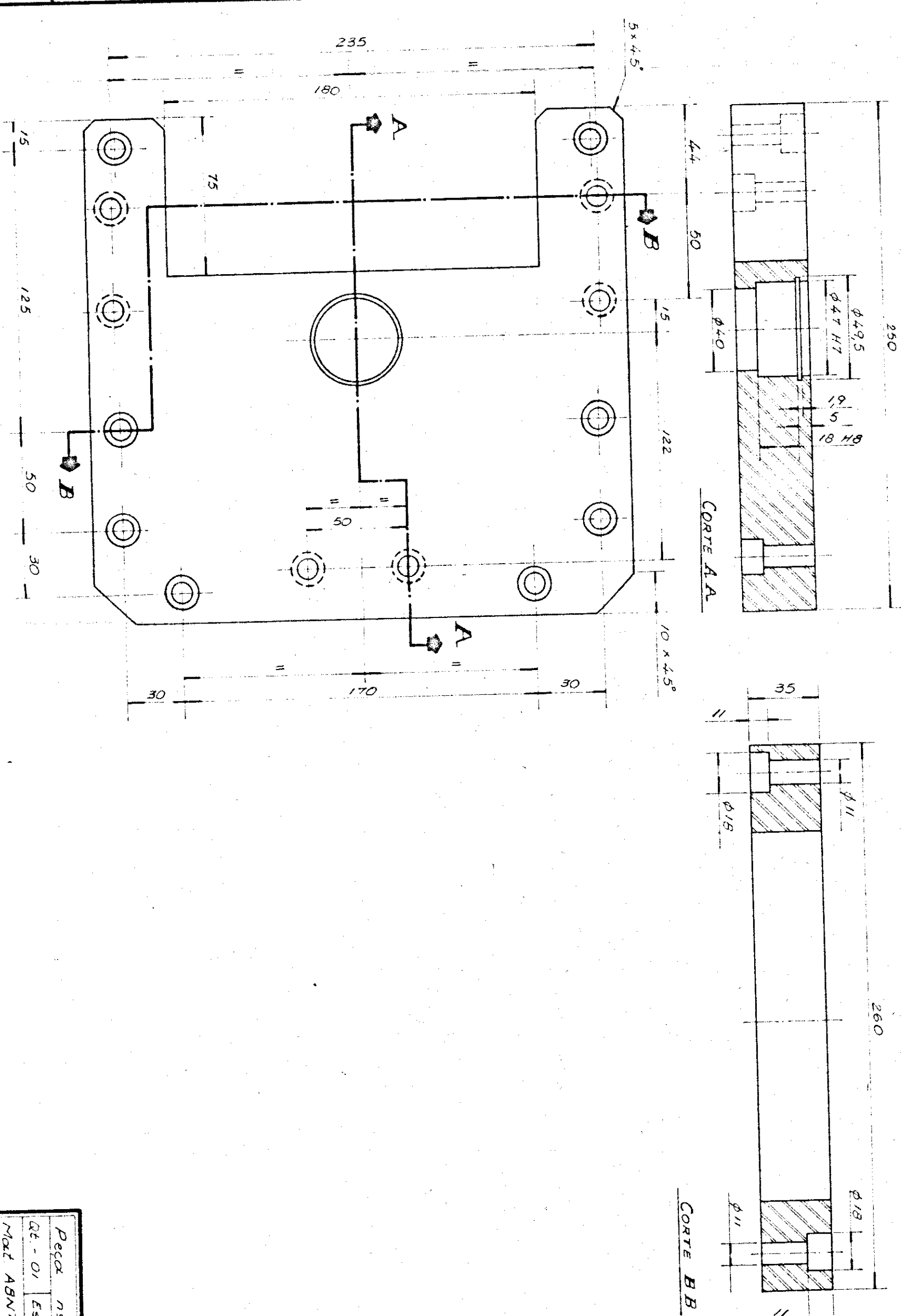
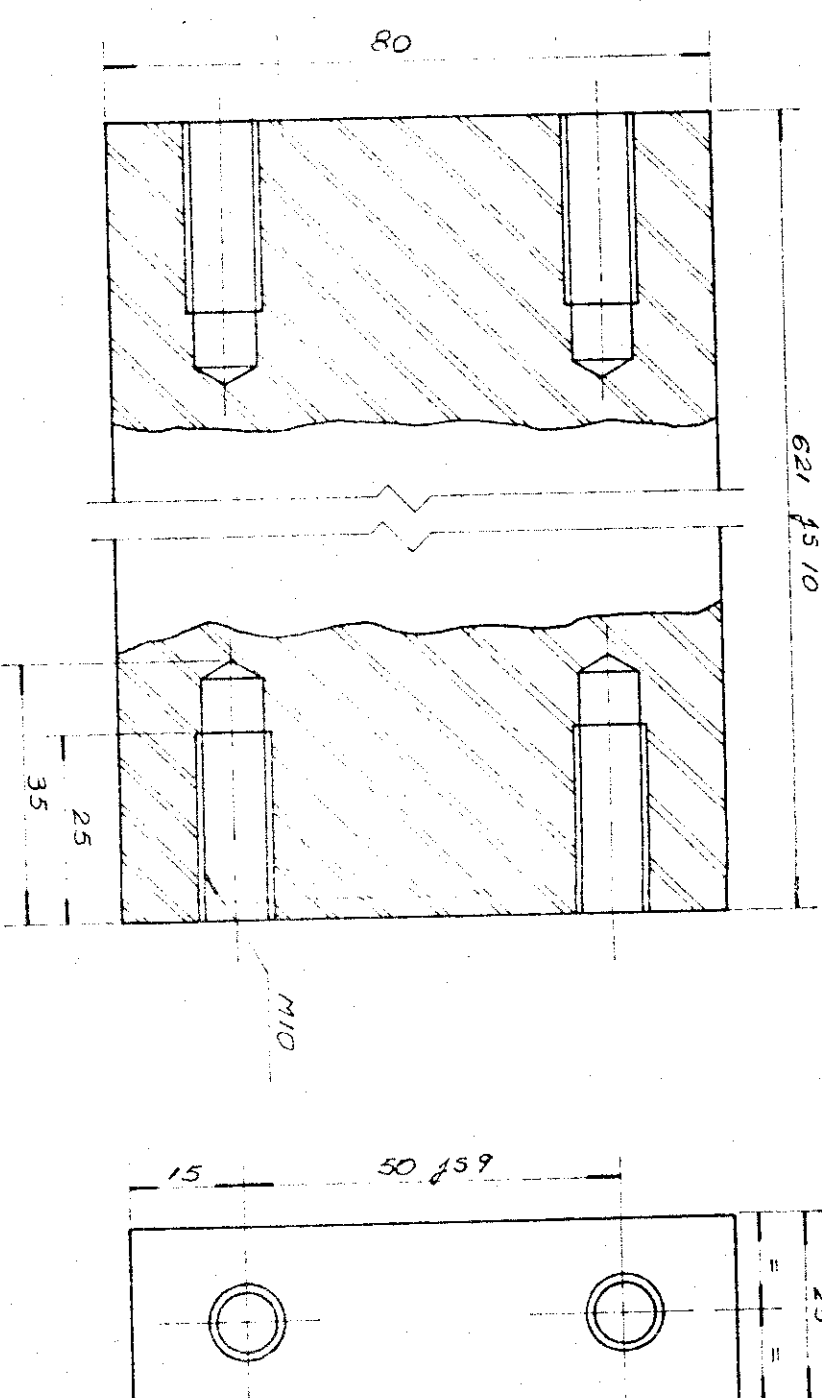
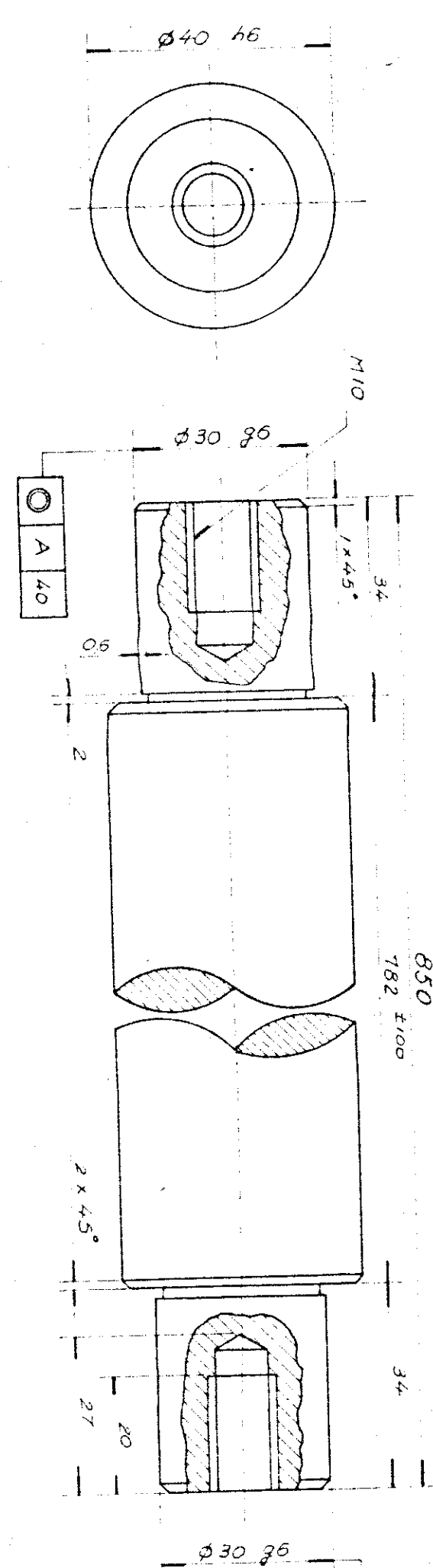
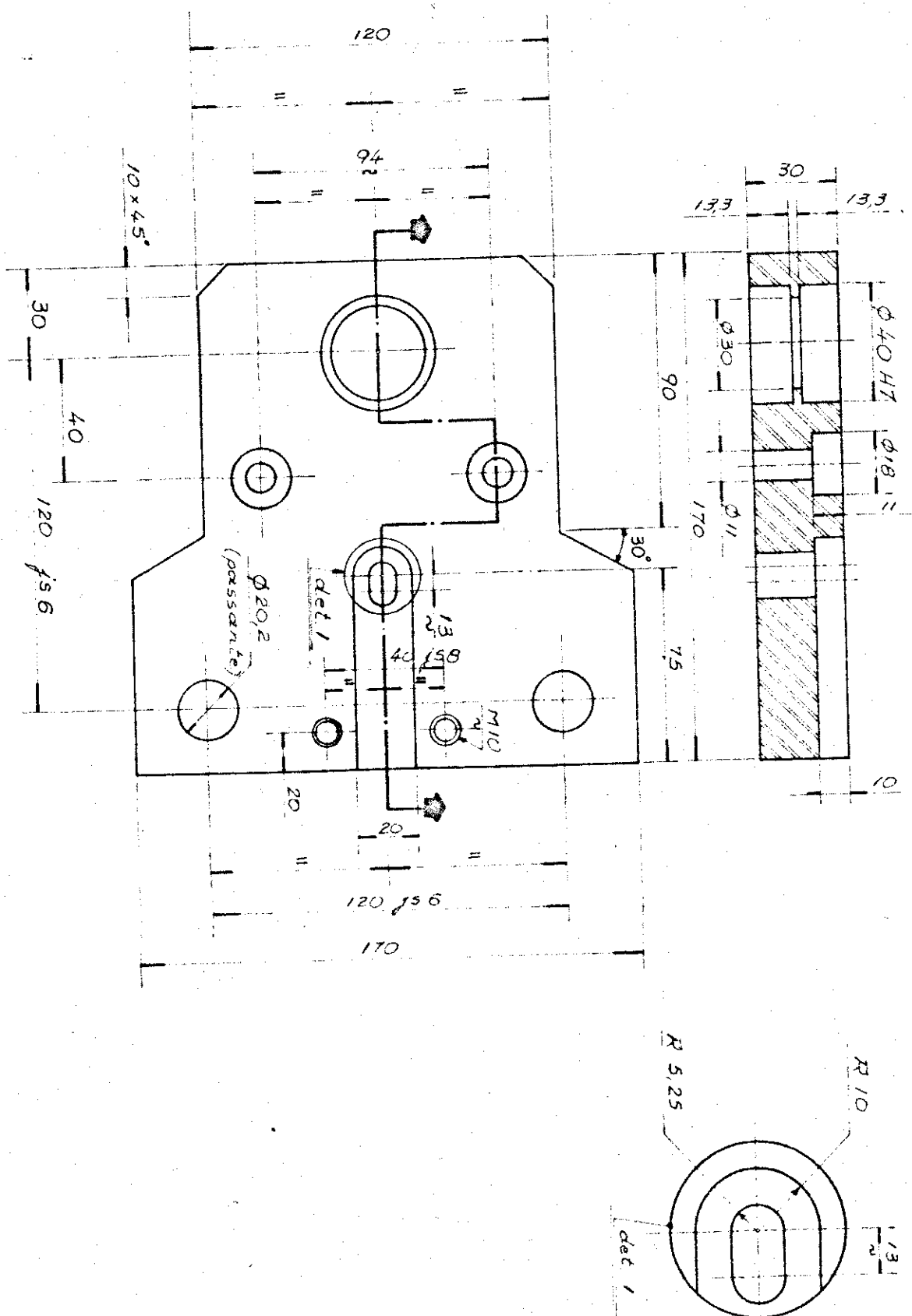
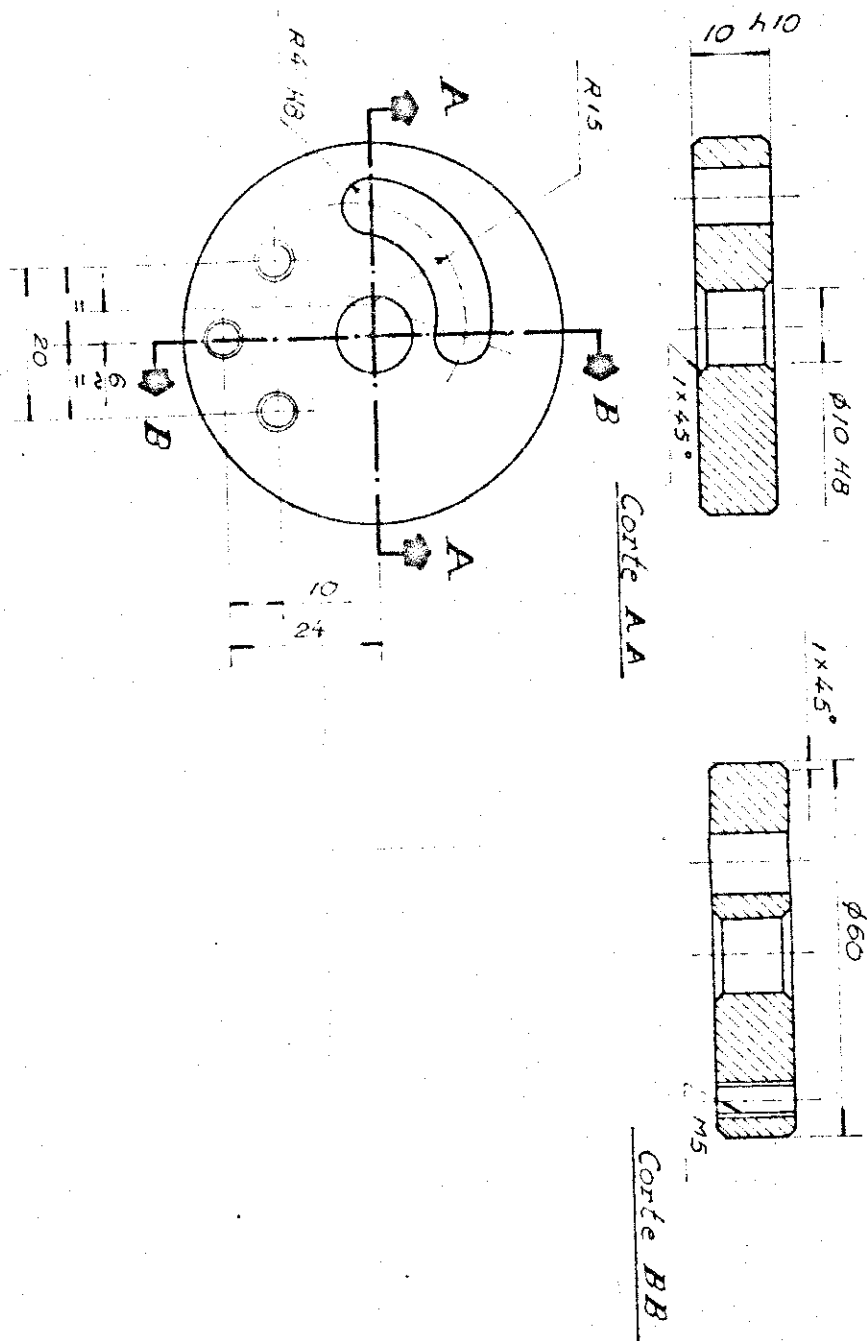
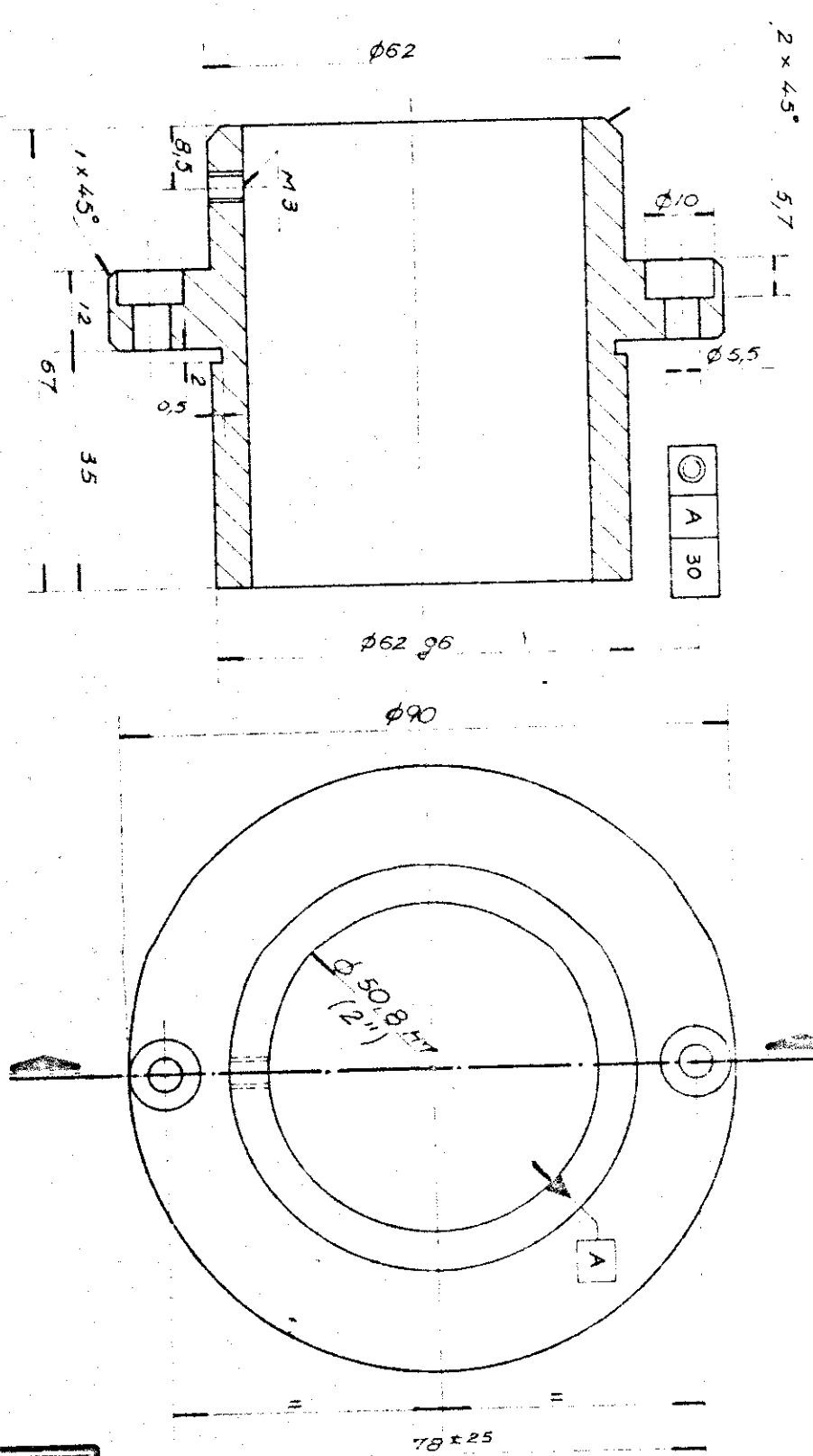
Fig. 4.2. Variador de Potência de Fonte de RF.





Nº	NOME	QUANT.	MATERIAL	DIMENSÕES E OBS.
74	Pino da chapa guia	1	ABNT-1020	9,10 x 50 - FI. 05
73	Fix. do eixo axial	1	Silício	23 x 40 x 60 - FI. 05
72	Zona fundida	1	ABNT-1020	9,10 x 50 - FI. 05
71	Eixo superior	1	ABNT-1045	9,10 x 50 - FI. 05
70	Pino fix. do cabo	2	Cobre	9,10 x 50 - FI. 05
69	Espira de aq. por red.	1	ABNT-1020	9,10 x 50 - FI. 05
68	Pino guia	4	ABNT-1020	9,10 x 50 - FI. 05
67	Sup. do contrapeso	1	ABNT-1020	9,10 x 50 - FI. 05
66	Contrapeso	1	ABNT-1020	9,10 x 50 - FI. 05
65	Barra sup. superior	1	ABNT-1020	9,10 x 50 - FI. 05
64	Pino trava	1	ABNT-1020	9,10 x 50 - FI. 05
63	Fixador tubo de quartzo	2	ABNT-1020	9,10 x 50 - FI. 05
62	Anel O-Ring	2	ABNT-1020	9,10 x 50 - FI. 05
61	Flange inferior	1	ABNT-1020	9,10 x 50 - FI. 05
60	Anel elástico p/ furo	2	ABNT-1020	9,10 x 50 - FI. 05
59	Meia Porca	1	ABNT-1020	9,10 x 50 - FI. 05
58	Chapa guia (con.)	1	ABNT-1020	9,10 x 50 - FI. 05
57	Parafuso allen	25	ABNT-1045	9,10 x 50 - FI. 05
56	Chapa suporte	1	ABNT-1045	9,10 x 50 - FI. 05
55	Disco guia	1	ABNT-1020	9,10 x 50 - FI. 05
54	Alavanca	1	ABNT-1020	9,10 x 50 - FI. 05
53	Manípulo	1	ABNT-1045	9,10 x 50 - FI. 05
52	Paraf. localizador	1	ABNT-1045	9,10 x 50 - FI. 05
51	Paraf. esticador	1	ABNT-1045	9,10 x 50 - FI. 05
50	Sup. esticador	2	ABNT-1020	9,10 x 50 - FI. 05
49	Moto-reductor e/a	2	ABNT-1020	9,10 x 50 - FI. 05
48	Paraf. allen c/ porca	2	ABNT-1020	9,10 x 50 - FI. 05
47	Sup. do moto-reductor sup.	2	ABNT-1020	9,10 x 50 - FI. 05
46	Chapa sup. do moto-red.	1	ABNT-1020	9,10 x 50 - FI. 05
45	Pino do eixo motor	1	ABNT-1020	9,10 x 50 - FI. 05
44	Porca do sup. do eixo	4	ABNT-1020	9,10 x 50 - FI. 05
43	Par. reg. pressão mola	1	ABNT-1020	9,10 x 50 - FI. 05
42	Roll. cônico	4	ABNT-1020	9,10 x 50 - FI. 05
41	Sup. superior	1	ABNT-1020	9,10 x 50 - FI. 05
40	Manípulo eixo sup.	2	ABNT-1020	9,10 x 50 - FI. 05
39	Meia da compressão	1	ABNT-1020	9,10 x 50 - FI. 05
38	Supporte eixo sup.	1	ABNT-1020	9,10 x 50 - FI. 05
37	Roll. de mov. axial	2	ABNT-1020	9,10 x 50 - FI. 05
36	Sup. sup. do eixo	2	ABNT-1020	9,10 x 50 - FI. 05
35	Anel O-Ring	2	ABNT-1020	9,10 x 50 - FI. 05
34	Flange superior	1	ABNT-1020	9,10 x 50 - FI. 05
33	Tubo de quartzo	1	ABNT-1020	9,10 x 50 - FI. 05
32	Concentrador	1	ABNT-1020	9,10 x 50 - FI. 05
31	Sup. do eixo de Si	2	ABNT-1020	9,10 x 50 - FI. 05
30	Parafuso allen	4	ABNT-1020	9,10 x 50 - FI. 05
29	Barra de silício	1	ABNT-1020	9,10 x 50 - FI. 05
28	Paraf. de fix. do eixo	2	ABNT-1020	9,10 x 50 - FI. 05
27	Sup. do eixo inferior	1	ABNT-1020	9,10 x 50 - FI. 05
26	Supporte inferior	1	ABNT-1020	9,10 x 50 - FI. 05
25	Polia dentada	2	ABNT-1020	9,10 x 50 - FI. 05
24	Correia dentada	1	ABNT-1020	9,10 x 50 - FI. 05
23	Eixo inferior	1	ABNT-1020	9,10 x 50 - FI. 05
22	Chapa sup. inferior	1	ABNT-1020	9,10 x 50 - FI. 05
21	Roll. auto comp.	2	ABNT-1020	9,10 x 50 - FI. 05
20	Base de fixação	1	ABNT-1020	9,10 x 50 - FI. 05
19	Barra sup. inferior	3	ABNT-1020	9,10 x 50 - FI. 05
18	Fuso	1	ABNT-1020	9,10 x 50 - FI. 05
17	Base inferior	1	ABNT-1020	9,10 x 50 - FI. 05
16	Paraf. allen	8	ABNT-1020	9,10 x 50 - FI. 05
15	Paraf. allen	16	ABNT-1020	9,10 x 50 - FI. 05
14	Engrenadeira	2	ABNT-1020	9,10 x 50 - FI. 05
13	Sup. do roll. NA KH 4060	2	ABNT-1020	9,10 x 50 - FI. 05
12	Roll. mov. axial	2	ABNT-1020	9,10 x 50 - FI. 05
11	Eixo suporte	4	ABNT-1020	9,10 x 50 - FI. 05
10	Roll. mov. axial	4	ABNT-1020	9,10 x 50 - FI. 05
9	Sup. do roll. L-20	4	ABNT-1020	9,10 x 50 - FI. 05
8	Base superior	1	ABNT-1020	9,10 x 50 - FI. 05
7	Fixador do eixo sup.	2	ABNT-1020	9,10 x 50 - FI. 05
6	Eixo mov. axial	2	ABNT-1020	9,10 x 50 - FI. 05
5	Fixador eixo axial	2	ABNT-1020	9,10 x 50 - FI. 05
4	Roll. rígido de bolas	4	ABNT-1020	9,10 x 50 - FI. 05
3	Supporte da polia	2	ABNT-1020	9,10 x 50 - FI. 05
2	Cabo de aço	2,5 mts	ABNT-1020	9,10 x 50 - FI. 05
1	Polia	2	ABNT-1045	9,10 x 50 - FI. 05

