

ABSTRACT

The effect of the drill rotation on the drilling process of the free machining AISI 303 and on the AISI 316 austenitic stainless steels has been studied. The tests were carried out using the machinability criteria based on the drilling at a constant feed force. Once we kept the feed force constant, we were able to figure out how the feed values vary as the rotation is changed in the drilling process with or without a previous hole. We could also realize how the rotation affects the 316 steel machinability rating relative to a rating of 100 assigned to the 303 steel. It has been observed that the transversal cutting edge is the main factor on the low efficiency of the drilling process without a previous hole, mainly if low rotations are concerned because of the high deformation degree impinged to the chip. As the rotation was increased the process efficiency improved, because the deformation degree diminished. The 316 steel machinability rating also increased, once the process efficiency improvement was greater in this case.

PURIFICAÇÃO DO ALUMÍNIO POR FUSÃO ZONAL

Rubens Caran Jr.⁽¹⁾
Paulo Roberto Mel⁽²⁾
Ana Maria Nazar⁽³⁾

RESUMO

É descrita a importância da técnica de fusão zonal, bem como sua aplicação na purificação do Alumínio em um equipamento desenvolvido para esta finalidade. Para avaliar o desempenho deste equipamento, foi usada a técnica de isótopos radioativos, pela adição de Zn^{65} como soluto no Alumínio. Esta amostra foi processada e ao final de uma passada da zona fundida, mediu-se a concentração de Zn^{65} , e assim obteve-se o perfil de distribuição de soluto resultante. Os resultados experimentais obtidos foram confrontados com dois modelos teóricos: um clássico e outro aprimorado. Esta análise mostrou que este último modelo apresenta melhor concordância com estes dados. Finalmente, concluiu-se que o conjunto experimental é apto para proceder este tipo de purificação.

(1) Membro da ABM, Engenheiro Mecânico, Mestre em Engenharia, Pesquisador do Laboratório MEC/ANTICOMP.

(2) Membro da ABM, Engenheiro Mecânico, Doutor em Engenharia, Professor Assistente Doutor da Faculdade de Engenharia da UNICAMP.

(3) Membro da ABM, Engenheira Civil-Metalúrgica, Doutora em Engenharia, Professora Assistente Doutora da Faculdade de Engenharia da UNICAMP.

1. INTRODUÇÃO

Os metais de grau eletrônico (alta pureza química) apresentam uma gama bastante complexa de aplicações na indústria eletro-eletrônica: fabricação de compostos semicondutores (GaAs, SiGe), dopagens destes compostos, contatos para circuitos integrados (Al), fios capilares para ligações destes circuitos (Au, Al-11 Si), fabricação de resistores (Ta, Nb), ligas supercondutoras (Nb_3Sn), etc. A importância destes metais, além de estratégica, é também econômica; o alumínio comercial (98% de pureza) custa em torno de 1 dólar/kg, enquanto que o alumínio de grau eletrônico (monocristalino; 99,99995%) chega a custar 2000 dólares/kg [1].

Baseados nestes aspectos é que está-se desenvolvendo a tecnologia de obtenção destes materiais, pois embora ela já exista em alguns poucos países, não é conhecida no Brasil [2].

A escolha do alumínio deveu-se ao fato desse metal ser bastante utilizado para a fabricação de películas evaporadas em circuitos eletrônicos, onde a pureza exigida é de 5 noves (99,9999%); além disso também é empregado na fabricação de fios capilares (± 50 μ m) para interligações entre o circuito integrado e os bornes externos.

2. ASPECTOS TEÓRICOS DO PROCESSO DE FUSÃO ZONAL

A técnica da fusão zonal consiste em se deslocar uma pequena zona líquida (em torno de 10% do tamanho total da amostra) ao longo de uma barra (figura 1). Com isso, as impurezas que apresentam maior solubilidade no metal líquido que no metal sólido (ou seja, tem um coeficiente de distribuição (k_0) menor que um) tendem a ficar na zona líquida e são arrastadas para o final da barra. As impurezas mais solúveis no sólido que no líquido ($k_0 > 1$), apresentam comportamento contrário, concentrando-se no início da barra (figura 2). Com isso, sua região central ficará purificada.

