



# **Contribuição ao projeto de construção de um reator para a síntese de diamante**

**Pedro Miguel Raggio Santos**

Tese apresentada na Faculdade de Engenharia  
Elétrica e de Computação da Universidade  
Estadual de Campinas para a obtenção do  
Título de Mestre em Engenharia Elétrica

Orientador: Prof. Dr. Vitor Baranauskas

Banca Examinadora:

Prof. Dr. Vitor Baranauskas  
Prof. Dr. David Mendez Soares  
    Dr. Alfredo Carlos Peterlevitz  
    Dr. Helder José Ceragioli  
Prof. Dr. Edson Moschim

Departamento de Semicondutores, Instrumentos e Fotônica  
Faculdade de Engenharia Elétrica e de Computação  
Universidade Estadual de Campinas

2003

## **Agradecimentos**

A todos que colaboraram direta ou indiretamente para a realização deste trabalho, e em especial:

Ao meu orientador, Prof. Dr. Vitor Baranauskas.

Ao amigo Prof.Dr.César Lattes pelo estímulo e participação.

Ao amigo Prof. Dr. David Mendez Soares pelo estímulo e sugestões.

Ao amigo Prof.Dr.Edson Moschim pela participação e sugestões.

Ao amigo Dr. Alfredo Carlos Peterlevitz, pelas oportunas discussões e sugestões.

Ao amigo Dr. Helder José Ceragioli, pelas correções e sugestões.

Ao amigo Doutorando Márcio Fontana pelas correções e sugestões.

Aos amigos Li Bin Bin, Mariana Ruske, Marcelo Carvalho Tosin, Alex Lima e Zhao Jingguo, pela amizade e companheirismo.

A minha família, e em especial à minha esposa pelo apoio e dedicação.

Ao Laboratório Nacional de Luz Síncrotron, pela utilização do microscópio eletrônico de varredura.

Ao Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais, INPE pela utilização do espectrômetro Raman.

## Conteúdo

Agradecimentos .....	i
Abstract .....	iv
Capítulo I: Introdução .....	1
I-1- Preâmbulo .....	1
I-2- O processo empregado .....	2
I-3- Método empregado na caracterização das amostras .....	3
I-3.1- Microscopia eletrônica de varredura (MEV) .....	3
I-3.2- Espectroscopia de espalhamento Raman e de fotoluminescência .....	3
I-4- Organização .....	4
I-5- Bibliografia .....	4
Capítulo II: Reator de filamento quente motorizado .....	5
II-1- Introdução .....	5
II-2- Descrição do reator de filamento quente .....	6
II-3- Projeto .....	7
II-4- Detalhamento .....	9
II-4.1- Câmara de reação .....	11
II-4.2- Compartimento do motor .....	13
II-4.3- Controle de velocidade .....	16
II-4.3.1- Controle de velocidade .....	17
II-4.3.2- Controle do movimento angular em sentido para o sensor óptico .....	17
II-4.3.3- Controle do movimento angular em sentido de afastamento do sensor óptico .	17
II-5- Instalação do reator .....	20
II-6- Sumário.....	23
II-7- Bibliografia .....	23

Capítulo III Amostras diamantíferas crescidas no reator de filamento quente com substrato rotativo .....	25
III-1- Introdução .....	25
III-2- Caracterização da amostra utilizando filamento único empregando reator CVD de filamento quente de geração anterior .....	25
III-3- Formato e pontos de medição dos substratos de silício .....	28
III-4 - Caracterização da amostra utilizando filamento único formado por dois fios trançados .....	28
III-5 - Caracterização da amostra utilizando filamentos formados por dois fios em paralelo .....	30
III-6- Caracterização de fratura da amostra utilizando filamentos formados por dois fios em paralelo .....	31
III-7- Avaliação da amostra do filme de diamante utilizando filamento trançado .....	32
III-8- Avaliação da amostra do filme de diamante utilizando dois filamentos em paralelo .....	34
III-9- Conclusões .....	36
III-10- Bibliografia .....	37
Capítulo IV: Considerações finais .....	38
IV-1. Conclusões .....	38

## **Abstract**

O crescimento de diamante pela técnica de deposição química a partir da fase vapor (CVD) depende fortemente da distribuição de temperatura no substrato e da distribuição das espécies radicais presentes na área de reação. Em reatores do tipo de filamento quente os gradientes térmicos são muito grandes e isto é um fator limitante para a utilização desta técnica em ambientes industriais. Esta tese apresenta nossos esforços para o projeto e construção de um novo reator de filamento quente com a possibilidade de controle automático de rotação do substrato na horizontal, assim como a possibilidade de ajuste vertical entre o substrato e o filamento. Foi introduzido um motor de passo dentro do ambiente do reator para a rotação do substrato. As amostras de diamante produzidas neste reator quando comparadas aos reatores de substrato imóvel apresentam melhor cobertura de área, maior uniformidade de tamanho de grão e melhora na qualidade do diamante, conforme indicam as análises feitas por microscopia eletrônica de varredura e de micro-Raman.