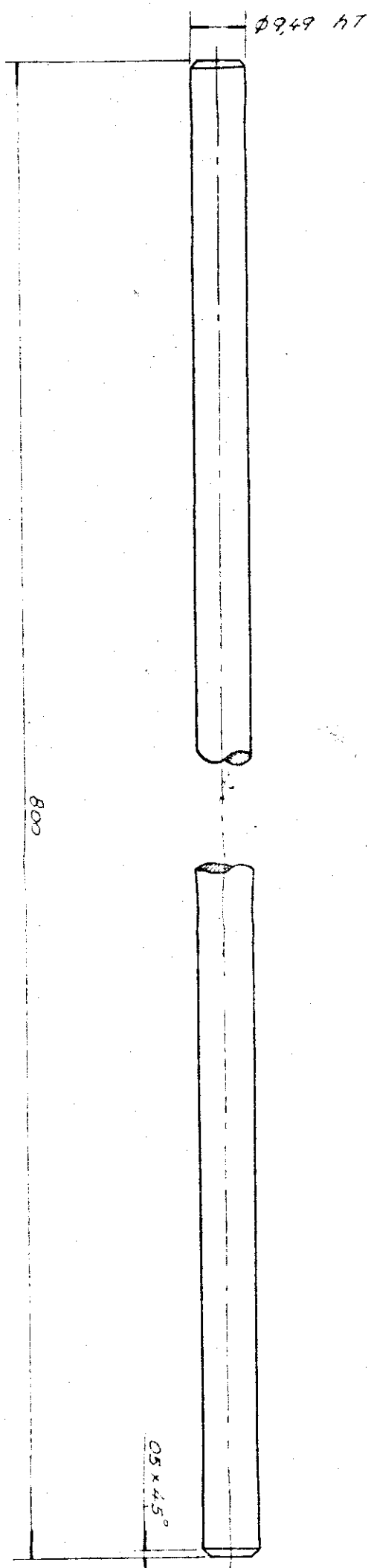




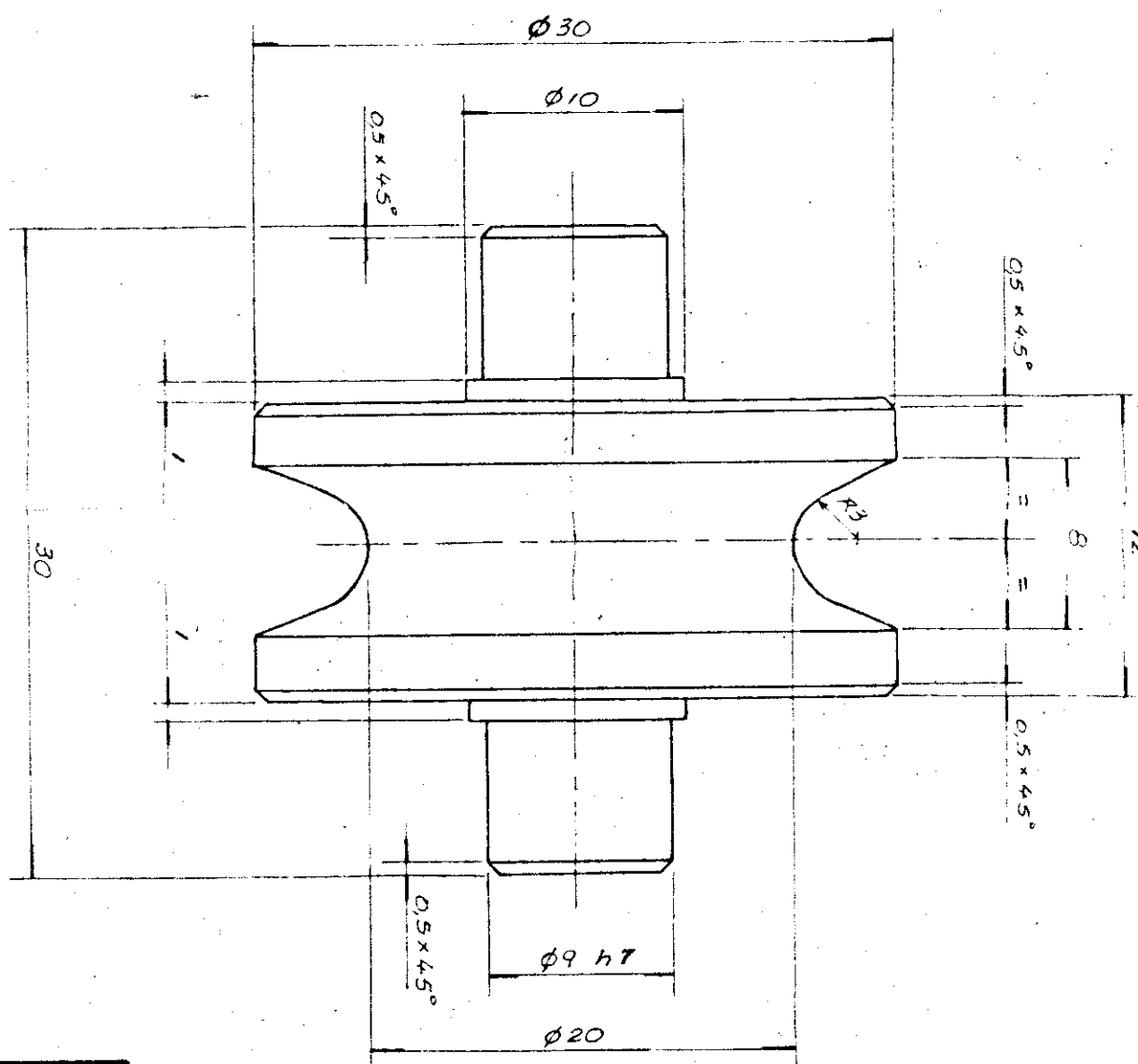
DATA		NOME		RESPONSÁVEL	PROJETO	TELEBRÁS / UNICAMP
07/06/74		WERNER				
RES						
CDP	07/06/74	70		thomas		
VISTO						
ESCALA						
FOLHA DE DETALHES						
INDICADA		FOLHA Nº		REF. FIB. 4.5		
2		02				
10						



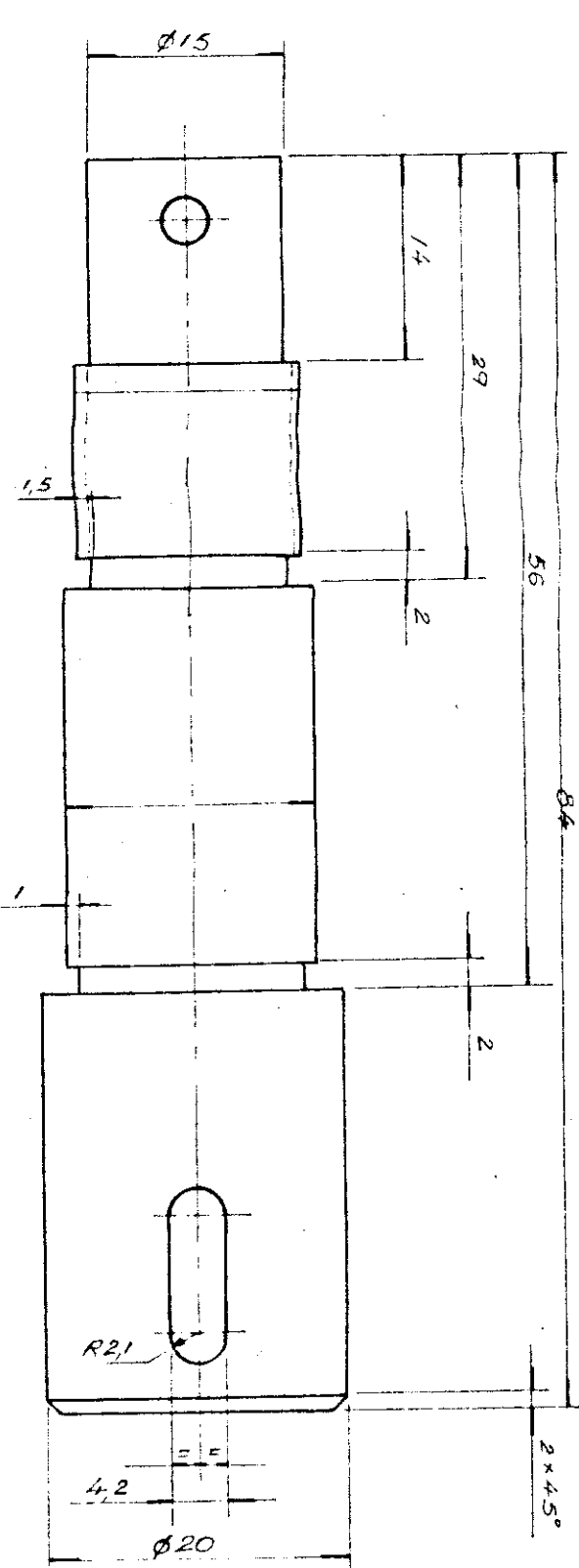




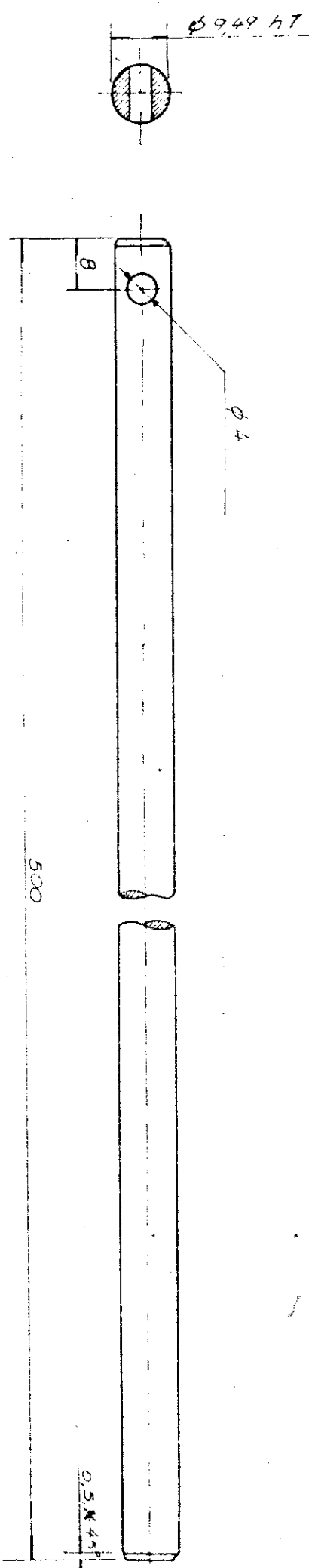
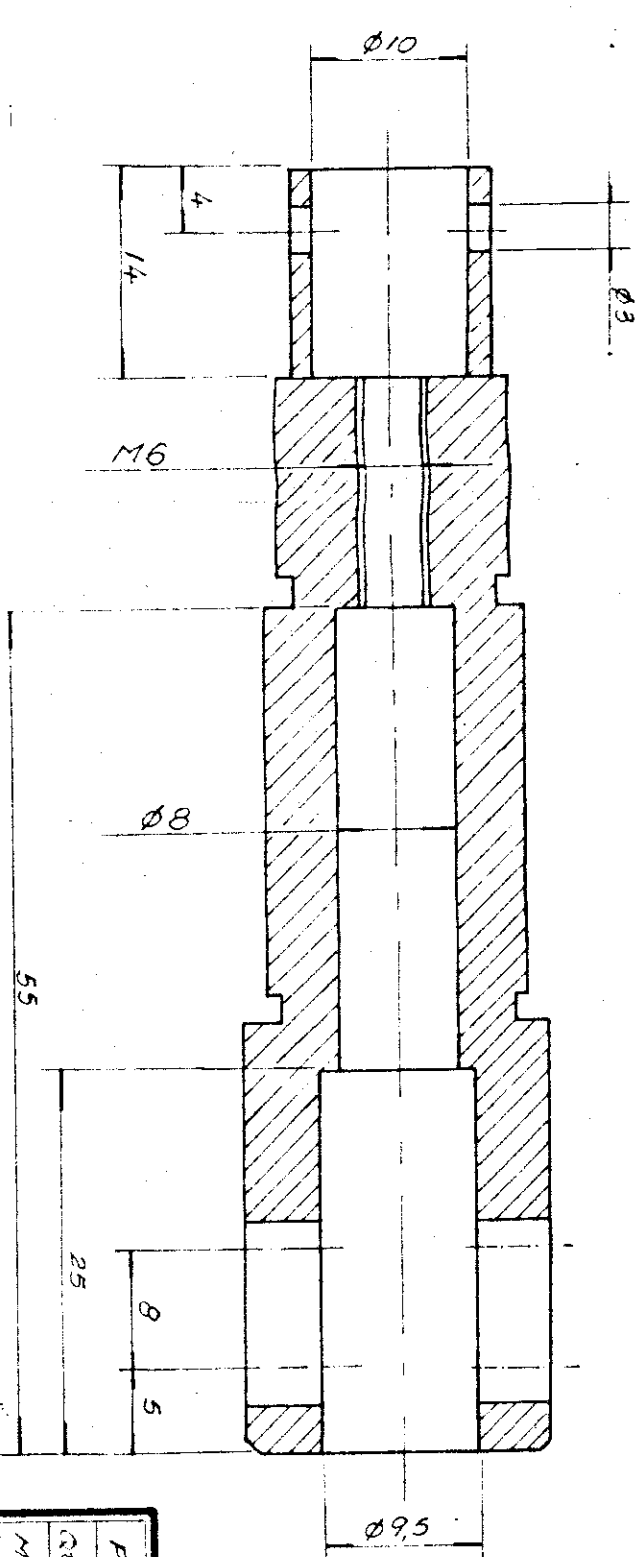
Peça nº 23  
Qt - 01 Esc 1:1  
Mat. AISI 440-C



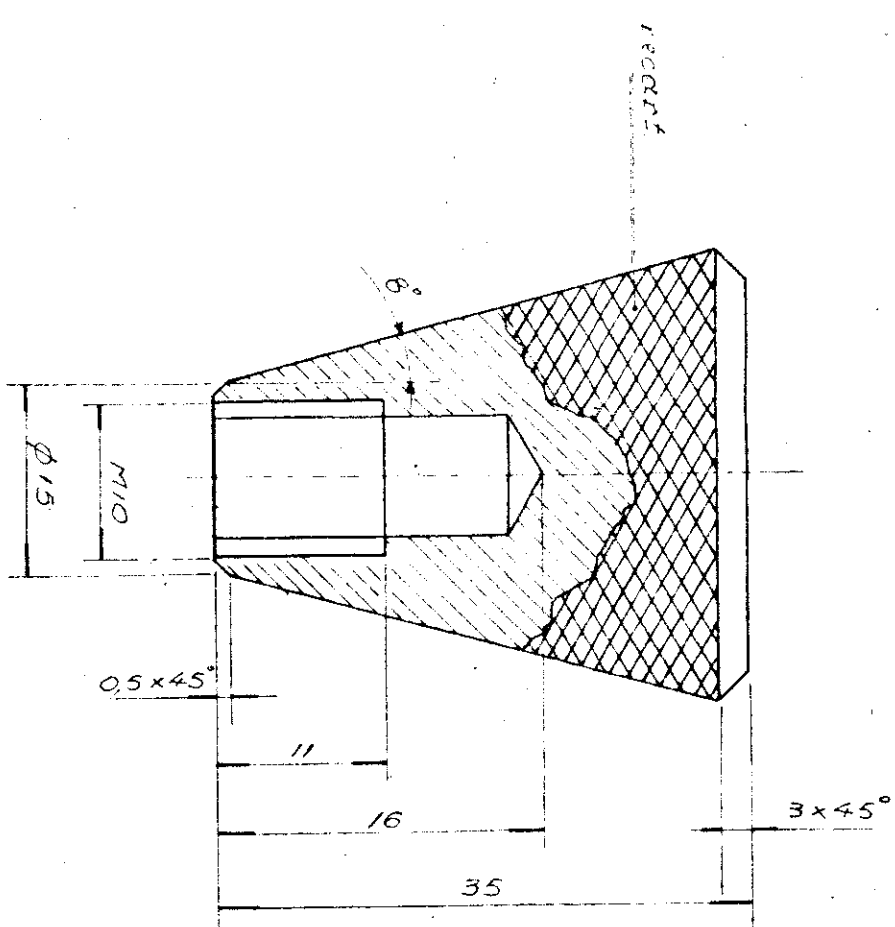
Peça nº 01  
Qt - 02 Esc 1:3  
Mat. ABNT 1045



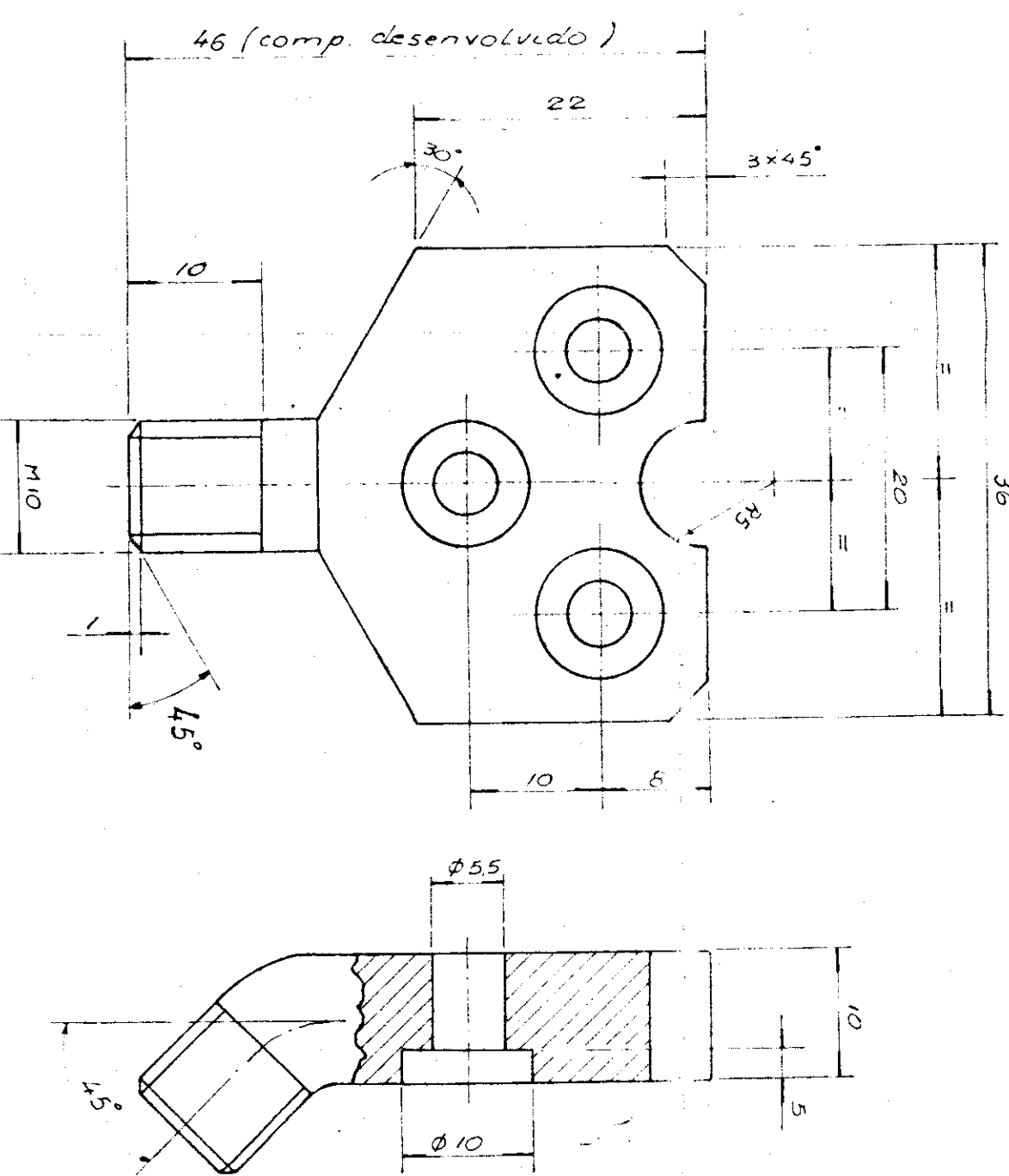
Peça nº 38  
Qt - 01 Esc 2:1  
Mat. Bronze



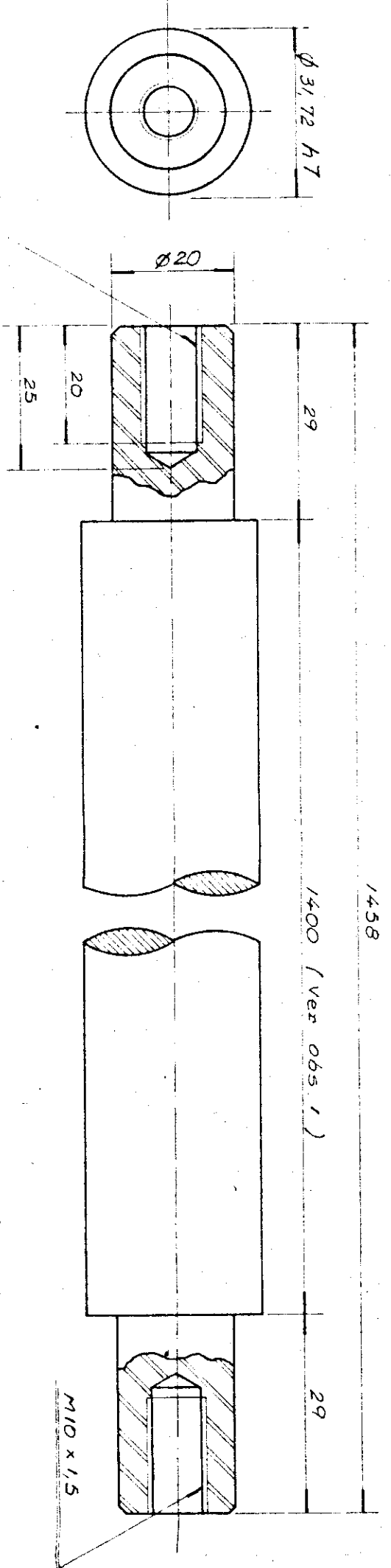
Peça nº 71  
Qt - 01 Esc 1:1  
Mat. AISI 440-C



Peça nº 53  
Qt - 01 Esc 2:1  
Mat. Alumínio

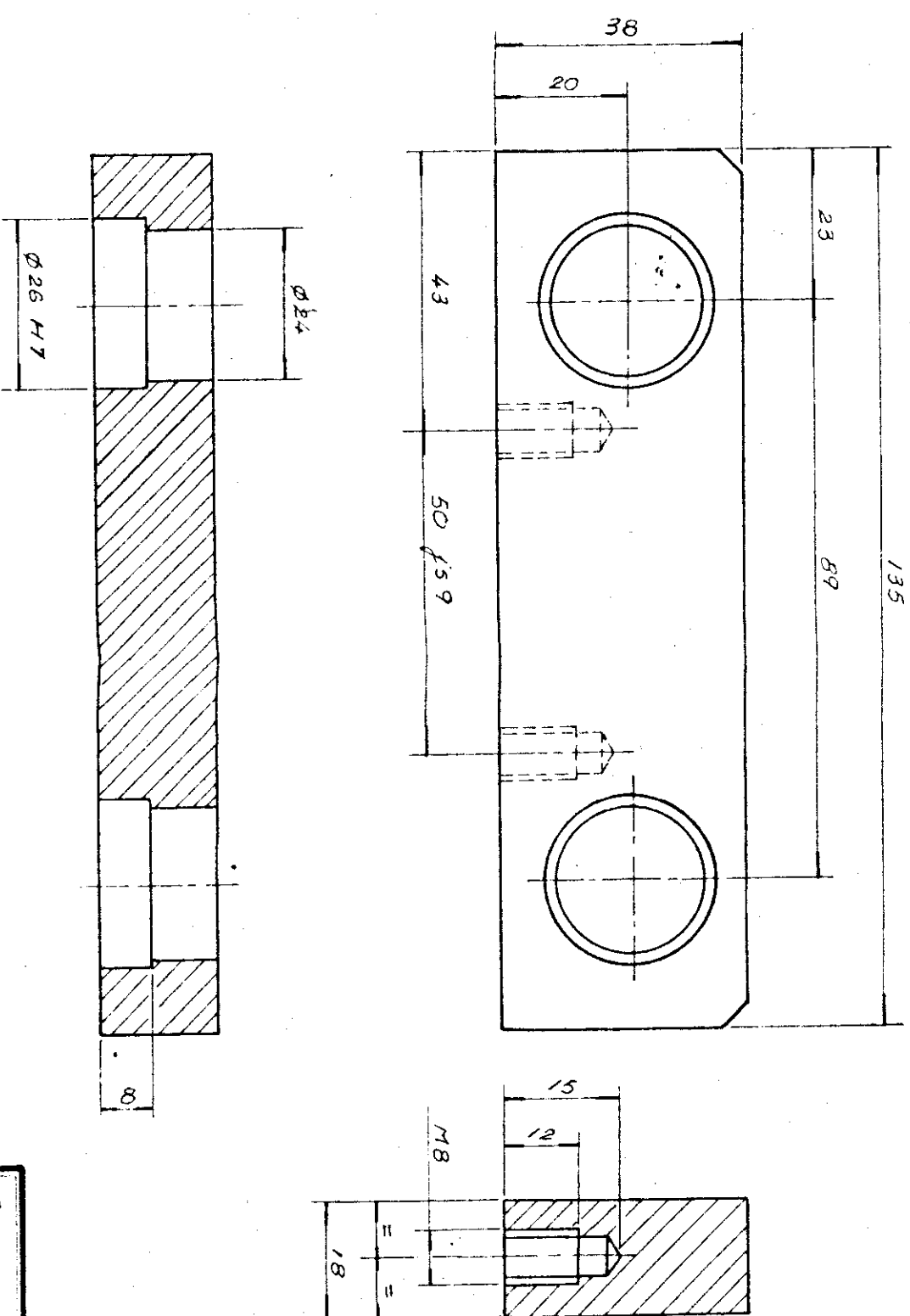


Peça nº 54  
Qt - 01 Esc 2:1  
Mat. ABNT 1020

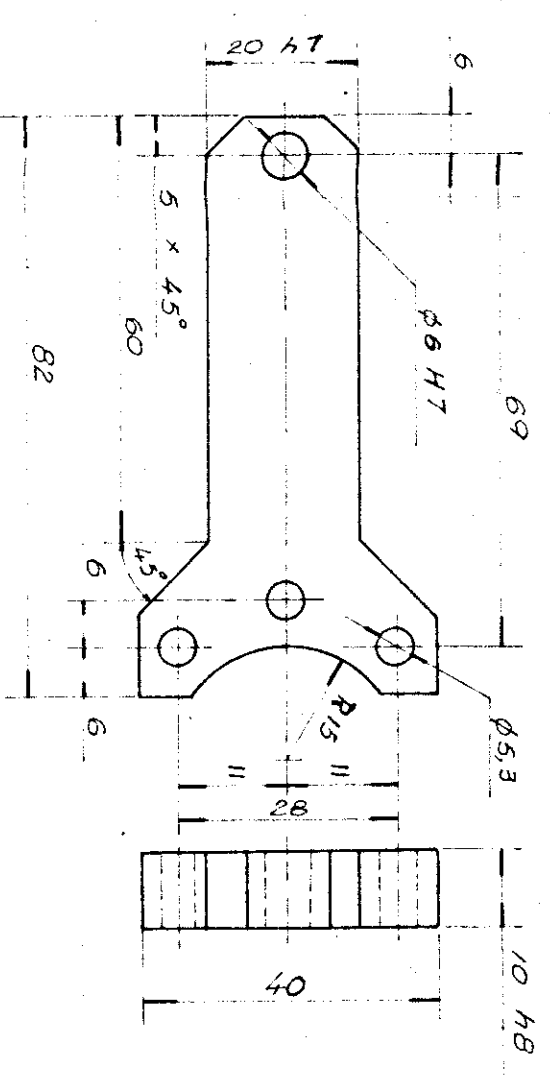


Obs 1: Os dois eixos devem ter a dimensão 1400 dentro de 200 mm.

