

- suas propriedades físicas e mecânicas -

Baptista Gargione Fº (1)

RESUMO

Descrevemos as condições de crescimento dos "whiskers" de cobre, ferro e cobre+ferro pela técnica de redução de seus halogenetos com hidrogênio. "Whiskers" que apresentam uma enorme variedade de formas também são relatados. Difração de raios X em "Whiskers" de cobre e ferro e medidas goniométricas atestam a monocristalinidade e indicam as orientações (110) e (100) para o cobre e (110) para o ferro como prováveis. Medidas da resistência mecânica de "whiskers" de Cu+Fe indicam que a resistência média varia com o inverso do diâmetro no intervalo 25u d 100u.

(1) Membro da ABM. Físico pela Universidade de São Paulo; M.C. pelo I.T.A.; professor assistente do Depto de Física do ITA- São José dos Campos, S.P.

481

Os cristais crescem de um vapor por meio de dois métodos gerais: condensação de um vapor supersaturado e reações químicas. Pelo processo de condensação os átomos ou moléculas do vapor que colidem com a superfície, são absorvidos, cedendo parte de sua energia latente de condensação quando então migram ao longo da superfície do cristal. Durante sua vida média quando eles encontram um lugar de crescimento, incorporam à rede cristalina, cedendo a restante energia de condensação; outras vezes simplesmente evaporam.

Pelo processo químico, os átomos ou moléculas do vapor são quimicamente diferentes do cristal que cresce. Para metais as espécies de vapor podem ser halogenetos, carbonilas, ou compostos organo-metálicos. As moléculas do vapor são absorvidas pela superfície onde são têrmicamente decompostas ou quimicamente reduzidas para ceder os átomos do metal. O mecanismo de crescimento é muito complexo e detalhes atomísticos são desconhecidos.

O crescimento a partir de um vapor tem aplicação comercial na aplicação de cristais luminescentes (sulfeto de zinco, sulfeto de cádmio) e em cristais semicondutores (silício, germânio). O crescimento de cristais metálicos a partir do vapor é de pequena importância tecnológica, devido ao fato de que grandes cristais metálicos puros podem ser obtidos mais fãcilmente por solidificação. Apesar disso, há um aumento na investigação de cristais crescidos a partir do vapor porque estes muitas vezes apresentam propriedades fora do comum. Talvez o maior impulso nos últimos anos para o crescimento de cristais metálicos a partir do vapor tenha sido a descoberta dos "WHISKERS".

Em princípio, qualquer crescimento fibroso de um sólido pode ser visto, a priori, como uma forma de "whisker". Um dos mais conhecidos crescimentos fibrosos se refere aos "cabelos de prata". Sua ocorrência natural é conhecida desde 1574 conforme citado no "Treatise on Ores and Assaying of Erker", traduzido para o inglês por Sisco e Smith (1957). Observações posteriores destes cabelos - continuaram durante os séculos XVIII e XIV. Os primeiros trabalhos

completos de que se tem conhecimento são devidos a Lehmann (1888), Schmidt (1911), Mügge (1913) e Puchner (1917). Contudo, cristais com poucos microns de diâmetro e alguns milímetros de comprimento - "whiskers" foram reportados pela primeira vez como um fenômeno espontâneo, capaz de produzir curto-circuitos em equipamentos telefônicos onde a distância entre os componentes era muito pequena. - Estes filamentos, de espessura aproximadamente um décimo da espessura do cabelo humano, cresciam da superfície destes componentes e, quando tocavam os outros elementos, provocavam estes "curtos".

Uma investigação sistemática teve início na "Bell Telephone Laboratories" a fim de descobrir as causas de seu crescimento e como ele poderia ser controlado. Em 1952 foi descoberto que os "whiskers" de estanho retirados de uma peça de equipamento defeituoso era mil vezes mais resistente que o metal comum de estanho. Esta brilhante descoberta e outras investigações levadas a efeito a partir desta data, tornaram possível explicar um problema que há quase - meio século confundia os pesquisadores: a discrepância entre as resistências mecânicas teórica e real dos sólidos.

Em março de 1958 cêrca de sessenta cientistas, pertencentes a universidades e laboratórios de pesquisas industriais da Inglaterra e Estados Unidos, reuniram-se no "Cavendish Laboratories", Cambridge, e no "Tube Investments Research Laboratories", Hinxton Hall, para uma discussão informal a respeito das propriedades mecânicas dos "whiskers". A principal finalidade do encontro era rever o presente estado de conhecimento das altas resistências mecânicas observadas quando uma (ou duas) dimensão de um espécime é reduzido a um pequeno valor.

Na referida reunião discutiu-se sôbre os possíveis mecanismos de crescimento de "whiskers" com base na "teoria das discordâncias". Foi sugerido que, no caso particular dos "whiskers" de mercúrio, o crescimento deva ocorrer pela presença de uma discordância - em hélice segundo o eixo do cristal. O mecanismo de crescimento não é claramente compreendido, mas há forte indicação de que o mesmo - possa ser controlado. Este fato, certamente implicará no desenvolvimento de novas técnicas de crescimento de diferentes "whiskers".

Um grande número de medidas e observações referentes às propriedades mecânicas dos "whiskers" metálicos foram apresentadas.

Estas e outras hipóteses levantadas naquele conclave poderão conduzir a uma compreensão das propriedades não comuns dos "whiskers", quer do ponto de vista teórico, ou do ponto de vista ex

487

perimental. Teórico porque poderá não só ser a chave para explicar a natureza da resistência mecânica e plasticidade mas também testar certas teorias básicas, hoje em uso. Experimental porque além de permitir investigações de fenômenos de estado sólido, tais como estudos das paredes dos domínios magnéticos, estudos de supercondutividade e outros, poderá nos conduzir à preparação de um material, composto de "whiskers", que permita o aproveitamento do seu elevadíssimo limite de resistência tênsil.

II. O ESTADO ATUAL DA PESQUISA

II.1 - Crescimento por condensação e redução de halogenetos: O crescimento anisotrópico de cristais metálicos foi estudado primeiramente por Volmer e Estermann⁽¹⁾ (1921). Observaram que plaquetas delgadas de mercúrio em superfície de vidro para temperatura de (-) 63,5°C, cresciam aproximadamente 10.000 vezes mais rápido segundo a largura em comparação com a espessura. Sears⁽²⁾ (1955) repetiu este trabalho e encontrou "whiskers" juntamente com as plaquetas. Este mesmo pesquisador encontrou que "whiskers" de zinco e cádmio crescem em grande número a partir de metais tri-distilados em vácuo da ordem de 10^{-6} Torr..

Em 1957 Coleman e Sears⁽³⁾ mostraram que, no caso dos "whiskers" de zinco, obtêm-se melhores resultados quando são crescidos na presença de gases inertes puros. Usando a técnica de Coleman e Sears, Cabrera e co-autores (Cabrera e Price⁽⁴⁾ (1958); Coleman e Cabrera⁽⁵⁾ (1957) cresceram "whiskers" de zinco em atmosfera de hélio. Juntamente com os "whiskers" encontraram plaquetas hexagonais e triangulares.

As técnicas de crescimento de Sears e de Coleman e Sears foram usadas por Melmed e Gomer⁽⁶⁾ (1961) para crescer cristais delgados de numerosos metais para utilização em microscopia de emissão de campo. "Whiskers" crescidos em alto vácuo ($p \cdot 10^{-9}$ Torr) têm superfícies limpas e apresentam uma resistência capaz de suportar grandes esforços causados pelo campo eletrostático. Este método também permite crescer "whiskers" de materiais, em particular metais, que por outra técnica são difíceis de serem crescidos. Os "whiskers" crescidos por esta técnica apresentam espessura de 50 a 200 Å e aproximadamente 15u de comprimento (vide tabela 1).

Com o advento da indústria de lâmpadas ganhou importância

a deposição de metal por redução de halogenetos. A primeira patente data de 1893 e se refere ao depósito de tungstênio em filamentos de carbono obtido a partir da redução do hexacloreto de tungstênio com hidrogênio. A redução de halogenetos foi posteriormente utilizada por Koref⁽⁷⁾ (1922) para crescer monocristais de W, Zr, Ta, Ti, etc. em fios de tungstênio. O método consiste no aquecimento de um cristal filamentar de tungstênio, a uma temperatura de 1000°C aproximadamente, em um fluxo de hidrogênio saturado com WCl_6 a 120°C, e uma pressão total de 12 Torr. Este processo com pequenas modificações é a base para a produção metalúrgica DE Zr, Hf, e Ti, de alta pureza.

Nos últimos anos, o interesse pelos cristais filamentosos cresceu enormemente devido às suas propriedades e perfeição fora do comum. "Whiskers" crescidos pela redução de halogenetos têm recebido particular atenção devido a grandes fibras que podem ser crescidas com equipamentos relativamente simples. Em adição a sua perfeição, os "whiskers" têm orientações mais definidas do que cristais preparados por outros métodos. Sua principal desvantagem é o diminuto tamanho, que exige manipulação cuidadosa.

Uma nova técnica de produção de "whiskers" pela redução de halogenetos metálicos com hidrogênio foi desenvolvida por Brenner (1956), cujos resultados são dados pela tabela 2.

T A B E L A 1

CRESCIMENTO DE "WHISKERS" METÁLICOS POR CONDENSAÇÃO

Metal	Temperatura (°C)		Meio ambiente	Comprimento máx. (mm)
	Fonte	Substrato		
Hg	-50	-63,5	vácuo	~2,5
Zn	375	350-375	vácuo	~1
	421	380-420	H ₂ :	17
	~500	20-40°C/in (gradiente)	10-600Tor He: 760Tor	div. milím.
Cd	330	250-321	vácuo	~1
	320	~290	A: 760 Tor	
Ag	940	850-940	vácuo	~0,1
K	55	58-62	vácuo	0,2 a 0,7
Ni	1271	700-900	alto vácuo	15x10 ⁻²

T A B E L A 2

CRESCIMENTO DE "WHISKERS" PELA REDUÇÃO DE HALOGENETOS METÁLICOS

Metal/Halogenetos	Temperatura (°C)	max (mm)	Observações
Cu CuCl CuBr CuI	430-800 600	~50	
Fe FeBr ₂ FeCl ₂	700 400-900	~20	Baixo fluxo de hidrogênio
Ag AgCl AgI	700-900 600	~10	
Ni NiBr ₂	700-900	~2	Reprodutibilidade pobre
Co CoBr ₂	550-850	~3	Naveta recoberta de Al ₂ O ₃
Pd PdCl ₂	960	~10	Argônio
Pt PtCl ₄	800	~3	

max = comprimento máximo

II.2 - Discordâncias e crescimentos de cristais: Clássica-
mente, o mecanismo de crescimento de um cristal requer soluções
muito supersaturadas a fim de que se formem continuamente novas -
camadas. Estas camadas, uma no topo da outra, são difíceis de se
obter devido à dificuldade de nucleação, cada vez que uma camada
esteja completa. Assim, se um átomo do vapor se condensa na super-
fície lisa, completa, ele pode unicamente ligar-se ao átomo ime-
diatamente abaixo dele e tem uma certa probabilidade de retornar
ao vapor antes mesmo que outro átomo chegue. Porém, se alguns áto-
mos já se condensaram na superfície, a fixação de outros torna-se
mais fácil, porque cada átomo tem agora vizinhos tanto dos la-
dos como na camada inferior (regiões de maior força de coesão). A
dificuldade maior está em se obter os primeiros inquilinos, depois
do que é relativamente fácil atrair outros. Quando a camada se -
completa, o processo recomeça. (fig. 1)

Quando se trata de vapor pouco supersaturado, este meca-
nismo não pode explicar o crescimento de cristais. Neste caso, F.
C. Frank considerou que o crescimento pode ser devido à presença
de discordâncias em hélice. Quando estas discordâncias intercep-
tam a superfície do cristal, deixam "degraus permanentes". Novos
átomos podem agora condensar-se nesta região onde há mais átomos
vizinhos; a camada vai crescendo em espiral, em torno da discor-
dância em hélice (fig. 1).