Os princípios teóricos desta técnica são fundamentados na teoria de redistribuição de soluto durante o processo de solidificação normal [3]. Através de uma análise teórica, é possível obter o modelo básico, segundo o qual se dá a relação do soluto desenvolvido por Pfann [4], que é dado por:

$$\frac{C_x}{C_0} = (1 - (1 - k_0) \exp(-k_0 \frac{x}{l})) \quad (1)$$

onde, C_x é a concentração de soluto no longo da barra, C_0 a concentração inicial, x a distância percorrida pela zona líquida e l o tamanho desta zona.

Este modelo matemático, foi elaborado, considerando que o coeficiente de distribuição de soluto permanece constante ao longo do processo [5]. Entretanto, este parâmetro recebe influências da temperatura, da densidade e da concentração do líquido adjacente a interface de solidificação. Este último fato mostra-se como o de maior significado no valor final de k_0 .

Com o objetivo de investigar este tipo de influência, Kingstev [6], partindo de equações termodinâmicas desenvolvidas por Tharmad et al [7], obteve a seguinte relação:

$$k(C_0) = k^* (1 + A C_0) \quad (2)$$

onde C_0 é a concentração de soluto no líquido, k^* seria o coeficiente de distribuição de soluto para pequena concentração e A um parâmetro termodinâmico dado pela equação:

$$A = \frac{1}{\Delta S_1^f} (R \ln k^* + \Delta S_2^f) \quad (3)$$

onde ΔS_1^f seria a entropia de fusão para os componentes da solução.

Esta equação, chegou-se ao seguinte modelo corrigido de distribuição de

soluto para a fusão zonal:

$$\begin{aligned}
 C_0(x)/C_0 - 1 - (1 - k^*) \exp\left(-k^* \frac{x}{l} \left(1 + \frac{2 A C_0}{k^*}\right)\right) + \\
 + 2 \left(\frac{A C_0}{k^*}\right) \exp\left(-k^* \frac{x}{l} \left(1 + \frac{2 A C_0}{k^*}\right)\right) - \\
 - \left(\frac{A C_0}{k^*}\right) (2 - k^*)^2 \exp\left(-k^* \frac{x}{l} \left(1 + \frac{2 A C_0}{k^*}\right)\right) + \\
 + \left(\frac{2 A C_0}{k^*}\right) (1 - k^*)^2 \exp\left(-2 k^* \frac{x}{l} \left(1 + \frac{2 A C_0}{k^*}\right)\right) \quad (4)
 \end{aligned}$$

quando o termo $A C_0/k^*$ é desprezível, esta equação se reduz a equação básica de fusão zonal (equação 1). Na figura 3, pode ser observado a influência deste termo no perfil de distribuição de soluto após uma passada de fusão zonal.

3. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

O equipamento utilizado para a purificação do alumínio foi um forno que havia sido desenvolvido para a purificação do estanho [5], com algumas modificações (figura 4).

	Estanho = 232
Ponto de fusão (°C)	Alumínio = 660
	Estanho = 0,64
Condutividade térmica (W/cm°C)	Alumínio = 2,37

O alumínio além de ter um ponto de fusão quase 3 vezes maior que o estanho, apresenta também uma condutividade térmica quase 4 vezes maior que aquele elemento. Fato se já encontrava-se dificuldades em manutenção e controle da zona líquida para o estanho [6], para o alumínio elas aumentaram.

Como esse tipo de forno apresenta uma perda de calor muito grande, a temperatura no resistor para a fusão do alumínio, tinha que ser muito maior que a temperatura de fusão deste metal (1000 contra 660°C). Esta alta temperatura implicava uma vida muito curta dos resistores de níquel-cromo utilizados e eles tiveram que ser substituídos por resistores de carbeto de silício, os quais apresentaram excelentes resultados.

