



REPÚBLICA FEDERATIVA DO BRASIL
MINISTÉRIO DA ECONOMIA
INSTITUTO NACIONAL DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL

CARTA PATENTE Nº BR 102012023811-0

O INSTITUTO NACIONAL DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL concede a presente PATENTE DE INVENÇÃO, que outorga ao seu titular a propriedade da invenção caracterizada neste título, em todo o território nacional, garantindo os direitos dela decorrentes, previstos na legislação em vigor.

(21) Número do Depósito: BR 102012023811-0

(22) Data do Depósito: 20/09/2012

(43) Data da Publicação Nacional: 07/10/2014

(51) Classificação Internacional: B01L 3/04.

(54) Título: CADINHO DESMONTÁVEL E PROCESSO DE OBTENÇÃO DE FIBRAS/FILAMENTOS METÁLICOS E/OU SEMICONDUTORES

(73) Titular: UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO - USP, -. CGC/CPF: 63025530000104. Endereço: AV. BRASIL, Nº 1971, JARDIM PAULISTA, SÃO PAULO, SP, BRASIL(BR), 01431001, Brasileira; ALACER BIOMÉDICA, -. CGC/CPF: 04192554000199. Endereço: RUA BATISTA DE MELO, 113, SÃO PAULO, SP, BRASIL(BR), 04383-080, Brasileira

(72) Inventor: JOSÉ PEDRO ANDREETA; MARCELLO RUBENS BARTI ANDREETA.

Prazo de Validade: 20 (vinte) anos contados a partir de 20/09/2012, observadas as condições legais

Expedida em: 09/02/2021

Assinado digitalmente por:

Liane Elizabeth Caldeira Lage

Diretora de Patentes, Programas de Computador e Topografias de Circuitos Integrados

REDAÇÃO: Liane Elizabeth Caldeira Lage

Assinatura Digital: Liane Elizabeth Caldeira Lage

**CADINHO DESMONTÁVEL E PROCESSO DE OBTENÇÃO DE
FIBRAS/FILAMENTOS METÁLICOS E/OU SEMICONDUTORES**

Campo da invenção:

- [001] A presente invenção se refere a um cadiño, o qual é utilizado na obtenção de fibras/filamentos de compostos metálicos ou semicondutores, em especial de ligas de antimônio (poli / monocristalinas), apresentando dimensões apropriadas para aplicações em sensores para a determinação "in vivo" de pH, concentração e/ou pressões parciais de gases dissolvidos em líquidos em sistemas biológicos.
- [002] Adicionalmente, a presente invenção descreve ainda o processo de obtenção das fibras/filamentos utilizando o referido cadiño.

Fundamentos da invenção:

- [003] Devido as suas propriedades eletroquímicas, o antimônio, em combinação com seu óxido, tem sido utilizado como eletrodo em sensores nos últimos 50 anos.
- [004] Esta combinação apresenta, como principal vantagem, a possibilidade de gerar sensores de baixa impedância e de dimensões muito pequenas (em miniatura), o que permite seu uso na determinação, entre outras propriedades, do pH em sistemas constituídos de soluções de pequeno volume.
- [005] Atualmente, esta aplicação vem sendo utilizada na determinação de pH "in vivo" de sistemas biológicos, constituindo uma excelente alternativa frente aos frágeis sensores de vidros que também podem ser utilizados para esse propósito.
- [006] Eletrodos policristalinos são eletrodos de baixa

resolução e de pobre estabilidade, o que prejudica a sensibilidade do sensor nos processos contínuos de medidas.

[007] Esse fato está associado, principalmente, à presença de uma grande quantidade de contornos de grãos em contato com a solução, em que a taxa de dissolução e de formação do óxido difere significativamente daquela que ocorre nas faces monocristalinas (sem contornos de grão).

[008] Desse modo, apesar da complexidade do mecanismo de funcionamento dos eletrodos ainda não ser bem compreendida, a utilização de eletrodos monocristalinos tem se mostrado de vital importância para a construção de sensores biológicos, cujo desempenho apresenta alta confiabilidade.

Estado da técnica:

[009] Alguns documentos do estado da técnica descrevem metodologias de obtenção de filamentos de antimônio e assuntos relacionados a esta tecnologia.

[010] O documento US 7.182.847 descreve um processo de produção de fibras ou filamentos cristalinos de antimônio utilizando um capilar de vidro descartável. O referido capilar é posteriormente quebrado para remoção dos pedaços de antimônio que são utilizados como ponta do sensor e o processo de preparação do elemento ativo do sensor de pH consiste em inserir uma das extremidades dessa fibra em uma solução de antimônio e óxido de antimônio fundida.

[011] O documento US 4.119.498 descreve a montagem de um detector de pH utilizando como elemento ativo o

antimônio obtido pelo processo de refinamento por zona, o qual é bastante conhecido e utilizado em laboratórios de preparação de cristais.

[012] O documento US 2005/0188918 descreve uma modificação na técnica de “*floating zone*”, no qual uma barra policristalina é fundida com um dispositivo de indução e posteriormente cristalizada em um monocrystal. Por sua vez, a presente invenção utiliza outra técnica de preparação, conhecida como técnica de Bridgman.

[013] O documento US 7.442.255 descreve um novo tipo de cadiño que apresenta propriedades especiais na transferência de calor, o qual pode ser utilizado no preparo de fibras monocristalinas através da técnica de preparação de blocos de monocristais HEM (Heat Exchanger Method).

[014] De uma maneira geral, nos processos tradicionais de produção de elementos ativos em sensores, os monocristais são obtidos com diâmetros grandes (superiores a 1 cm) e, depois, cortados e polidos em equipamentos caros e sofisticados para, posteriormente, serem processados e utilizados como detectores de pH, dentre outras utilidades.

[015] A presente invenção substitui o processo convencional e possibilita a preparação de fibras/filamentos cristalinos através de um cadiño, de um modo simples, barato, reproduzível e com dimensões convenientes para a aplicação em detectores de pH.

[016] As fibras/filamentos produzidas pelo cadiño da presente invenção apresentam diâmetros apropriados,

diminuindo, assim, o número de cortes e polimentos necessários nos monocristais.

[017] Tais cortes podem provocar o surgimento de microtrincas em sua superfície, prejudicando, assim, sua performance e durabilidade. Além disso, o cadiinho da presente invenção é desmontável e, portanto, reutilizável, produzindo não só uma fibra/filamento, mas diversas fibras simultaneamente, as quais saem inteiras do processo, na dimensão estipulada, ao invés de pedaços.

Sumário da invenção:

[018] A presente invenção se refere a um cadiinho, o qual é utilizado na obtenção de fibras/filamentos poli / monocristalinos, oriundos de compostos metálicos e/ou semicondutores usados em sensores, bem como o processo de obtenção das fibras/filamentos utilizando o cadiinho.

Breve descrição das figuras:

[019] A Figura 1 é uma representação esquemática explodida do cadiinho da presente invenção.