Foi G.W. Sears ⁽⁸⁾ quem combinou os conceitos da teoria -
do crescimento clássico e do crescimento em hélice, para explicar
o mecanismo de crescimento dos "whiskers". Ele sugeriu, em sua
teoria, que "o crescimento dos "whiskers" ocorra pela ação de uma
única discordância em hélice segundo o eixo do mesmo". Sendo na
ponta a superfície perpendicular à discordância, ela apresentará
degraus de crescimento permanente. Quando o "whisker" que está -
surgindo é exposto ao seu vapor pouco supersaturado, a ponta cres-
ce rapidamente pelo mecanismo de Frank; os lados crescem muito de
vagar pelo mecanismo clássico.

II.-3 - Propriedades : Apesar de suas origens serem as
mais diversas, conforme a técnica utilizada, os "whiskers" pos-
suem um certo número de propriedades em comum. Um grande número
deles são "monocristais"; crescem mais rapidamente segundo seu
comprimento do que segundo seu diâmetro. São tão fortes como as
mais fortes ligas.

II.3.1 - Cristalografia: Diagramas de difração de raios X através do método de Laue e rotação, indicam que os "whiskers" retos, bem desenvolvidos, são monocristais. A seguinte distribuição de orientações de crescimento é conhecida:

<u>Tipo</u>	<u>Orientação</u>	<u>Referências</u>
<u>Cobre</u>	(111)	Brenner ⁽⁹⁾ S.S. (1956)
	(110)	Brenner S.S. (1956); Charsley ⁽⁴⁾ (1958)
	(100)	Brenner S.S. (1956) Charsley (1958); Suzuki ⁽⁴⁾ , Ikeda e Takeuchi (1956)
	(100)	Brenner S.S. (1956)
<u>Ferro</u>	(111)	Gorsuch ⁽¹⁶⁾ (1957)
<u>Prata</u>	(100)	Brenner S.S. (1956)
	(110)	Brenner S.S. (1956)
<u>Estanho</u>	(100)	Arnold ⁽⁴⁾ (1956); Treuting ⁽⁴⁾ (1957)
	(101)	Arnold (1956); Treuting (1957)
	(111)	Smith e Rundle ⁽⁴⁾ 1958

II.4 - Propriedades mecânicas: As propriedades mecânicas de "whiskers" são normalmente testadas por flexão e tração. Os testes de tração de "whiskers" requerem técnicas especiais (10,-11,12,13,14,15) as quais são descritas na literatura. Em alguns testes somente a força no "whisker" era medida enquanto que em outros eram medidas a força e a deformação.

A tabela abaixo mostra-nos os valores medidos da deformação elástica máxima, tensão máxima, modos de fabricação de uma grande variedade de "whiskers" e até que ponto estes se aproximam de um cristal perfeito conforme satisfaça a relação :

$$\frac{l}{100} \quad \frac{e}{G} \quad \frac{l}{10}$$

(ref. 17)

489

T A B E L A 3

Material	M.C.	max (%)	c. 10 ² (kgmm ⁻²)	G.10 ⁴ (kgmm ⁻²)	$\frac{e}{G}$	d(u)	R (kg mm ⁻²)	Ref.
Ferro	R.H.	4,9	13,40	2,03	1/15	1,60	2,8	10 18e 19
Cobre	R.H.	2,8	3,00	1,3	1/43	1,25	0,14	10 18e 19
Prata	R.H.	4,0	1,76	0,8	1/45	3,80	-	10 _e 19
Silício	C.V.	2,0	3,85	1,6	1/42	-	3,5	19
Grafite	C.V.	2,0	21,00	-	-	5,0	28,0	18 _e 19
Gloreto de sódio	P	2,6	1,10	-	-	1,0	0,07	18 _e 19

Nomenclatura

- M.C. ≡ método de crescimento
- R.H. ≡ redução de halogenetos
- C.V. ≡ condensação de vapor
- P.. ≡ precipitação
- max ≡ máxima deformação elástica
- c ≡ resistência máxima do "whisker"
- ≡ módulo de cisalhamento
- d ≡ diâmetro do "whisker"
- R ≡ resistência normal dos cristais

II.4.1 - Efeito do diâmetro na resistênciã : Gyulai (1954) determinou o comportamento dos "whiskers" de cloreto de sódio em função do seu diâmetro (fig. 2). Em 1956, Brenner⁽¹⁰⁾ repetiu as medidas para os "whiskers" de ferro e cobre e verificou que as resistências médias destes "whiskers" são aproximadamente proporcionais aos inversos de seus diâmetros, segundo a equação :

$$\cong \left(\frac{1630}{d} - 50 \right) \text{ kg/mm}^2 \text{ para } d \geq 25\mu \text{ (fig. 3)}$$

Convém notar que esta dependência da resistênciã com o diâmetro não foi observada em "whiskers" de cádmio e zinco (Coleman, Price e Cabrera⁽⁵⁾ (1957) no intervalo compreendido entre 1 e 10 μ de diâmetro. O mesmo acontece para os "whiskers" de silício para diâmetros entre 16 e 28 μ (Pearson, Read e Feldman⁽¹¹⁾ (1957).

A dependência do diâmetro e resistênciã, no caso dos "whiskers" de ferro e cobre, tem sido interpretada dizendo que estes - contêm um pequeno número de defeitos. A natureza dos defeitos é desconhecida até o presente. É questão duvidosa que os "whiskers" sejam livres de discordâncias ou fontes de discordâncias.

II.4.2 - Comportamento elástico: As propriedades mecânicas de uma grande variedade de "whiskers" foram estudadas através de diagramas "tensão versus deformação".

Brenner (1956) construiu os diagramas para "whiskers" de ferro com orientação (111) e (100) e "whiskers" de cobre com orientação (100). Grandes desvios da lei de Hooke foram observados para os "whiskers" de ferro enquanto que nenhum desvio da linearidade foi observado para "whisker" de cobre deformado em 2,8% em tensão e 3% em torsão. Os resultados de Brenner indicam que a orientação dos "whiskers" para afetar muito pouco o limite de elasticidade - (fig 4).

Os valores do módulo de elasticidade são difíceis de serem determinados com precisão devido ao erro na medida da área da seção reta dos "whiskers".

II.4.3 - Comportamento plástico : Quando uma barra comum de cobre é tracionada observa-se um alongamento elástico de aproximadamente 0,1% de seu comprimento original. Se a tensão é retirada a barra volta à sua forma original. Quando a tensão é aumentada fo

ra do limite elástico, a deformação torna-se permanente e a barra comporta-se plásticamente. A passagem do comportamento elástico para o plástico ocorre gradualmente. A barra torna-se mais resistente para maiores deformações. A resistência final é muitas vezes aquela que possuía para o ponto de transição.

Em "whiskers" de cobre a região de comportamento elástico é muito maior e um único "whisker" pode se alongar 3% de seu comprimento original antes de iniciar seu comportamento plástico. Este valor pode se elevar a 5% para "whiskers" de ferro. Além de um dado ponto, deformações elásticas deixam de obedecer à lei de Hooke e um acréscimo da tensão revela que a transição entre o comportamento elástico e plástico deixa de ser gradual, fazendo com que a resistência caia bruscamente de até um centésimo do seu valor antes da transição (fig 5).

É fato observado que os "whiskers" de ferro fraturam sem apresentar deformação plástica apreciável, enquanto que os "whiskers" de cobre podem fraturar-se da mesma maneira que "whiskers" de ferro ou em alguns casos apresentar deformações plásticas. Contudo todos os "whiskers" de prata investigados exibem deformação plástica considerável antes da fratura (Brenner⁽²⁰⁾ 1957).

Quando o limite elástico dos "whiskers" é excedido pode-se observar também a fluência. Somente algumas medidas isoladas de fluência em "whiskers" têm sido reportadas. Estas se referem ao zinco, cobre (Cabrera⁽⁴⁾ (1958) e silício⁽²¹⁾) (Pearson, Read e Feldman). As medidas em zinco e cobre foram realizadas à temperatura ambiente e são tidas pelo pesquisador como preliminares. A "fluência" em "whiskers" de silício se refere à temperatura de 800°C. Para os "whiskers" de zinco a velocidade inicial de "fluência" é proporcional à tensão aplicada e igual aproximadamente a $10^{-3} / G \cdot \text{seg}^{-1}$. A máxima deformação devida à fluência é igual a $20 d$, onde d é o diâmetro em centímetros.

II.5 - Propriedades elétricas e magnéticas : A resistividade dos "whiskers" de ferro para temperaturas compreendidas entre 25°C e 500°C foi medida por Brenner. Os valores absolutos das mesmas são mais altos que os valores encontrados para a resistividade do ferro altamente purificado.

Para os "whiskers" de prata a resistividade a 4°K foi reportada por Hobbs e Stillwell⁽²²⁾ e mostrou ser menor que 0,05 do valor da resistividade a 273°K, enquanto que para os "whiskers" de

zinco e cádmio encontrou-se menor que 0,01 da resistividade a 273°K. Resultados discrepantes foram encontrados para os "whiskers" de cobre. Morelock⁽²³⁾ encontrou que a resistividade a 4°K é, aproximadamente, 0,01 da resistência a 273°K; Blewitt⁽²⁴⁾ encontrou o valor de $1,14 \times 10^{-7}$ cm para a resistividade a 4°K, a qual é menor que 0,8% da resistividade a 273°K.

Estas discrepâncias dos resultados devem-se a erros nas medidas das dimensões dos "whiskers".

Devido a sua orientação e à perfeição de suas faces, tem-se usado os "whiskers" de ferro na observação de domínios magnéticos. Foi constatado que para espécimes grandes, os domínios são retangulares quando o campo aplicado é normal ao eixo do "whisker". Numerosos modelos de paredes de domínios em "whiskers" com orientação (100) e (111) têm sido propostos por deBlois e Grahm⁽²⁵⁾. DeBlois e Bean⁽²⁶⁾ (1958) mediram a força coercitiva dos "whiskers" de ferro e valores menores que 0,01 oersted foram observados para domínios retangulares. Refinando esta técnica deBlois obteve valores tão altos como 480 oersteds para pequenas secções de "whiskers". De considerável significado é o fato de que a fôrça coercitiva varia periôdicamente com o comprimento do "whisker". A alta fôrça coercitiva dos "whiskers" de ferro tornou possível observar velocidades das paredes de domínios de 50 km/seg (DeBlois, 1958); reconhecidamente elevadas já que normalmente se observam velocidades menores que 0,5 km/seg em cristais comuns (fio de Ni-Fe).

De modo geral, pode-se dizer que o comportamento magnético dos "whiskers" de ferro é análogo ao seu comportamento mecânico, embora sua resistência magnética não seja dependente do diâmetro como o é a resistência mecânica.

III - PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

III - Arranjo experimental : Esta nova técnica de produção de "whiskers" foi primeiramente introduzida por Brenner; consiste na redução de certos halogenetos de determinadas substâncias, com hidrogênio, a uma temperatura bem determinada.

O equipamento consiste essencialmente de um forno tubular (tubo de vycor, quartzo ou aço inoxidável) cuja temperatura é medida através de um pirômetro indicador e regulador. Uma naveta contendo o halogeneto é introduzida no interior do forno por uma vareta de fio kanthal. Faz-se passar um fluxo conhecido de hidrogênio

através do forno, durante um certo intervalo de tempo, o qual é medido por um rotâmetro de área variável. Quando a redução cessa a naveta é puxada para uma câmara de resfriamento (fig 8, fot. 1).