Peça nº 06  
Qt - 02 Esc 1:1  
Mat. AISI 440-C



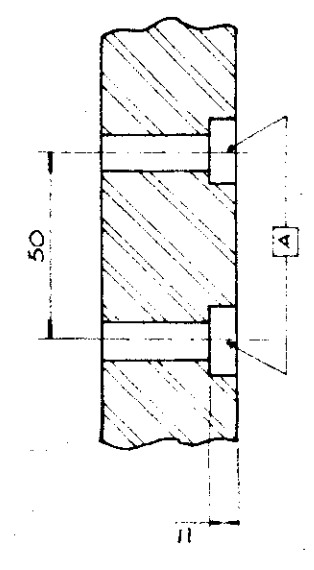
Peça nº 03  
Qt - 02 Esc 1:1  
Mat. ABNT 1020



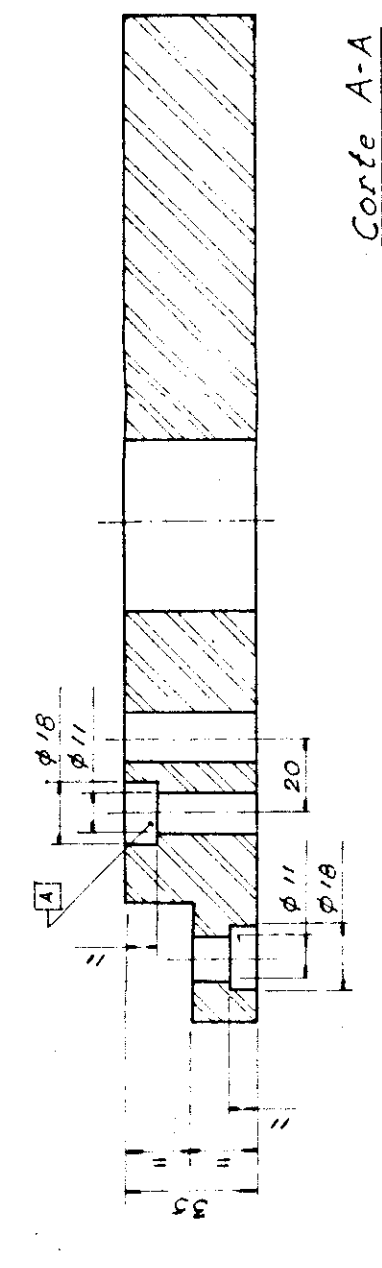
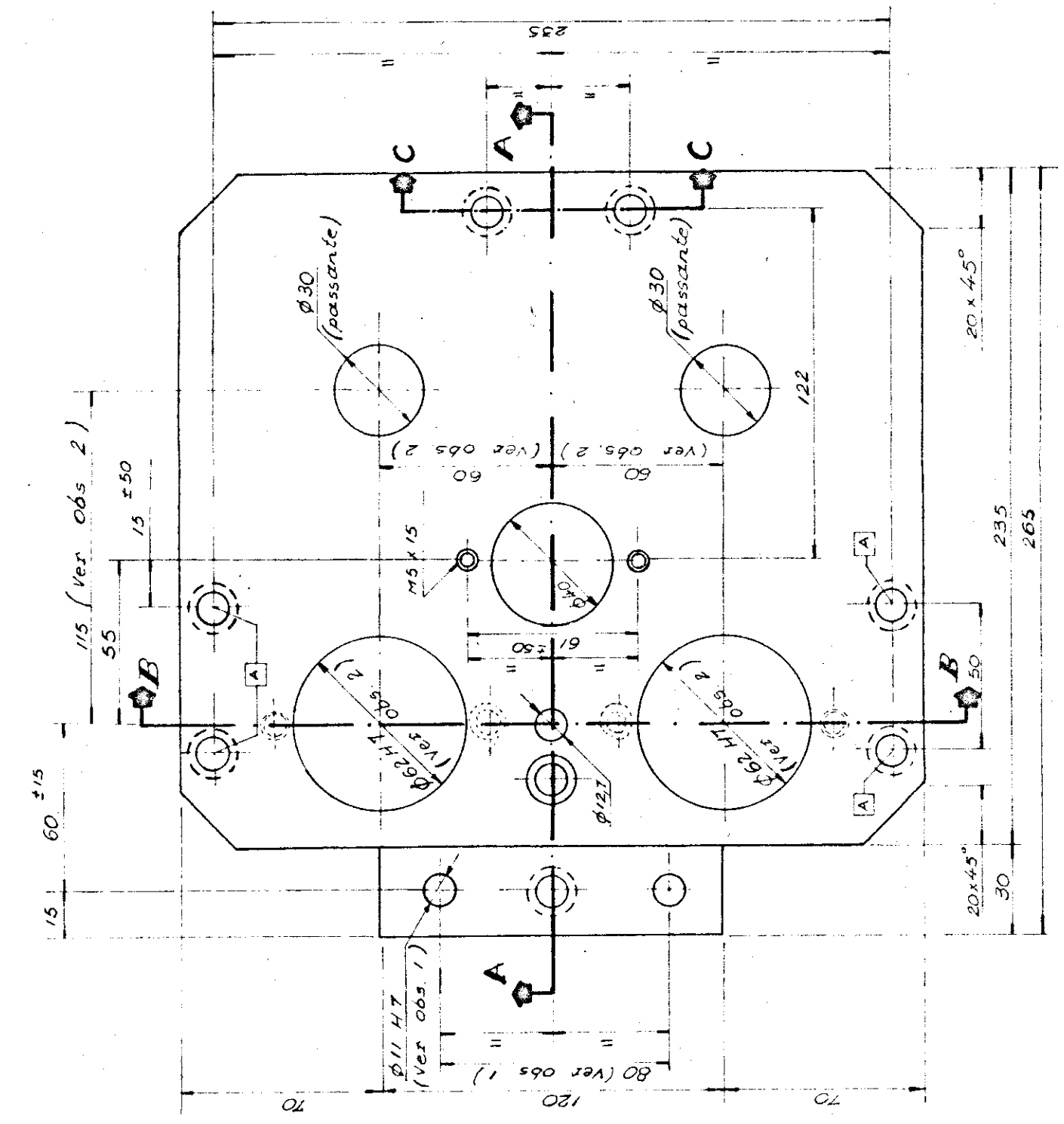
Peça nº 58  
Qt - 01 Esc 1:1  
Mat. ABNT 4340

FOLHA DE DETALHES				PROJETO TELEBRAS/UNICAMP	
DATA	NOME	RESPONSÁVEL	ESCALA	FOLHA Nº	REF
14/08/78	J. J. J.	J. J. J.	1:1	03	FIG. 4.6
VERO	14/08/78	J. J. J.	1:1		
INDICADA					

Corte B-B

Corte C-C

Cos. 1 : Fazer os furos  $\phi 11,47$  nas peças n.º 17 e n.º 61 simultaneamente.

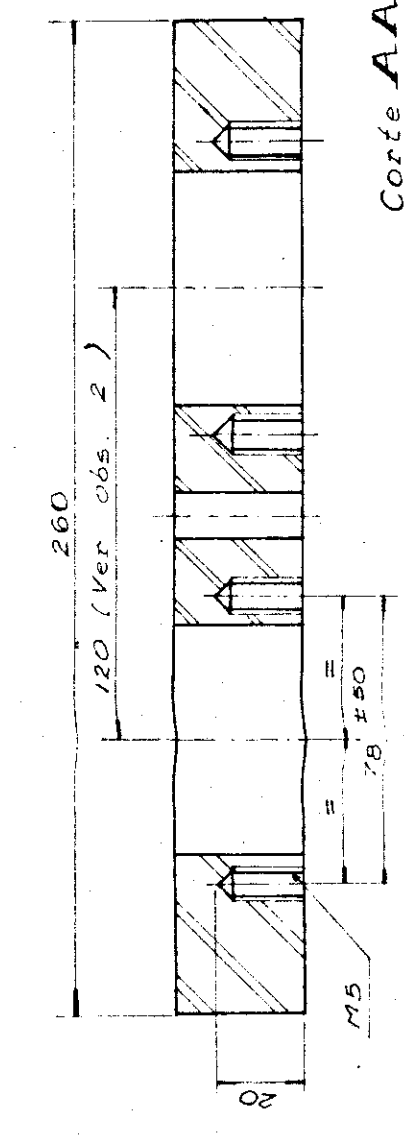
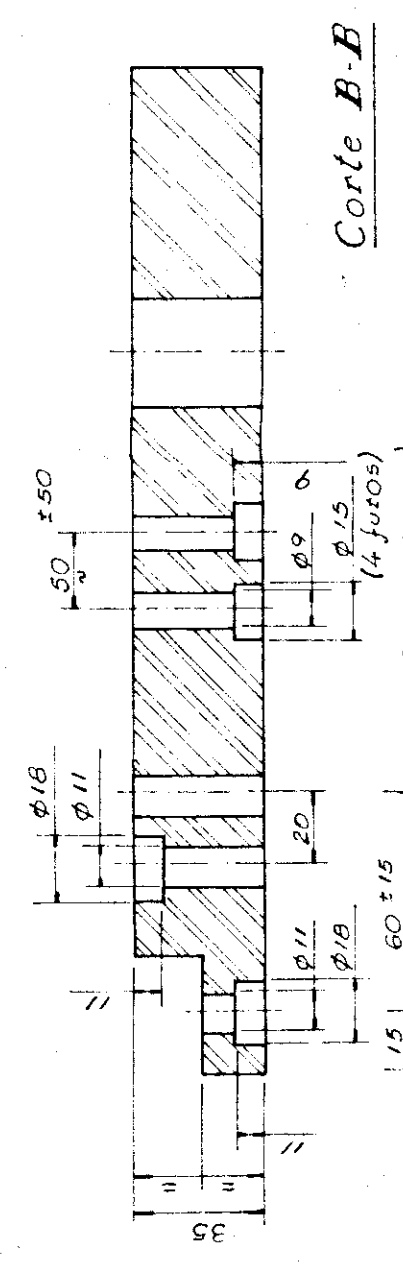
Corte A-A

Tel. em um

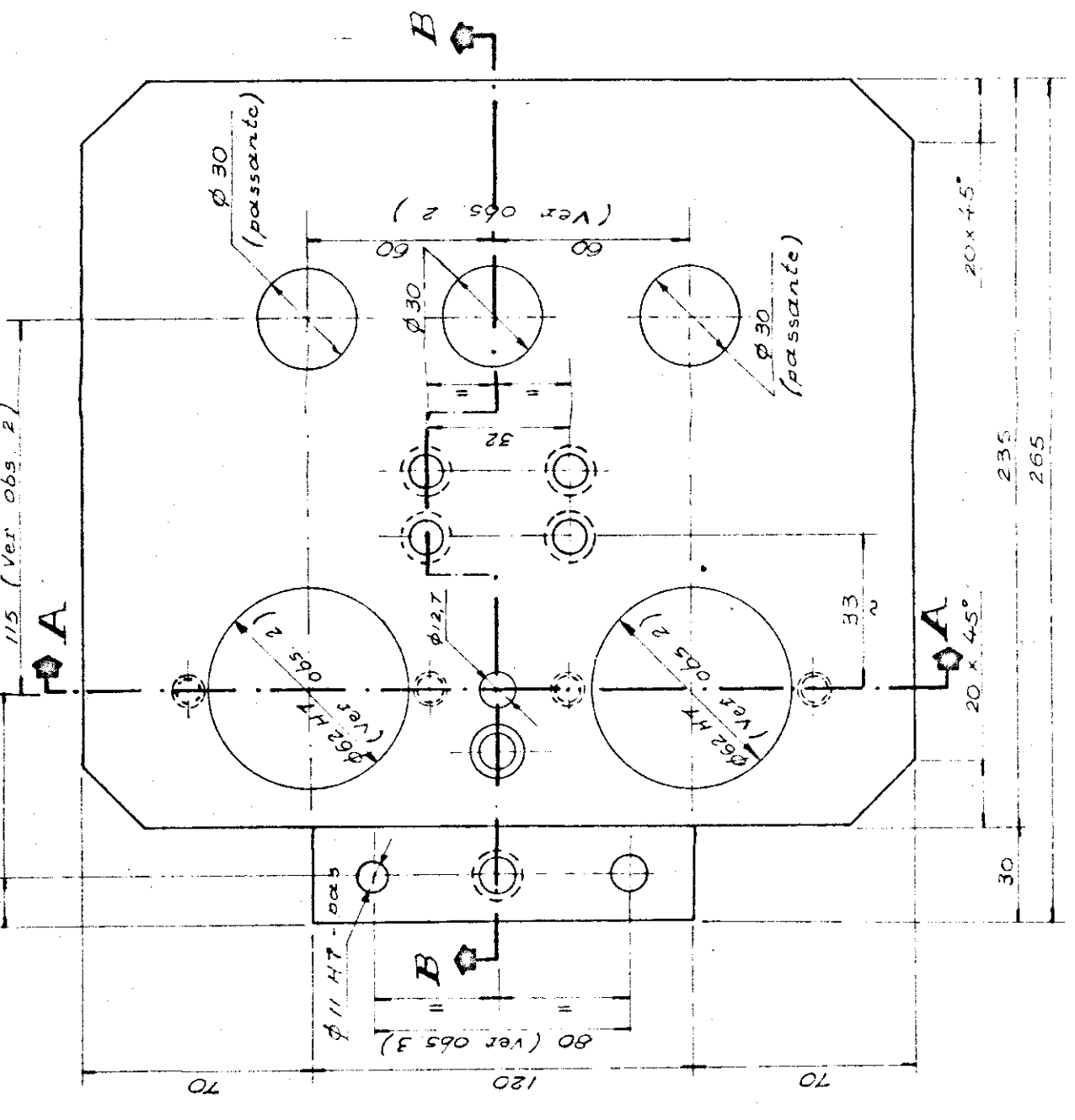
Peda n° 17

Q\* - OI Esc. 1:2

Mat. - ABNT 1020

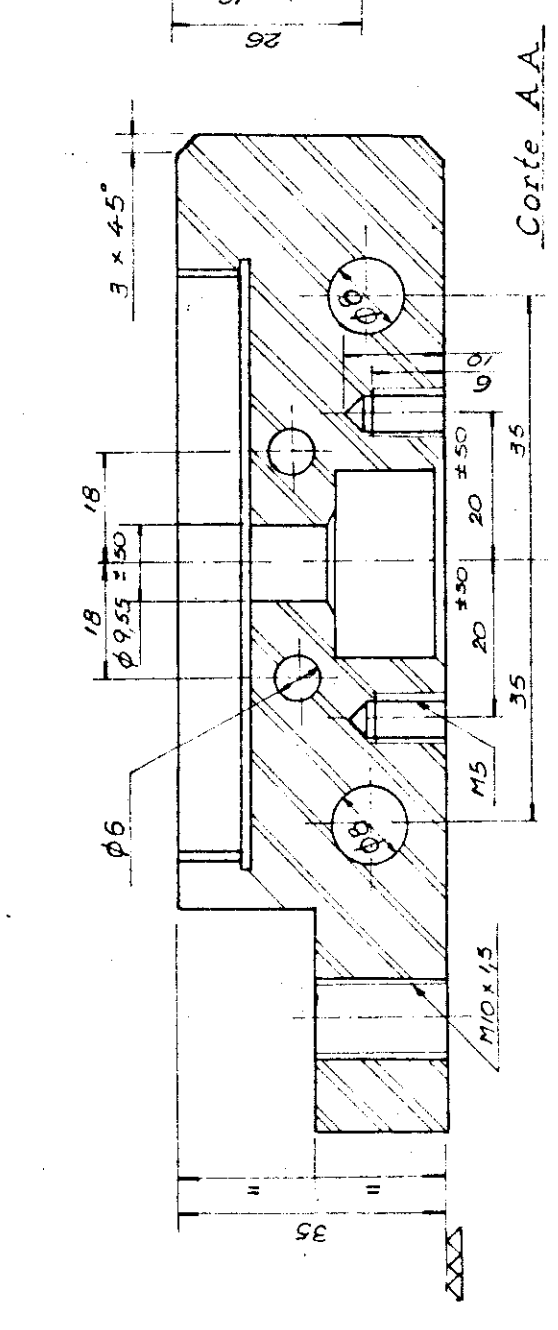
Corte AA

Corte B-B

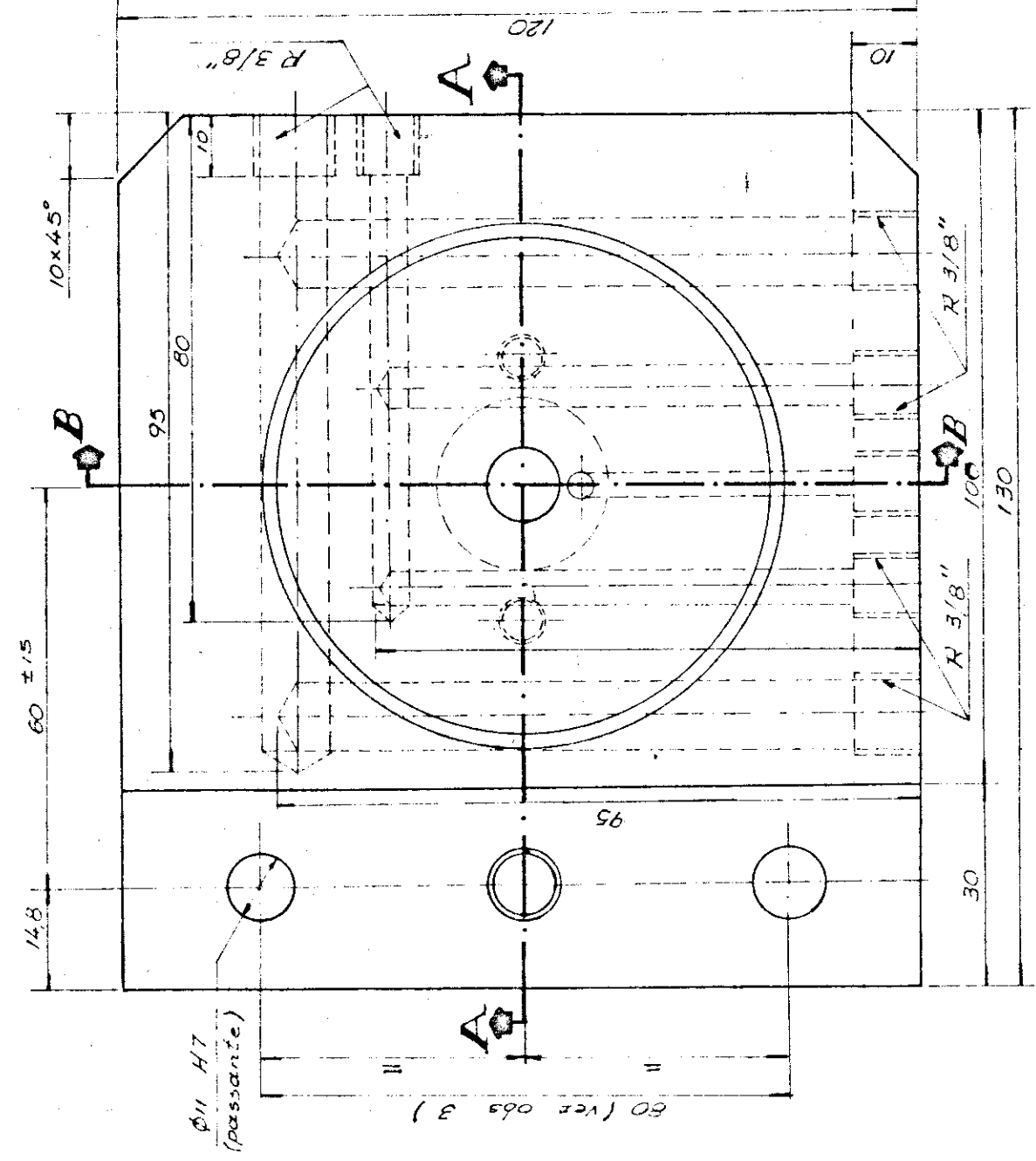


Obs 3: Executar os furos Ø11 H7 nas peças nº 34 e nº 8 simultaneamente.

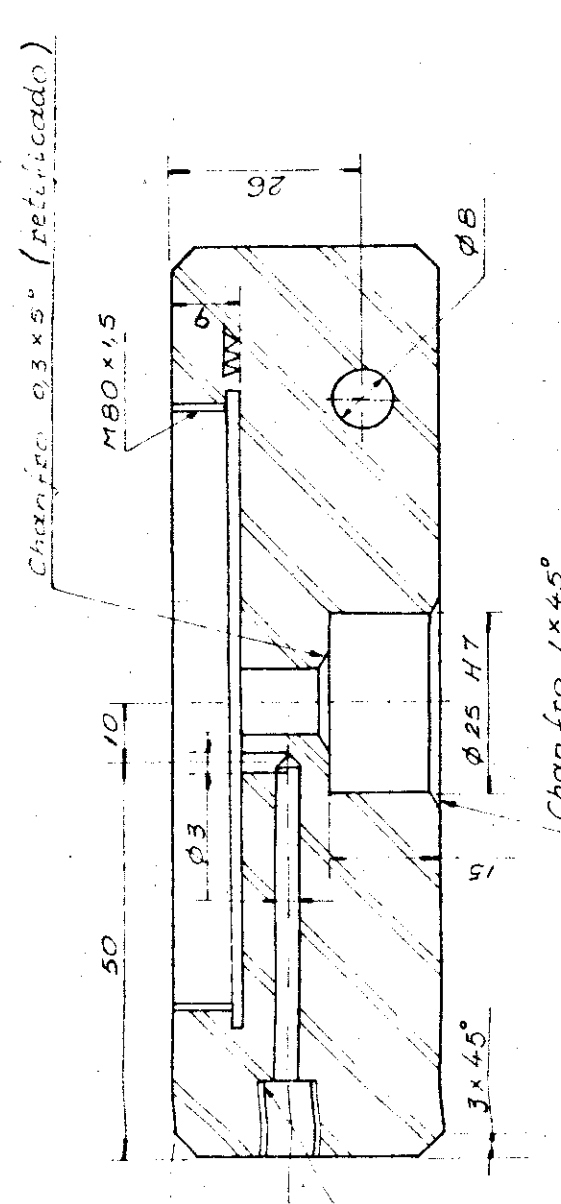
Obs.2: Executar os furos Ø62 H7 e Ø 30 H7 nas peças nº 17 e nº 8 simultaneamente.