**Palavras chave:** reator de filamento quente, diamante CVD, aplicações industriais

## **Abstract**

Diamond growth by chemical vapor deposition (CVD) depends strongly on the temperature distribution at the substrate surface and of the distribution of the radical species in the reaction area. In a hot-filament reactor the temperature gradients are very high and this is a serious limitation for this technique to be used in industry. This thesis reports the efforts to design a new hot-filament reactor with the automatic control of the substrate horizontal rotation and with the possibility of adjustment of the vertical distance between the substrate and the hot-filament. A step-motor was introduced in the reactor environment and used for the substrate rotation. Samples produced in this new reactor when compared with fixed substrate reactors shows better surface coverage, uniform grain size distribution and improved diamond quality, as measured by the scanning electron microscopy and micro-Raman analysis.

**Key words:** hot-filament CVD, diamond deposition, instrumentation, industry

# Capítulo I

## Introdução

### 1. Preâmbulo

A presente contribuição consiste no projeto e construção de um reator de filamento quente para a deposição química de diamante a partir da fase de vapor (Chemical Vapor Deposition-CVD) com porta substrato rotativo. O aperfeiçoamento do reator de filamento quente deve-se ao interesse que tem sido despertado na comunidade científica pela produção de filmes finos de diamante sintético.

Isto é justificado pela extensa gama de aplicações que se vislumbra devido ao conjunto único de propriedades físico-químicas do diamante, tais como extrema dureza (é o material mais duro que existe), baixo coeficiente de atrito (menor que o do Teflon), alta condutividade térmica (cerca de cinco vezes superior a do cobre na temperatura ambiente), resistência à radiação nuclear e de raios-X, transparência desde o ultravioleta até o infravermelho longínquo [1, 2]. Além disto o diamante é quimicamente inerte não reagindo com nenhuma substância química até 1050 K em ambiente oxidante ou até 3200 K em ambientes não oxidantes [3].

Amostras de diamante (CVD) sintetizadas neste reator, sem e com rotação do substrato, são comparadas através dos resultados da caracterização morfológica da superfície por microscopia eletrônica de varredura (MEV), e de caracterização cristalográfica, por espectroscopia de micro-Raman [4].

As amostras avaliadas foram depositadas utilizando como fonte o etanol diluído em uma mistura gasosa de hidrogênio. O etanol dissociado funciona como fonte de carbono e também produz radicais de hidroxila que favorecem a melhor qualidade do diamante [4].

## 2. O processo empregado

O diamante e o grafite são estruturas cristalinas formadas exclusivamente de átomos de carbono caracterizadas com ligações C-C  $sp^3$  e  $sp^2$ , respectivamente.

Estudos experimentais e teóricos vem sendo feitos para equacionar os mecanismos que promovem a síntese do diamante pelo processo de deposição química na presença de reagentes gasosos com carbono misturados com hidrogênio. A razão do uso de atmosferas supersaturadas com hidrogênio molecular na sintetização de filmes de diamante é favorecer a deposição dos radicais de carbono-carbono tipo C-C  $sp^3$  e corrosão da fase tipo C-C  $sp^2$ , possibilitada pela transferência de calor do filamento ao substrato.

O processo de crescimento do diamante pelo método da deposição química a partir da fase vapor (CVD) requer que o reagente na sua constituição tenha átomos de carbono, como por exemplo, o metano, etano, etanol, etc. Pesquisas estão sendo feitas com o acréscimo de outros reagentes para desbalancear a reação de deposição de compostos com ligações tipo C-C  $sp^2$  na direção de favorecimento da formação das ligações tipo C-C  $sp^3$  junto à superfície [3, 5, 6]. O reagente mais comum é o hidrogênio molecular, o qual também funciona como diluente principal da mistura gasosa.

O hidrogênio molecular absorve energia do filamento quente, se dissocia na forma de hidrogênio atômico que catalisa a formação das ligações tipo C-C  $sp^3$  junto à superfície do substrato. Outros gases contendo elementos fortemente eletronegativos como, por exemplo, o oxigênio, o flúor, o cloro, etc., também podem ser utilizados para remoção das fases grafiticas que ocorrem concomitantemente com o processo de deposição de diamante [7, 8]. A deposição do filme é catalisada por uma superfície sólida denominada de substrato, como por exemplo, lâminas de silício ou outro tipo de material refratário.

O processo de deposição apresenta duas etapas distintas: na primeira os reagentes dissociam-se na fase gasosa e devem reagir para formar um produto sólido de carbono sobre a superfície sólida exposta do substrato. Na segunda etapa, a deposição de carbono já ocorre sobre uma superfície de carbono. Estes processos tem um fator preponderante no processo inicial de nucleação [3].

O processo de deposição química a partir da fase vapor (CVD) tem sido empregado com sucesso também para a deposição de materiais de alto ponto de fusão como por exemplo, silício, óxido de silício, tungstênio, molibdênio, etc [9].

### **3. Método empregado na caracterização das amostras**

As amostras foram caracterizadas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) e espectroscopia de espalhamento Raman.