III - 2.1 - Substância : Inicialmente trabalhamos com diferentes substâncias, ao invés de realizar número elevado de ensaios com uma mesma amostra. Escolhemos os cloretos, em pó ou em cristais, como um ponto de partida, de preferência cloreto férrico, cloreto ferroso, cloreto cúprico e cloreto cuproso. O crescimento de "whiskers" tornou-se possível quando estes cloretos são PRÓ-ANÁLISE. Tivemos a precaução de escolher dentre estes halogenetos pró-análise aqueles que se apresentam na forma de "pó" e que contenham o menor número de moléculas d'água. É fato experimental que os whiskers de cobre obtidos a partir do CuCl anidro ou CuCl₂ anidro sempre são obtidos com grande facilidade; o mesmo não acontece com o cloreto ferroso, pois, é preciso ter o cuidado de tomar FeCl₂.4H₂O, porque se o mesmo contiver seis moléculas da água o crescimento é extremamente difícil.

Dentre as substâncias ensaiadas selecionamos como satisfatórias na produção de "whiskers" as seguintes :

- FeCl₂.4H₂O pró-análise - "Merck" - lote No 54641
- CuCl anidro pró-análise - "Merck" - lote No 138.912
- CuCl anidro pró-análise - "Baker" - lote No 25.517

III - 2.2 - Temperatura : O fator mais importante no crescimento dos "whiskers" é a temperatura. Existe para cada halogeneto utilizado na redução uma temperatura ótima que depende do cristal que se quer crescer. Assim, quando crescemos "whiskers" de cobre a partir do CuCl anidro constatamos que a temperatura ótima de crescimento dos mesmos é aproximadamente 680°C. De modo análogo encontramos a temperatura de 700°C como sendo a temperatura ótima de crescimento dos "whiskers" de ferro a partir do FeCl₂.-4H₂O.

Do fato de que o desvio avaliado do pirômetro controlador de temperatura é de + 10°C e que existe um gradiente de temperatura na região de utilização do forno, somos conduzidos à afirmação que, na verdade, existe um intervalo de temperatura ótimo para cada substância utilizada na produção dos "whiskers". Observa-se que, fora deste intervalo de temperatura ótima, pode haver cres-

cimento, porém, dependendo da temperatura indicada pelo pirômetro (temperatura de referência) a redução pode durar desde alguns minutos até inúmeras horas.

III - 2.3 - Vasão de hidrogênio : A verificação da influência da vasão de hidrogênio no crescimento é tarefa complicada. Da análise de um grande número de ensaios pudemos verificar que a vasão deixa de ter influência no crescimento desde que se atinja determinado valor e se utilize o intervalo ótimo de temperatura. Bons resultados obtivemos para vasões compreendidas no intervalo de $100 \text{ cm}^3/\text{min}$ a $1500 \text{ cm}^3/\text{min}$.

III - 2.4 - Naveta : Os crescimentos dos "whiskers" de cobre e ferro foram feitos utilizando-se inicialmente navetas de porcelana e grafite. Verificamos que, quando se utiliza navetas do próprio material que se quer crescer no "whisker" há um aumento apreciável no seu número. É ainda observado que, após a redução do CuCl anidro, o fundo da naveta contém cobre reduzido e nas paredes laterais uma película de cobre de onde emergem os "whiskers". Este fato já havia sido observado por Brenner. Quanto aos "whiskers" de ferro, obtidos a partir do $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, constatamos crescimentos ao longo de toda a naveta, no fundo inclusive.

III - 2.5 - Tempo de Redução : O intervalo de tempo gasto na redução varia com a natureza da substância, quantidade utilizada e intervalo de temperatura. Com a fixação da temperatura torna-se evidente que o tempo de redução aumenta ao se passar de uma da substância na forma de pó para a de cristais, ou ainda conforme se passe de uma mesma substância com $4\text{H}_2\text{O}$ para outra contendo $6\text{H}_2\text{O}$. Um controle deste tempo de redução pode ser feito através de um "recrescimento".

IV - RESULTADOS

IV.1 - Crescimento : "Whiskers" dos seguintes metais foram crescidos de seus cloretos. A tabela abaixo mostra a temperatura de crescimento, além de algumas características observadas:

TABELA 4

Metal	Cloreto	Intervalo de temperatura (°C)	Temperatura ótima (°C)	Máximo comprimento (mm)
Cu	CuCl	650 - 720	690	47
Fe	FeCl ₂ ·4H ₂ O	550 - 750	700	25
Cu+Fe	FeCl ₂ ·4H ₂ O + CuCl	670 - 730	700	105

IV.1.1 - WHISKERS DE COBRE : Na obtenção dos "whiskers" de cobre fêz-se ensaios a partir de 600°C. Encontrou-se: (680 ± 30)°C como sendo o intervalo ótimo de temperatura indicado pelo pirômetro controlador.

Os "whiskers" de cobre crescem preferencialmente nas paredes laterais da naveta e os espécimes diferem marcadamente conforme se utilize navetas de cobre ou ferro. No primeiro caso - constata-se que a "densidade" de "whiskers" (número de "whiskers" por unidade de área) é elevada e que estes raramente atingem 15 milímetros de comprimento; no segundo caso esta densidade é bem menor e frequentemente os "whiskers" podem atingir comprimentos desde 30 até 50 mm.

Após o crescimento, a naveta é observada ao microscópio estereoscópico donde se tornou possível dizer que na sua maior parte os "whiskers" de cobre são retos, embora com relativa facilidade observam-se "whiskers" em espiral (fot. 2,3,4).

O diâmetro e superfície dos "whiskers" foram analisados num microscópio triocular Zeiss. No que se refere aos diâmetros dos "whiskers" de cobre pudemos observar que varia muito de um espécime a outro ou quando se passa da base de um mesmo espécime para a ponta. Diâmetros da ordem de 100 u são pouco frequentes e abaixo de 50 u encontramos com facilidade. A superfície dos "whiskers" de cobre varia muito, embora encontramos inúmeros com superfícies planas perfeitamente polidas.

Os "whiskers" de cobre com muita frequência apresentam ramificações laterais as quais podem ser retas ou em espiral.

IV.1.2 - WHISKERS DE FERRO : Na obtenção dos "whiskers"

de ferro, ensaiou-se a partir de 550°C com navetas de porcelana. Ao se atingir a temperatura de 650°C cresceram muitos whiskers de tamanho reduzido. Ensaio posteriores permitiram determinar - que a 700°C, utilizando-se naveta de ferro, o crescimento se dava ao longo de toda a naveta, no fundo inclusive, com apenas 15 minutos de redução.

Observa-se também que alguns whiskers crescem de um lado a outro da naveta dando-nos a impressão que, partindo de uma parede lateral, foram impedidos pela outra de continuarem o crescimento. Este tipo de whisker raramente atinge 25 milímetros; ao contrário do que se observa para os whiskers de cobre, diâmetros abaixo de 50 u são pouco frequentes. Comumente se encontram whiskers de ferro cujos diâmetros são superiores a 100 u, podendo atingir até 500 u.

Na sua maioria os whiskers de ferro são retos. É raro encontrarmos whiskers de ferro na forma de hélice.

WHISKERS MISTOS DE COBRE-FERRO : Do fato de que o intervalo ótimo de temperatura, na obtenção dos whiskers de cobre e ferro a partir do CuCl anidro e $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, era praticamente o mesmo, procuramos verificar a possibilidade de crescer um novo tipo de whisker metálico contendo cobre e ferro em diferentes proporções. Abaixo mencionamos os diferentes grupos de amostras de halogenetos que foram reduzidos :

- | | |
|---|--|
| 1. 95% CuCl anidro
5% $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ | 6. 50% CuCl anidro
50% $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ |
| 2. 90% CuCl anidro
10% $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ | 7. 40% CuCl anidro
60% $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ |
| 3. 80% CuCl anidro
20% $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ | 8. 30% CuCl anidro
70% $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ |
| 4. 70% CuCl anidro
30% $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ | 9. 20% CuCl anidro
80% $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ |
| 5. 60% CuCl anidro
40% $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ | 10. 10% CuCl anidro
90% $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ |

Mantendo-se uma massa constante e igual a 20 g para a mistura de cloretos e utilizando-se sempre naveta de ferro pudemos verificar :

- 497
1. Os whiskers crescem preferencialmente das paredes laterais da naveta desde que se utilize percentagens de cloreto de cobre elevadas. Para percentagens de cloreto de ferro maiores que 20% aparecem inúmeros whiskers crescendo também no fundo da naveta.
 2. Há regiões da naveta com predominância de whiskers de características do cobre, outras com brilho de ferro além daquelas regiões em que é evidente a participação de ambos os metais.
 3. A redução da mistura dos cloretos é considerada satisfatório para um tempo de redução compreendido entre 25 e 60 minutos e fluxo da ordem de mil centímetros cúbicos por minuto.
 4. Devido à geometria da naveta inúmeros whiskers são impedidos de continuarem o seu crescimento após a sua extremidade atingir a outra parede lateral da naveta.
 5. À medida que se eleva a percentagem de cloreto de ferro maior é a probabilidade de se encontrar whiskers retos. Para percentagens de cloreto de ferro superiores a 30% whiskers não retos raramente são observados. (Fots. 5 a 12)
 6. O diâmetro de diferentes whiskers pode variar desde alguns microns, para baixas concentrações de ferro, até valores superiores a 1 000 u para altas concentrações de ferro. Por exemplo, para 10% de cloreto de ferro observam-se variações de diâmetro superiores a 50 u conforme se passe da base do whisker para a ponta. De 23 whiskers analisados, apenas 2 apresentaram o mesmo diâmetro ao longo de toda sua extensão. O comprimento e diâmetro máximo observados para esta série foi de aproximadamente 80mm e 227 u respectivamente.
 7. A superfície dos whiskers mistos varia muito; à medida que se eleva a quantidade de cloreto de ferro na mistura esta torna-se porosa (Fotos 8 a 9).
 8. É frequente encontrar-se whiskers com ramificações; há predominância de ramificações retas (Fot. 10)
 9. Inúmeros whiskers apresentam geminação. Com frequência se observam ângulos de 90° e 60° . A distribuição destas geminações não foi determinada. (Fot. 11)

10. Para baixas concentrações de $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ (máximo 5%) aparecem whiskers que apresentam "defeitos" na superfície, que têm lugar durante o crescimento (Fot. 12).

IV.2 - RESISTÊNCIA MECÂNICA DOS "WHISKERS" : A dependência da resistência mecânica dos "whiskers" com o diâmetro foi determinada de duas maneiras :

1. Através do aparelho mostrado na fotografia 15. A carga é aplicada manualmente e sua intensidade é lida diretamente no dinamômetro.
2. Através de uma balança de precisão cuja capacidade é de 1.500 gramas. A sensibilidade é ajustada pelo fabricante para 5 miligramas (Fot. 16).

O "whisker" a ser testado tem seus terminais fixados em acessórios, por intermédio de cimento dental (Fot. 13 e 14). Após algumas horas é levado ao dispositivo de teste. Os resultados são apresentados no diagrama "Tração versus Deformação", conforme fig. 7. Como se pode notar os "whiskers" testados possuem diâmetros superiores a 25 μ e no máximo 200 μ . Estes diâmetros foram escolhidos tendo-se em conta que abaixo de 25 μ se requer técnicas de manuseio e equipamentos especiais.