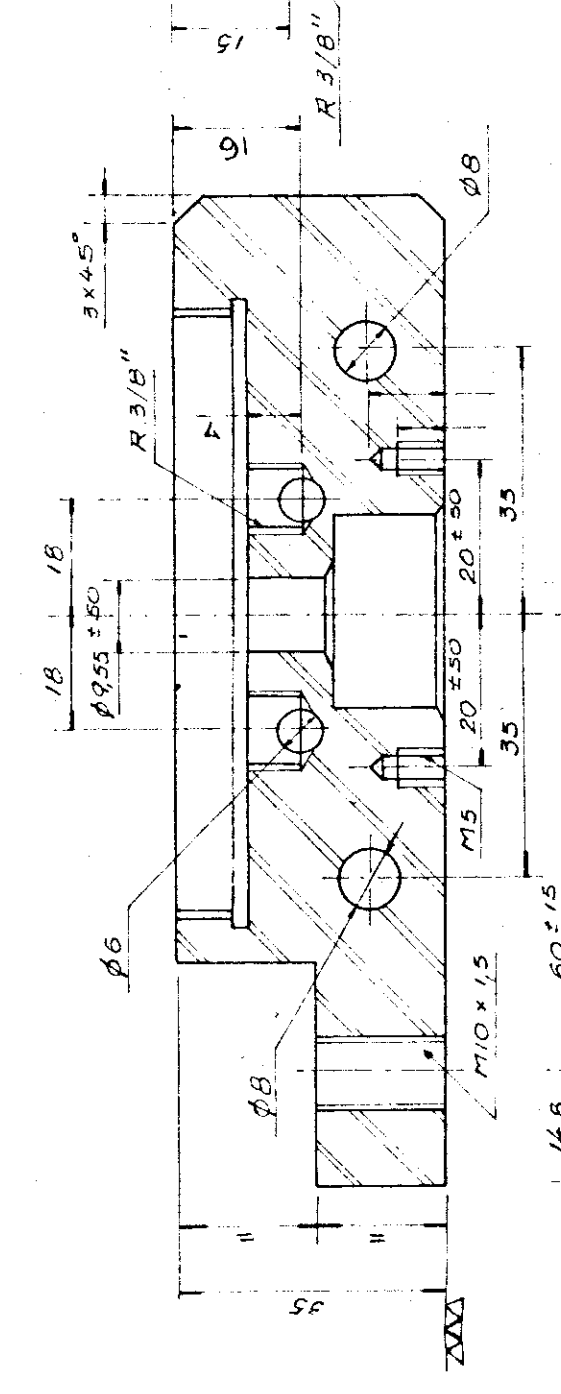
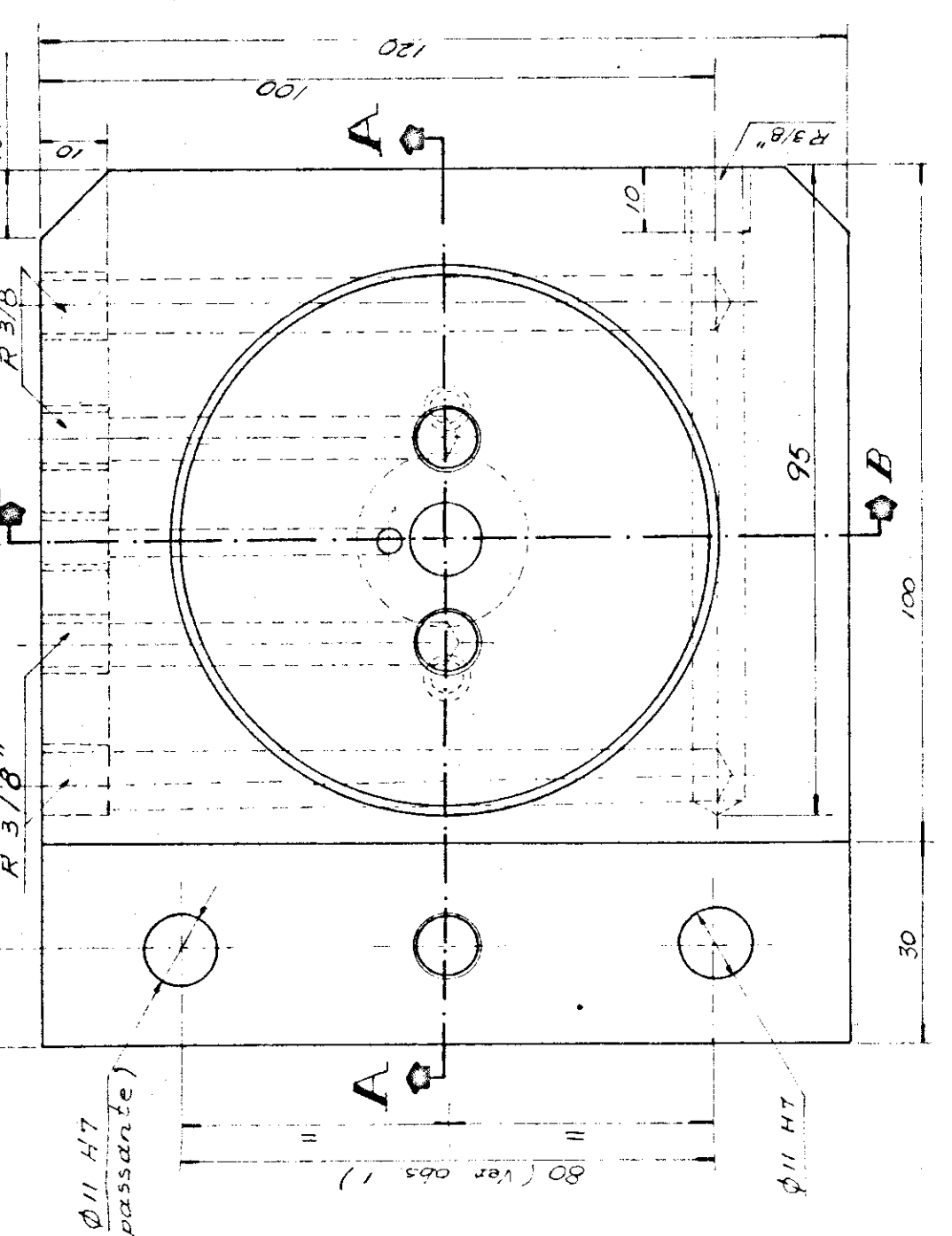
Corte AA



Tol. em mm	
Peda. nº 34	
Qt. - 01	Esc. 1:
Mat. - ABNT 1020	

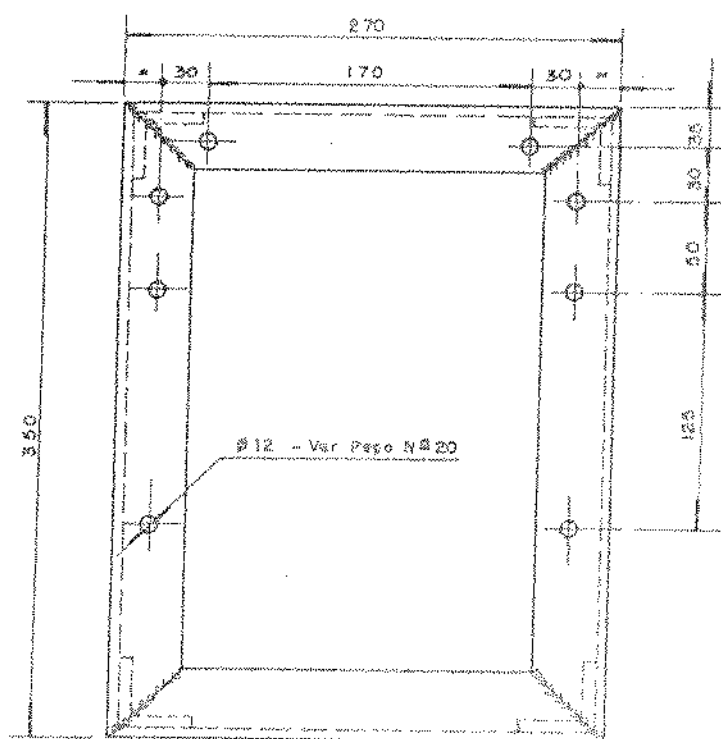
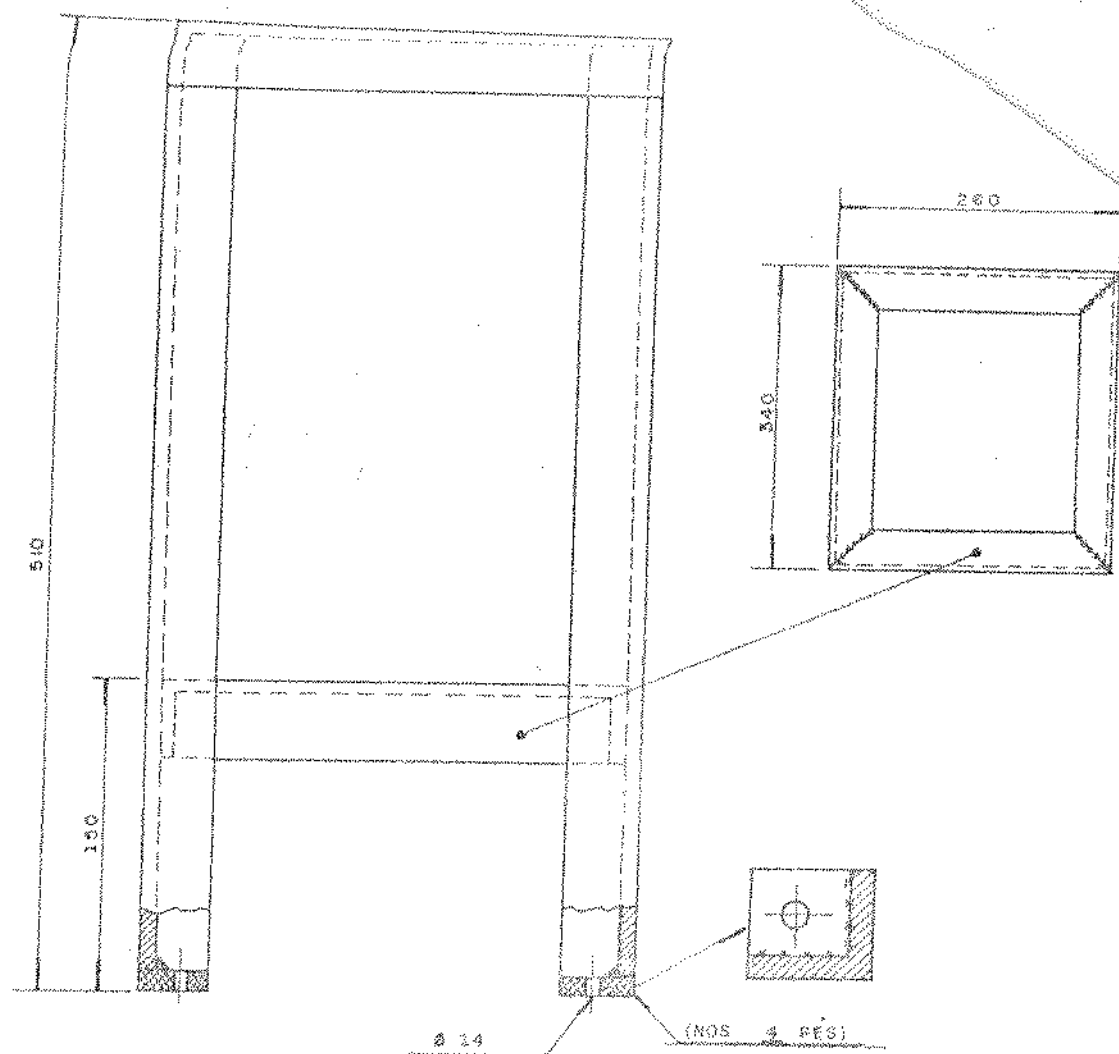


Changfeng 1x45°

 $10 \times 45^\circ$ 

Obs 1 : Executar os furos Ø11,47 nas peças n.º 6 e n.º 17 simultaneamente.

Tol. em mm		Folha n.º 61		Qt. - 01, Esc. 1:1		Mat. - AGN1020	
PROJETO		RESPONSÁVEL		NOME		DATA	
TELEBRÁS/UNICAMP		L. J. <i>carvalho</i>		Hermano		2/08/78	
MGE				L. J.		2/08/78	
						ESCALA	
						INDICADA	
						FOLHA DE DETALHES	
						FOLHA Nº	
						04	
						REF	
						Fig. 4.7	



ESTRUTURA DE  
CANTONEIRA (2" x 2" x 1/4")  
SOLDAÇA  
(ABNT 1020)

Fig. 4.9. Base para colocação do sistema de movimentação apresentado na figura 4.4.

## CAPÍTULO 5

### OTIMIZAÇÃO, CALIBRAÇÃO E OPERAÇÃO DO EQUIPAMENTO

#### 5.1. INTRODUÇÃO

Uma vez feita a montagem dos três sistemas, se fez testes individuais com os mesmos, sendo que nestes testes não foram detectados problemas sérios. Após isso foi feita a integração do sistema de aquecimento com o sistema de controle. Uma vez montados os três sistemas (formando o equipamento), se passou para a fase de testes.

Na fase de testes se procurou detectar todos os problemas que afetariam a funcionabilidade do sistema global e também o processo de purificação. Foram feitos vários testes onde se detectou alguns problemas.

Os problemas mais graves detectados, de caráter funcional, foram; vedação insuficiente e vibração acima do normal da câmara de trabalho e também desalinhamento dos eixos suportes da barra de silício (peças n.ºs 23 e 71 - figuras 4.4). Além desses houve um problema grave - independente do sistema - que foi o excesso de impurezas presentes no argônio utilizado na câmara de trabalho. No próximo item haverá a preocupação de solucionar esses problemas.

Os problemas menos graves foram solucionados, sendo que o projeto apresentado nas figuras 4.4 a 4.8, já leva as otimizações feitas durante a fase de testes.

#### 5.2. OTIMIZAÇÃO E CALIBRAÇÃO DO EQUIPAMENTO

A fase de otimização foi criteriosa na fase de projeto (18), utilizando para isso os aspectos abordados nos itens 2.3.2 e 2.3.3. Na fase de testes, a otimização se resumiu a solucionar os problemas apresentados (ver item 5.1).

Com relação aos problemas apresentados, se fez o seguinte:

- a. Vedação insuficiente da câmara de trabalho -
  - Para solucioná-lo foi necessário fazer uma revisão completa de todos os alojamentos dos anéis O-ring\*, retifi

\* Ver apêndice IV

cando-os novamente quando necessário;

- b. Vibrações na câmara de trabalho - Essas vibrações eram oriundas dos dois motoredutores responsáveis pelas rotações dos eixos suportes da barra de silício. Para solucionar esse problema seria necessário, a rigor, substituir os motoredutores por outros que não transmitissem vibrações, mas isso não foi possível pois há uma dificuldade grande para se encontrar outros motores (de outros fornecedores) no mercado nacional. A solução usada foi a utilização de eixos flexíveis entre os motoredutores e os eixos suportes, isolando-os mecanicamente da estrutura;
- c. Desalinhamento dos eixos suportes - Para solucionar definitivamente esse problema, seria necessário aumentar o diâmetro dos eixos, de 9,5 mm para no mínimo 15 mm. Para isso seria necessário mexer em várias peças, o que foi evitado. A solução usada foi utilizar eixos com o mesmo diâmetro (9,5 mm) com tratamento térmico adequado (para evitar distorções) e com retilidade dentro de 100 µm por metro.

Convém lembrar que o sistema apresentado nas figuras 4.4 a 4.8 passou pela otimização durante a fase de testes.

Com relação às impurezas presentes no argônio, utilizado na câmara de trabalho, Mallett (28) propôs em 1950 um sistema para eliminação das mesmas, mas este não foi eficiente no nosso caso. Foi necessário, então, montar um sistema mais eficiente, sendo este composto por uma coluna de liquefação de impurezas (à base de nitrogênio líquido) e por uma coluna de absorção de oxigênio, etc (à base de cavaco de titânio aquecido a 900-1000 °C), que pode ser visualizado no esquema da figura 5.1. Com isso se resolveu o problema grave de contaminação do silício pela atmosfera.

Após algumas horas de familiarização com o equipamento em funcionamento - já otimizado - foi feita uma experiência com o objetivo básico de calibrar o equipamento, verificando também a eficiência no que se refere ao processo de purificação. Com relação à experiência, pode-se dizer o seguinte:

a. Dados:

a.1. Barra de silício utilizada:

- .Diâmetro ————— 6 mm;
- .Comprimento ————— 150 mm;
- .Resistividade inicial -  $\approx 200 \Omega \cdot \text{cm}$  (medida pela técnica das quatro pontas - ASTM F43-74).

a.2. Parâmetros utilizados na experiência:

- .Rotação da parte inferior da barra de Si - 7 rpm;
- .Rotação da parte superior da barra de Si - zero;
- .Velocidade de translação da zona fundida - 55 mm/h;
- .Comprimento da zona fundida - 6 mm;
- .Atmosfera da câmara ————— vácuo -  $10^{-2}$  torr;
- .Número de passadas ————— uma ;
- .Configuração da espira e concentrador de campo - ver figura 5.2;

b. A experiência foi feita de acordo com os principais passos apresentados no procedimento do item 5.3;

c. A análise da barra de silício - antes e após o processo de purificação - foi feita pela resistividade. A técnica utilizada para a medida da resistividade foi a de quatro pontas, sendo baseada na ASTM F43-74 (Standart Methods of Test for RESISTIVITY OF SEMICONDUCTOR MATERIALS). Como a barra de silício era policristalina, foram feitas várias medições em cada posição, pois a segregação de impurezas localizadas nos contornos de grãos, podem resultar em grandes variações na resistividade;

d. Apesar da técnica de quatro pontas não ser recomendada para materiais policristalinos, o resultado obtido - que está colocado na figura 5.3 - permite uma avaliação aproximada do processo. Pela figura 5.3 se observa que houve um aumento significativo na resistividade. Como a resistividade está relacionada com a densidade de impurezas (ver figura 5.4) pode-se dizer que houve uma rejeição significativa de impurezas, o que está de acordo com os fundamentos teóricos de fusão zonal;

e. Como a potência de saída da fonte, durante o processo de purificação, foi da ordem de 3,0 kW (considerando um rendimento de 75% da válvula até a espira) e a potência teórica estimada nesse caso é 0,1 kW (baseado no estudo teó

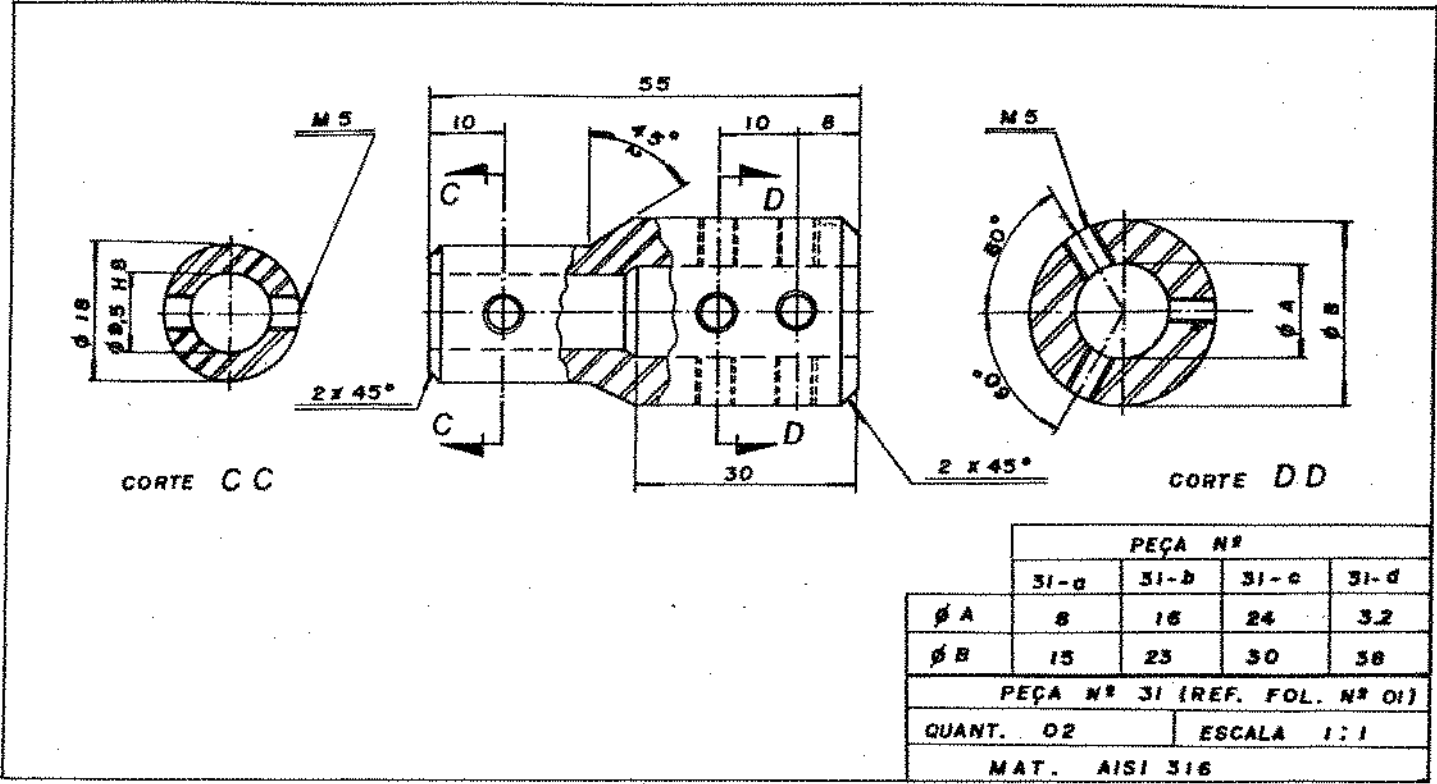


Fig. 4.10. Suporte da barra de silício.

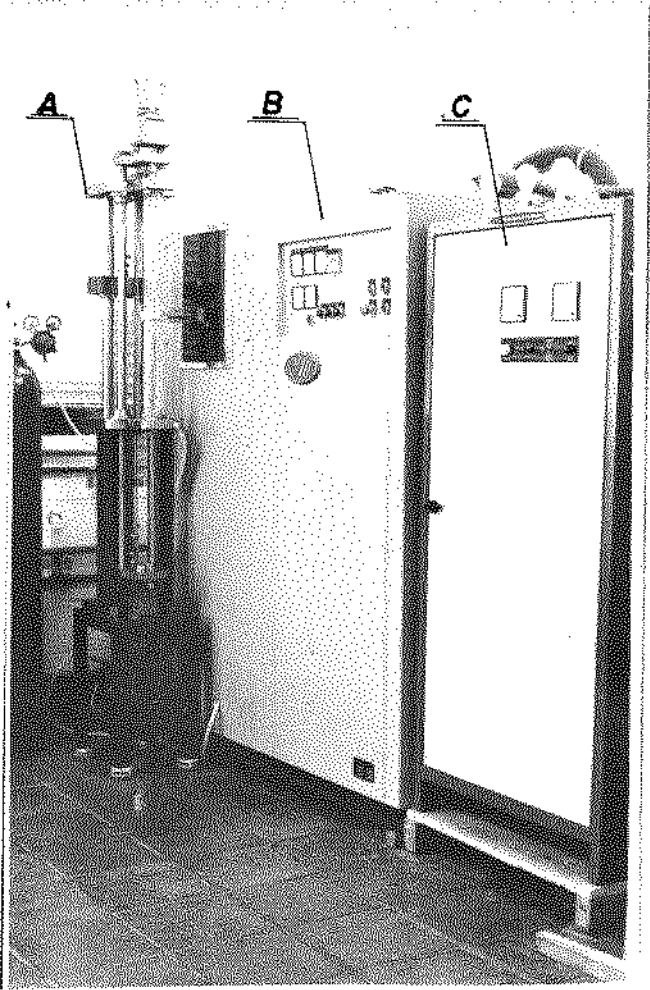


Fig. 4.11. Fotografia do equipamento mostrando o sistema de trabalho (A), a fonte de RF (B) e o varia dor de potência da fonte de RF (C).



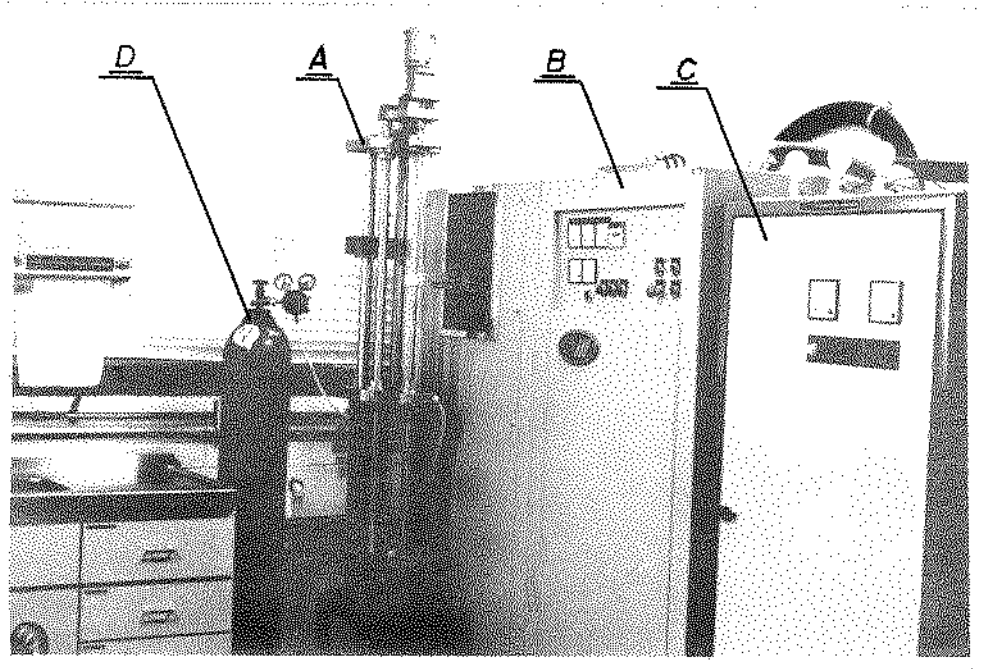


Fig. 4.12. Fotografia parcial do equipamento mostrando o sistema de trabalho (A), a fonte de RF (B), o variador de potência da fonte de RF (C) e o cilindro de argônio (D).

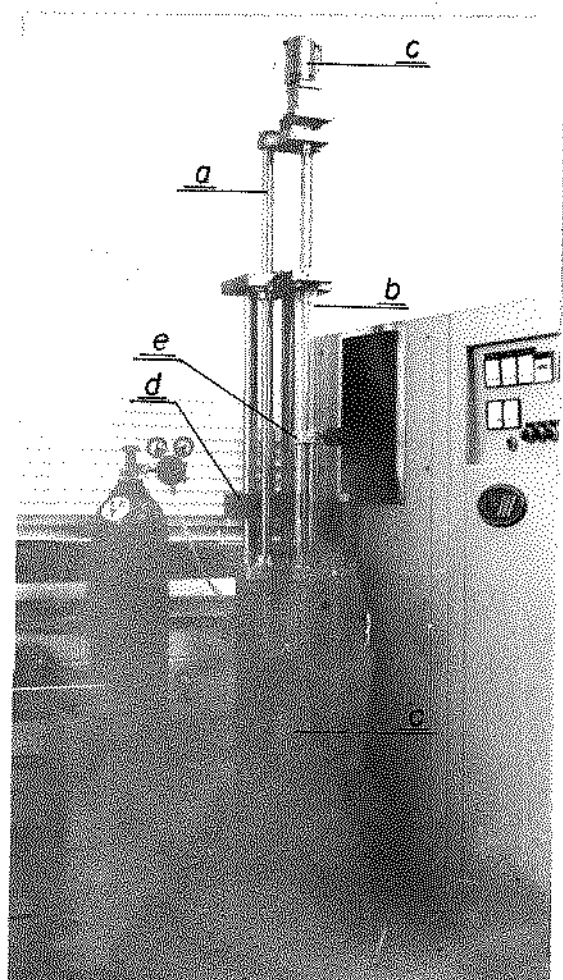


Fig. 4.13. Fotografia do sistema de trabalho mostrando o carro móvel (a), o tubo de quartzo (b), os motoredutores de rotação da barra de silício (c), o contra peso do carro móvel (d) e a espira de indução RF (e).