[020] A Figura 2 é uma representação esquemática montada do cadiinho da presente invenção.

[021] A figura 3 é uma representação esquemática explodida de uma segunda modalidade do cadiinho da presente invenção.

[022] A Figura 4 é uma representação esquemática montada da segunda modalidade do cadiinho da presente invenção.

[023] A Figura 5 é uma representação esquemática explodida de uma terceira modalidade do cadiinho da presente invenção.

[024] A Figura 6 é uma representação esquemática montada

da terceira modalidade do cadiinho da presente invenção.

[025] A Figura 7 é uma representação esquemática explodida de uma quarta modalidade do cadiinho da presente invenção.

[026] A Figura 8 é uma representação esquemática montada da quarta modalidade do cadiinho da presente invenção.

[027] A Figura 9 é uma representação esquemática explodida do cadiinho da presente invenção, indicando os acessórios para utilização de sementes orientadas.

Descrição detalhada da invenção:

[028] Para a obtenção das fibras/filamentos de compostos metálicos ou semicondutores (poli / monocristalinos) de acordo com a presente invenção, foi desenvolvido um cadiinho (1), o qual apresenta formas e dimensões especialmente definidas para este propósito.

[029] As dimensões do cadiinho (1) são apenas limitadas pelo forno a ser utilizado no processo e ao tamanho desejado das fibras/filamentos a serem produzidos.

[030] Em uma modalidade específica desta invenção, o cadiinho (1) apresenta um formato externo cilíndrico com diâmetro externo entre 5 a 20 mm e altura total entre 50 e 300 mm.

[031] O cadiinho (1) permite o preparo de um único filamento ou até 8 fibras/filamentos simultâneos, com geometria das secções transversais definidas pelo usuário, sendo estas geometrias preferencialmente circular ou quadradas, as quais podem variar de 0,1 a 10 mm de diâmetro/lado e com o comprimento entre 100 e 250 mm).

[032] Em modalidades específicas da invenção, a secção

circular do cadiño (1) apresenta 0,8 mm e o comprimento é de 100 mm.

[033] Além disso, o cadiño (1) é desmontável, permitindo a fácil remoção das fibras/filamentos obtidos após o processo de crescimento.

[034] Os materiais utilizados na confecção do cadiño (1) devem permitir o processo de usinagem ou moldagem das fibras/filamentos e, preferencialmente, não devem apresentar aderência ou reagir quimicamente com o material a ser fundido.

[035] Dentre os materiais possíveis de serem utilizados na confecção do cadiño (1), o grafite é o que apresenta melhor custo/benefício.

[036] Entretanto, compostos cerâmicos usináveis (tais como a pyrofilita) podem ser utilizados com sucesso. Metais e vidros também podem ser usados, desde que os mesmos sejam revestidos para evitar a aderência e/ou reação química de metais e/ou semicondutores, tal como revestimento de carbono.

[037] Ainda, diferentes materiais podem ser utilizados para construir um único cadiño (1). Desta forma, é possível alterar os fluxos de calor durante o processo de solidificação alterando, por exemplo, o hábito de crescimento, em especial para compostos poli e monocristalinos.

[038] Em uma modalidade da invenção, uma das laterais da região de crescimento de fibras/filamentos (5) do cadiño é substituída, promovendo uma assimetria nos fluxos de calor laterais, mudando-se, assim, a geometria da interface sólido-líquido.

[039] Em outra modalidade, a tampa inferior (6) é substituída por um material metálico, promovendo uma maior troca de calor e um aumento do gradiente de temperatura na interface sólido/líquido.

[040] A figura 1 corresponde a uma representação esquemática do cadiño da presente invenção.

[041] O cadiño (1) desenvolvido é constituído de uma região de crescimento de fibras/filamentos (5, 10), um compartimento de carga (3), uma tampa superior (2) e uma tampa inferior (6), sendo que a tampa inferior (6) e o compartimento de carga (3) são os responsáveis por manter o cadiño unido.

[042] O compartimento de carga (3), além de promover a união das partes do cadiño (1), é responsável por acelerar a produção em escala industrial das fibras/filamentos.

[043] Ao final do processo de solidificação, as fibras/filamentos são removidos da região de crescimento (5, 10) pela desmontagem do cadiño (1). Em seguida, o cadiño é remontado e o processo é repetido, utilizando o material que já está no compartimento de carga (3).

[044] A utilização do compartimento de carga (3) é opcional, uma vez que a carga das fibras/filamentos pode ser feita pela inserção direta de material previamente pulverizado nas canaletas da região de crescimento (5, 10).

[045] A região de crescimento de fibras/filamentos (5, 10) corresponde a uma região de solidificação controlada, a qual é dividida em duas secções. Durante

a montagem do cadiinho (1), as mesmas são posicionadas por meio de pressão com um pino de fixação (4) no compartimento de carga (3) ou por rosqueamento das tampas superior (2) e inferior (6) nas porções superior e inferior da região de crescimento de fibras/filamentos (5, 10), respectivamente.

[046] Além disso, o cadiinho (1) pode apresentar diferentes geometrias na base, proporcionando a obtenção de fibras/filamentos apresentando uma secção reta ou mesmo com diâmetro variando propositalmente, com a finalidade de selecionar possíveis orientações cristalográficas espúrias.

[047] As figuras 1 e 2 ilustram um cadiinho (1) que permite a produção de quatro fibras/filamentos simultâneos com parte inferior cônica (8).

[048] Conforme pode ser observado, a base cônica (8) da região de crescimento (5, 10) favorece a obtenção de monocristais quando não se utiliza sementes previamente orientadas cristograficamente, devido ao processo de nucleação e crescimento do cristal.

[049] As figuras 3 e 4 ilustram uma segunda modalidade do cadiinho (1), cuja região de crescimento (5, 10) foi projetada utilizando-se uma base reta ao invés de cônica (9).

[050] Já nas figuras 5 e 6, os cadinhos (1) desenvolvidos ilustram modelos que permitem a produção de 4 fibras/filamentos de secção transversal quadrada.

[051] As figuras 7 e 8, por sua vez, ilustram um desenho esquemático de uma modalidade de cadiinho (1) para a produção de oito fibras/filamentos com secção circular.

[052] O cadiño (1) ainda pode apresentar acessórios para a utilização de sementes de formação, os quais são adaptados na porção inferior da região de crescimento (12) por meio de acopladores (13).

[053] A figura 9 representa um cadiño dessa modalidade, cuja região de crescimento (12) é modificada de modo a apresentar uma base "vazada", que permite a comunicação entre os materiais a serem crescidos e as sementes utilizadas.

[054] O acoplador (13) é fixado entre a região de crescimento de fibras/filamentos (12) e os acessórios (14, 15) por meio de rosqueamento.

[055] Na figura 9, observa-se, ainda, um desenho esquemático de um acessório do cadiño com quatro sementes orientadas individuais (14) (o qual permite a produção de quatro fibras/filamentos simultâneos orientados ou não na mesma direção cristalográfica) e um acessório com uma única semente orientada (15) (utilizada simultaneamente para o crescimento dos quatro fibras/filamentos, todos com a mesma orientação cristalográfica).