D I S C U S S Ã O

Uma análise da naveta após a redução da mistura de cloretos revela a existência de regiões de crescimento de "whiskers" de cobre puro, ferro puro ou cobre + ferro. É razoável atribuir-se à variação de temperatura o que acontece. Devido ao gradiente de temperatura no interior do forno haverá regiões do mesmo em que a mistura de cloretos se encontra à temperatura ótima de crescimento de "whiskers" de cobre, ferro, ou de ambos.

A adição do cloreto de ferro ao cloreto de cobre pode afetar o crescimento dos "whiskers" de cobre. Misturas de CuCl anidro com $FeCl_2 \cdot 4H_2O$ reduzidas em navetas de ferro a $700^\circ C$ produzem "whiskers" de até 10 cm de comprimento. A quantidade, qualidade e propriedades variam acentuadamente conforme a procedência dos halogenetos. O comprimento dos "whiskers" crescidos a partir de uma mistura de halogenetos, varia com as dimensões da naveta a quantidade da mistura. É comum encontrar-se "whiskers" que, crescendo a partir de uma dada parede da naveta, são impedidos de continuar seu crescimento porque sua ponta toca a outra parede. Maiores comprimentos talvez pudessem ser observados se o forno tivesse geometria adequada.

Os "whiskers" de cobre crescidos em navetas de ferro formam-se diretamente a partir de uma fina camada do halogeneto reduzido e de preferência das paredes laterais da naveta. "Whiskers" de ferro crescidos em navetas de ferro surgem não só das paredes laterais como também do fundo da naveta. A simples colocação de uma tela de aço inoxidável, no interior da naveta de ferro mostra que os "whiskers" em aprêço podem nuclear-se na tela com grande facilidade. Dificilmente "whiskers" de ferro são capazes de nuclear-se em navetas de grafite. Os "whiskers" mistos de Cu + Fe são capazes de nuclear-se em navetas de ferro ou tela de aço inoxidável com muita facilidade. Não é bem compreendido o mecanismo de crescimento de "whiskers". Foi Gorsuch⁽¹⁶⁾ (1961) quem mostrou que os "whiskers" de ferro podem nuclear-se tanto em partículas de metal como óxido metálico com o agente nucleante determinando a orientação.

"Whiskers" de formas as mais variadas são formados durante a redução da mistura de halogenetos. A nova técnica de obtenção de "whiskers" mistos e outras observações dos mesmos revelam que, na ponta dos "whiskers" que crescem, aparecem "degraus". Foi Sears⁽⁴⁾ quem sugeriu que as pontas dos "whiskers" são lugares - preferidos de crescimento e que portanto somente delas podem emergir discordâncias em espiral. Nossas observações concordam com esta hipótese (Fotos 17 e 18).

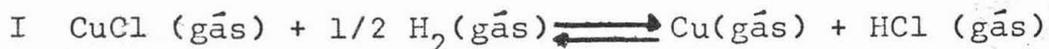
Difração de raios X mostrou que os "whiskers" de cobre e ferro puros são monocristais e que o "whisker" de ferro com orientação provável (110) é nucleado em ferro alfa. Gorsuch⁽¹⁶⁾ (1961) já havia observado com detalhe que "whiskers" de ferro com orientação (100) e (111) são capazes de nuclear-se em óxido de ferro e ferro alfa respectivamente. O óxido de ferro está contido nas substâncias comerciais e para sua fixação parece ser favorável um aquecimento rápido com hidrogênio.

Outras orientações prováveis, (110) e (100) para os "whiskers" de cobre e (111) para os "whiskers" de ferro, foram determinadas através das medidas dos ângulos suplementares das faces dos "whiskers" por meio de um goniômetro de reflexão. A determinação das orientações prováveis dos "whiskers" mistos por este processo mostrou-se ineficaz para a quase totalidade dos espécimens analisados.

O exame metalográfico de "whiskers" impregnados em pastilhas de lucite indica que o núcleo central dos "Whiskers mistos" de Cu + Fe pode ser constituído de um único elemento. Percentagens de cloreto de ferro, inferiores a 30% da mistura total conduzem, após a redução, a "whiskers" cujo núcleo central tem características de cobre puro e superposto a este encontra-se o ferro.

Experimentalmente, os "whiskers" de cobre e de ferro podem ser obtidos por redução do cloreto de cobre e cloreto de ferro com hidrogênio, à temperatura de aproximadamente 700°C. Uma tentativa ainda que grosseira, foi feita para explicar o crescimento dos "whiskers" de cobre, ferro e cobre + ferro, a partir das hipóteses :

a) As reações mais prováveis que possam ocorrer são as seguintes:



b) As constantes de equilíbrio das reações a 700°C são :

$$K_I = \frac{(P_{HCl}) (P_{Cu})}{(P_{H_2})^{1/2} (P_{CuCl})} \sim 10^5$$

$$K_{IV} = \frac{(P_{HCl})^2 (P_{Fe})}{(P_{H_2}) (P_{FeCl_2})} \sim 10^2$$

onde p denota a pressão parcial.

c) As condições de crescimento dos "whiskers" de cobre e ferro são :

temperatura 700°C

20 gramas de CuCl são reduzidos em aproximadamente
5 minutos

20 gramas de FeCl₂ são reduzidos em aproximadamente
15 minutos

Das condições impostas em c e dos valores das pressões de vapor do CuCl e FeCl₂, estimou-se as pressões parciais do cobre e do ferro para a temperatura de crescimento dos "whiskers", para diferentes proporções de HCl presentes na mistura.

Comparando estes valores das "pressões" (parciais) com os valores das pressões de vapor do cobre e do ferro a 700°C temos :

- 1) a "pressão" do ferro (gás) é 10¹⁰ a 10¹³ vezes maior que a pressão de vapor do ferro;
- 2) a "pressão" do cobre (gás) é 10⁹ a 10¹¹ vezes maior que a pressão de vapor do cobre.

Isto mostra que há "grande força" para deposição do vapor de ferro ou cobre para grandes variações de HCl na mistura. Assim, os produtos da reação quando se formam são imediatamente retirados, quer pelo depósito do metal (ferro ou cobre) quer pelo arrastamento do HCl. Nestas condições, a reação IV, tida como pouco pro

vável no sentido da esquerda para a direita (energia livre positiva) se processará completamente a esta temperatura.

A deposição do ferro, a partir do vapor bastante supersaturado dá origem aos "whiskers" de ferro. Análogamente, no caso dos "whiskers" de cobre a partir da reação I.

As pressões de vapor dos cloretos de cobre e de ferro indicam que o FeCl_2 é mais estável que o CuCl a 700°C . Decorre que, ao se reduzir uma mistura destes cloretos, é provável que o cobre se deposite inicialmente e que a seguir se deposite o ferro. Como consequência, podemos ter regiões contendo "whiskers" de cobre puro (mistos $(\text{Cu}+\text{Fe})$ onde o ferro se deposite sobre o cobre) ou de ferro puro quando todo o CuCl já houvesse sido reduzido. Este facto foi observado experimentalmente.

O efeito do diâmetro na resistência mecânica dos "whiskers" $\text{Cu}+\text{Fe}$ pode ser observada apesar da grande dispersão, principalmente quando o diâmetro é menor que 80 u. "A resistência media dos "whiskers" de $\text{Cu}+\text{Fe}$ é aproximadamente proporcional ao inverso do seu diâmetro" no intervalo : 25 u d 100 u. À medida que se aumenta a quantidade de cloreto de ferro no cloreto de cobre a resistência mecânica dos "whiskers" aumenta para valores menores que 80 u e tendem a valores aproximadamente iguais para diâmetros maiores que 100 u. (diagrama versus diâmetro). Ao se estimar a área da secção reta dos "whiskers", a partir de uma única dimensão, pode resultar indeterminações da ordem de 45% conforme se associe ao espécime uma secção reta quadrada ou circular. Isto acarreta desvios nas medidas da resistência mecânica da ordem de 30%. A curva da resistência mecânica dos "whiskers" de ferro coincide aproximadamente com a curva da resistência mecânica dos "whiskers" mistos obtidos a partir da composição : 95% CuCl + 5% $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$. É conhecido que em "whiskers" de cobre a tensão crítica de cisalhamento varia segundo sua orientação de crescimento e que seu valor médio é de $1,05\text{Kg mm}^{-2}$ segundo o eixo (111) (ref 4). São conhecidos os planos e direções de escorregamento mais prováveis para o cobre e ferro :

	P.E	D.E	
Cu	(111)	(101)	
FE-	(110)	(111)	(Ref. 29)

Os valores mais elevados da resistência mecânica dos "whis

kers" de Cu+Fe (obtidos a partir de percentagens de $FeCl_2 \cdot 4H_2O$ - maiores que 5%) em relação aos "whiskers" de ferro podem ser interpretadas admitindo a hipótese de que o movimento das discordâncias é extremamente difícil quando estas devem passar de um plano de escorregamento a outro, distinto do primeiro mas pertencente ao mesmo cristal.

C O N C L U S Õ E S

1. A técnica de redução de halogenetos metálicos com hidrogênio mostrou-se satisfatória no crescimento de "whiskers" de cobre, ferro e cobre+ferro.
2. Há grande influência da temperatura, naveta e composição dos halogenetos no crescimento dos "whiskers" de Cu, Fe e Cu+Fe. O intervalo ótimo de crescimento destes whiskers é $(700 \pm 40)^{\circ}\text{C}$. O material que constitui a naveta exerce grande influência no crescimento dos "whiskers". Melhores resultados quanto ao aproveitamento e facilidade de manuseio dos "whiskers" requerem navetas de ferro.
3. "Whiskers" de Cu e Fe alfa obtidos a partir do CuCl anidro e $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ reduzidos com hidrogênio mostraram ser monocristais. Medidas goniométricas indicam que as orientações dos "whiskers" eram (110) e (100) para o cobre e (110) e (111) para o ferro alfa.
4. "Whiskers" mistos de Cu+Fe normalmente apresentam um núcleo central com predominância de um dos elementos metálicos.
5. A resistência mecânica dos "whiskers" mistos Cu+Fe é maior que a resistência mecânica de qualquer um dos metais comuns que os compõe. A resistência mecânica dos "whiskers" Cu+Fe aumenta com o decréscimo do diâmetro no intervalo 25u d 100 u.

AGRADECIMENTOS

O autor agradece à FUNDAÇÃO DE AMPARO À PESQUISA DO ESTADO DE S.PAULO pela ajuda financeira indispensável à realização do presente trabalho. Ao Prof. WILLIAM G.R. CAMARGO, pela gentileza com que colocou à nossa disposição seus valiosos conhecimentos, além da aparelhagem da cadeira de Mineralogia da U.S.P..