#### **3.1 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)**

Foi utilizada a microscopia de varredura para observar a morfologia das amostras tanto da superfície, quanto da seção transversal das mesmas, após fratura intencional. A taxa de crescimento foi determinada, medindo-se a espessura média dos filmes, através das medidas nas imagens de MEV da seção transversal das amostras. O microscópio utilizado foi o modelo JSM-5900 LV da marca JEOL, localizado no Laboratório Nacional de Luz Síncrotron.

#### **3.2 Espectroscopia de espalhamento Raman e de fotoluminescência**

Foi utilizado um espectrômetro Renishaw, equipado com um feixe de laser de  $\text{Ar}^+$  com potência de 6 mW e comprimento de onda  $\lambda = 514,5$  nm, que gera os fótons incidentes na amostra através de um espelho parcialmente transmissor acoplado a um microscópio óptico. Isto permite focalizar o feixe até o diâmetro de 2  $\mu\text{m}$ , o que possibilita a realização de micro-análises de espectrometrias sobre áreas específicas como, por exemplo, nos espaços intergranulares ou mesmo sobre um único grão de diamante da amostra.

## 4. Organização

Esta dissertação está organizada em três capítulos sendo este (Capítulo I) o de introdução. O Capítulo II é dedicado a apresentação do projeto e construção do reator. O Capítulo III é dedicado à apresentação e discussões dos resultados obtidos com a deposição de filmes de diamante comparando as amostras crescidas no reator de geração anterior, sem o movimento do substrato e sem as melhorias introduzidas neste projeto, com as do reator proposto com movimento do substrato e com o uso de filamento duplo em um substrato de aproximadamente o triplo da área dos substratos normalmente usados para crescimento de filmes de diamante em nosso laboratório. Finalmente, o Capítulo IV que apresenta as considerações finais e perspectivas de aplicações futuras.

## 5. Bibliografia

- [1] A. T. Collins, Philos. Trans. R. Soc. London, Ser. A **343** (1993) 233.
- [2] F. V. Rani, Mater. Sci. Eng., **B19** (1993) 203.
- [3] H. J. Ceragioli, Tese de Doutorado: Influência de Gases Nobres no Crescimento de Diamante e de Nanoestruturas de Carbono pelo Método de Deposição Química a partir da Fase Vapor (CVD), DSIF/FEEC/Unicamp (2001).
- [4] C. V. Raman, and K.S. Krishnan, A New Type of Secondary Radiation, Nature, **121** (1928).
- [5] E. Vietzle, V. Philipps, K. Flaskamp, P. Koidl and Ch. Wild, Surf. and Coat. Tech, **47** (1991) 156.
- [6] R. Ressler, A. R. Badzian, T. Badzian, K. E. Spear, P. Bachmam and R. Ray, Thin Solid Films, **153** (1987) 1.
- [7] I. Schimidt and C. Benndorf, Diamond and Related Materials, **6** (1997) 964.
- [8] E. J. Corat, V. J. Trava-Airoldi, N. F. Leite, M. C. A. Nono and V. Baranauskas, J. Mater. Science, **32** (1997) 941.
- [9] L. S. Pan and D. R. Kaina: Eletronic Properties and Applications, Kluwer Academic Publishers, Boston, U.S.A (1995) 115.

# Capítulo II

## Reator de filamento quente motorizado

### 1. Introdução

Os reatores para crescimento de filmes finos por deposição química a partir da fase vapor (Chemical Vapor Deposition - CVD) projetados para o crescimento de diamante [1, 2] operam em baixas pressões e em temperaturas moderadas. Consistem de uma câmara de quartzo fechada em suas extremidades por duas flanges, geralmente fabricadas em duralumínio. Esta câmara está em pressão sub-atmosférica e é provida de conexões para alimentação dos reagentes, refrigeração, alimentação de energia elétrica, medição da temperatura no substrato e manutenção e medição do vácuo.

Neste estudo estamos considerando como ponto de partida o aperfeiçoamento de um reator de filamento quente [1, 3] que há algum tempo vem sendo construído no laboratório e tem sido continuamente aperfeiçoado por diversos alunos e pelo corpo técnico do nosso laboratório [4].

O objetivo deste desenvolvimento é melhorar a uniformidade de revestimento do substrato, melhorar a homogeneidade dos grãos de diamante (CVD), permitir um aumento da área revestida, possibilitar o revestimento de substratos com superfícies curvas e aumentar a produtividade ao se alterar os ajustes da altura do substrato durante a deposição. Para isto, partimos das seguintes premissas:

a) para se conseguir melhor homogeneidade dos grãos de diamante (CVD) se torna necessário que o fluxo dos reagentes apresente um comportamento aerodinâmico laminar sobre a superfície de deposição o mais constante e simétrico possível.

b) para se obter maior área depositada e/ou se fazer deposição em superfícies curvas é necessário que o substrato se movimente em relação ao filamento.

c) para se obter uniformidade de revestimento da superfície do substrato pelo filme de