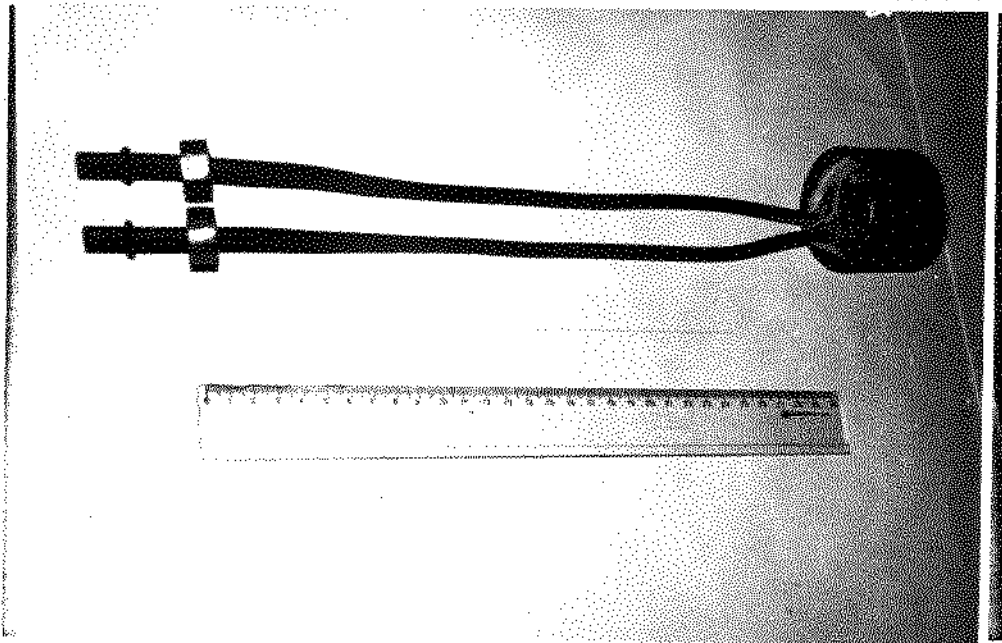
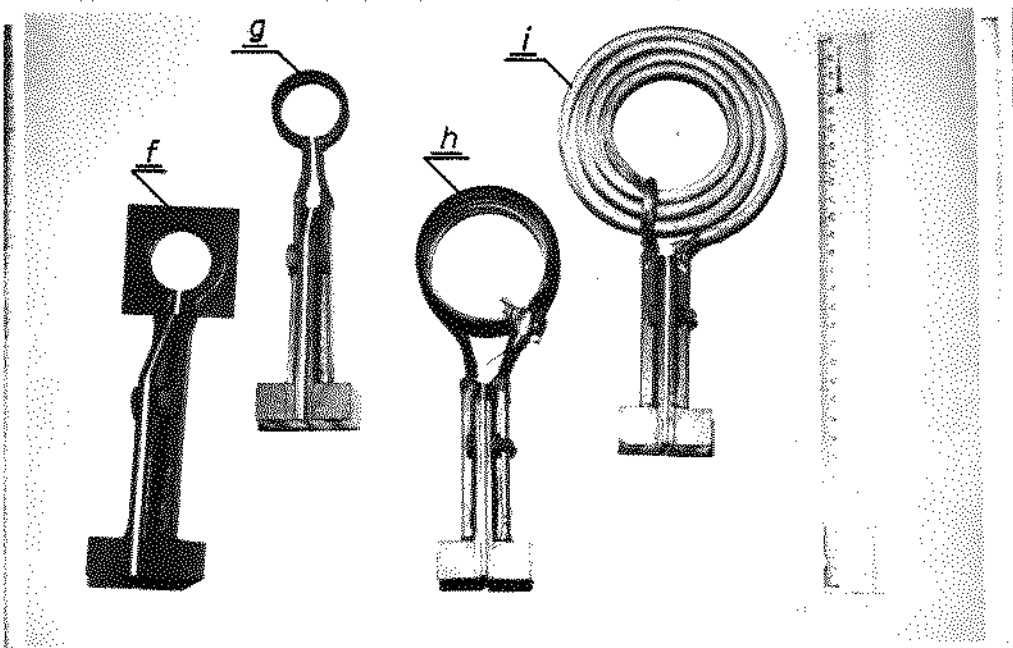


Fig. 4.14. Fotografia do concentrador de campo RF



F. 4.15. Fotografia de vários tipos de espiras, para tubo de quartzo de diâmetro externo 25 mm (f,g) e para tubo de quartzo de diâmetro externo 60 mm (h,i).

rico do item 3.2.1), o rendimento na transferência de potência da espira para a zona fundida foi baixo, da ordem de 3%. Isto está de acordo com o que foi exposto no item 4.2.1.

### 5.3. TÉCNICA DE OPERAÇÃO DO EQUIPAMENTO

A técnica de operação do equipamento está dividida em duas partes; uma parte referente à preparação (limpeza) do silício a ser purificado e dos componentes localizados no interior da câmara de trabalho e a outra parte referente ao procedimento do trabalho de purificação com o equipamento.

#### 5.3.1. Preparação do silício e da câmara de trabalho

O silício a ser purificado por fusão zonal vertical, deve ter passado por um processo de purificação química, para eliminar algumas impurezas, principalmente o boro e o fósforo. Pelas figuras do apêndice II, notamos que a boro - por ter o coeficiente de distribuição próximo de 1, ver tabela 2.1 - é difícil de ser eliminado na fusão zonal vertical, tornando o processo economicamente inviável. Portanto, o silício a ser purificado por fusão zonal vertical, deve possuir uma pureza superior a 99,5% e apresentar uma concentração mínima de boro, pois caso contrário o processo se torna ineficiente.

A preparação da barra de silício (21) deve ser a seguinte:

- a. Selecionar os seguintes reagentes, de alta pureza (de grau eletrônico):
  - a.1 Água destilada com resistividade maior do que 2 MΩ.cm a 25 °C, medida de acordo com o método ASTM D1125;
  - a.2 Ácido fluorídrico (HF) - (49 ± 0,25)%;
  - a.3 Ácido nítrico (HNO<sub>3</sub>) - (70 ± 1)%.
- b. A barra de silício (e também a semente para crescimento monocristalino) deve:
  - b.1 Ser atacada em uma mistura de 4 partes em volume de HNO<sub>3</sub> (ver item a) e uma parte em volume de HF (ver item a) à temperatura de 25 °C e por um tempo mínimo de 30 segundos;
  - b.2 Ser lavada - após o ataque - com água destilada (ver item a) até a resistividade da água de lavagem atingir

gír 2 MM . cm;

b.3 Ser secada - após a lavagem - com auxílio de uma lâmpada infravermelha, deixando a temperatura do silício por volta de 200 °C, por um tempo de 15 minutos;

b.4 Ser manuseada - após a preparação - somente com o auxílio de luvas devidamente esterilizadas (limpas).

A câmara de trabalho também deve ser preparada para evitar a contaminação da barra de silício. Todos os componentes localizados no seu interior devem receber um tratamento de limpeza. Esses componentes são; o tubo de quartzo, o concentrador de campo, os suportes da barra e as flanges. O tratamento a ser dado em cada um deles pode variar, mas tomando cuidado com os materiais que não podem ser tratados com ácidos, sendo que para estes pode-se utilizar álcool de alta pureza. Uma vez limpos, esses componentes devem também ser manuseados com luvas devidamente esterilizadas.

#### 5.3.2. Procedimento para o funcionamento do equipamento

Uma vez preparados os componentes da câmara de trabalho e a barra de silício, deve-se colocar a barra na câmara e iniciar o processo.

a. Para se colocar a barra na câmara (ver limitações no item 4.4) deve-se fazer o seguinte:

a.1 Desacoplar o carro móvel do fuso, com o auxílio da peça nº 27 (ver figura 5.5) e colocá-lo na posição mais baixa possível;

a.2 Desparafusar os fixadores do tubo de quartzo - peças nº 6 e 16 da figura 5.5;

a.3 Soltar o parafuso nº 3 e abaixar o eixo suporte da barra - peça nº 1 da figura 5.5. - até a posição mínima;

a.4 Retirar os parafusos nºs 23 e 25 e colocar com cuidado a peça nº 5 - juntamente com o tubo de quartzo - apoiada na peça nº 2;

a.5 Desparafusar e soltar a peça nº 20 e retirar a peça nº 18 junto com a peça nº 17;

a.6 Retirar o tubo de quartzo;

a.7 Fixar, com cuidado, a barra de silício no suporte superior que por sua vez já está fixado no eixo suporte (peça nº 18) e montar o conjunto (barra de silício ,

peça nº 18, peça nº 17 e o tubo de quartzo) colocando-o no equipamento;

- a.8 Fixar a barra de silício no suporte inferior e montar todas as peças nos seus respectivos lugares, apertando todos os anéis de vedação da câmara e alinhando a barra de silício e o concentrador de campo.

Uma vez colocada a barra de silício na câmara de trabalho, deve-se iniciar o trabalho.

- b. Para se ligar o equipamento, deve-se fazer o seguinte:

- b. 1 Definir previamente os parâmetros de trabalho (rotações e velocidade de translação da barra de silício, etc) - ver itens 2.2.4, 3.4 e 4.4 e o apêndice II;
- b. 2 Evacuar ( $\sim 10^{-2}$  torr) a câmara de trabalho por uns 30 minutos. Depois disso introduzir argônio à câmara até a pressão atingir  $\sim 10^{-1}$  torr;
- b. 3 Levar manualmente o carro móvel até o susceptor de grafite ficar junto ao concentrador de campo;
- b. 4 Ligar o variador de potência na posição de controle local com o botão de ajuste de tensão na posição de mínimo;
- b. 5 Ligar o 1º botão da fonte de RF, correspondente ao filamento;
- b. 6 Se a lâmpada - localizada na fonte de RF - correspondente a PORTA ÁGUA e SOBRE CARGA acender, em qualquer momento, é porque tem algum problema no sistema. Se o problema não for falta de água de resfriamento, deve-se paralisar o trabalho e chamar um técnico para verificar a fonte de RF. Se a lâmpada não acender deve-se dar continuidade ao trabalho;
- b. 7 Ligar o botão - da fonte de RF - correspondente a alta tensão (a lâmpada correspondente deve acender);
- b. 8 Aumentar lentamente a tensão - no botão de ajuste de tensão do variador de potência da fonte RF - até o susceptor de grafite ficar incandescente (entre 600 e 700 °C). Aguardar alguns instantes e descer manualmente e lentamente o carro móvel da maneira que a zona aquecida suba até a posição onde se deseja iniciar a operação;
- b. 9 Posicionar corretamente o pirômetro (ver item 4.3.a);

- b.10 Aumentar lentamente a tensão - no variador de potência - até o registrador indicar a temperatura de operação;
- b.11 Esperar a zona líquida estabilizar, durante uns 10 minutos, acoplar o carro móvel ao fuso, ligar e aumentar lentamente a rotação da parte inferior da barra de silício até a rotação desejada. Depois disso ligar a rotação da parte superior da barra;
- b.12 Esperar a zona líquida estabilizar com as rotações, durante uns 5 minutos, e ligar e aumentar lentamente a velocidade de translação da zona até o valor desejado. Nesse ponto ligue o variador de potência em controle remoto;
- b.13 Após completado o passe, pare a velocidade de translação e as rotações de ambas as partes da barra e desligue o sistema. Se for necessário mais passes (deve ser determinado previamente), ao invés de desligar o sistema, diminua a potência da fonte RF até a zona ficar entre 600 e 700 °C, volte manualmente à posição inicial e comece tudo novamente a partir do item b.10.

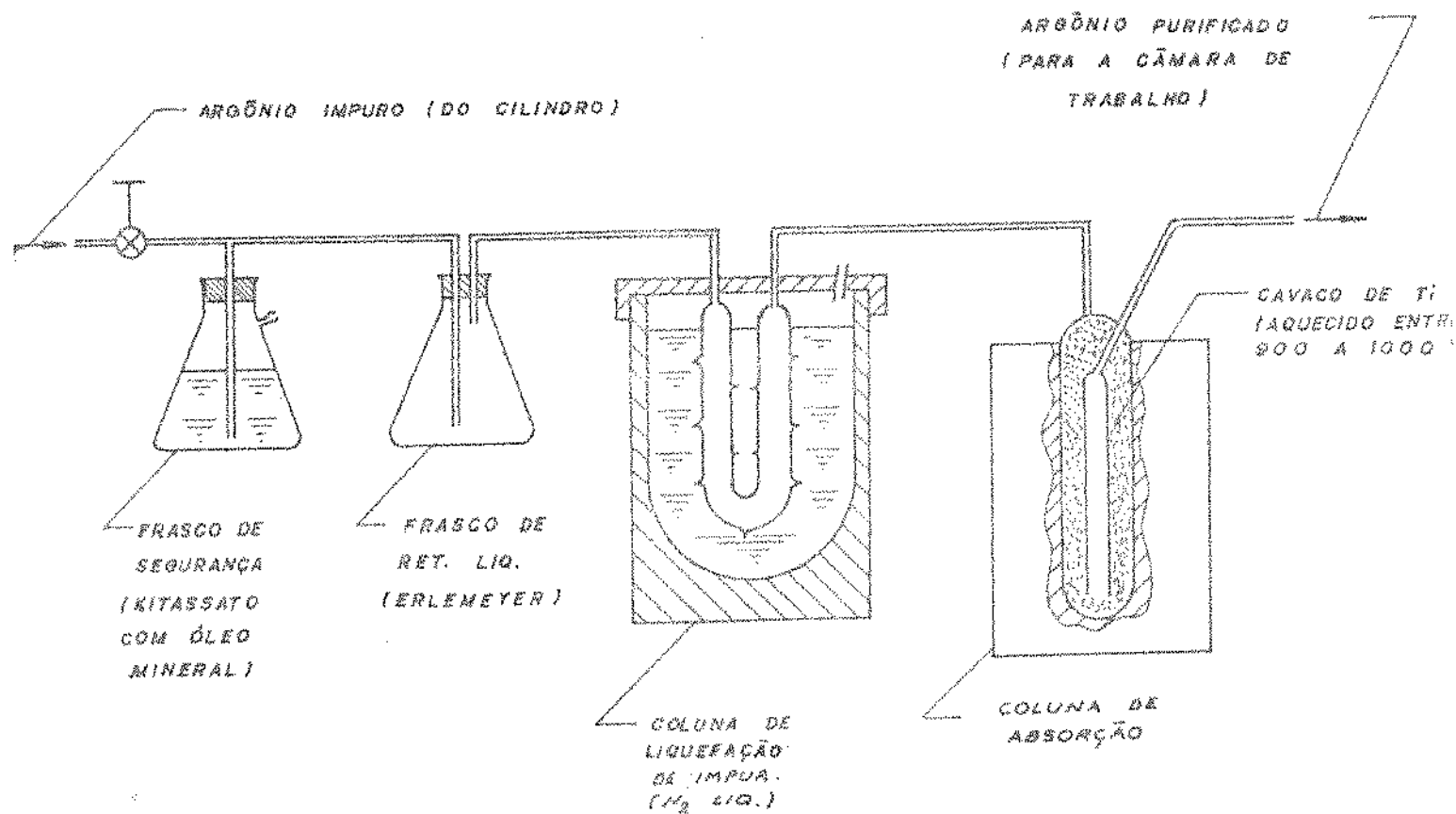


Fig. 5.1. Esquema do sistema para purificação de argônio.

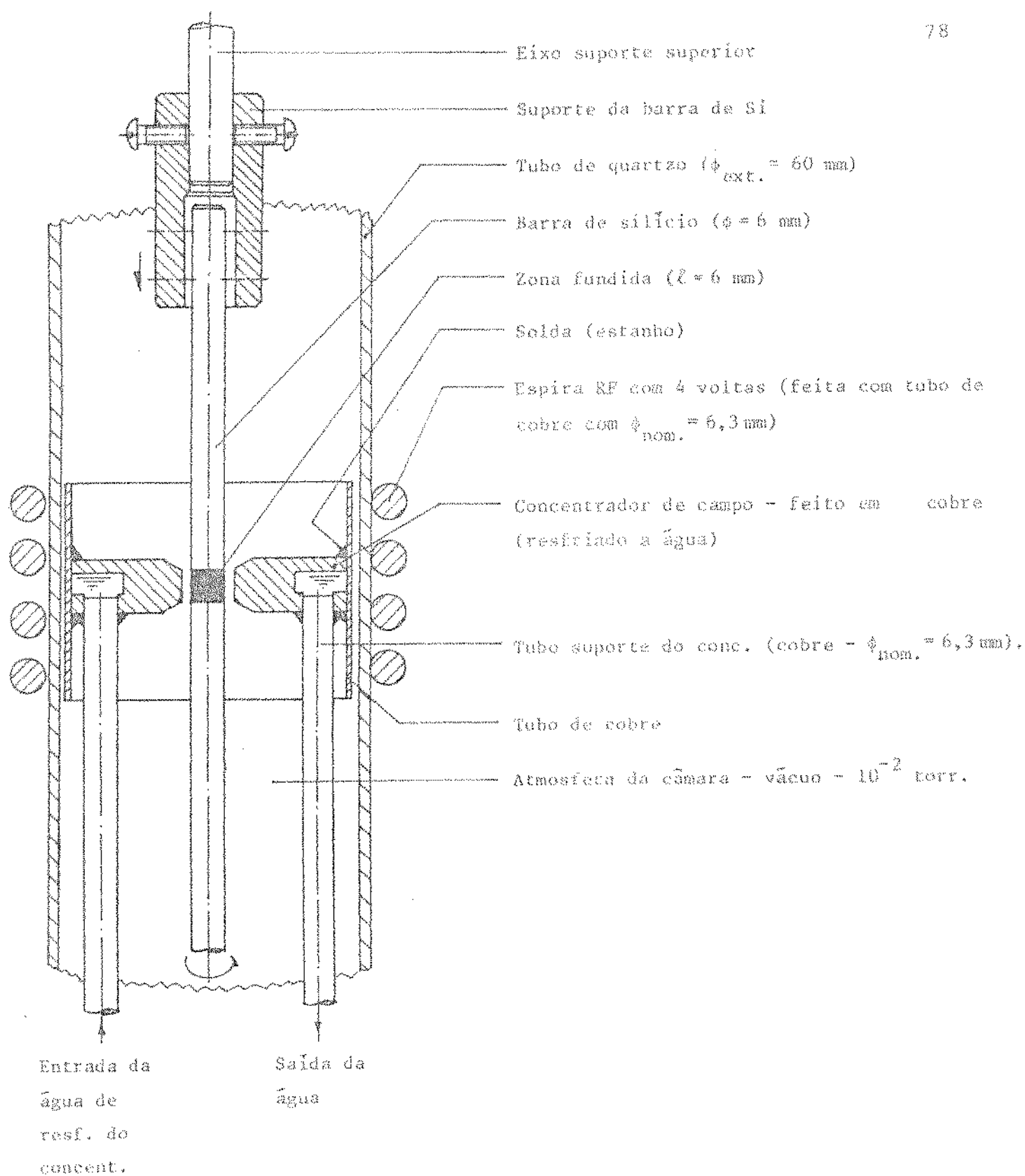


Fig. 5.2. Configuração da espira RF e do concentrador de campo.

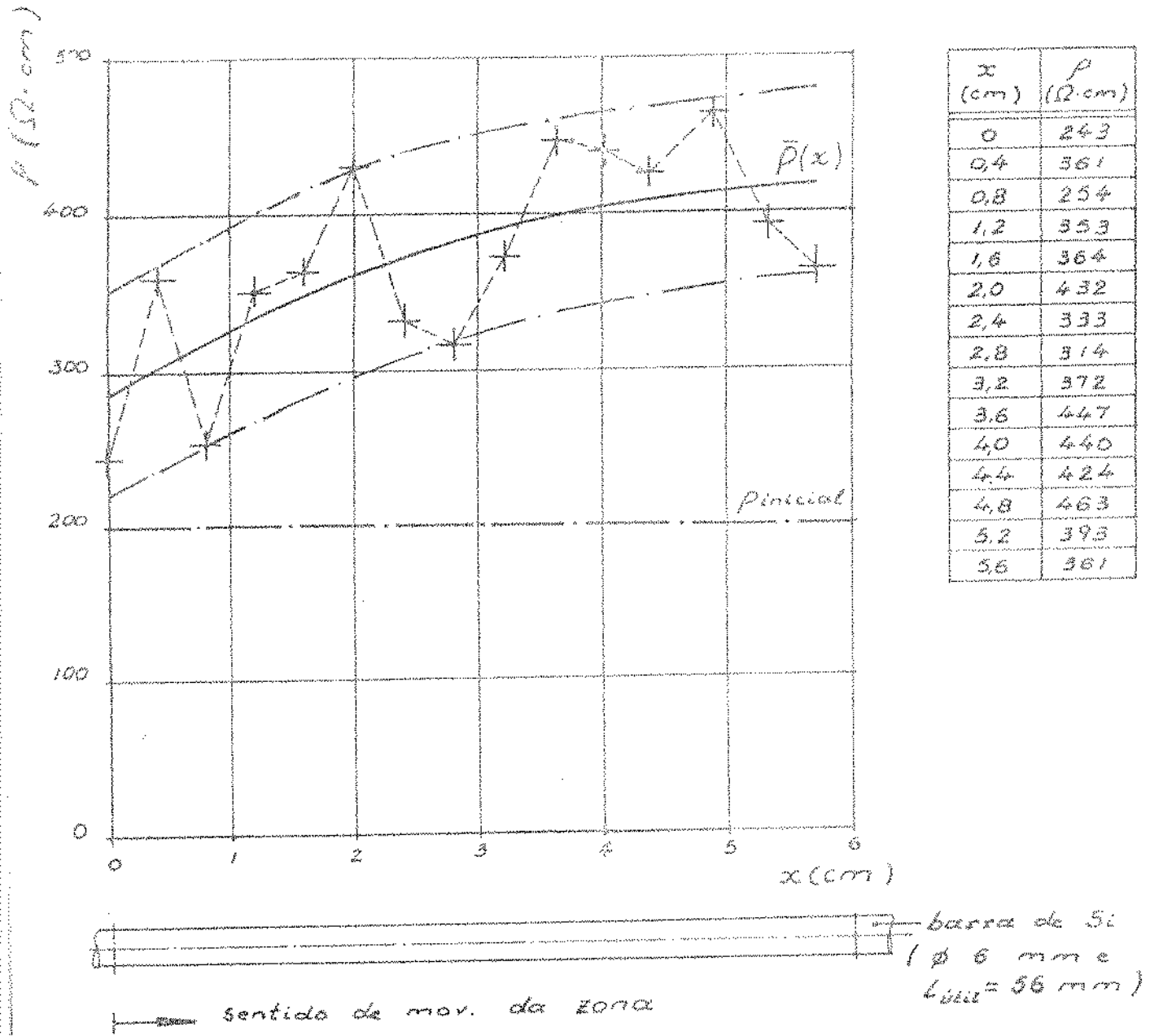
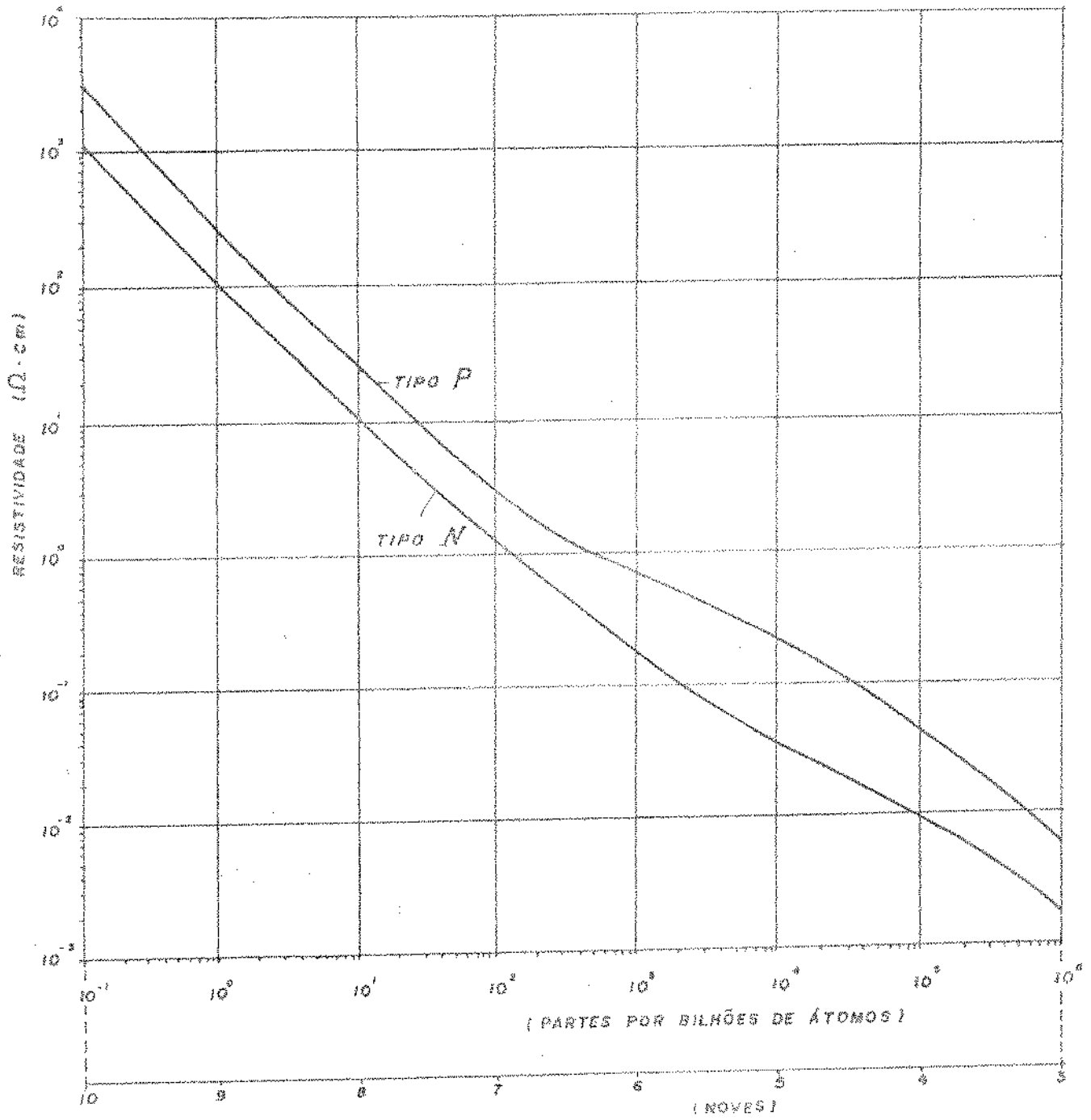


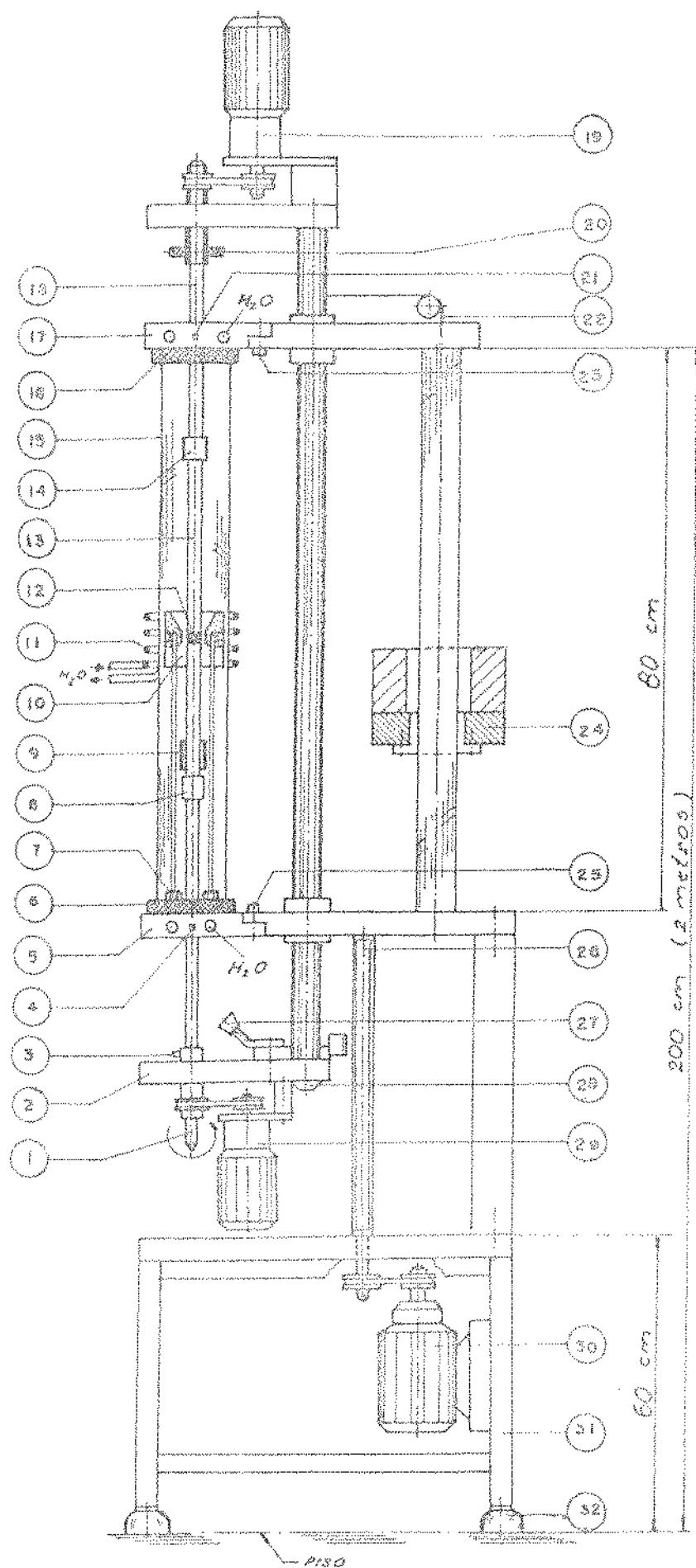
Fig. 5.3. Resistividade em função do comprimento da barra de Si após a passagem de uma zona, com  $\ell = 6 \text{ mm}$ , vel. trans. da zona =  $55 \text{ mm/h}$ , rot. da parte inf. da barra =  $7 \text{ rpm}$  e vácuo ( $\sim 10^{-2}$  torr). A medida da resistividade foi feita pela técnica das 4 pontas (ASTM F43-74).