O alumínio utilizado foi o comercial (pureza de 99,5% - tabela 1) com pequena adição de zinco radioativo. Fundia-se o alumínio com 0,1% em peso de zinco em um cadinho refratário e vazava-se num molde cilíndrico de 24 cm de comprimento por 1,4 cm de diâmetro. A barra produzida sofria uma usinagem superficial para a retirada da camada de óxido grosseira e era depositada numa barqueta de alumina, onde novamente era fundida, agora em atmosfera de argônio, para evitar oxidação. É necessário que a barra seja fundida e solidificada no cadinho antes da fusão zonal, pois estando com a forma deste, o contato térmico será maior, e facilitará a fusão zonal posterior. Tentou-se a fusão zonal de 2 barras colocadas juntas e quando a zona líquida passou pela região onde elas estavam unidas, houve fusão das duas partes, porém elas não emendaram. Isto se deveu ao oxigênio contido no argônio utilizado (ultra-puro da WHITE MARTINS e oxigênio máximo, segundo especificação = 1 ppm) ou pela entrada de oxigênio no sistema, através das roldas do tubo do forno (figura 4). Como a velocidade de solidificação é pequena (1 cm/h), o alumínio fica bastante tempo aquecido a alta temperatura, propiciando a formação de uma casca de óxido (Al_2O_3) que impossibilita a junção das barras. Para evitar-se este problema passou-se a trabalhar com uma barra contínua.

Uma opção, à primeira vista viável, seria a de se trabalhar num sistema evacuado, porém como o zinco tem um baixo ponto de ebulição ($405^\circ C \pm 10^{-1}$ mm Hg), se utilizássemos um sistema de vácuo, mesmo primário, provocaríamos a saída deste elemento. Isto alteraria a sua concentração prevista no alumínio, além de contaminar todo o sistema de vácuo com um elemento radioativo. Uma outra opção seria a de se encaixular a barra num tubo de quartzo, o que certamente dimi-

nuir a oxidação. Esta opção deverá ser tentada nas próximas experiências. Porém utilizando um cadinho de alumina, porque o alumínio não pode ser usado diretamente sobre o quartzo, pois ataca-o.

Sanados estes problemas operacionais, realizou-se a fusão zonal de uma barra de alumínio, com os seguintes parâmetros de processo:

- velocidade - 1 cm/h
- comprimento de zona - 2 (centro) a 4 cm (extremidades)
- comprimento da barra - 20 cm
- diâmetro máximo da barra - 2 cm (barra semicircular)
- número de passadas = 1

Após a fusão zonal esta barra foi cortada em pedaços de 1 cm, nos quais se fez a dosagem do Zn⁶⁵ com um contador de cintilações da HP modelo ORTEC.

4. APRESENTAÇÃO E DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

A barra de alumínio obtida na fusão zonal foi atacada com o seguinte reagente (especial para macrografia de Al):

- HCl concentrado (37%) - 640 ml
- HNO₃ " (65%) - 320 ml
- HF " (40%) - 40 ml

A macrografia obtida é mostrada na figura 5 onde se observa que houve uma razoável oxidação, principalmente nos extremos da barra. É bem provável que se a barra fosse encapsulada com gás inerte em quartzo, essa contaminação não ocorreria. Também nota-se que a extração de calor foi unidirecional (longitudinal), pela direção de crescimento dos grãos.

Na figura 6, tom-se o perfil de concentração de soluto obtido no processo juntamente com uma confrontação com modelos teóricos.

Como o coeficiente de distribuição do zinco no alumínio é aproximadamente 0,5 [9], sua tendência seria a de se concentrar no final da barra de alumínio,

o que realmente aconteceu. Isto confirma o sucesso operacional da experiência, ou seja, os equipamentos utilizados permitem a fusão zonal do alumínio.

Confrontando estes resultados experimentais com perfis teóricos de concentração de soluto obtidos pelas equações 1 e 4, nota-se que o modelo aprimorado [4] apresentou melhor concordância.