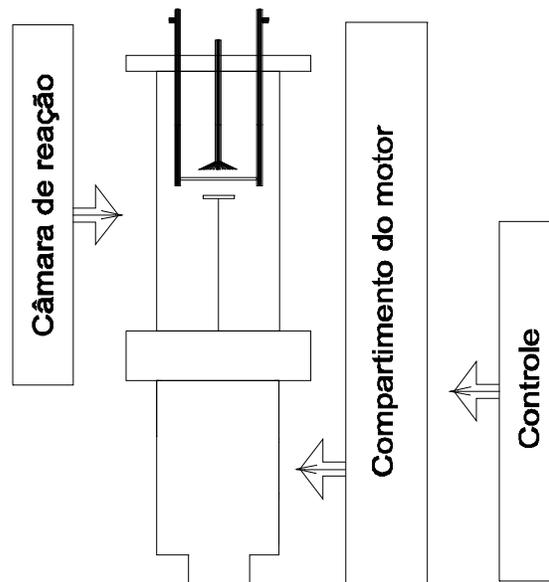
diamante (CVD) é necessário aumentar a área coberta pelo filamento em relação à área de deposição do substrato, pelo uso de rotação do substrato e de multi-filamentos.

As amostras de diamante (CVD) sintetizadas neste novo reator, sem e com rotação do substrato são comparadas no Capítulo III, através dos resultados da caracterização morfológica da superfície por microscopia eletrônica de varredura, e de caracterização química, por espectroscopia de micro-Raman.

Os principais motivos que estimularam esta tese foram à possibilidade de obter um reator tecnologicamente mais avançado que pudesse possibilitar a extração de novos parâmetros para a deposição dos filmes de diamante visando a melhor eficiência e qualidade, além de ampliar os limites para a deposição sobre substratos com áreas não planas.

## 2. Descrição do reator de filamento quente

O reator é constituído de três conjuntos de componentes principais conforme apresentado esquematicamente na Figura 2.1:



**Figura 2.1** Vista esquemática do reator desenvolvido.

- o sistema formado pela câmara de reação,
- o sistema formado pelo compartimento do motor,
- o controle eletrônico de velocidade do motor de passo.

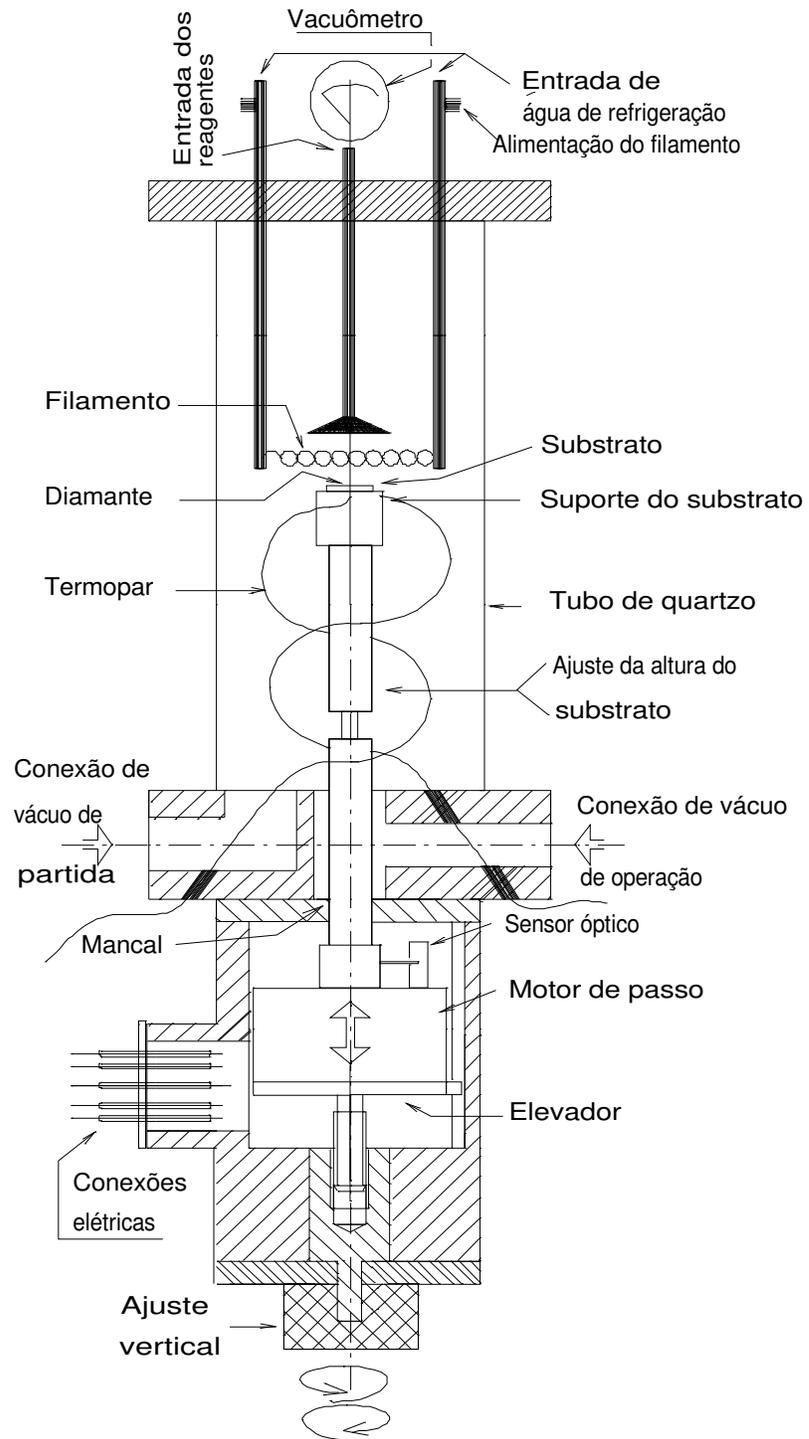
No primeiro sistema ocorre a deposição do filme fino diamantífero sobre o substrato. Este sistema e o sistema motor estão sob vácuo e são vedados da atmosfera exterior por meio de anéis de vedação [5] de Viton<sup>TM</sup>. O controle eletrônico se conecta eletricamente através de passantes isolados eletricamente e instalados no compartimento do motor.