Fonte: Shin Chisso Corporation LTD (Ver apêndice IV)

Fig. 5.4. Relação entre a resistividade e a pureza para o silício.



32.	AMORTECEDOR DE VIBRAÇÃO
31	BASE
30	MOTO-RED. TRANSL. ZONA
29	MOTO-RED. ROT. EIXO
28	FIX. DO CABO NO CARRO MÓVEL
27	ALAV. ACPLAMENTO CARRO MOV.
26	FUSO MOV. TRANSL. ZONA
25	PAR. FIX. FLANGE INFERIOR
24	CONTRA PESO
23	PAR. FIX. FLANGE SUPERIOR
22	CABO DO CONTRA PESO
21	ENTRADA DE ARGÔNIO
20	FIX. DO EIXO SUP. SUPERIOR
19	MOTO-RED. ROT. EIXO SUP.
18	EIXO SUPORTE SUPERIOR
17	FLANGE SUPERIOR
16	FIXADOR DO TUBO DE QUARTZO
15	TUBO DE QUARTZO
14	SUPORTE DA BARRA DE SILÍCIO
13	BARRA DE SILÍCIO
12	ZONA FUNDIDA
11	ESPIRA DE INDUÇÃO - RF
10	CONCENTRADOR
9	SUSCEPTOR DE GRÁFITE
8	SUPORTE DA BARRA DE SILÍCIO
7	FIX. DO CONCENTRADOR
6	FIX. DO TUBO DE QUARTZO
5	FLANGE INFERIOR
4	SADA DE ARGÔNIO
3	PAR. FIX. EIXO SUPORTE INF.
2	CARRO MÓVEL
1	EIXO SUP. INFERIOR
Nº	NOME

Fig. 5.5. Sistema de trabalho.

## CAPÍTULO 6

### CONCLUSÕES

As conclusões que podem ser tiradas deste trabalho estão divididas em duas partes; uma referente ao projeto e à construção do equipamento e a outra referente à operação do mesmo.

#### a. Conclusões com relação ao projeto e à construção do equipamento:

1.<sup>a</sup> Houve grande dificuldade de encontrar alguns componentes do equipamento - no mercado nacional - que apresentassem os requisitos necessários ao funcionamento dos mesmos. Os componentes que deram problemas sérios foram os três moto-redutores (dois de rotação da barra de silício e um de translação da zona fundida). Neste caso, os componentes transmitiam vibrações ao sistema de trabalho e também não mantinham a rotação constante (quando em baixa rotação), dentro das tolerâncias estabelecidas. Um outro componente que também apresentou problemas foi a fonte de RF. Neste caso, quando a mesma operava com barras de silício com diâmetro acima de 25 mm (próximo de seu limite - 30 mm), depois de algum tempo de funcionamento passava a apresentar alguns problemas (no circuito elétrico) que só eram solucionados por técnicos da firma fornecedora da mesma. Atualmente, devido a uma série de aperfeiçoamentos, esses problemas são mais raros;

2.<sup>a</sup> Possibilidade de construir equipamentos inteiramente nacionais, desde que se desenvolva - no Brasil - um sensor óptico com sinal de saída, capaz de substituir o pirômetro óptico utilizado no equipamento. Com exceção deste, todos os outros componentes básicos do equipamento são de procedência do mercado nacional;

3.<sup>a</sup> Possibilidade de utilizar o sistema de trabalho e alguns componentes do sistema de controle (pirômetro e registrador) para purificar barras de silício com diâmetros acima de 30 mm, mudando para isto apenas a fonte de RF e o seu variador de potência, sendo que a capacidade da fonte de RF será função do diâmetro da barra de silício que se deseja

purificar;

4.<sup>a</sup> Condições de utilizar o sistema de trabalho para a purificação de outros materiais (com ponto de fusão inferior a 1500 °C), mudando apenas (se necessário) os sistemas de aquecimento (que pode ser resistivo, indutivo ou com "electron beam") e o de controle (que deve ser adaptável ao sistema de aquecimento);

5.<sup>a</sup> O custo total do equipamento projetado e construído (ver apêndice III), não computando mão-de-obra, é da ordem de 8,7 vezes menor do que um equipamento importado, marca Siemens. O tempo gasto, a partir da especificação prévia do equipamento (que seria necessária para a compra, caso fosse optado) até a fase final de operação do mesmo, foi da ordem de 10 meses, ao passo que o tempo gasto com a importação, também a partir da especificação prévia até a sua colocação no local definido e em condições de operação, seria no mínimo de 18 meses. Além da grande diferença no custo e no prazo, teria ainda o problema de dependência no que se refere à assistência técnica.

#### b. Conclusões com relação à operação do equipamento:

1.<sup>a</sup> As maiores dificuldades encontradas no decorrer da fase de testes foram o controle da atmosfera da câmara de trabalho (argônio com excesso de impurezas) e o controle da zona fundida. Com relação ao controle da atmosfera da câmara, é interessante citar que houve - na fase de testes - o aparecimento de um pó amarelado que se depositava sobre o concentrador e que depois de algum tempo (~ 30 minutos) encostava na zona fundida, sendo portanto uma fonte de contaminação do silício. Este pó amarelado seria, provavelmente, algum óxido de silício ou algum composto de silício com nitrogênio ( $\text{Si}_3\text{N}_4$  ou com menor probabilidade  $\text{Si}_3\text{N}_2$ ) (43), ou ainda uma mistura destes. O controle da zona fundida só foi conseguido depois de solucionado o problema de controle da atmosfera da câmara;

2.<sup>a</sup> Como o movimento relativo de translação entre as duas partes da barra de silício é manual, isto torna o controle da zona fundida um pouco trabalhoso, sendo que algumas vezes (durante a passagem da zona ao longo da barra) o concentrador se aproxima demais da zona fundida contaminando-a. Então, para se diminuir o esforço no controle da zona fundi

da, torna-se necessário desenvolver um subsistema de controle capaz de automatizar esse movimento;

3.<sup>a</sup> Com relação à experiência, feita com o objetivo principal de calibrar o equipamento, e apesar de todas as observações feitas a respeito (ver item 5.2), pode-se dizer que o resultado foi satisfatório, tanto do ponto de vista da operação do equipamento, como também do ponto de vista do processo de purificação.

(a) REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- (01) MEI, L. - Eletronic Grade Materials. Campinas, Universidade Estadual, Faculdade de Engenharia, Projeto Telebrás - MGE, 1977.
- (02) CAMPOS FQ, M.P. - No Grau Eletrônico, a Base Estratégica dos Componentes. Dados e Idéias, 3(6), p. 24-32, Jun./Jul., 1978.
- (03) PETRITZ, R.L. - Contributions of Materials Technology to Semiconductor Devices. Proceedings of the IRE, May., p. 1025-1038, 1962.
- (04) HANDBOOK of Chemistry and Physics. 58 ed. Ohio, CRC Press, 1977.
- (05) ASTM F40-68 (Reapproved 1972) - Standard Method for Preparing Monocrystalline Test Ingots of Silicon by the Vertical - Pulling (CZOCHEKRALSKI) Technique. N.Y., 1972.
- (06) HERMANN, H.; SIRTIL, E. & HERZER, H. - Modern Silicon Technology. Publicado pela Wacker - Chemitronic, 1975.
- (07) PFANN, W.G. - Zone Melting. 2 ed., N.Y., Wiley, 1966.
- (08) FUJIMORI, K. - Apanhado Sobre o Processo de Fusão por Zona. XII Congresso Anual da Associação Brasileira de Metais; Contribuição Técnica nº 303, São Paulo, jul., 1957.
- (09) BARBOSA, L.C. - Purificação do Silício por Fusão Zonal Flutuante. Trabalho apresentado no Curso "Seminários em Processos de Fabricação"; Prof. Resp. M.P. Campos FQ. Campinas, Universidade Estadual, Faculdade de Engenharia, 1979.
- (10) CLYNE, T.W. - Zone Melting and Cristal Growth. Campinas, Universidade Estadual, Faculdade de Engenharia, Projeto Telebrás - MGE, 1977.
- (11) FLEMINGS, M.C. - Solidification Processing. N.Y., McGraw-Hill, 1974.

- (12) DAVIES, G.J. - Solidification and Casting. London, Applied Science Publishers LTD, 1973.
- (13) VAN VLACK, L.H. - Princípios de Ciências dos Materiais. Trad. de Luís Paulo Camargo Ferrão. São Paulo, Edgard Blücher, 1970.
- (14) DASH, W.C. - Growth of Silicon Crystals Free from Dislocations. J. Applied Physics, V.30, nº 4, p. 459-474, Apr., 1959.
- (15) PETROFF, P.M. & KOCK, A.J.R. - Characterization of Swirl Defects in Floating - Zone Silicon Crystals. J. Crystal Growth 30, p. 117-124, 1975.
- (16) KOCK, A.J.R.; ROKSNOER, P.J. & DOONEN, P.G.T. - The Introduction of Dislocations During the Growth of Floating-Zone Silicon Crystals as a Result of Point Defect Condensation. J. Crystal Growth 30, p.279-294, 1975.
- (17) NIEMANN, G. - Elementos de Máquinas, V.1. Trad. de C. Langendonck & O.A. Rehder. São Paulo, Edgard Blücher, 1971.
- (18) SHIGLEY, J.E. - Mechanical Engineering Design. 3 ed., McGraw-Hill Kogakusha, 1977.
- (19) GUPTA, K.P.; GREGORY, R.O. & ROSSNICK, M. - Limitations in Using Kilohertz Radio Frequencies for Float Zone Silicon Crystals. J. Crystal Growth 44, p. 526-532, 1978.
- (20) BRICE, J.C. - The Growth of Crystals from the Melt. North Holland, E.P. Wohlfarth, 1965.
- (21) ASTM F41-68 (Reapproved 1972) - Standard Method for Preparing Silicon Single Crystals by the Floating-Zone. Technique. N.Y., 1972.
- (22) KOBAYASHI, N. - Power Required to Form a Floating Zone and the Zone Shape. J. Crystal Growth 43, p. 417-424, 1978.

- (23) SPARKS, M. - Semiconductor Research. Bell Laboratories Record, June, 1958.
- (24) WILCOX, W.R. & ZIEF, M. - Fractional Solidification. v.1. N.Y., Marcel Dekker, 1967.
- (25) ABNT - Normas para Desenho Técnico. Edição Organizada pelo Eng. Paulo de Barros Ferlini. Porto Alegre, Globo, 1977.
- (26) PRO-TEC - Projetista de Máquinas. Organizado pelo Eng. F. Provenza. São Paulo, 1976.
- (27) HEMMAT, N. & MAC DONALD, A.L. - Chuck Design for Holding a Silicon Rod in Floating Zone Crystal Growing. J. Crystal Growth 17, Jan., 1961.
- (28) MALLET, M.W. Purification of Argon. Industrial and Engineering Chemistry, v. 42, Nº 10, p. 2095-2096, Oct., 1950.
- (29) HELMUT, F.W. - Silicon Semiconductor Data. New York, Pergamon Press, 1969.
- (30) SEYBOLT, A.U. & BURKE, J.E. - Técnicas de Metalurgia Experimental. México, Limusa Wiley, 1969.

(b) BIBLIOGRAFIA COMPLEMENTAR

- (31) BRAUN, J.H. & PELLIN, R.A. - J. Electrochem. Soc. 108, p. 969, 1961.
- (32) KELLER, W. - J. Crystal Growth, v.36, p.215, 1976.
- (33) BELKE, J.A. - J. Less-Commun Metals, v.1, p. 50, 1959.
- (34) DONALD, D.K. - Rev. Sci. Instr., v.32, p. 811, 1961.
- (35) O'KANE, D.F.; KWAP, T.W.; GULITZ, L. & BEDNOWITZ, A.L. - Infrared TV system of computer controlled Czochralski Crystal Growth. J. Crystal Growth 13/14, p. 624-628, 1972.
- (36) GOSS, A.J. & ADLINGTON, R.E. - The Effects of Seed



- Rotation on Silicon Crystals. The Marconi Review, first Quarter, 1959.
- (37) CASTRO, O.P.R. - Obtenção de Monocristais de Ge pelo Método de Fusão por Zona. M. Aer. - C.T.A., Inst. de Pesquisas e Des., v.3, Nº 6, 1960.
- (38) MÜLLER, I.L. - Obtenção de Monocristais de Silício. SBPC, Publ. 466, v.19, Nº 2, 1967.
- (39) BORCHARDT, I.G. - Puxamento de Monocristais de Silício pelo Processo Czochralski. M. Aer. - C.T.A. - IPD, v.9, Nº 6, 1966.
- (40) DIGGES, T.G. & YAWS, C.L. - Preparation of High-Resistivity Silicon by Vacuum Float Zoning. J. Electrochem. Soc., Sept., 1974.
- (41) II, N. & SHINDO, I. - Single Crystal Growth of Akermanite ( $\text{Ca}_2\text{MgSi}_2\text{O}_7$ ) and Gehlenite ( $\text{Ca}_2\text{Al}_2\text{SiO}_7$ ) by the floating Zone Method. J. Crystal Growth 46, p. 569-574, 1979.
- (42) BROWN, F. & TODT, W.H. - Floating - Zone  $\text{BaTiO}_3$  : Preparation and Properties. J. Appl. Physics, v.35, Nº 5, May, 1964.
- (43) KAISER, W. & THURMOND, C.D. - Nitrogen in Silicon. J. Appl. Physics, v. 30, Nº 3, 1959.

## LINHAS DE PESQUISA DECORRENTES DESTE TRABALHO

As linhas de pesquisa decorrentes deste trabalho estão relacionadas com o equipamento e com o processo de purificação.

### a. Principais linhas de pesquisa relacionadas com o equipamento:

a.1. Aprimoramento dos motores utilizados no sistema de trabalho de maneira a não transmitirem vibrações à câmara de trabalho e que também mantenham a rotação constante dentro de uma tolerância estreita. Os motores de passo ("stepping motors"), que são normalmente utilizados em computadores e máquinas de controle numérico, preenchem os requisitos necessários, mas não são encontrados no mercado nacional;

a.2. Desenvolvimento de um sensor óptico ou de um pirômetro óptico para suprir o equipamento. De início, poder-se-ia lançar mão de um fotodiodo e verificar se o sinal de saída é linear na faixa usual de temperatura na zona flutuante do silício;

a.3. Desenvolvimento de um subsistema de controle capaz de automatizar o movimento relativo de translação entre as duas partes da barra de silício, para evitar que a zona fundida se encoste ou se afaste demais do concentrador. Para isto deve-se colocar um sensor (bobina imantada) capaz de detectar variações do acoplamento entre a espira de RF (ou o concentrador de campo) e a zona fundida de silício. Este sensor deve enviar um sinal para um controlador que atuará no eixo suporte superior (ou no inferior), abaixando-o ou levantando-o quando necessário;

a.4. Desenvolvimento de um subsistema, que deve trabalhar acoplado ao sistema de trabalho, para a fabricação de barras finas (diâmetro da ordem de 5 mm) e ultrapuras, destinadas ao processo de deposição de silício a partir do triclorosilano. Neste caso é indispensável a automatização do movimento relativo de translação entre as duas partes da barra de silício, sendo isto citado no item anterior;

a.5. Desenvolvimento de fontes de RF mais eficientes, pois o rendimento da maioria das fontes nacionais, da entrada até a saída (na espira) é muito baixo, o que aumenta demasiadamente o consumo de energia elétrica;

a.6. Desenvolvimento de uma espira RF e de um concentrador de campo que tenham uma configuração ótima, no

que se refere à transferência eficiente de potência, como também à estabilidade da zona fundida.

b. Algumas linhas de pesquisa relacionadas com o processo de purificação:

b.1. Utilização do equipamento para a verificação, através de experiências, da influência dos diversos parâmetros (comprimento da zona fundida, número de passes, rotações das partes da barra de silício, etc) no processo de fusão zonal vertical do silício, comparando-os com a teoria existente e determinando as condições ótimas de operação;

b.2. Introdução controlada de impurezas, na barra de silício ou na atmosfera da câmara, com o objetivo de verificar os efeitos das mesmas, tanto no decorrer do processo de purificação como também no produto obtido;

b.3. Utilização do equipamento para a purificação e crescimento monocristalino de outros materiais, fazendo as alterações necessárias.

APÊNDICE I

LISTA DOS SÍMBOLOS UTILIZADOS NESTE TRABALHO

- $a$  - Raio da barra do material que está sendo purificado.
- $C_L(x)$  - Composição do líquido a uma distância  $x$  do ponto onde se formou o primeiro sólido.
- $C_L^i$  - Concentração de soluto no líquido à temperatura  $T_i$ .
- $C_{MS}$  - Composição de máxima solubilidade.
- $C_o$  - Composição inicial de soluto.
- $C_s$  - Concentração de soluto no sólido.
- $C_s(x)$  - Composição do sólido a uma distância  $x$  do ponto onde se formou o primeiro sólido.
- $C_s^i$  - Concentração de soluto no sólido à temperatura  $T_i$ .
- $C_\infty$  - Composição do líquido longe da interface de crescimento.
- $D_L$  - Coeficiente de difusão do soluto no líquido.
- $f_L$  - Fração de líquido em  $x$  ( $f_L = 1 - x/L$ ).
- $f_s$  - Fração de sólido em  $x$  ( $f_s = 1 - f_L = x/L$ ).
- $G_L$  - Gradiente térmico no líquido próximo à interface.
- $H$  - Número de Biot.
- $k$  - Coeficiente de distribuição.
- $k_e$  - Coeficiente de distribuição efetivo.
- $\ell$  - Comprimento da zona fundida com interface plana.
- $L$  - Comprimento da barra do material que está sendo purificado.
- $L_1$  - Comprimento adimensional da barra (do material que está sendo purificado) com relação ao seu raio ( $L_1 = L/a$ ).
- $\ell_q$  - Comprimento da zona aquecida.
- $L_q$  - Comprimento adimensional da zona aquecida com relação ao raio da barra ( $L_q = \ell_q/a$ ).
- $\ell_{max}$  - Comprimento máximo da zona fundida admissível.
- $\ell_z$  - Comprimento da zona fundida, na periferia da barra.
- $\ell_z^c$  - Comprimento da zona fundida, no centro da barra.
- $M_L$  - Gradiente da linha "líquidus" do diagrama de fases (assumido constante).
- $n$  - Número de passes da zona fundida ao longo da barra.
- $p$  - Potência requerida para manter a zona fundida

$$(p = P(\lambda_s, T_m, a)).$$

- P - Potência adimensional requerida para manter a zona fundida.
- $P_c$  - Potência adimensional requerida para a formação da zona fundida com um núcleo sólido.
- $P_f$  - Potência adimensional requerida para a formação da zona fundida com a interface aproximadamente plana.
- $P_z$  - Potência adimensional requerida para a formação da zona fundida sem um núcleo sólido.
- R - Velocidade de crescimento da interface.
- $T_i$  - Temperatura em um ponto qualquer, no diagrama de fases.
- $T_L$  - Temperatura da linha "liquidus".
- $T_m$  - Temperatura de fusão.
- $T_s$  - Temperatura da linha "solidus".
- $\delta_s$  - Espessura da camada enriquecida de soluto.
- $\epsilon$  - Emissividade.
- $\lambda_e$  - Condutividade térmica do líquido.
- $\lambda_s$  - Condutividade térmica do sólido.
- A - Razão da condutividade térmica ( $A = \lambda_e / \lambda_s$ ).
- $\rho$  - Resistividade elétrica.

## APÊNDICE II

CURVAS DE CONCENTRAÇÃO RELATIVA DE SOLUTO, EM FUNÇÃO DA DISTÂNCIA EM COMPRIMENTOS DE ZONA, PARA VÁRIOS VALORES DE  $k$  E PARA VÁRIOS NÚMEROS DE PASSES.

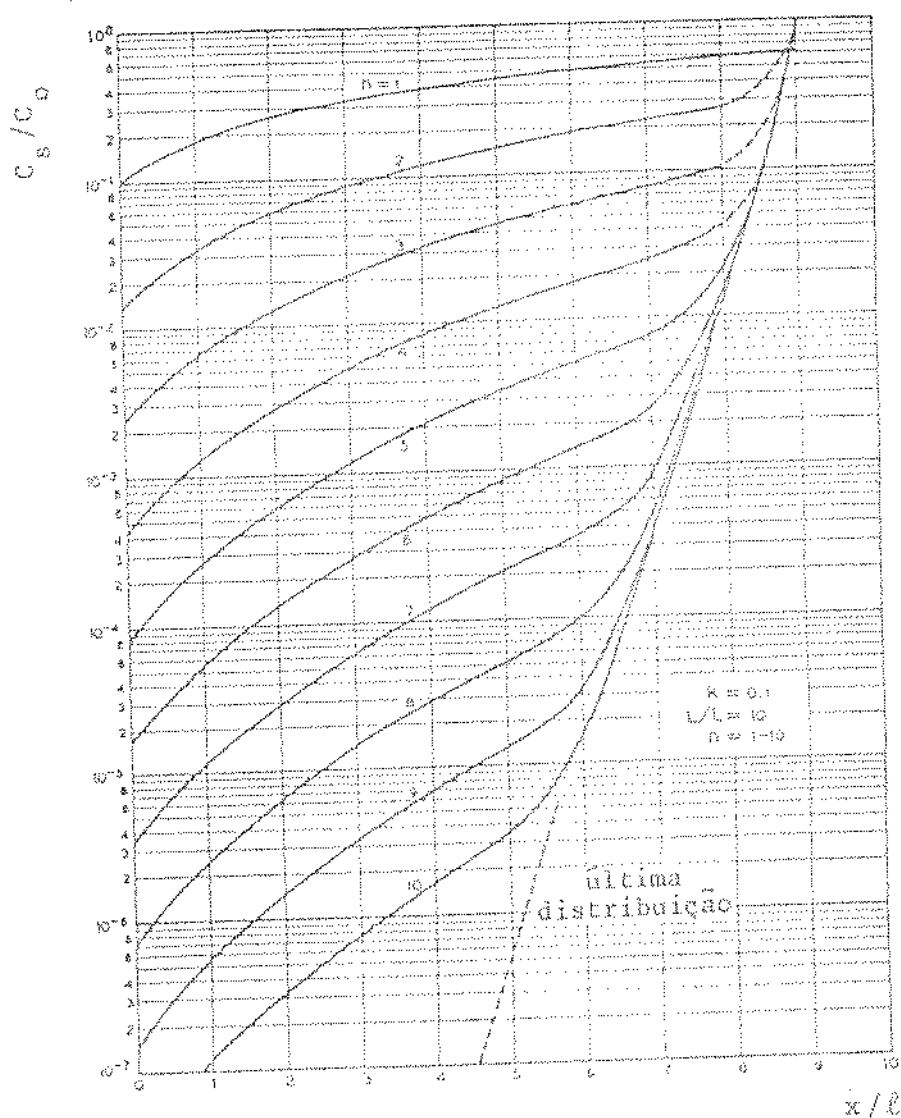


Fig. II.1. Concentração relativa de soluto  $C/C_0$  (em escala logarítmica), em função da distância em comprimentos de zona  $x/l$ , para vários números de passes  $n$  (7).