Esta concordância é mais visível na parte inicial da amostra. No decorrer do processamento, a concentração de soluto na zona líquida é incrementada, proporcionando o aparecimento do superresfriamento constitucional [10]. Este fenômeno não é levado em consideração pelos modelos teóricos, o que justifica a diferença notada principalmente na região final da amostra.

5. CONCLUSÕES

A análise do processo de fusão zonal realizada permite concluir:

- a) O modelo teórico de fusão zonal modificado mostrou ser mais preciso que o modelo convencional quando confrontado com dados experimentais.
- b) O equipamento usado, aliado às alterações em sua fonte de aquecimento mostrou ser apto a realizar a purificação do alumínio.

Finalmente, deve-se ressaltar que este trabalho é apenas uma contribuição ao desenvolvimento do processo de purificação do alumínio por f.z.h.; novas experiências serão realizadas para o aprimoramento tecnológico deste processo.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem à TELEBRÁS - Telecomunicações Brasileiras S.A., que através do seu Projeto MCE - Materiais de Grau Eletrônico, desenvolveu na Faculdade de Engenharia da UNICAMP, proporcionaram a realização deste trabalho, como também agradecem ao Dr. K. Collins do Instituto de Química da UNICAMP, pe-

Te análise radioisotópica das amostras.

BIBLIOGRAFIA

- [1] MATERIALS RESEARCH CORPORATION - Materials for Research Catalog - 2 ed. Orangeburg, New York, 1979.
- [2] PRATES, M. - Dados e Idêntias - Rio de Janeiro, v. 3, nº 6, p. 24, 1978.
- [3] COWH JR., R. - Dissertação de Mestrado, Faculdade de Engenharia da UNICAMP, Campinas, S.P., 1983.
- [4] FIVAN, W.G. - Zone Melting, 2 ed., N. Y., 1966.
- [5] MEI, P.R. - Dissertação de Mestrado, Faculdade de Engenharia da UNICAMP, Campinas, S.P., 1979.
- [6] KINGTSEY, A.N. - Sov. Phys. Sol. State, v. 2, p. 793, 1960.
- [7] THREKID, C.D.; STRUTHERS, J.P. - J. of Phys. Chem., v. 57, p. 331, 1953.
- [8] MEI, P.R.; BARBOSA, L.C.; PRATES, M. - Anais del Primer Congreso Nacional de Metalurgia, Santiago, n. 204, 1979.
- [9] NAZAR, A.M.M.; CLYNE, T.V. - Anais del Primer Congreso Nacional de Metalurgia, Santiago, p. 216, 1979.
- [10] COWH, JR., R.; GARCIA, A. - Anais do Seminário de Metalurgia Física e Tratamentos Térmicos - ANM, Belo Horizonte, M.G., p. 33, 1983.

Elemento	1 Peso
Zn	0,005
SI	0,120
Fe	0,690
Cu	0,002
Mg	0,190
Nb	0,002
Ni	0,004
Al	99,587

Tabela I - Composição do alumínio utilizado (antes da dopagem com radioisótopo de Zn).

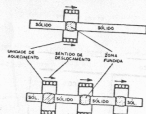


Fig. 1 - Esquema básico de um processo de purificação por fusão zonal com:
(a) 1 fonte de aquecimento
(b) 3 fontes de aquecimento.

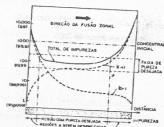


Fig. 2 - Redistribuição de impurezas durante a fusão zonal.
As curvas $k > 1$ concentram-se no início do lingote e as curvas $k < 1$ no final deste, sendo estas regiões desprezadas após o processo.

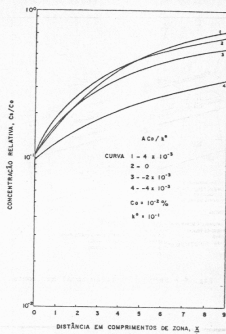
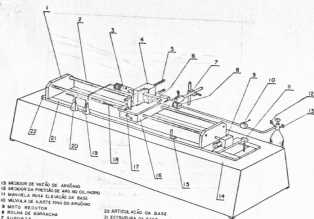


Fig. 3 - Influência do termo AC_0/k^* em perfis de distribuição de soluto obtidos pelo processo de fusão zonal.