### 3. Projeto

A decisão de usar motor de passo em vez de motores de corrente contínua ou de corrente alternada foi para evitar o uso de redutores de rotação por engrenagens ou polias com correias, que são requeridos para compatibilizar o torque com a baixa rotação planejada para acionamento do suporte do substrato. Desta forma foi possível reduzir o volume do compartimento do motor, o que permitiu que estas duas câmaras de reação e do motor estejam interligadas e sob o mesmo vácuo, ver Figura 2.2. O motor de passo quando encapsulado sob vácuo, e comparado com os outros tipos de motores apresenta, também, a vantagem de não possuir escovas e coletores que contaminam o ambiente sob vácuo com partículas de carvão, cobre, fenolite ou plástico isolante. Em resumo, o motor de passo se mostrou o acionamento mais confiável e tornou possível o encapsulamento do conjunto sob vácuo, em detrimento do direcionamento inicial do projeto que se baseava em motor externo com vedação do eixo de acionamento do substrato por meio de selo mecânico de vedação.

O motor estando encapsulado em um compartimento sob o mesmo vácuo que a câmara do reator, requer que a sua conexão elétrica seja isolada por meio de passantes, tanto para a alimentação do motor como para a comunicação do sinal de fim de curso do sensor óptico.

Foi planejado um ajuste da altura do substrato em relação ao filamento, a ser feito durante a fase de fixação do substrato no suporte do substrato, quando o reator está com a flange superior desmontado. Este ajuste é feito fazendo a haste do suporte do substrato dividida em duas partes, sendo a parte inferior com rosca macho e a parte superior com rosca fêmea.



**Figura 2.2** Esquema do reator.

Ao rosquear uma peça para dentro da outra, obtém-se uma primeira aproximação da altura do substrato em relação ao filamento.

Para fazer o ajuste fino da altura do substrato em relação ao filamento com o reator em funcionamento e em vácuo, optou-se pelo sistema que movimenta o motor de passo junto com o suporte do substrato, através de um mecanismo simples de parafuso e chaveta lateral com botão de acionamento externo. Em função desta necessidade de movimento do motor, a fiação para o acionamento do motor foi disposta em forma de mola de uma espira sob o motor. E a para sinalização de fim de curso do sensor óptico foi colocada sobre o motor.