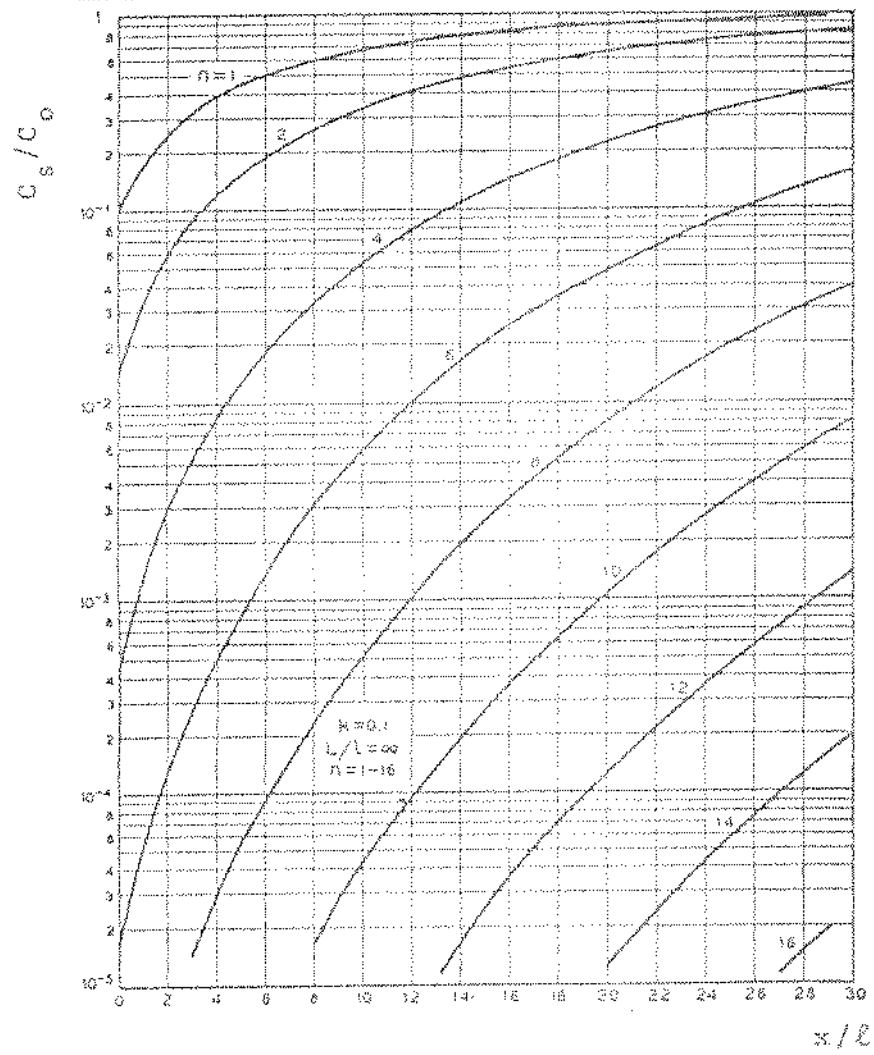


Fig. II.2. Concentração relativa de soluto  $C_s/C_0$ , em função da distância em comprimentos de zona  $x/L$ , para vários passes  $n$  (7).

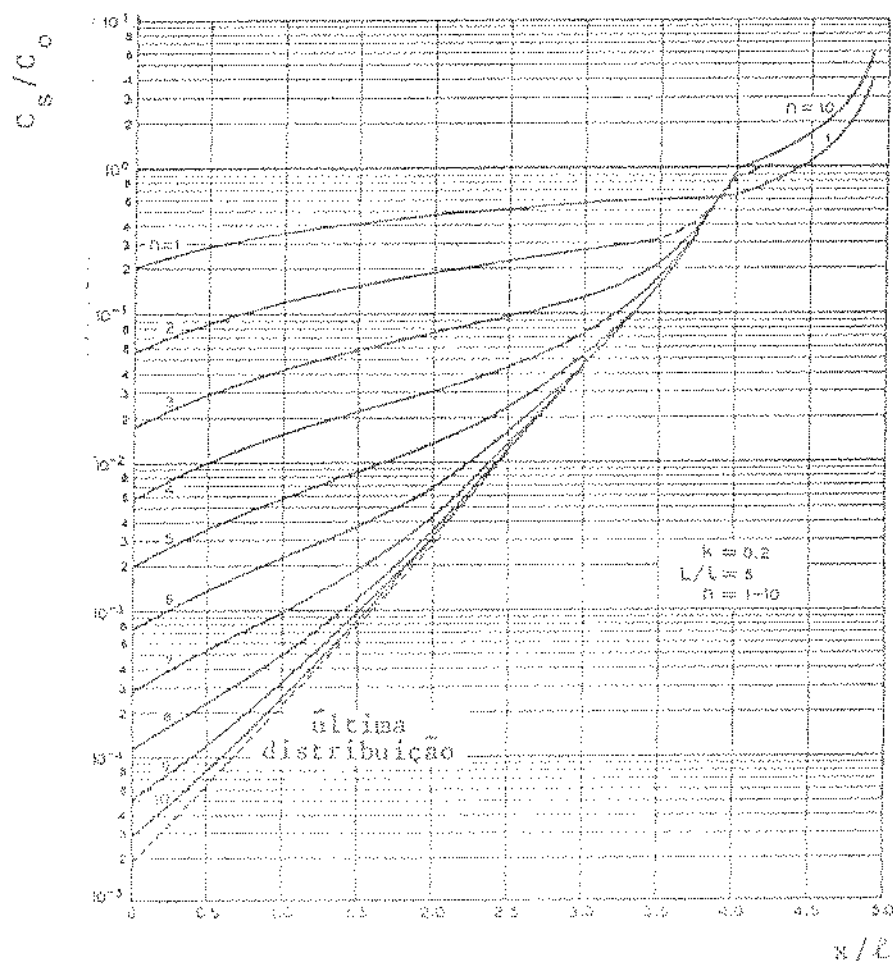


Fig. II.3. Concentração relativa de soluto  $C_s/C_o$ , em função da distância em comprimentos de zona  $x/l$ , para vários passes  $n$  (7).



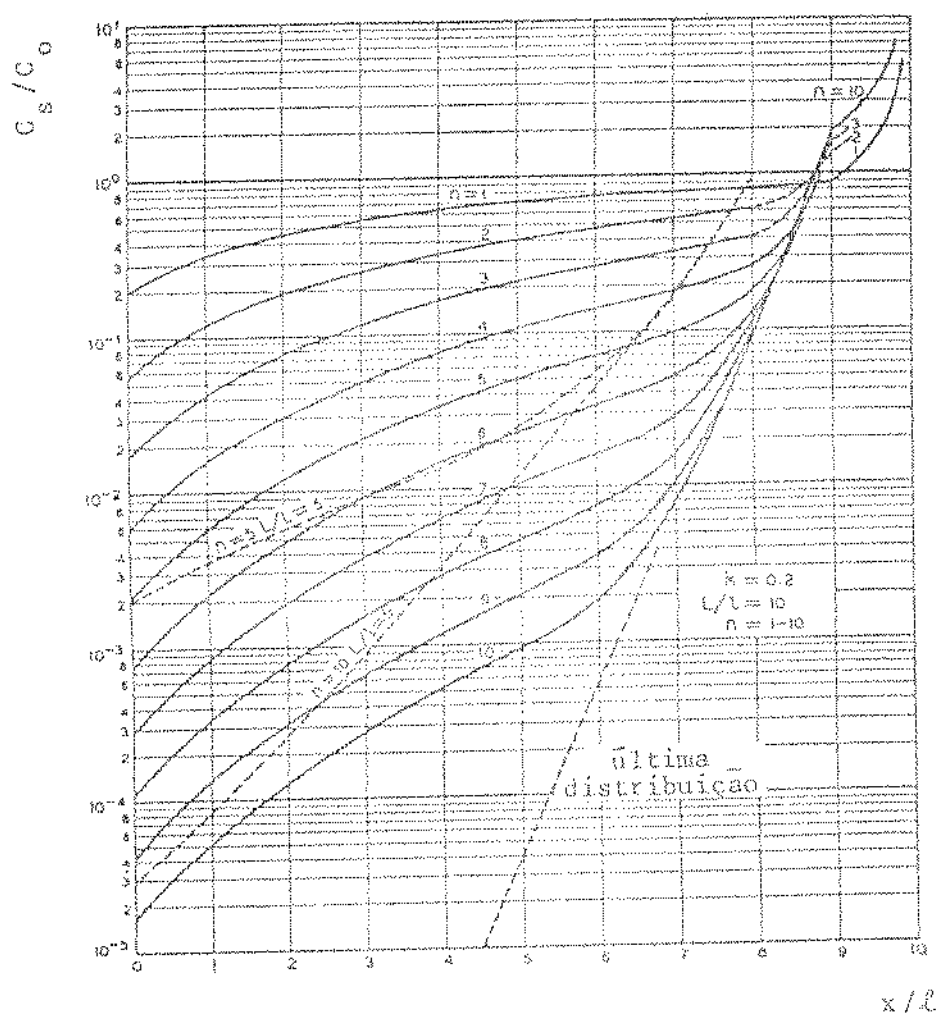


Fig. II.4. Concentração relativa de soluto  $C_s/C_0$ , em função da distância em comprimentos de zona  $x/l$ , para vários passes  $n$  [7].

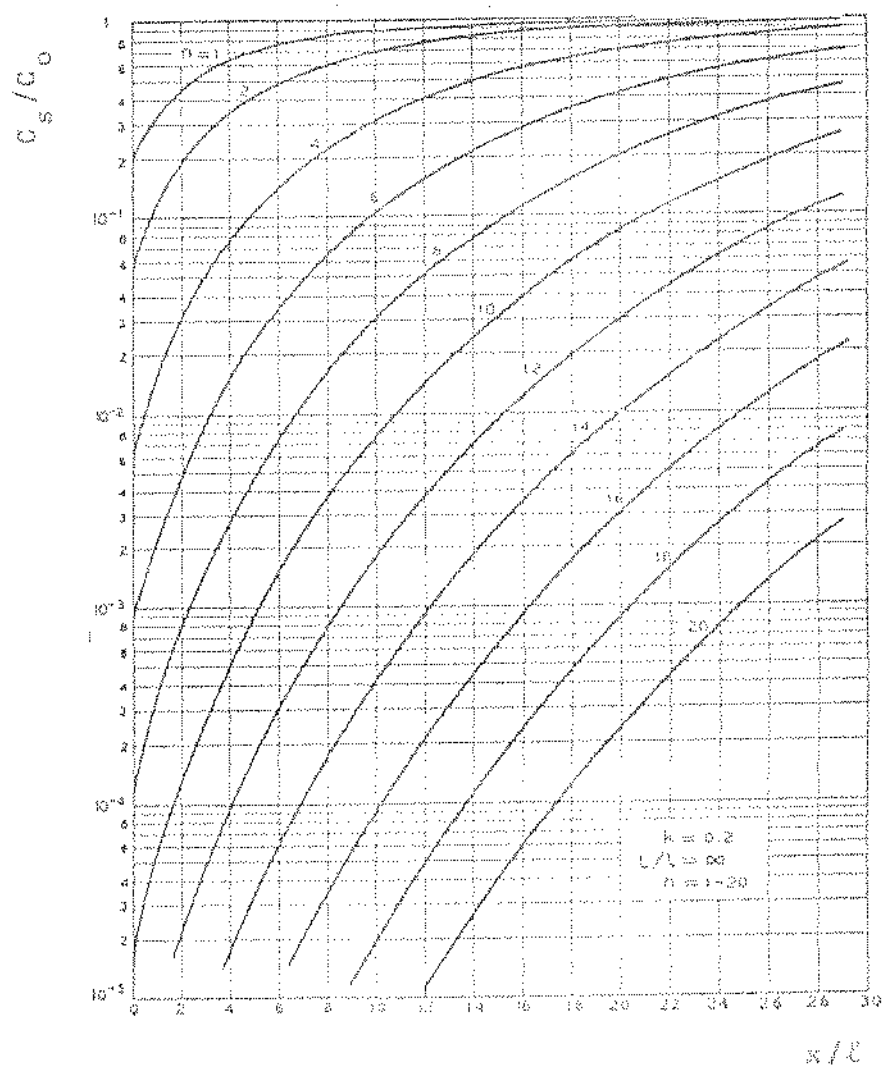


Fig. 11.5. Concentração relativa de soluto  $C_s/C_0$ , em função da distância em comprimentos de zona  $x/l$ , para vários passes  $n$  (7).

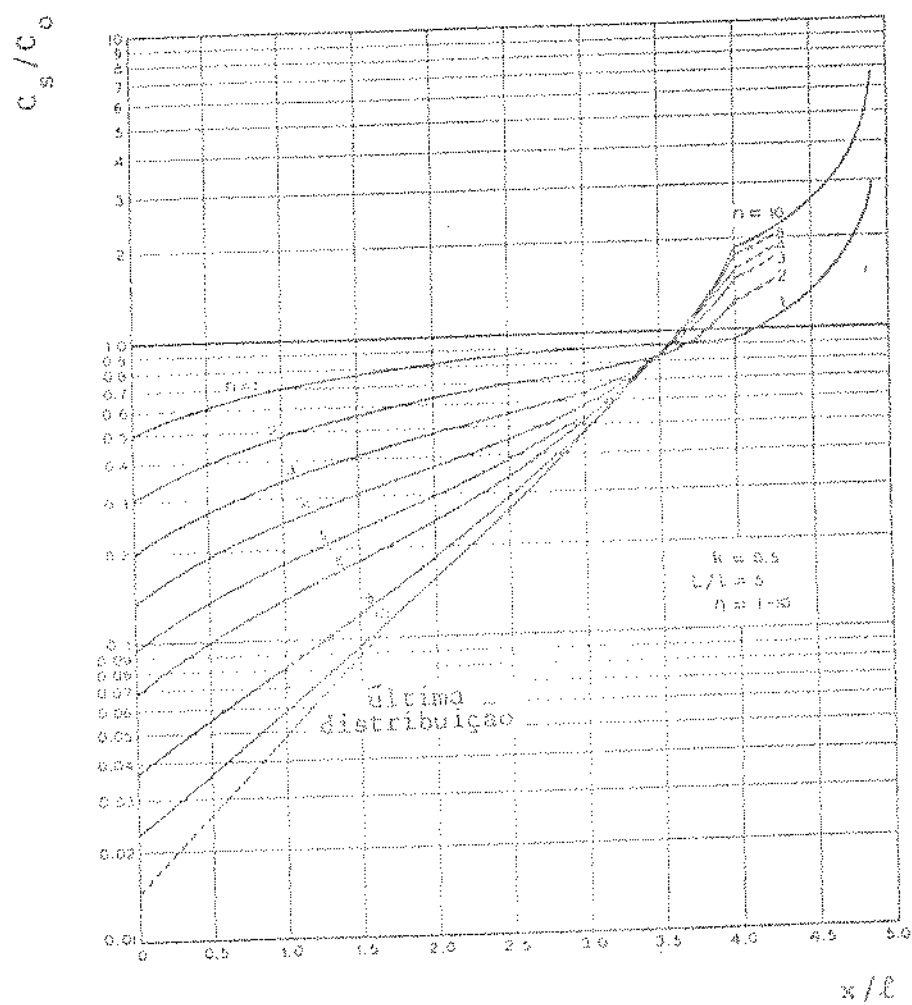


Fig. II.6. Concentração relativa de soluto  $c_s/c_o$ , em função da distância em comprimentos de zona  $x/l$ , para vários passes  $n$  (7).

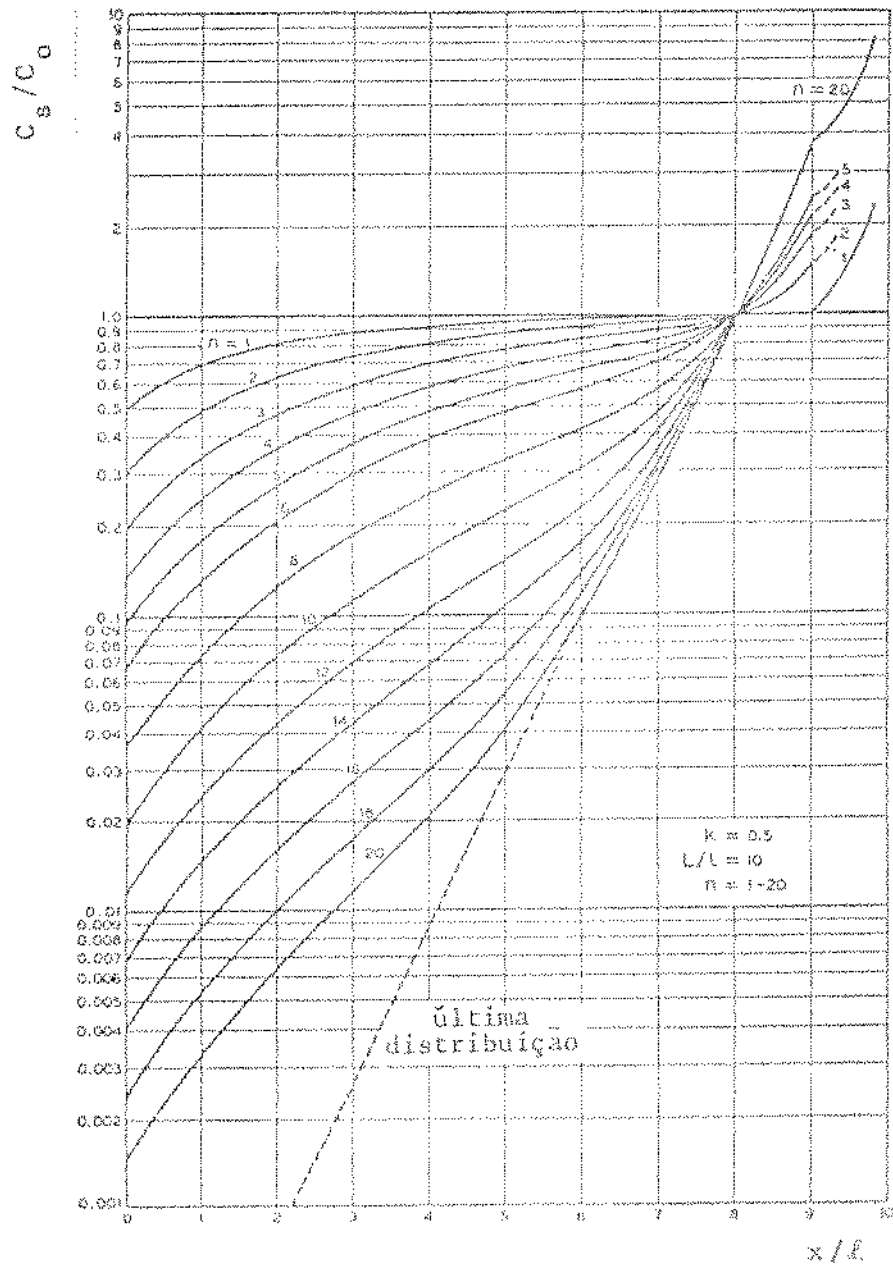


Fig. II.7. Concentração relativa de soluto  $C_s/C_0$ , em função da distância em comprimentos de zona  $x/l$ , para vários passes  $n$  (7).

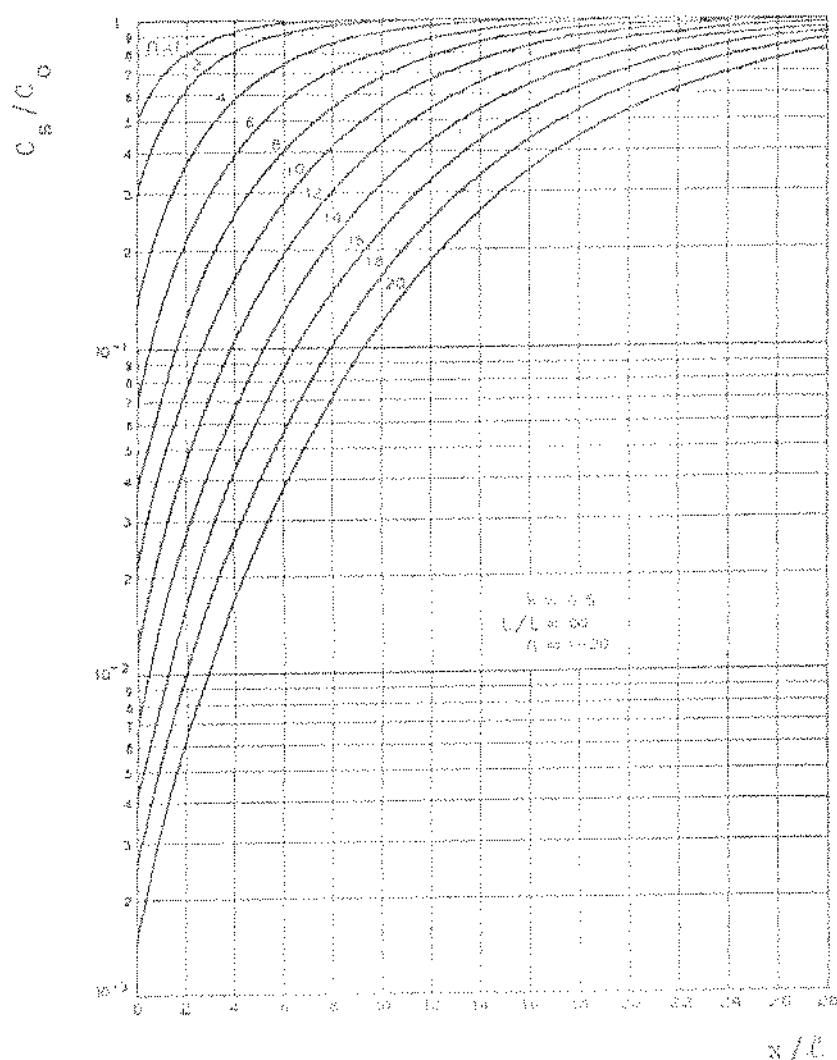


Fig. 11.8. Concentração relativa de soluto  $C_s/C_0$ , em função da distância em comprimentos de zona  $x/l$ , para vários passes  $n$  (7).

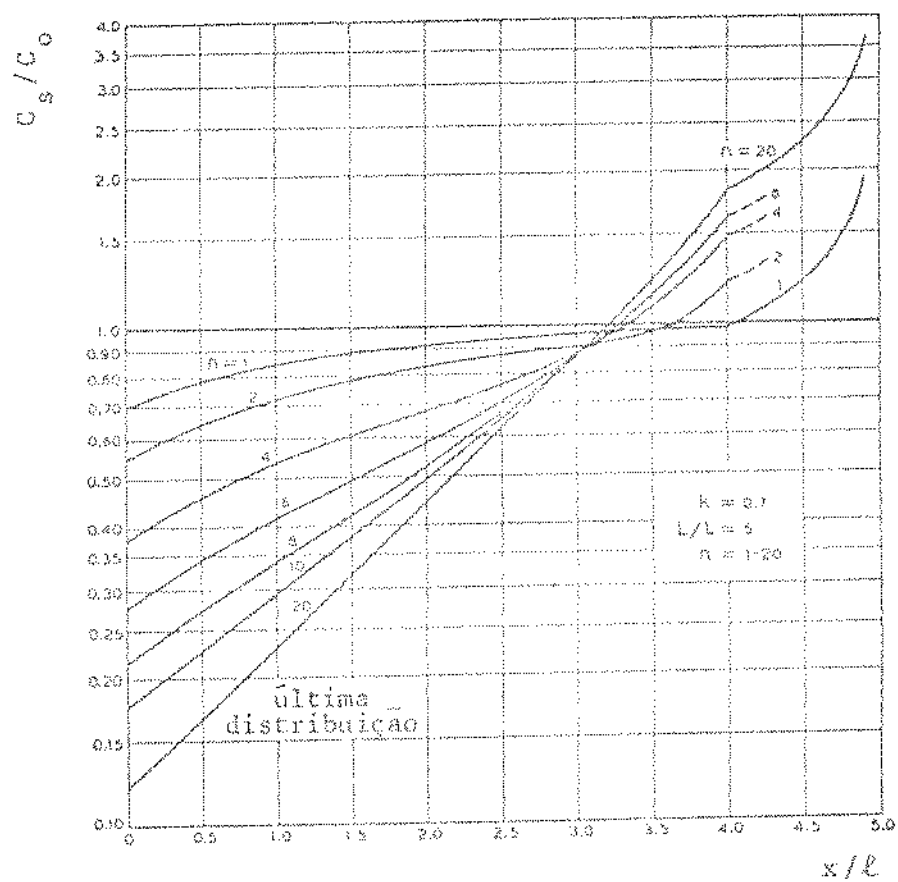


Fig. 11.9. Concentração relativa de soluto  $C_s/C_o$ , em função da distância em comprimentos de zona  $x/l$ , para vários passes  $n$  (7).