Processo de obtenção das fibras/filamentos:

[056] O processo de obtenção de fibras/filamentos utilizando o cadiño (1) ora desenvolvido utiliza o método de fusão Bridgman modificado (no qual todo o material é fundido simultaneamente e recristalizado em seguida) ou a técnica "travelling zone" (no qual ocorre fusão em apenas uma região do cadiño).

[057] De forma mais específica, o processo de obtenção das fibras/filamentos utilizando o cadiño da presente

invenção compreende as seguintes etapas:

- [058] Limpeza do cadiño e do forno;
- [059] Carregamento do cadiño;
- [060] Fusão; e
- [061] Solidificação.

- Limpeza do cadiño e do forno:

[062] O cadiño (1) é previamente desmontado e suas partes são limpas com solvente orgânico, tais como acetona P.A., álcool ou querosene. Em uma modalidade preferida desta invenção, a limpeza é feita com acetona P.A..

[063] Após a secagem em temperatura ambiente, o cadiño (1) é remontado, com exceção da tampa superior (2).

[064] Para a limpeza do forno, o mesmo é evacuado por meio de uma bomba de alto vácuo, seguida de múltiplas sessões de injeção de gás inerte e subsequente evacuação. A limpeza do forno tem por objetivo retirar a atmosfera de oxigênio, a qual é deletéria para o antimônio (um dos materiais de cristalização utilizados) e o cadiño de grafite.

- Carregamento do cadiño:

[065] Após a limpeza, o cadiño (1) é então carregado com o material desejado de forma direta ou indireta.

[066] Para fazer o carregamento direto, o preenchimento dos orifícios (canaletas) é pela inserção do material em pó (pulverizado) diretamente na região de cristalização (5).

[067] No carregamento indireto, o material desejado é posicionado no compartimento de carga (3). Neste caso, o composto é fundido após o aquecimento e, em estado

líquido, penetra nos orifícios da região de crescimento (5, 10, 12) pela ação da gravidade ou devido a uma pressão externa, preenchendo, assim, todo o espaço disponível.

- Fusão:

[068] Após o carregamento do cadiño (1) com o material de interesse, o mesmo é posicionado dentro do forno, e o procedimento de limpeza do forno é iniciado, deixando-o livre da atmosfera de oxigênio.

[069] Em seguida, um fluxo de gás inerte ou redutor é estabelecido de forma contínua por dentro do forno e o mesmo, então, encontra-se preparado para o aquecimento.

[070] Nos casos em que o carregamento do cadiño ocorre de forma direta, o forno é ativado e o cadiño (1) é submetido a uma temperatura acima da temperatura de fusão do composto, promovendo por completo a sua fusão.

[071] Ainda, em uma segunda modalidade deste processo, o cadiño (1) pode ser submetido a um aquecimento localizado, promovendo apenas a fusão de uma região local (e não total) da região de crescimento (5).

[072] Nos casos em que o carregamento do cadiño (1) ocorre de forma indireta, um aquecimento do cadiño em temperatura superior a temperatura de fusão do composto permite a obtenção de um composto na fase líquida, que por meio do efeito da gravidade ou por meio de uma pressão externa, move o preenchimento dos orifícios (canaletas).

[073] Em seguida, dois processos podem ocorrer:

- 1) O cadiño (1) é totalmente resfriado (de forma lenta ou rápida) e o excesso de material do

compartimento de carga (3) é removido. Com o compartimento de carga (3) vazio e com a região de crescimento (5) carregada, o cadiño é submetido a um novo aquecimento total ou localizado, para que ocorra a fusão do material nos orifícios (canaletas) (5) e, após, aplica-se o processo de solidificação controlada.

- 2) O cadiño (1) pode ser mantido aquecido após o preenchimento dos orifícios, mantendo-se intacto o material excedente no compartimento de carga (3). Posteriormente, é aplicado o processo de solidificação controlada.

- Solidificação:

[074] Para o controle da solidificação do material, existem dois procedimentos possíveis:

- a) fusão zonal, na qual apenas uma pequena região do cadiño (1) encontra-se em temperatura superior a do ponto de fusão do composto; ou
- b) fusão total, na qual todo o cadiño (1) situa-se em uma temperatura superior a do ponto de fusão do composto.

[075] No procedimento de fusão zonal, utiliza-se uma região delimitada de aquecimento. Para isto, é necessário promover o deslocamento do sistema de aquecimento ou movimentar o cadiño (1), forçando seu caminho através de um gradiente de temperatura que pode variar de 10^1 a 10^3 °C/cm.

[076] No procedimento de fusão total, a solidificação ocorre por meio de um forno que promove a fusão em todas

as regiões do cadiño (1). Com o material previamente fundido, promove-se a movimentação mecânica do cadiño (1) através de um gradiente de temperatura (a fim de promover o resfriamento controlado).

[077] Ainda, pode-se projetar o forno de modo a manter o cadiño (1) e forno estáticos e, através do abaixamento da temperatura do forno de forma controlada, fazer com que um gradiente de temperatura (10^1 a 10^3 °C/cm) adequado seja aplicado ao longo do cadiño (passando através de todo o seu comprimento).

[078] Dependendo da velocidade aplicada para o resfriamento do cadiño (1), seleciona-se entre amostras monocrystalinas (velocidade entre 0,1 e 5 °C/min) ou policristalinas (velocidades superiores a 5 °C/min).

[079] Quando se utiliza um forno estático, taxas de resfriamento superiores a 5 °C/min podem resultar em fibras/filamentos policristalinos, enquanto taxas inferiores podem resultar em fibras/filamentos monocrystalinos, ou seja, com apenas um grão crescido.

[080] Para a configuração com movimento relativo entre o cadiño (1) e o forno, velocidades relativas acima de 10 mm/min resultam em fibras/filamentos policristalinos. Após toda a solidificação do material (crescimento), a temperatura do forno é lentamente abaixada até a temperatura ambiente (taxas típicas utilizadas são de 0,5 °C/min) a fim de se aliviar a tensão mecânica das fibras/filamentos solidificados devido ao processo de solidificação.

[081] A orientação do cristal é definida pelo

crescimento preferencial dos grãos durante o processo de solidificação, que pode ocorrer com ou sem o uso de sementes cristalinas. Na ausência de sementes, as fibras/filamentos são produzidos sem uma orientação cristalográfica pré-definida. O uso de sementes cristalinas previamente orientadas, do mesmo composto ou de outro que possua afinidade química e/ou cristalográfica com o composto a ser obtido, promove a formação de fibras/filamentos monocristalinos cuja orientação cristalográfica é determinada pela direção selecionada pela semente.

[082] Para isto, a tampa inferior (6) do cadiño (1) é substituída por um acoplador (13) e um acessório (14, 15) contendo as sementes devidamente posicionadas.