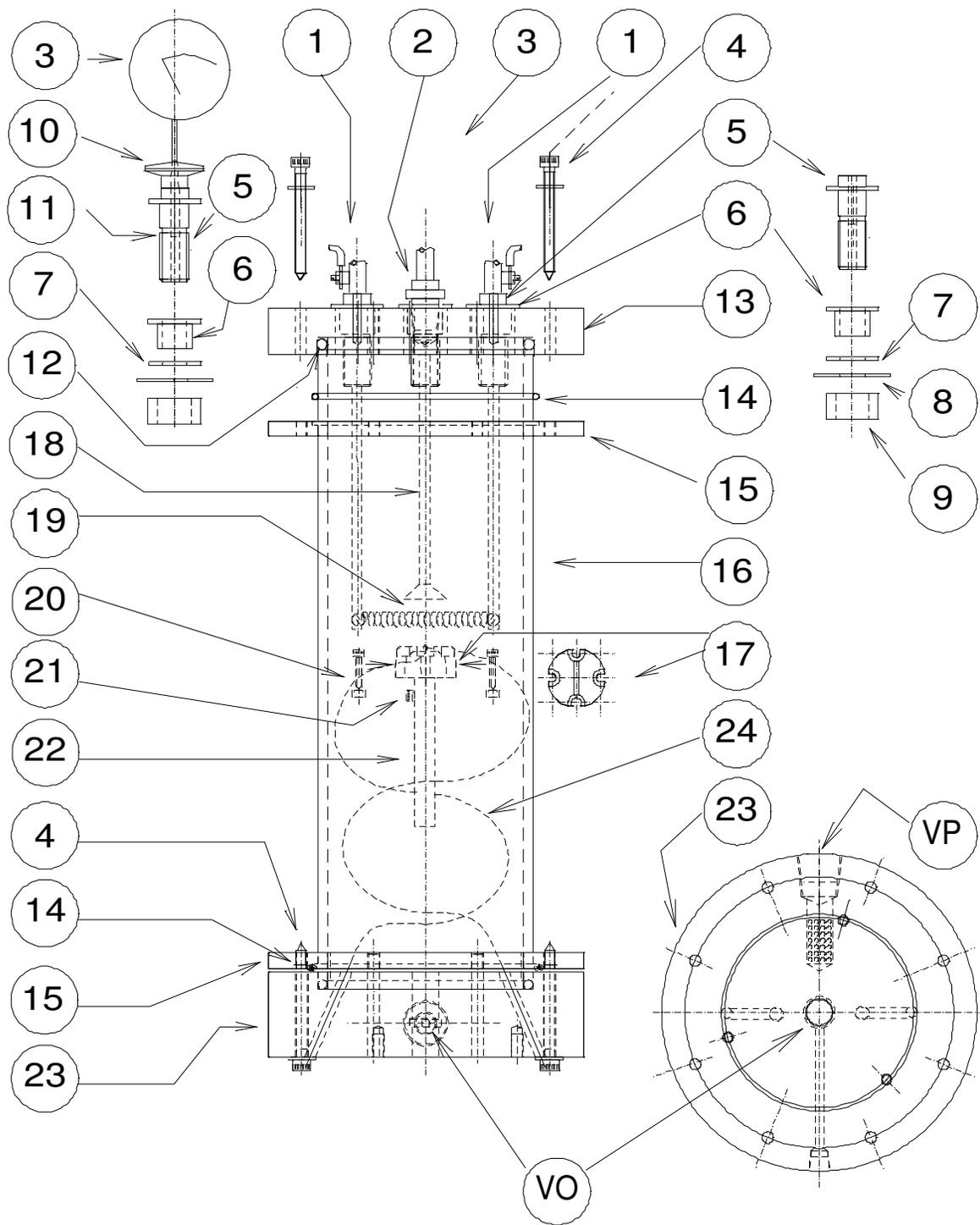
Os reatores anteriores tinham a conexão externa sob a flange inferior do reator com a sucção de vácuo de operação (vácuo lento) no reator posicionada fora do centro da flange inferior e voltada para baixo em forma de cabo de bengala. Neste reator a conexão do vácuo de operação está posicionada na lateral da flange inferior, mas a sucção de vácuo dentro da câmara de reação está posicionada em torno do eixo central do suporte do substrato, permitindo que as condições produzam uma aerodinâmica de fluxo laminar otimizada em torno do substrato e que o vácuo seja feito simultaneamente com a câmara do motor, de forma a evitar que qualquer desgaseificação ou contaminação proveniente do motor e sua fiação passe para a câmara de reação do reator.

A conexão de vácuo de partida, ou vácuo rápido, foi posicionada na flange inferior em um ângulo de  $180^\circ$  da conexão de vácuo de operação.

Para compatibilizar o movimento de rotação do substrato com a necessidade de medição da temperatura no mesmo por termopar, foi planejado que o substrato possa ter um movimento de rotação alternado (vai-vem) de um ângulo de até  $270^\circ$ . Desta forma, o movimento de rotação alternado do substrato ocorre junto com os fios do termopar cuja trajetória desde a flange até ao substrato apresenta a disposição de uma mola, com os dois fios defasados de  $180^\circ$ .

#### **4. Detalhamento**

Em seqüência a diretriz de projeto estabelecida no planejamento, passamos a descrever os componentes dos três sistemas principais do reator: a câmara de reação, o compartimento do motor e o controle de velocidade.



**Figura 2.3** Câmara de reação do reator. Os componentes estão descritos no texto.

## 4.1 Câmara de reação

A câmara de reação do reator apresentada na Figura 2.3 consiste de um tubo de quartzo fundido, com diâmetro externo de 100 mm e comprimento de 330 mm, conforme indica a seta <16> na Figura 2.3. O tubo é refrigerado externamente com um ventilador do tipo utilizado em microcomputadores. Os flanges superior <13> e o inferior <23> do tubo são de duralumínio [Ref. 6], com vedação por meio de anéis de vedação de Viton<sup>TM</sup> <14>, que são fixados por contra-flanges de latão através de quatro parafusos <15>.

Na flange superior da câmara de reação do reator estão fixadas as conexões para o sensor de vácuo <3>, os suportes para a alimentação de energia elétrica para os filamentos que também servem para entrada e saída da água de refrigeração para retirar o excesso de calor gerado pelo filamento em cada suporte de alimentação <1>.