B I B L I O G R A F I A

1. Volmer, M., e Estermann, I., Z. Physik 7, 13 (1921)
2. Sears, G.W., Acta Metalurgica 1, 457 (1955)
3, 361 (1955)

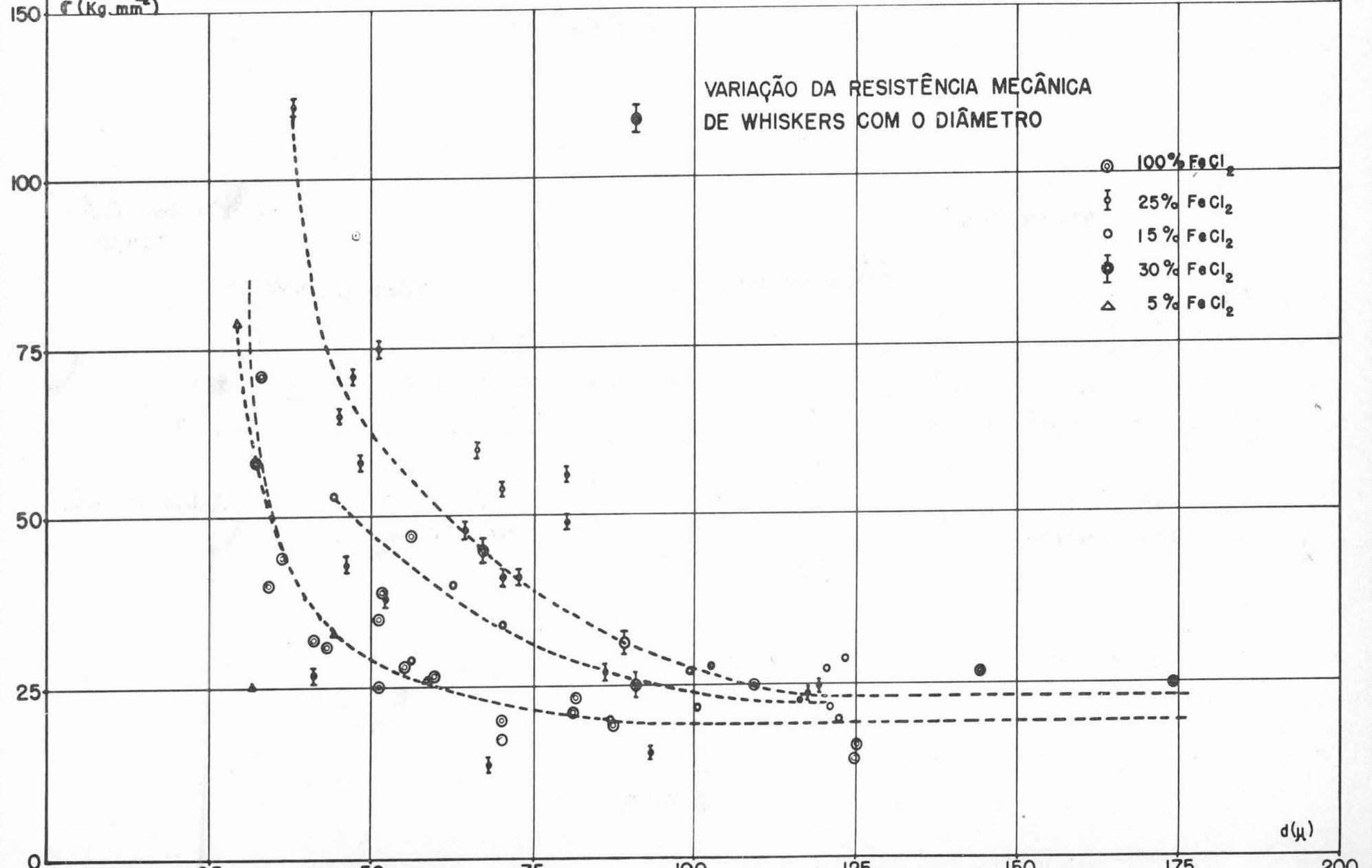
3. Coleman, R.V., e Sears, G.W., Acta Met. 5, 131 (1957)
John Wiley & Sons Inc. - 1963
4. Growth and Perfection of Crystals - editado por Doremus, R.H.,
Roberts, B.W., Turnbull, D. - John Wiley & Sons Inc. - 1962
5. Coleman, R.V., Price, P.B., e Cabrera, N., J. Appl. Physics 28,
181 (1957)
6. Melmed, A.J., e Gomer, R., J. Phys. Chem. 34, 1802, (1961)
7. Koref, F., Z. Elektrochem. 28, 511 - 1922
8. Sears, G.W., Nature 182, 296 - agosto 1958
9. Brenner, S.S., Acta Met. 4, 70 - 1956
10. Brenner, S.S., J. Appl. Phys. 27, 1484 - 1956
11. Pearson, G.L., Read, W.T., e Feldman, W.L., Acta Metal. 5,
598 - 1957
12. Eisner, R.L., Acta Met. 3, 414, - 1955
13. Hoffman, G.A.J. of Metals 10, 591 - 1958
14. Marsh, D.M., J. Sci. Instruments 38, 229 - 1961
15. Lemkey, F.D., e Kraft, R.W., The Rev. of Sci. Instruments 33,
No 8, 846 - agosto - 1962
16. Gorsuch, P.D., G.E. Research Lab. Rep. No 57-RL 1840 - 1957
17. Cottrell, A.H., Dislocations and Plastic Flow in Crystals - 1960
18. Nadgorny, E.M., Soviet Physics-Uspekhi 5, No 3, 463 - Nov. 1962
19. Nadgorny, E.M., Soviet Physics-Uspekhi 2, No 2, 282 - Mar. 1959
20. Brenner, S.S., J. Appl. Phys. 28, 1023 - 1957
21. Pearson, G.L., Read, W.T., e Feldman, W.L., Acta Met. 5, 181 - 1957
22. Hobbs, H.H. e Stillwell, E.P., Rev. Sci. Inst. 29, 653 - 1958
23. Morelock, C.R., G.E. Report No 61-RL (2.756 M) - 1961
24. Blewitt, T.H., Coltman R.R., e Redman, J.K., J. Appl. Phys. 28,
651 - 1957
25. DeBlois, R.W., e Grahm, C.D., J. Appl. Phys. 29, 528 - 1958
931 - 1958
26. DeBlois, R.W., e Bean, C.P., Bull. Amer. Phys. Soc., II, 3, 267
- 1958.-

.....

σ (Kg. mm⁻²)

VARIAÇÃO DA RESISTÊNCIA MECÂNICA DE WHISKERS COM O DIÂMETRO

- ⊙ 100% FeCl₂
- ⊥ 25% FeCl₂
- 15% FeCl₂
- ⊕ 30% FeCl₂
- △ 5% FeCl₂



$d(\mu)$

ESQUEMA DE MONTAGEM DO FÔRNO

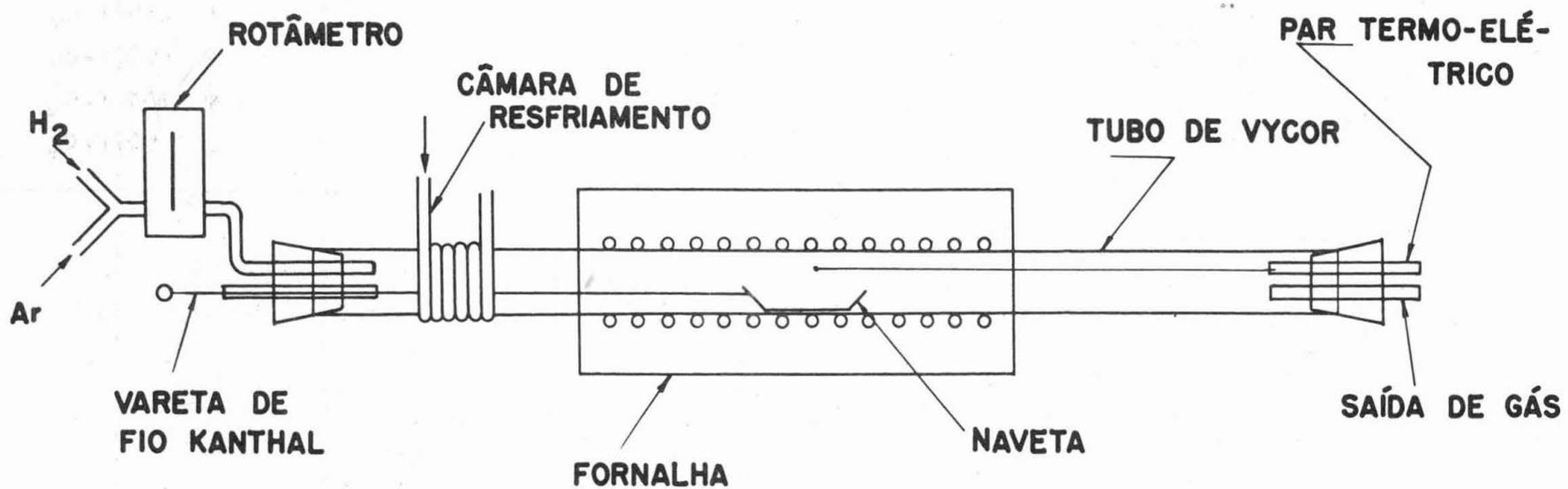


FIG. 8

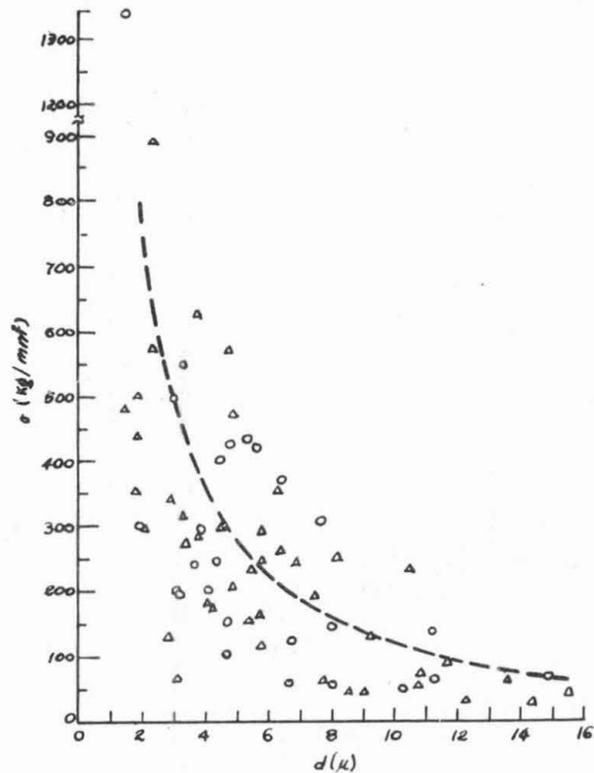


FIG. 3

EFEITO DO DIÂMETRO NA RESISTÊNCIA DE WHISKERS DE FERRO (BRENNER)

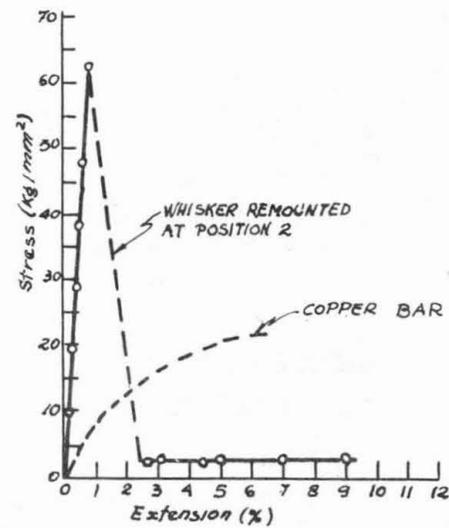


FIG. 5

RESISTÊNCIA DE UM WHISKER APÓS A REMOÇÃO DA REGIÃO DEFORMADA PLÁSTICAMENTE.