[083] Desta forma, é possível a obtenção de fibras/filamentos cristalinos seletivamente orientados e/ou texturados, a fim de se obter a melhor relação sinal/ruído nos sensores a serem produzidos e, consequentemente, essa orientação pode ser de grande relevância para uma maior eficiência dos dispositivos sensores.

[084] Embora a presente invenção seja suscetível a diferentes modalidades, é mostrada uma modalidade preferida da mesma, com o entendimento de que a presente descrição deve ser considerada uma exemplificação dos princípios da invenção e não pretende limitar-se ao que é ilustrado e descrito aqui.

REIVINDICAÇÕES

1) Cadinho (1) desmontável caracterizado pelo fato de compreender uma tampa superior (2), um compartimento de carga (3), uma região de crescimento de fibras/filamentos (5, 10, 12) e uma tampa inferior (6), onde a região de crescimento de fibras/filamentos (5, 10, 12) é dividida em duas ou quatro secções as quais são posicionadas por meio de pressão com um pino de fixação (4) no compartimento de carga (3) ou por rosqueamento das tampas superior (2) e inferior (6) nas porções superior e inferior da referida região de crescimento de fibras/filamentos (5, 10, 12).

2) Cadinho (1), de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o cordinho (1) ainda apresenta acessórios (14, 15), os quais são adaptados na porção inferior da região de crescimento (12) por meio de acopladores (13).

3) Cadinho (1), de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que apresenta um formato externo cilíndrico, com diâmetro externo entre 5 e 20 mm e altura total entre 50 e 300 mm.

4) Cadinho (1), de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de ser confeccionado com compostos cerâmicos usináveis, metais e vidros revestidos ou grafite.

5) Cadinho (1), de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que um mesmo cordinho (1) é, ainda, confeccionado com diferentes materiais.

6) Cadinho (1), de acordo com qualquer uma das reivindicações 1, 2, 3, 4 ou 5, caracterizado pelo fato de que permite o preparo de um filamento a até 8 fibras/filamentos simultâneos.

7) Cadinho (1), de acordo com a reivindicação 6, **caracterizado** pelo fato de que as fibras/filamentos apresentam geometria das secções transversais circular ou quadradas, variando de 0,1 a 10 mm de diâmetro/lado e entre 100 e 250 mm de comprimento.

8) Processo de obtenção de fibras/filamentos metálicos e/ou semicondutores utilizando o cacinho conforme definido em qualquer uma das reivindicações 1 a 7, **caracterizado** por compreender as etapas de:

- a. Limpeza do cacinho e do forno;
- b. Carregamento direto ou indireto do cacinho;
- c. Fusão; e
- d. Solidificação.

9) Processo, de acordo com a reivindicação 8, **caracterizado** pelo fato de que, na etapa a, o cacinho (1) é previamente desmontado e suas partes são limpas com solvente orgânico e secas em temperatura ambiente.

10) Processo, de acordo com a reivindicação 9, **caracterizado** pelo fato de que o solvente orgânico é selecionado dentre acetona P.A., álcool ou querosene.

11) Processo, de acordo com a reivindicação 8, **caracterizado** pelo fato de que, na etapa a, o forno é evacuado por meio de uma bomba de alto vácuo, seguida de múltiplas sessões de injeção de gás inerte e subsequente evacuação.

12) Processo, de acordo com a reivindicação 8, **caracterizado** pelo fato de que, na etapa b, o carregamento direto ocorre com o preenchimento dos orifícios pela inserção do material pulverizado diretamente na região de cristalização (5).

13) Processo, de acordo com a reivindicação 8, **caracterizado** pelo fato de que, na etapa b, o carregamento indireto ocorre pela inserção do material desejado no compartimento de carga (3), o qual é fundido e, então, penetra nos orifícios da região de crescimento (5, 10, 12) pela ação da gravidade ou devido a uma pressão externa.

14) Processo, de acordo com a reivindicação 8, **caracterizado** pelo fato de que, na etapa c, o cadinho (1) é posicionado dentro do forno e um fluxo de gás inerte ou redutor é estabelecido de forma contínua.

15) Processo, de acordo com a reivindicação 14, **caracterizado** pelo fato de que, no carregamento do cadinho (1) de forma direta, o forno é ativado e o cadinho (1) é submetido ao aquecimento local ou total a temperatura acima da temperatura de fusão do composto.

16) Processo, de acordo com a reivindicação 14, **caracterizado** pelo fato de que, no carregamento do cadinho (1) de forma indireta, o cadinho (1) é aquecido em temperatura superior a temperatura de fusão do composto.

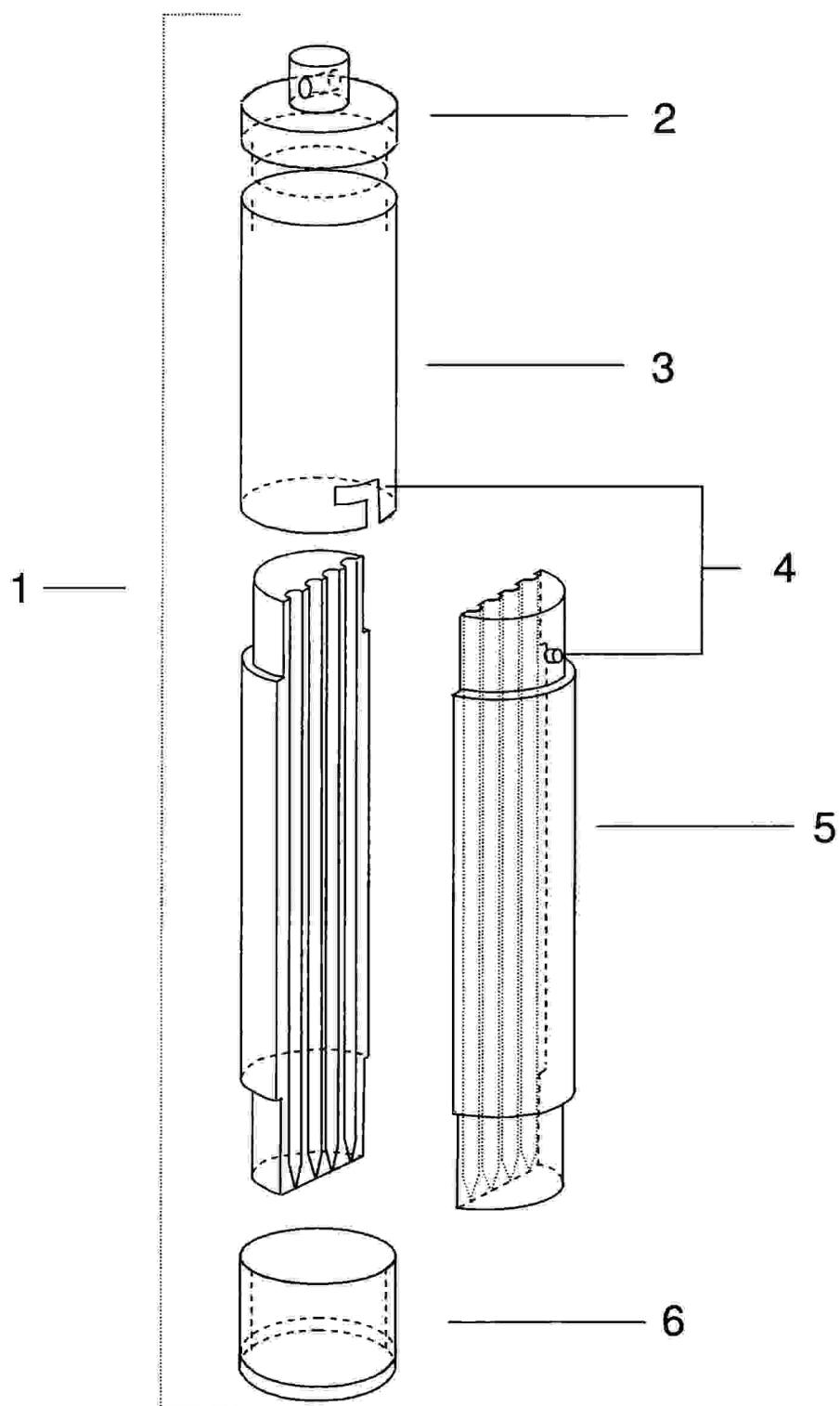
17) Processo, de acordo com a reivindicação 8, **caracterizado** pelo fato de que, após o preenchimento dos orifícios, o cadinho (1) é totalmente resfriado e o excesso de material do compartimento de carga (3) é removido ou o cadinho (1) é mantido aquecido e o material excedente no compartimento de carga (3) é mantido intacto.