Na flange superior da câmara de reação temos, também, a conexão para o suprimento dos reagentes <2>.

As conexões da flange superior são vedadas por arruelas e buchas de teflon <6, 7>, sendo os seus passantes <5>, fixados por arruelas e porcas <8 e 9>, montadas na parte inferior deste flange.

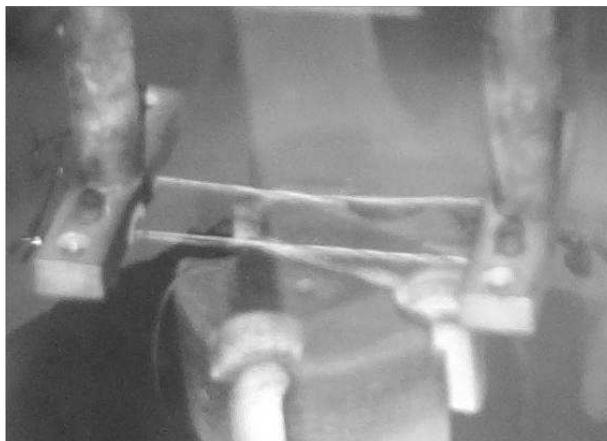
No interior da câmara de reação estão montados o direcionador da alimentação dos reagentes <18>, o conector dos filamentos, os filamentos, a haste fêmea regulável do suporte do substrato <22>, o termopar <24>, o suporte do substrato <17>, e o substrato.

Na flange inferior <23>, estão as duas passagens do fio do termopar, a conexão de 1/2” NPT para vácuo rápido, a conexão de 1/8” NPT para vácuo de operação, a flange de vedação <15> no quartzo com seus quatro parafusos <4> e o anel de vedação <14>. Nesta flange temos a passagem de exaustão dos gases de operação <VO>, centralizada em torno da haste do suporte do substrato para direcionar o fluxo dos reagentes de forma balanceada em torno do suporte do substrato. Também está usinado neste flange a grade para evitar que peças ou partículas sejam sugadas pela tubulação de vácuo de partida <VP>.

Os filamentos utilizados fora(m) fios de tungstênio de diâmetro 0,272 mm. A fixação mecânica do filamento <19> no suporte de alimentação do mesmo é feita por parafusos, o que permite que se façam crescimentos com filamentos simples ou com dois ou mais filamentos (multi-filamentos). O filamento pode ser feito com um só fio de tungstênio ou

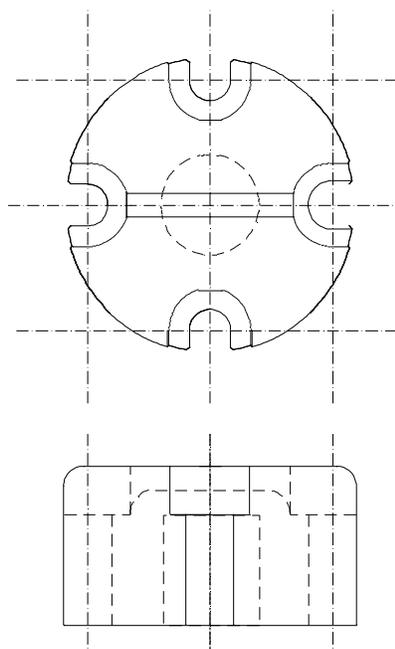
com par trançado do mesmo, ilustrado na Figura 2.4.

O suporte do filamento desenvolvido para multi-filamentos ilustrado na Figura 2.4 apresenta uma amostra produzida com filamentos em paralelo.



**Figura 2.4** Fotografia do suporte para multi-filamentos.

O suporte do substrato <17> foi fabricado em amianto e projetado de forma a facilitar a fixação do substrato e que o substrato fique montado diretamente sobre o termopar alojado em uma canaleta, conforme ilustrado na Figura 2.5.



**Figura 2.5** Detalhes do suporte do substrato.

## 4.2 Compartimento do motor

O compartimento do motor de passo, vide Figuras 2.6 e 2.7, consiste no encapsulamento do motor de passo que fica contido em duas cavidades usinadas em latão <26 e 39>, e vedadas por anéis de vedação <25>.