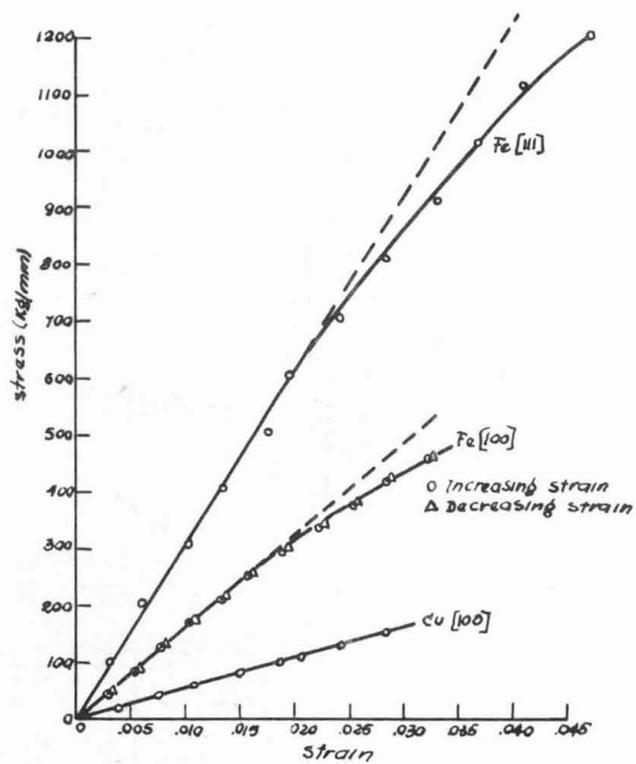


FIG. 4

CURVAS "STRESS-STRAIN" DE WHISKERS
DE COBRE E FERRO (BRENNER)

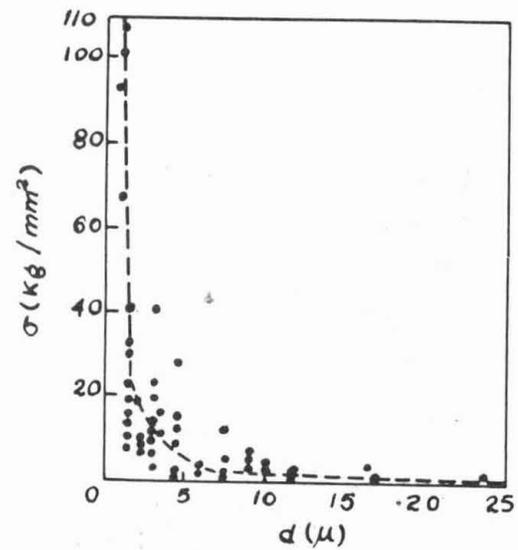
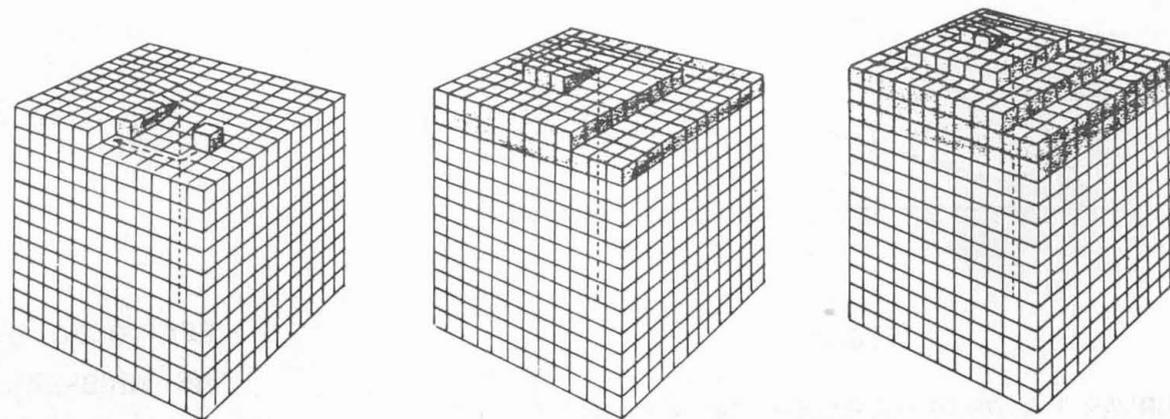
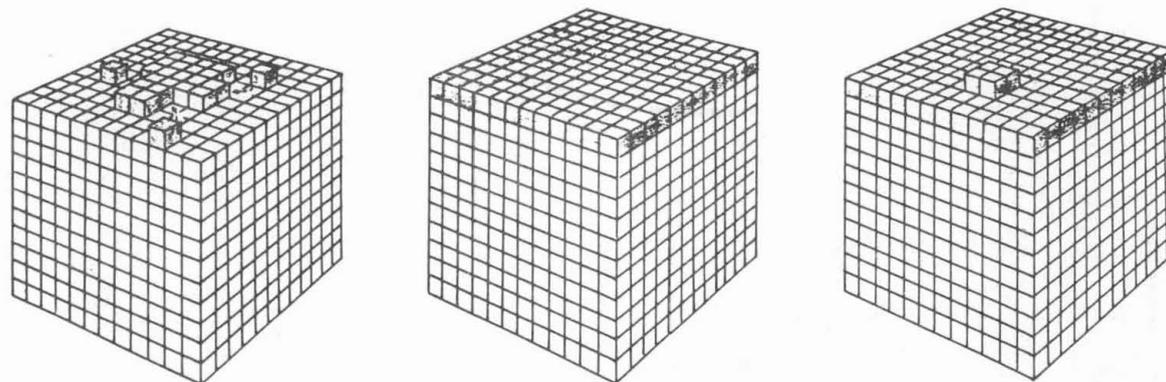


FIG. 2

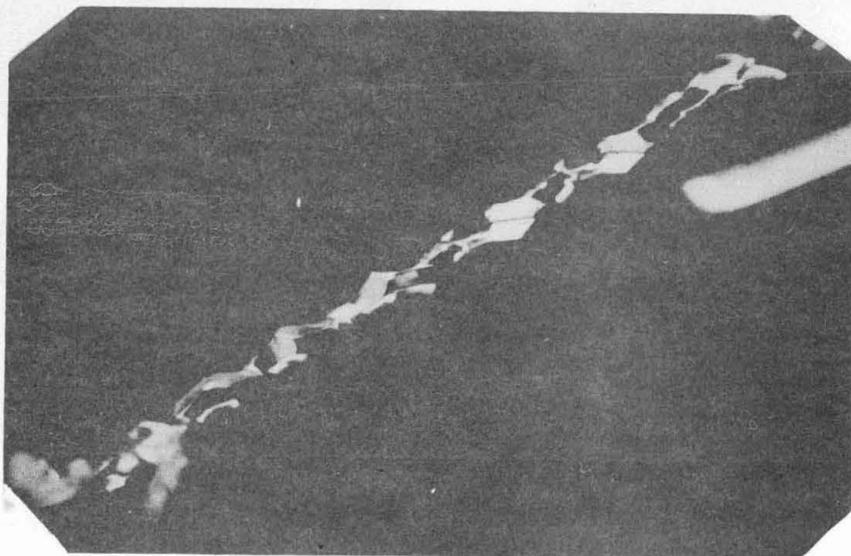
EFEITO DO DIÂMETRO NA RESISTÊNCIA
DE WHISKERS DE CLORETO DE SÓDIO
(GYULAI)

ESQUEMA DE CRESCIMENTO DE UM CRISTAL

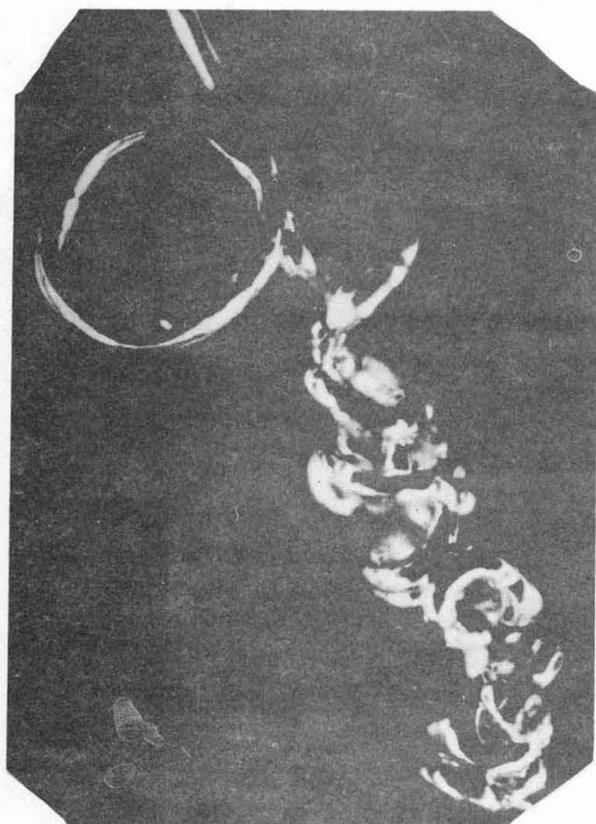
ALTA SATURAÇÃO



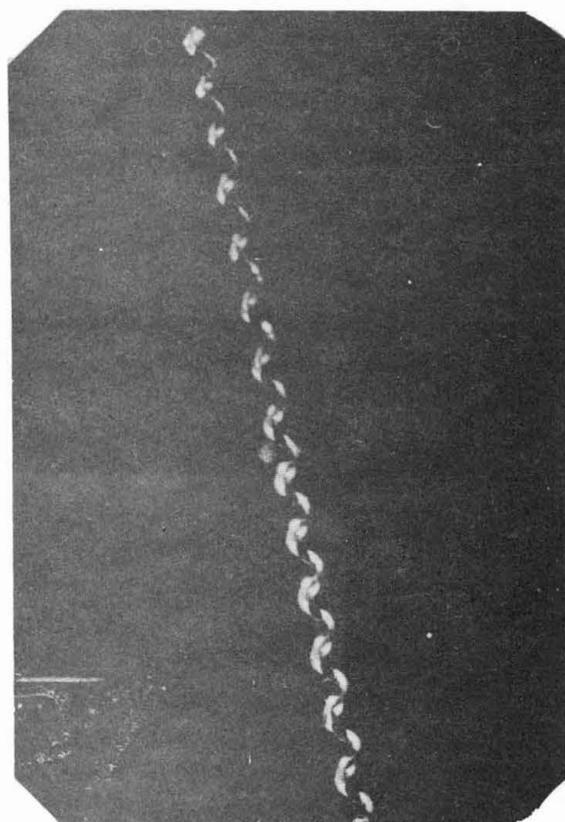
BAIXA SATURAÇÃO



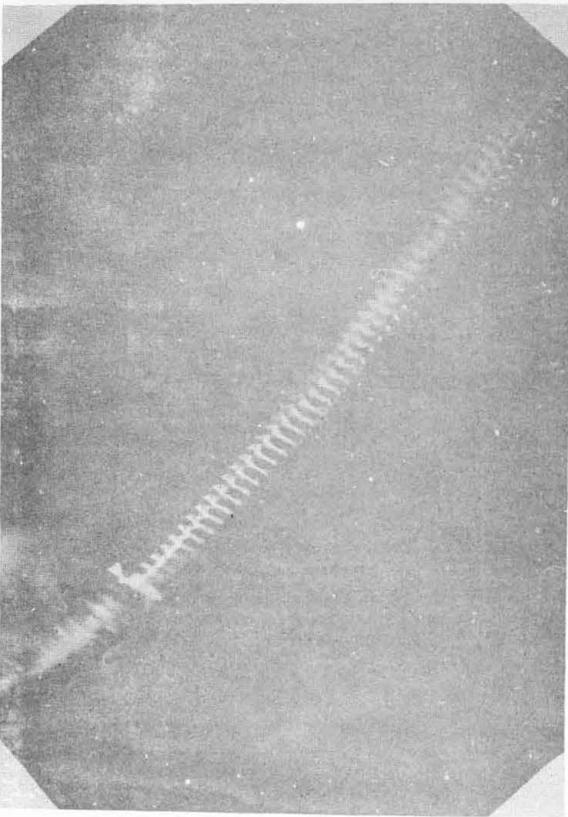
WHISKER FACETADO
AUMENTO :- 120 X
FOT. 2