18) Processo, de acordo com a reivindicação 8, **caracterizado** pelo fato de que, na etapa e, a fusão é zonal ou total.

19) Processo, de acordo com a reivindicação 8, **caracterizado** pelo fato de que, na fusão zonal, o sistema de

aquecimento é deslocado ou o cadiinho (1) é movimentado.

20) Processo, de acordo com a reivindicação 8,
caracterizado pelo fato de que, na fusão total, promove-se
a movimentação mecânica do cadiinho (1) através de um
gradiente de temperatura.

**FIGURA 1**

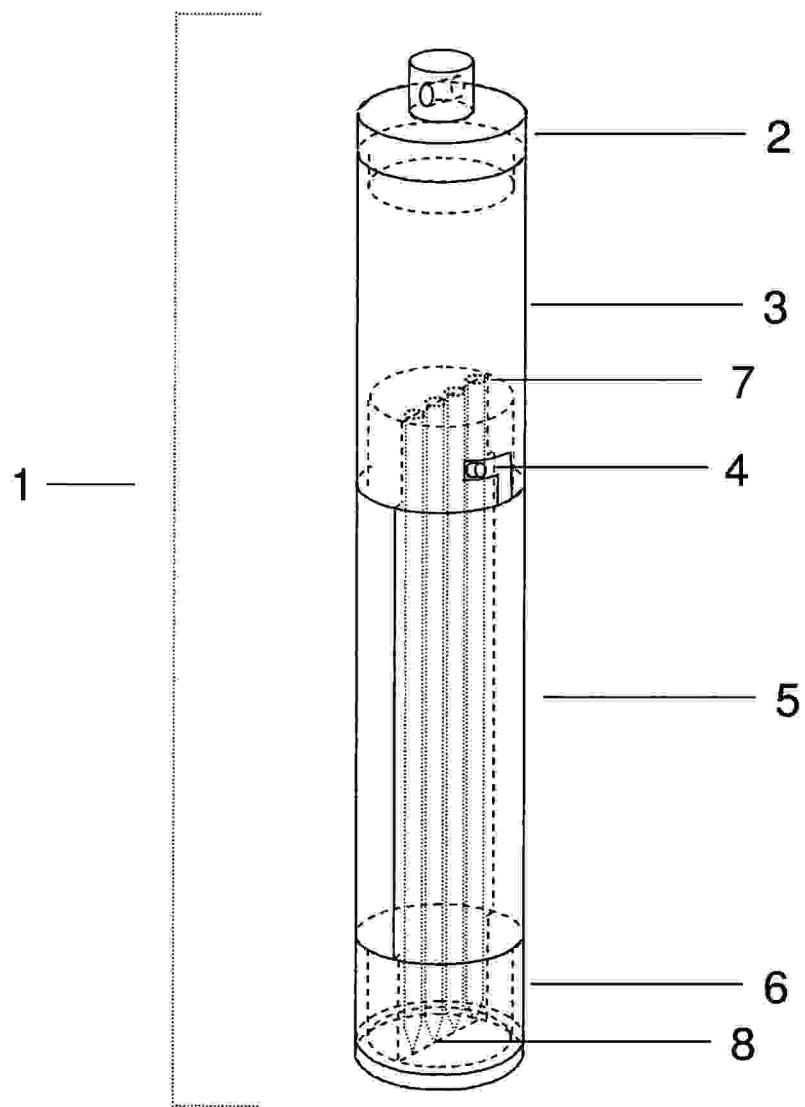


FIGURA 2

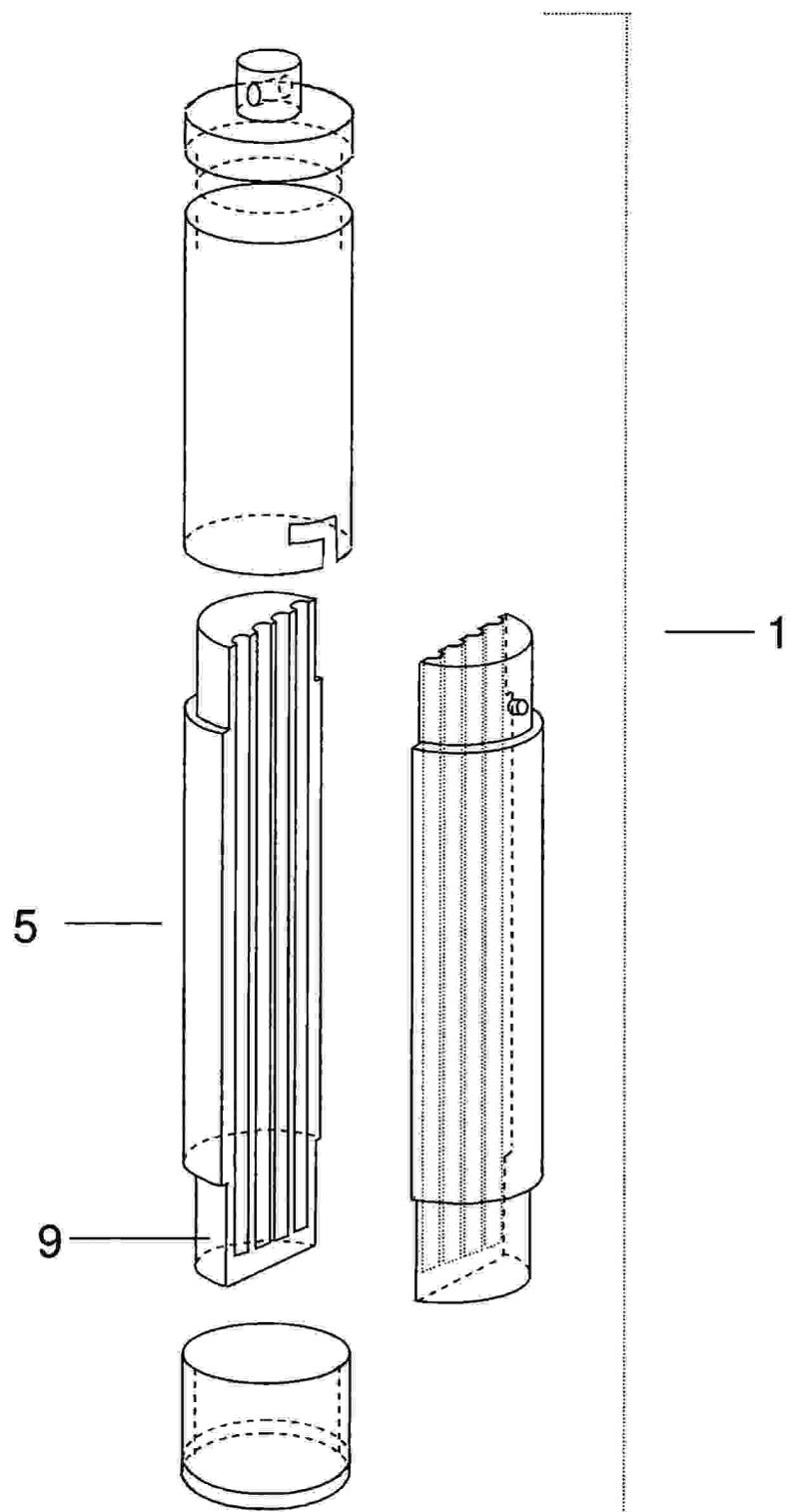


FIGURA 3

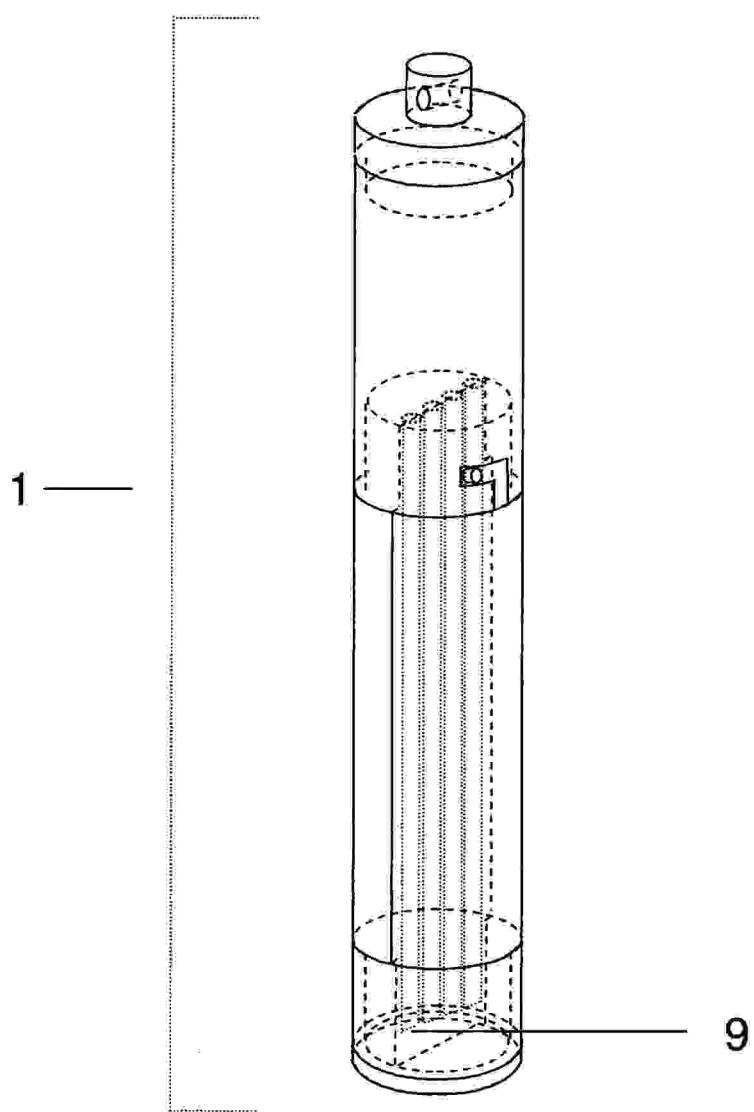


FIGURA 4

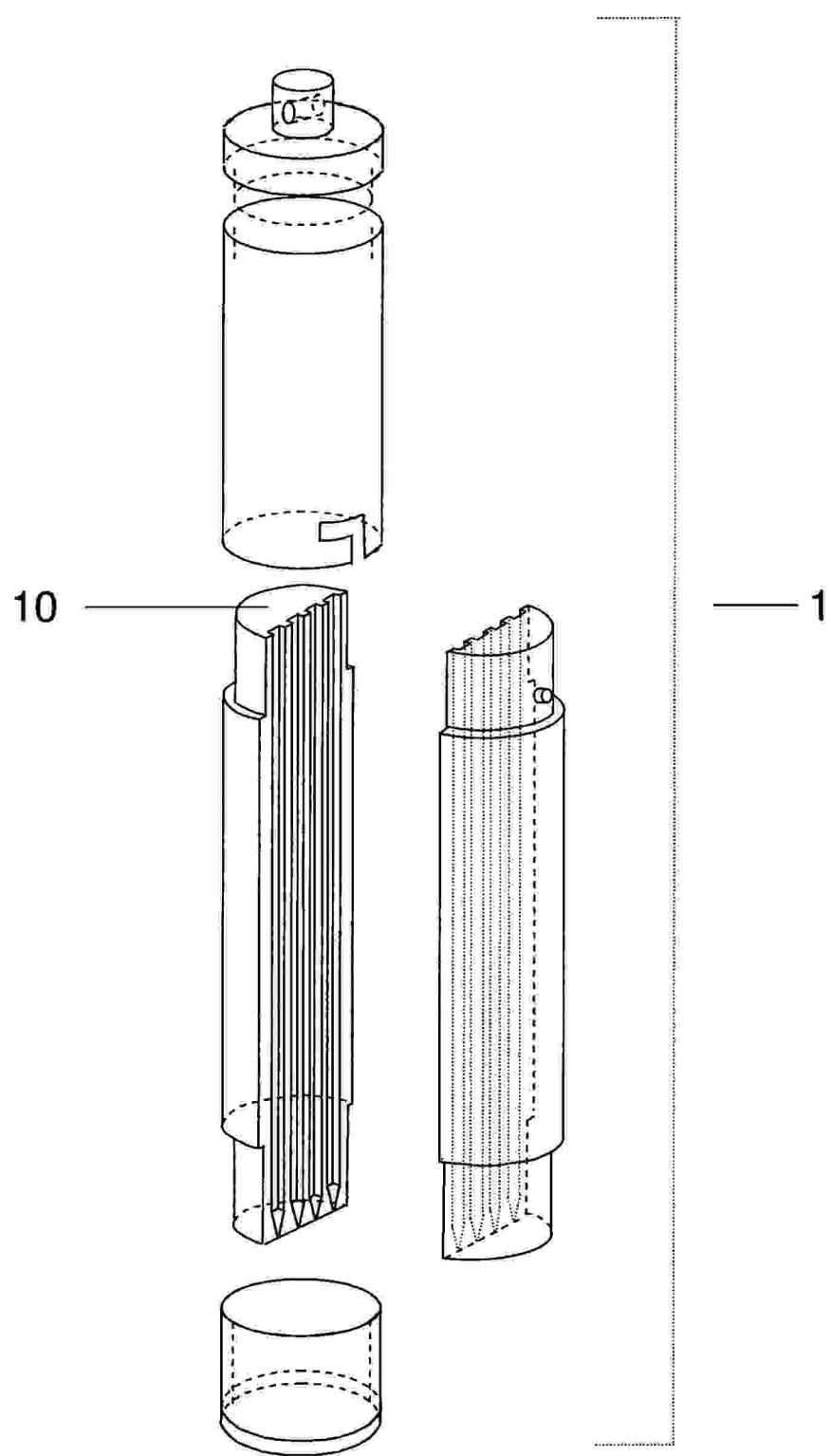