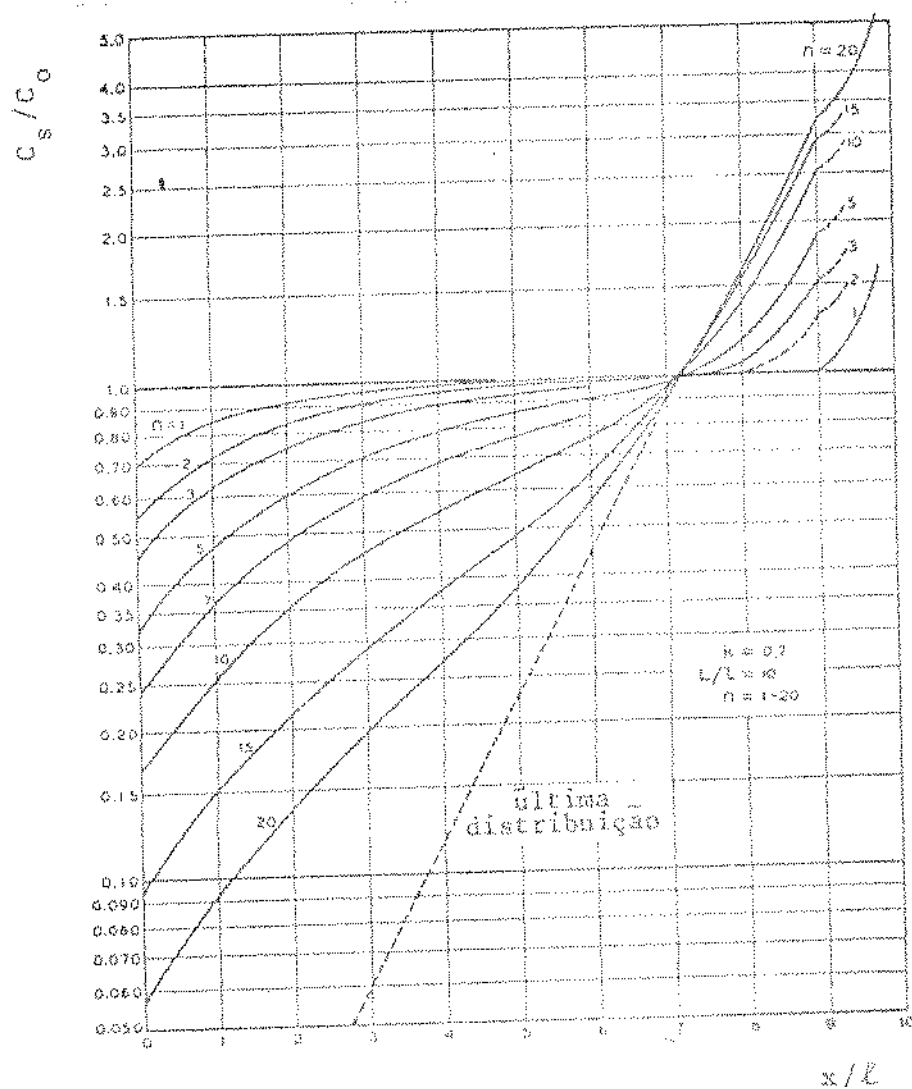


Fig. II.10. Concentração relativa de soluto  $C_s/C_o$ , em função da distância em comprimentos de zona  $x/L$ , para vários passes  $n$  (7).

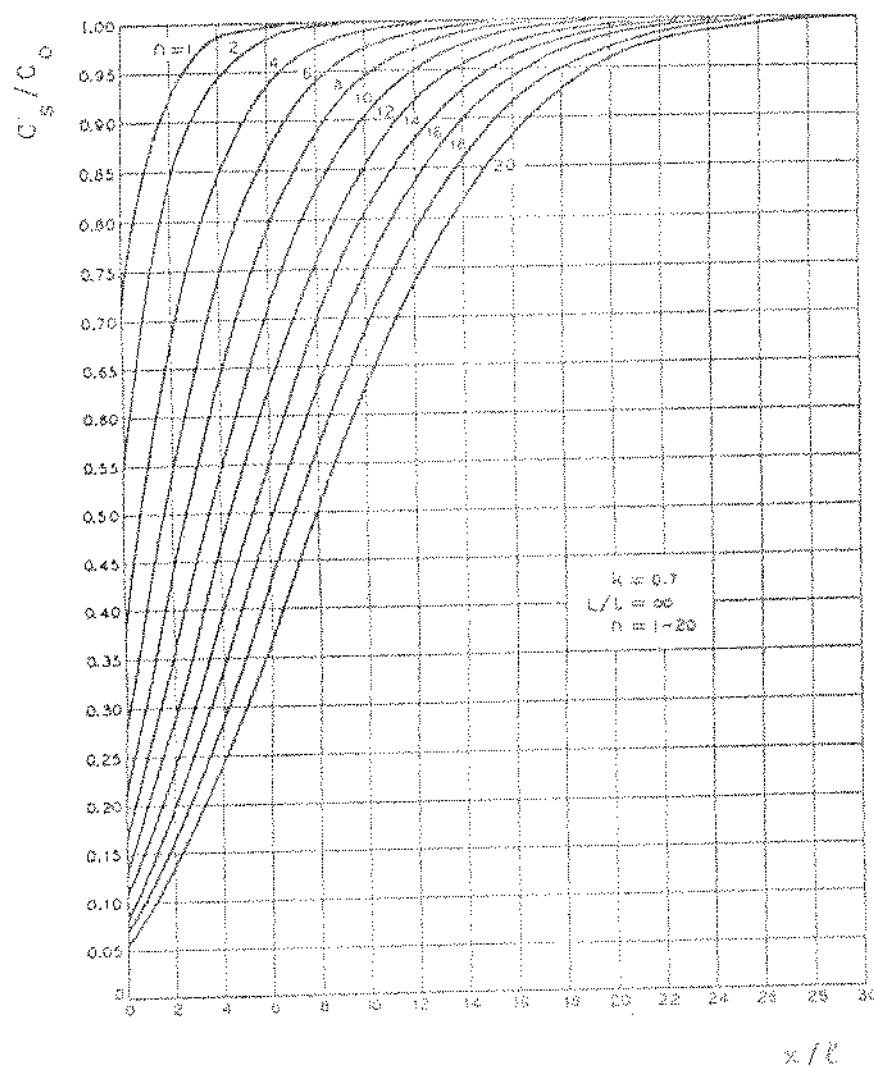


Fig. II.11. Concentração relativa de soluto  $C_s/C_o$ , em função da distância em comprimentos de zona  $x/l$ , para vários passes  $n$  (7).



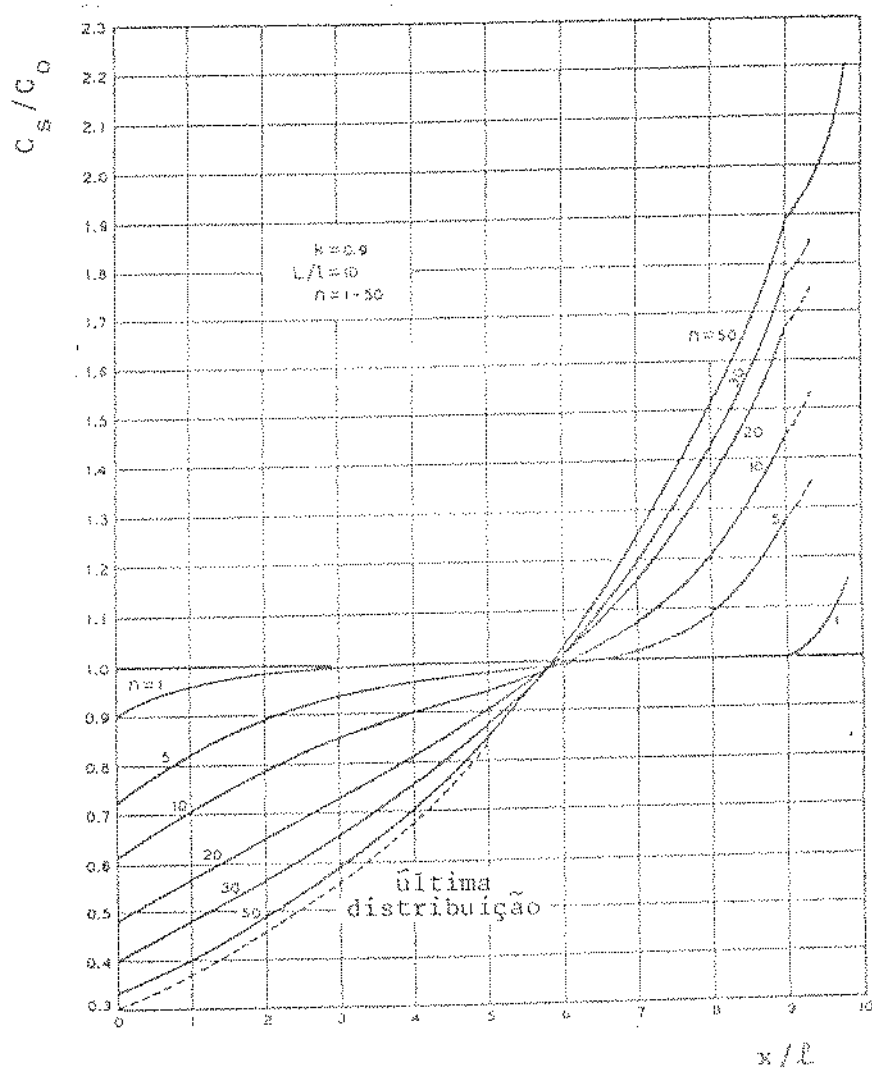


Fig. II.12. Concentração relativa de soluto  $C_s/C_o$ , em função da distância em comprimentos de zona  $x/l$ , para vários passes  $n$  (7).

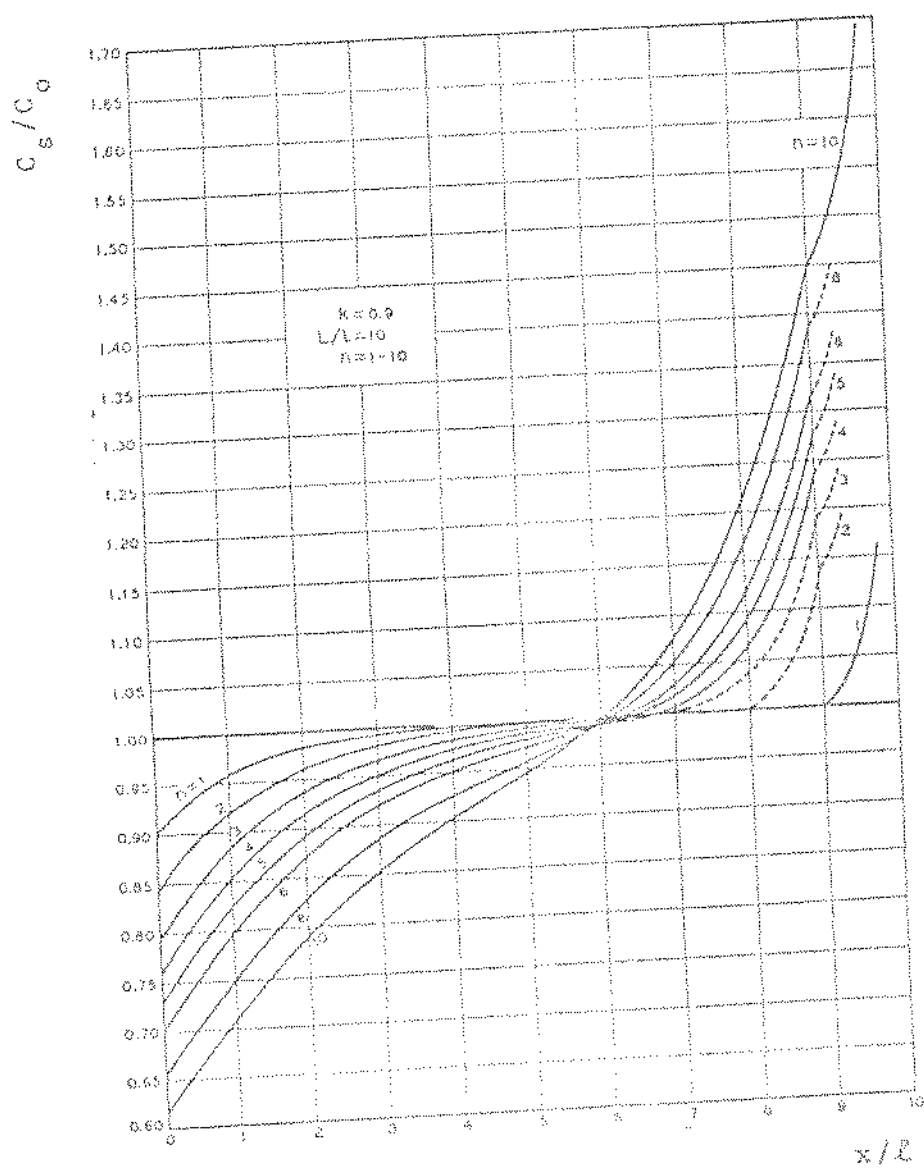
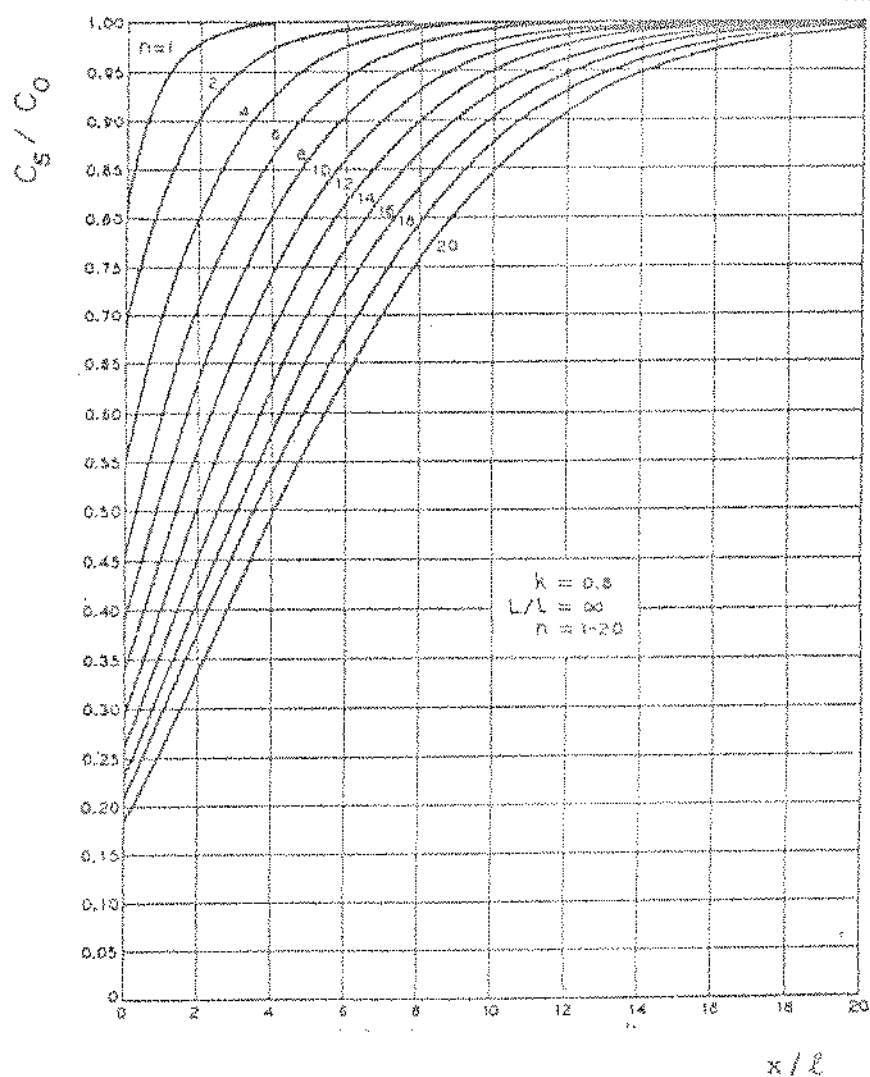
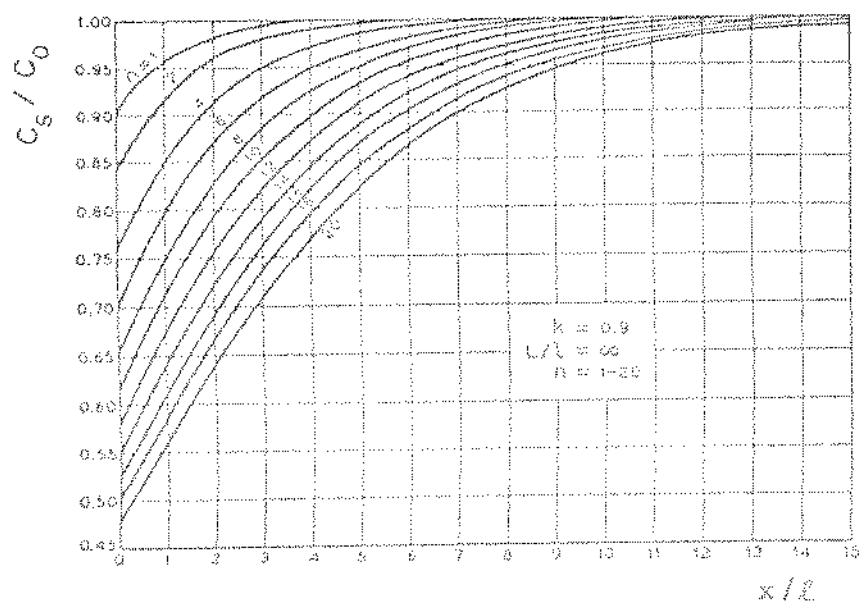


Fig. 11.13. Concentração relativa de soluto  $C_s/C_0$ , em função da distância em comprimentos de zona  $x/l$ , para vários passes  $n$  (7).



(a)



(b)

Fig. II.14 Concentração relativa de soluto  $C_s/C_0$ , em função da distância em comprimentos de  $2\phi$  na  $x/l$ , para vários passes  $n$ , quando (a)  $k = 0,8$  e (b)  $k = 0,9$  (7).

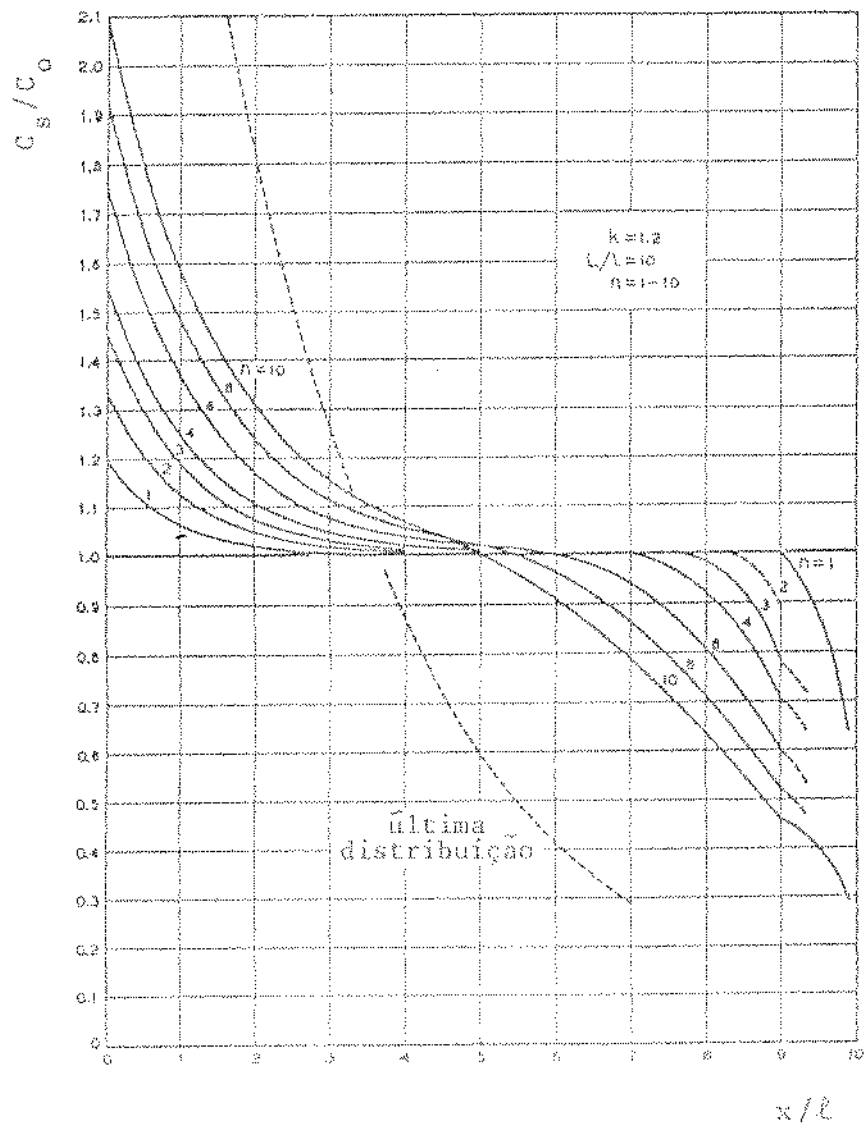


Fig. II.15. Concentração relativa de soluto  $C_s/C_0$ , em função da distância em comprimentos de zona  $x/l$ , para vários passes  $n$  (7).

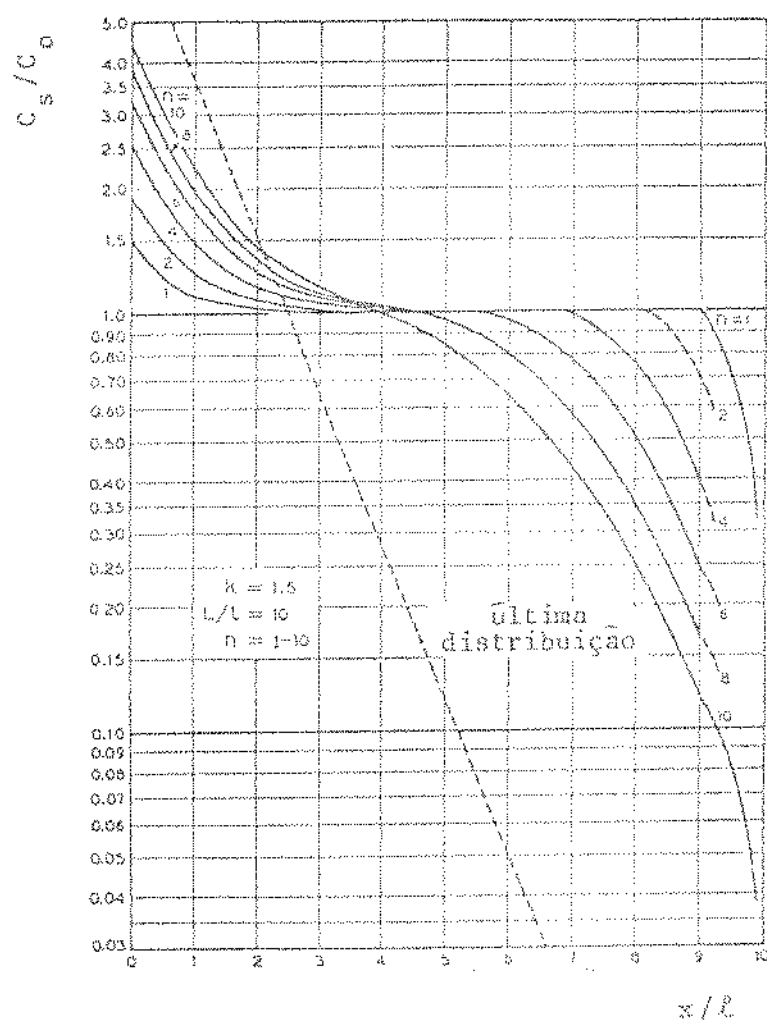


Fig. II.16. Concentração relativa de soluto  $C_s/C_0$ , em função da distância em comprimentos de zona  $x/L$ , para vários passes  $n$  (7).

APÊNDICE IIIMEMORIAL DO CUSTO DO EQUIPAMENTO CONSTRUÍDO, BASEADO EM VALORES DE DEZEMBRO DE 1978, SEM COMPUTAR A MÃO-DE-OBRA

DISCRIMINAÇÃO	CUSTO (Cr\$)
1. Sistema de Aquecimento	
a) Fonte de RF	590000,00*
b) Espiras e concentradores	<u>10000,00</u>
Subtotal 1 .....	600000,00
2. Sistema de Controle	
a) Variador de potência	120000,00*
b) Pirômetro óptico	50000,00
c) Amplificador	<u>2000,00</u>
Subtotal 2 .....	172000,00
3. Sistema de Trabalho	
a) Tubo de quartzo	20000,00
b) Fuso, rolamentos e anéis	4000,00
c) Motoredutores (quantidade - 3)	26000,00*
d) Variadores de velocidade dos M.R.	30000,00
e) Estrutura - material	20000,00
- fabricação	60000,00
f) Custos gerais	<u>10000,00</u>
Subtotal 3 .....	170000,00
TOTAL .....	<u>942000,00</u>

\* Reajustados em 4% ao mês, para efeito de atualização (dezembro de 1978) dos custos.

APÊNDICE IVENDEREÇOS DAS PRINCIPAIS FIRMAS CONTATADAS

1. Aroplan - Indústria e Comércio de Peças Ltda. (Mangueiras, Conexões, Anéis O-ring, etc). Rua Dr. Salles de Oliveira, 1708; Campinas; S.P.. (Fone: 2 - 1996).
- 2- Asten & Cia. Ltda. - Indústria de Máquinas e Motores Elétricos Especiais. Rua Maria Daffrê, 209; V. Prudente; São Paulo. (Fone: 272 - 1532).
3. Berse - Artigos para Laboratórios Ltda. Rua Barão de Jaguara, 1451; Campinas; S.P.. (Fone: 2 - 4424).
4. Cideral - Comércio e Importação de Rolamentos Ltda. Rua Florêncio de Abreu, 344; São Paulo. (Fone: 228 - 2055).
5. Ferrum - Indústria e Comércio de Peças Ltda. (Micro-motores, motoredutores, etc). Rua Ouvidor Portugal, 534; São Paulo. (Fone: 274 - 9044).
6. Ircan - (Pirômetro óptico). 7555 North Linder Avenue; Skokie; Illinois 60076; U.S.A.. (Fone: (312) 967-5151).
7. Kupper - Equipamentos S.A.. Rua Santo Irineu, 787; Vila Guercindo; São Paulo. (Fone: 276 - 6586).
8. Parker - Manufin do Brasil Ind. e Com. Ltda. (Anéis O-ring). Rua Guaipã, 509/527; V. Leopoldina; São Paulo. (Fone: 261 - 7811).
9. Politron - Ind. Nacional de Equipamentos Elétricos. Rua Fanfula, 55. São Paulo. (Fone: 276 - 4922).
10. Revec Pneumatic - Ind. Com. e Representação Ltda. (Mangueiras, Conexões, Anéis O-ring, etc). Av. Governador Pedro de Toledo, 1415; Campinas; S.P.. (Fone: 41-2224).
11. Rolamentos Paulista S/A. Rua Florêncio de Abreu, 411; São Paulo. (Fone: 227 - 1366).
12. Saturnia S.A. - Acumuladores Elétricos. Av. Octavio Braga de Mesquita, 204; Guarulhos; S.P.. (Fone: (011) 208-1222).
13. Shin Chisso Corporation LTD - Silicon Divison. 3-2, Marunouchi, 2 - Chome, Chiyoda - KU, Tokyo, Japan. (Fone: (231) 4571 - 4589).
14. Sideraço - Mercantil e Industrial Ltda. (Produtos Siderúrgicos). Av. Prestes Maia, 170; Campinas; S.P.. (Fone:

8 - 1052).

15. Vibrachoc do Brasil. Rua Santa Paula, 2; V. Clementino;  
São Paulo. (Fone: 549 - 2902).