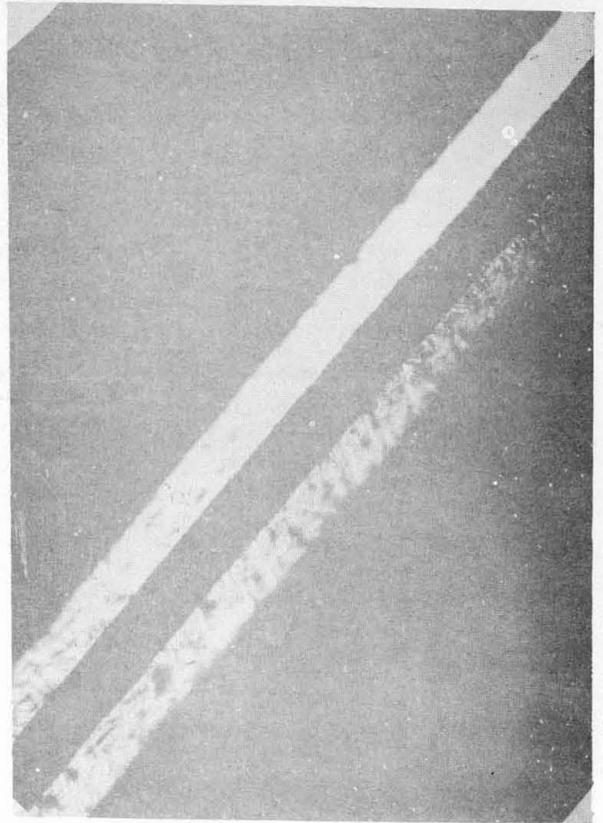
WHISKER ESPIRALADO
AUMENTO :- 125 X
FOT. 3



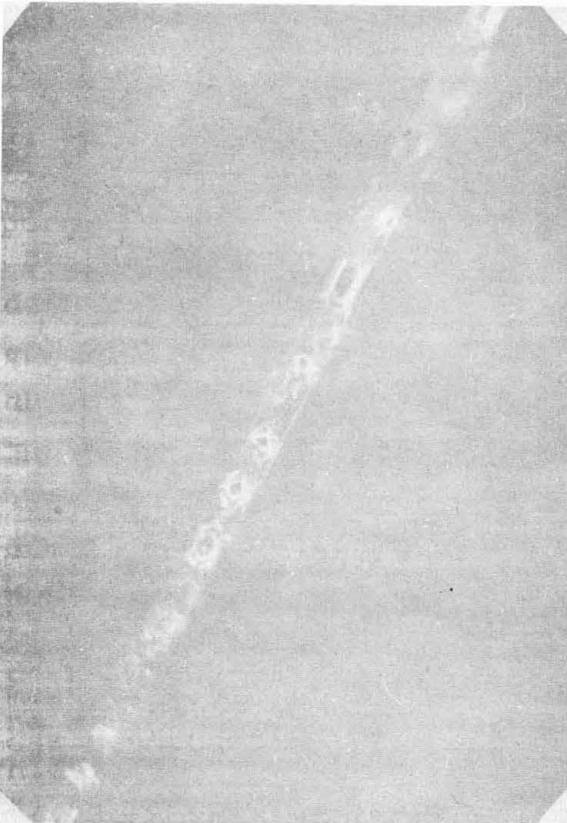
WHISKER TIPO SACARROLHA
AUMENTO :- 125 X
FOT. 4



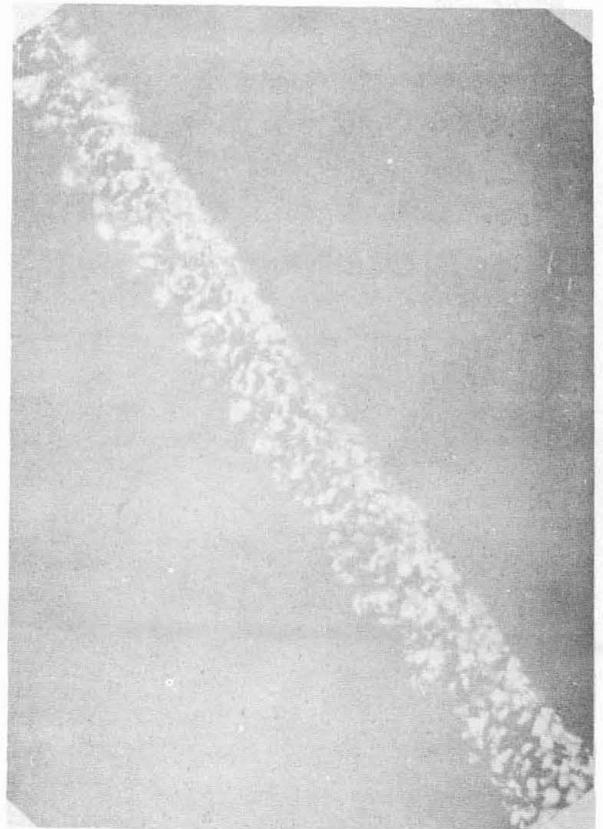
WHISKER MISTO
95% CuCl₂ + 5% FeCl₂.4H₂O
AUMENTO:- 190 X FOT. 5



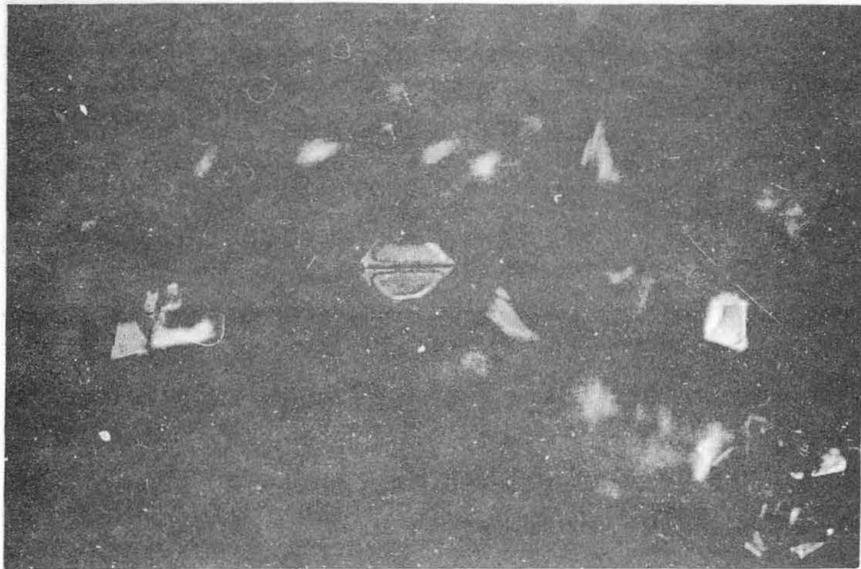
WHISKER MISTO
90% CuCl + 10% Fe Cl₂. 4H O
AUMENTO :- 85 X FOT. 6



AUMENTO :- 300 X
50% CuCl + 50% Fe Cl₂
FOT. 7

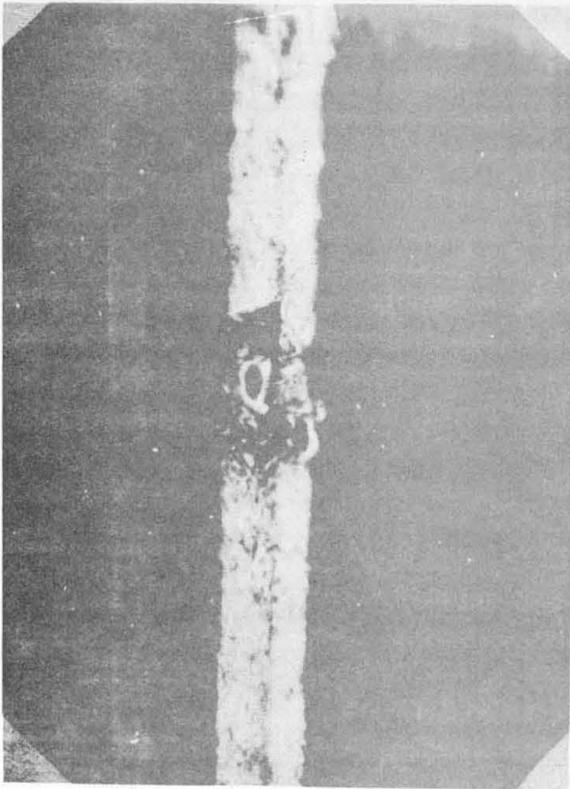


AUMENTO :- 80 X
ALTA PERCENTAGEM DE FeCl₂
FOT. 8

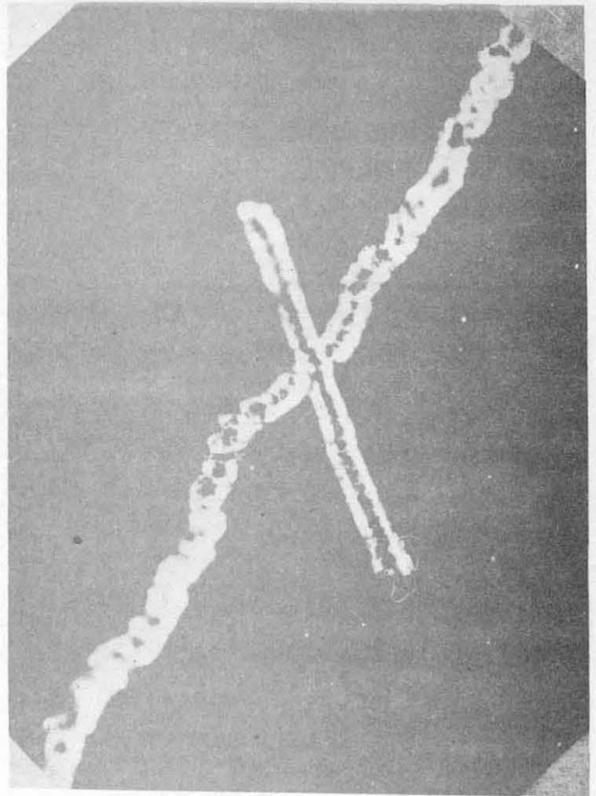


AUMENTO : 200 X
95% CUO + 5% FeCL₂-4H₂O

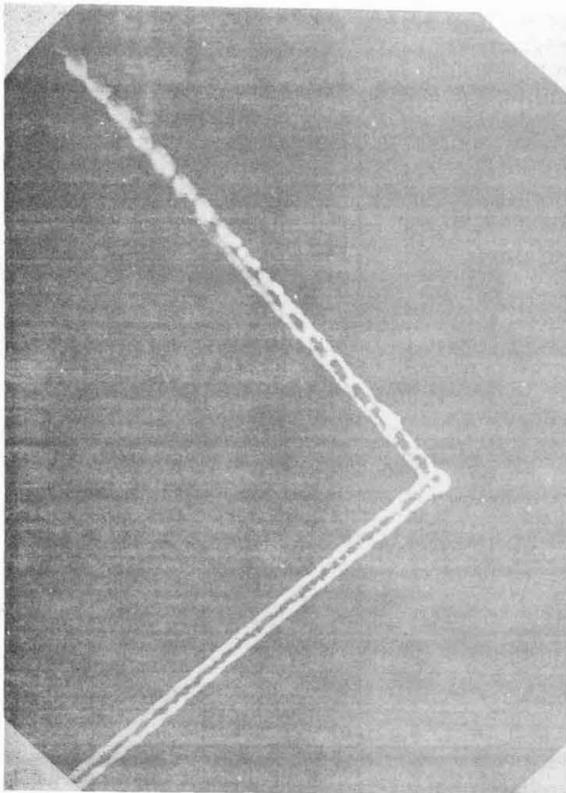
FOTO - 5



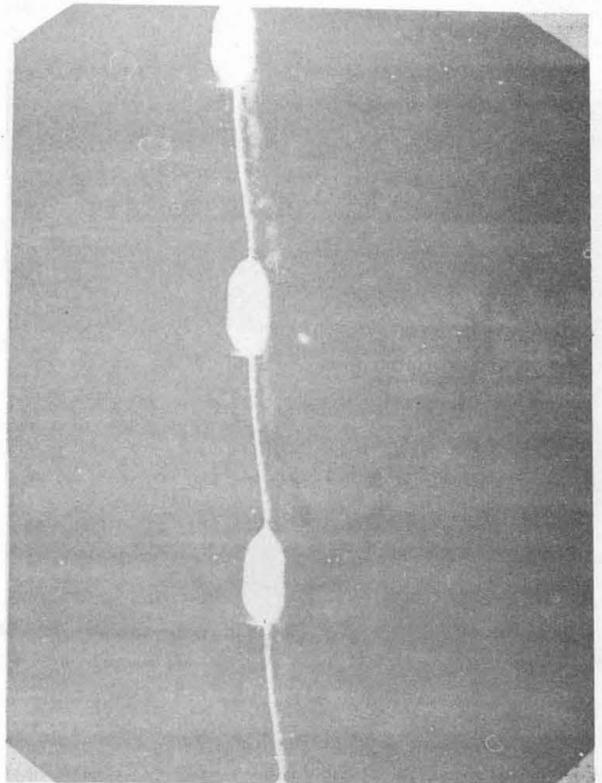
AUMENTO :- 520 X
95% CuCl_2 + 5% $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$
FOT. 9