FIGURA 5

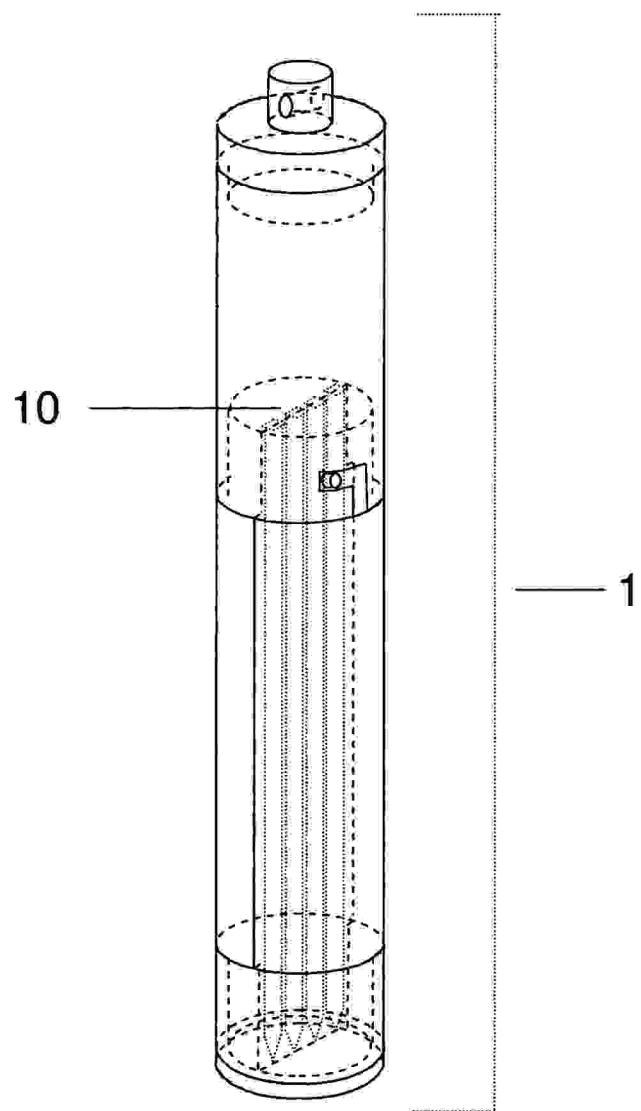


FIGURA 6

7/9

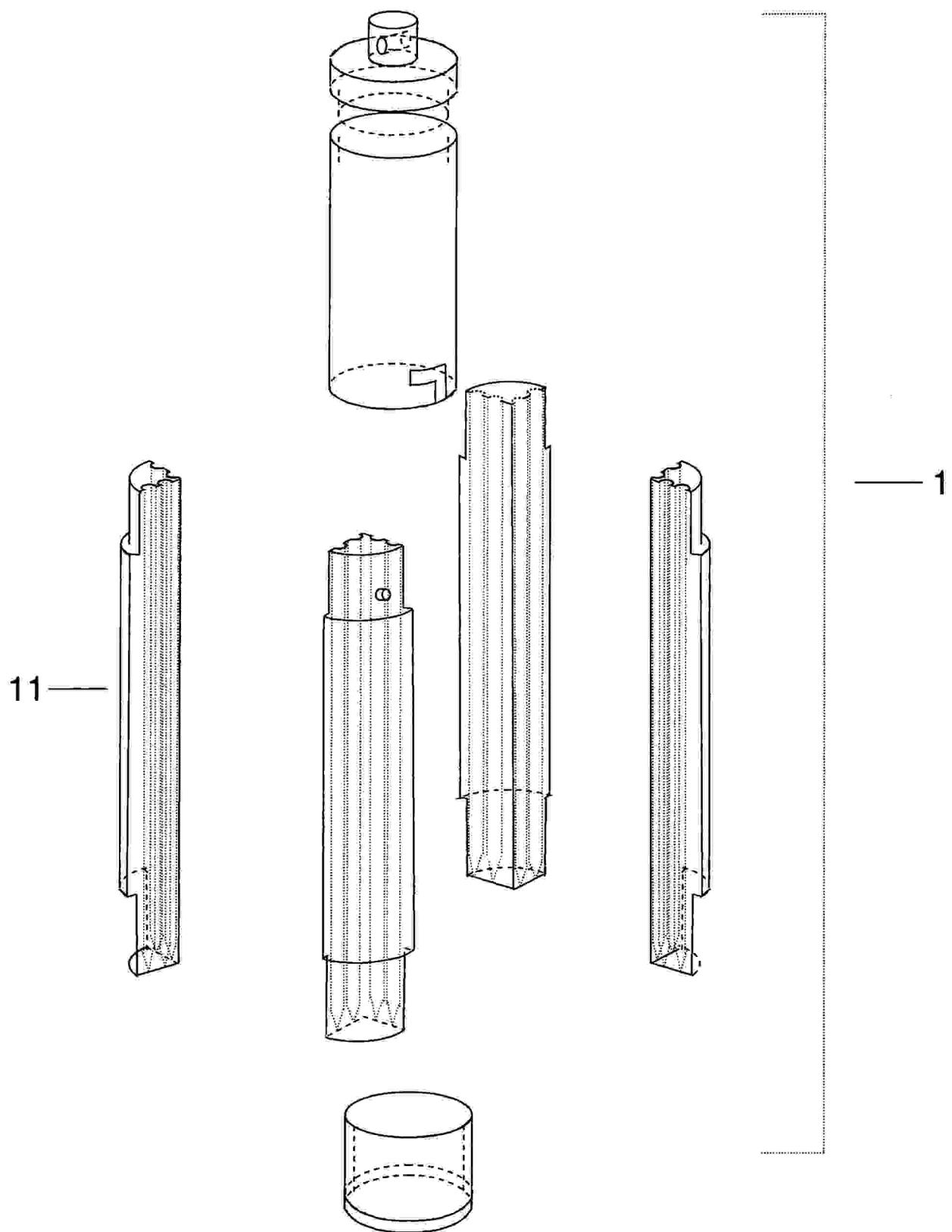


FIGURA 7

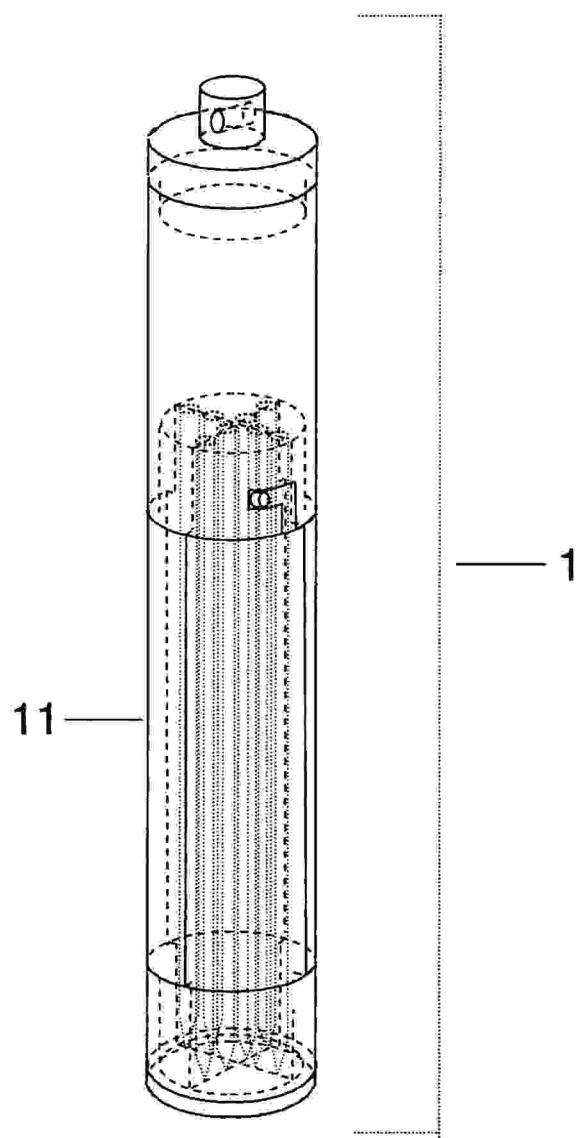


FIGURA 8

9/9

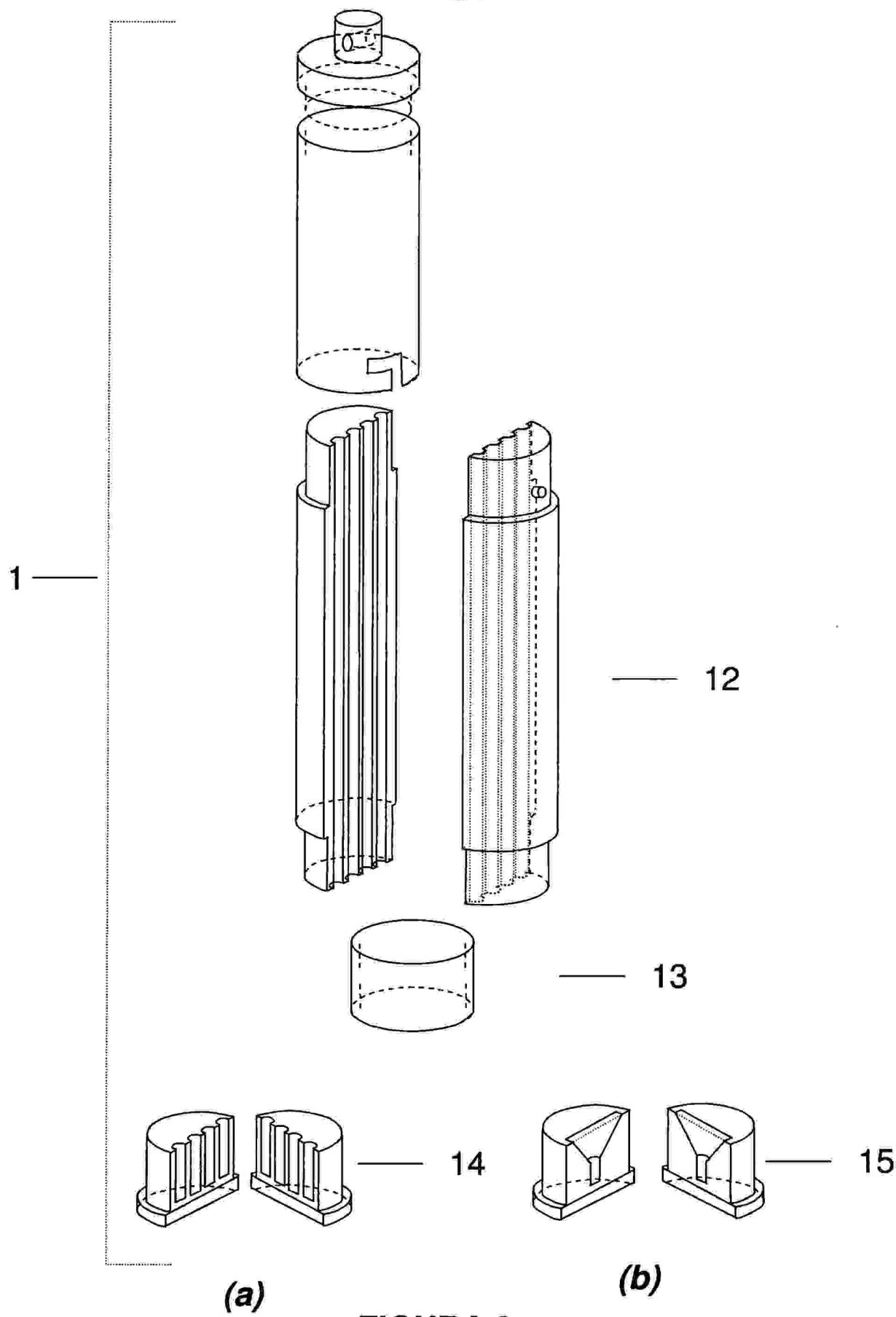


FIGURA 9