- 13 MEDIDOR DE VÁCUO DE AQUECIMENTO
- 12 MEDIDOR DE POSIÇÃO DE ANIL NO COLIMADOR
- 11 MONTAGEM A PRESSÃO DE AQUECIMENTO DE PRESSÃO
- 10 MONTAGEM DE AQUECIMENTO DE PRESSÃO
- 9 MOTOR REDUTOR
- 8 PLACA DE JUNÇÃO
- 7 SUPORTE
- 6 CILINDRO COM MATERIAL A SER FUSO
- 5 MEDIDOR DE CARGA DE AQUECIMENTO
- 4 TUBO DE SEGURANÇA
- 3 TUBO DE CARGA
- 2 BARRAMENTO
- 1 PLACA SUPORTE
- 18 ARTICULAÇÃO DA BASE
- 17 ESTRUTURA DA BASE
- 16 SUPORTE COM AQUECIMENTO
- 15 FRENOS DE SEGURANÇA
- 14 PNEU
- 13 SISTEMA DE ENLAÇE E UNDO ADJETIVO
- 12 BASE DE ENLAÇE DE AQUECIMENTO
- 11 CHAVE LIMITADORA DE CURSO
- 10 MESA

Fig. 4 - Forno para fusão zonal horizontal.

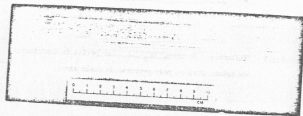


Fig. 5 - Macroestrutura do lingote de alumínio obtido por fusão zonal (0,7 x).

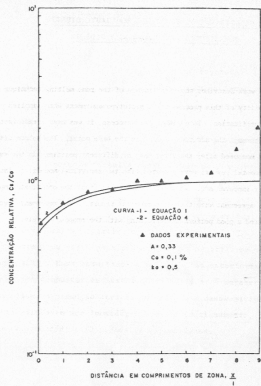


Fig. 6 - Comparação entre os modelos analíticos e os resultados experimentais.

ABSTRACT

This work describes the significance of the zone melting technique and the feasibility of this process for a prototype equipment when applied in aluminum purification. To evaluate this process, it was used a radioisotopes technique through the addition of Zn^{65} in the base metal. The solute distribution was measured after the first pass at different positions in the sample. The experimental results were compared with two analytical models: a classical and another improved one. This analysis attested that the optimized model has better agreement with these experimental results. The equipment developed presented a good performance agreeing with the proposed models.

ESTÁGIO ATUAL DOS PROCESSOS DE PURIFICAÇÃO DE SILÍCIO E PRODUÇÃO DE CLOROSILANOS

Rodnei Bertazzoli⁽¹⁾Antonio Celso Fonseca de Arruda⁽²⁾RESUMO

O presente trabalho faz uma revisão dos métodos usados na purificação do silício. Ressalta, também, a eficiência dos processos de purificação mediante a transformação do silício metalúrgico em clorosilanos, para posterior deposição epitaxial de silício policristalino a partir de triclorosilano ($SiHCl_3$), e produção de preformas de vidro para fibras ópticas a partir de tetraclorosilano ($SiCl_4$). Como resultado de experiências anteriores na produção destes compostos em instalações de vidro, é apresentada a segunda fase de produção através do projeto e desenvolvimento de uma planta piloto em aço inoxidável, ora em funcionamento, com capacidade de produção de 20 kg/mês de clorosilanos.

(1) Membro da ABM, Físico, Mestre em Engenharia e Pesquisador do laboratório MGE - UNICAMP.

(2) Membro da ABM, Doutor em Engenharia e Professor da Faculdade de Engenharia de Campinas - UNICAMP.