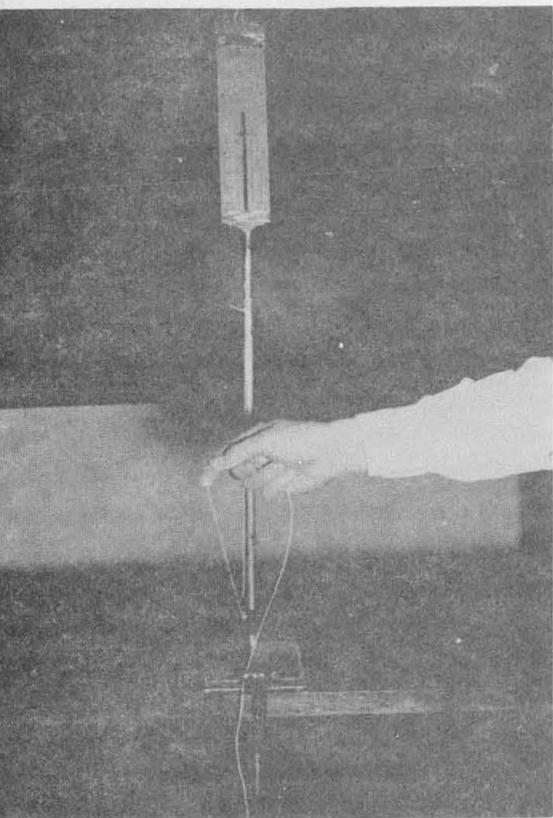
AUMENTO :- 200 X
95% CuCl_2 + 5% $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$
FOT. 10



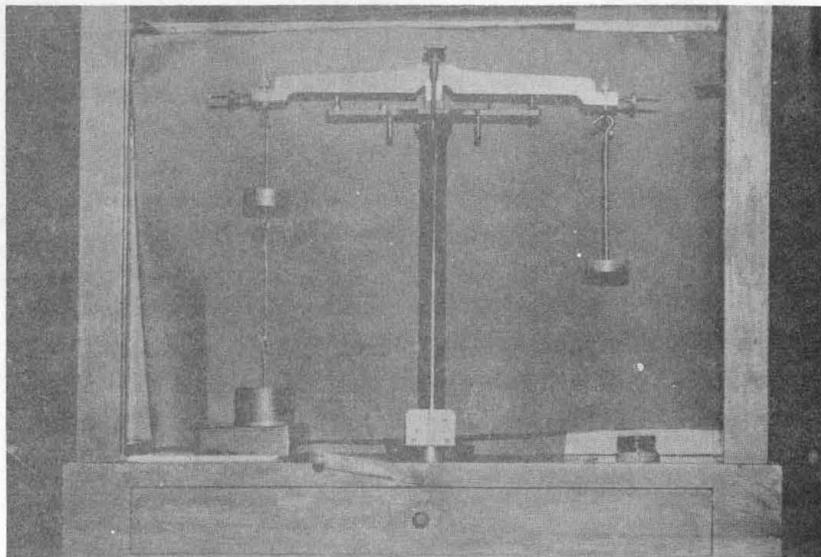
AUMENTO :- 75 X
GEMINAÇÃO-ÂNGULO DE 90º
FOT. 11



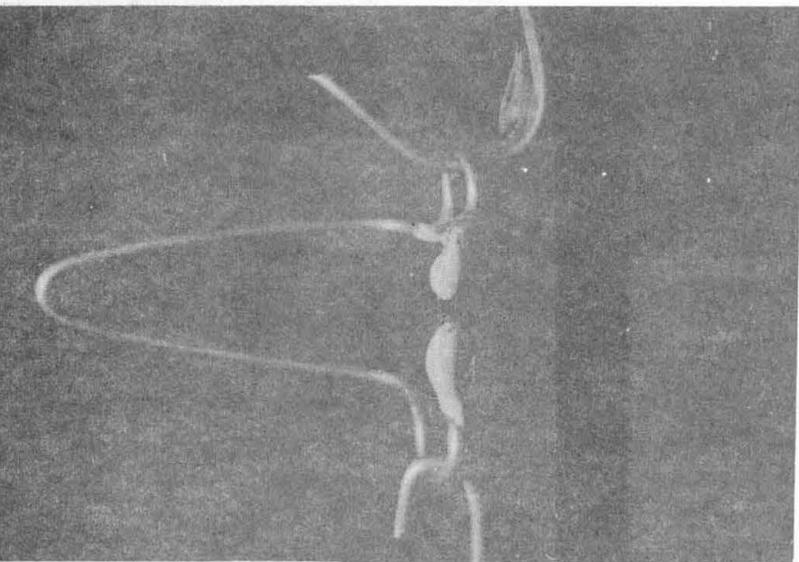
AUMENTO :- 520 X
DEFEITOS SUPERF. ELÍPTICOS
97% CuCl_2 + 3% $\text{FeCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$
FOT. 12



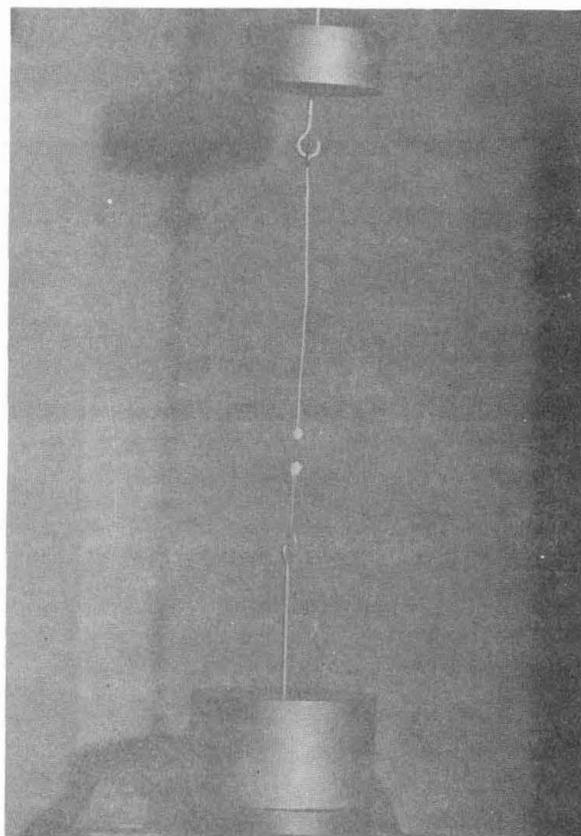
FOT. 15



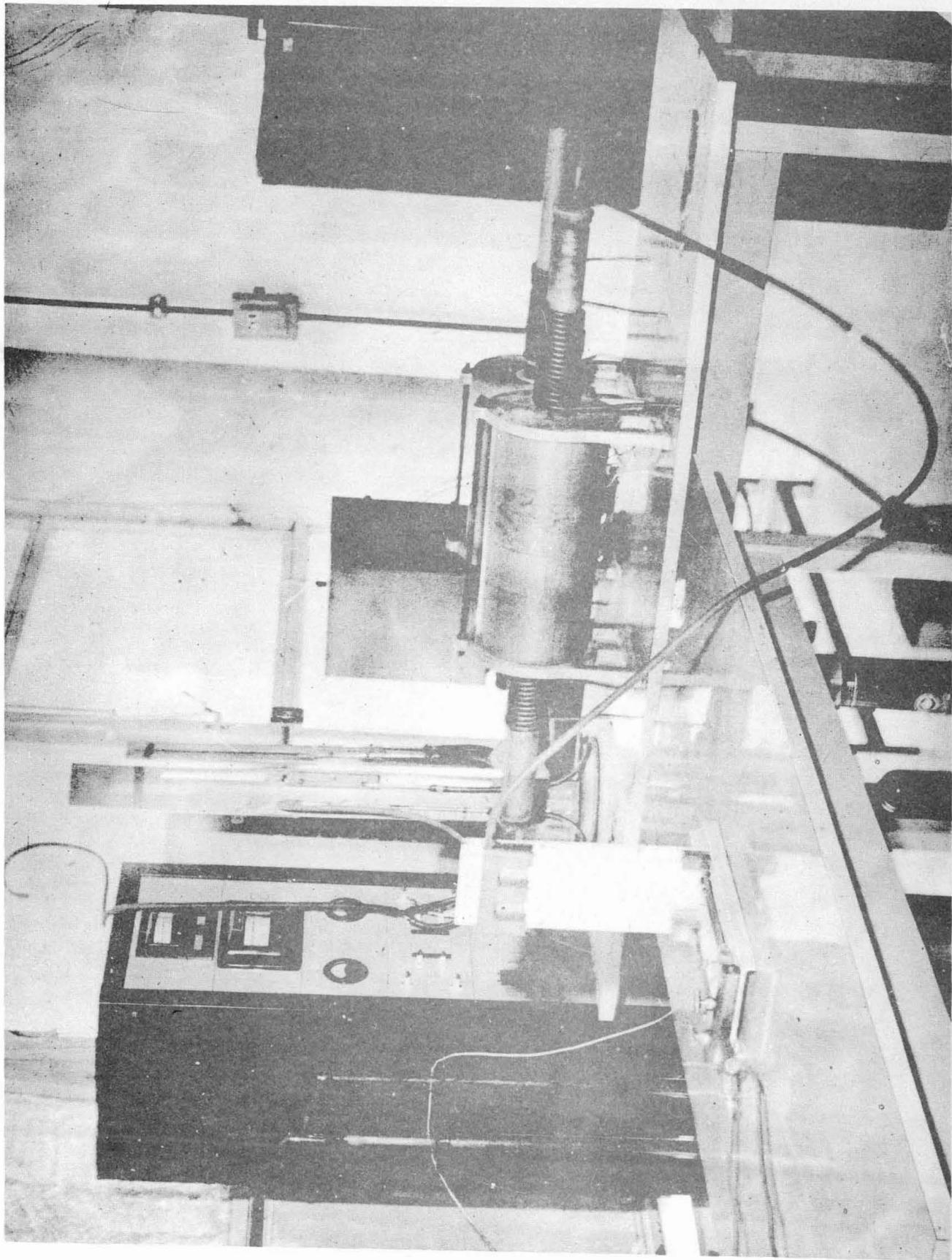
FOT. 16



FOT. 13



FOT. 14



FOR 1 PORTAMENTO