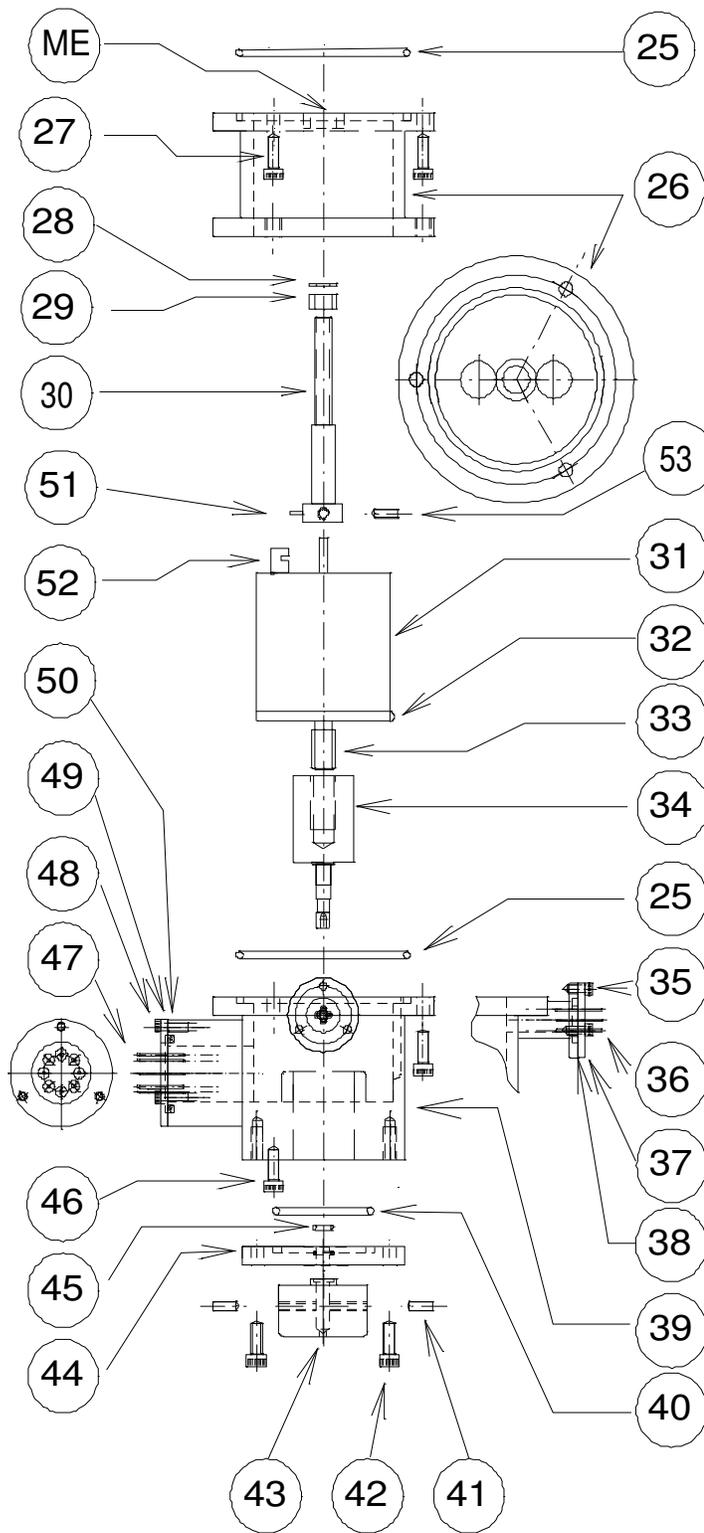
A cavidade superior <26> é fixada pelo seu flange superior por 3 parafusos <27>, na flange inferior da cavidade de vácuo <23> e incorpora o mancal <ME> da haste macho inferior <30>. Nesta cavidade temos também o anel de vedação <25> com a flange inferior da cavidade de vácuo do reator e também o orifício de inspeção do sensor óptico. No interior do compartimento do motor de passo temos o motor de passo <31>, propriamente dito com sua fiação soldada aos passantes montados em placa de PCB de fibra de vidro <35, 36, 37, 38>, <47, 48, 49 e 50>. A Figura 2.7 apresenta uma foto do conjunto.

A palheta sinalizadora de fim de curso <51> fica montada na haste (rosca macho) inferior do suporte do substrato <30>, a qual é fixada por 2 parafusos Allen sem cabeça <53>, no eixo do motor <31>. Esta palheta <51> é a peça determinante da sinalização do fim de curso pelo sensor óptico <52>, sendo este último montado sobre o motor de passo.

Sob o motor fica fixado o suporte com rosca métrica (M10) macho, o elevador superior <33> do motor com a sua chaveta <32> conforme indicado na Figura 2.8, que evita que o mesmo gire quando acionado pelo eixo com rosca fêmea do elevador inferior <34>, garantindo o movimento axial para ajuste do motor de passo. A cavidade inferior <39> serve de mancal radial para o elevador inferior <34> e guia da chaveta <32> do elevador superior <33>.

Na parte inferior da cavidade inferior fica montado a flange de fixação axial <44>, do elevador inferior <34>, e os anéis de vedação <40 e 45>.

Na parte inferior fica o elevador inferior fixado por parafusos e pelo botão <43>, que completa a fixação axial do conjunto do elevador do motor, transformando o movimento radial do botão em deslocamento axial do conjunto móvel formado pelo motor com as hastes e o suporte do substrato, que junto com a vedação feita pelos anéis permite o ajuste vertical do motor de passo com o reator em operação.



**Figura 2.6** *Compartimento do motor.*



### 4.3 Controle de velocidade

O sistema de comando do motor de passo foi projetado utilizando quatro circuitos integrados, dois temporizadores 555, um duplo flip-flop 7476, um inversor 7404 [Ref. 8] mais 12 transistores [Refs. 9, 10].

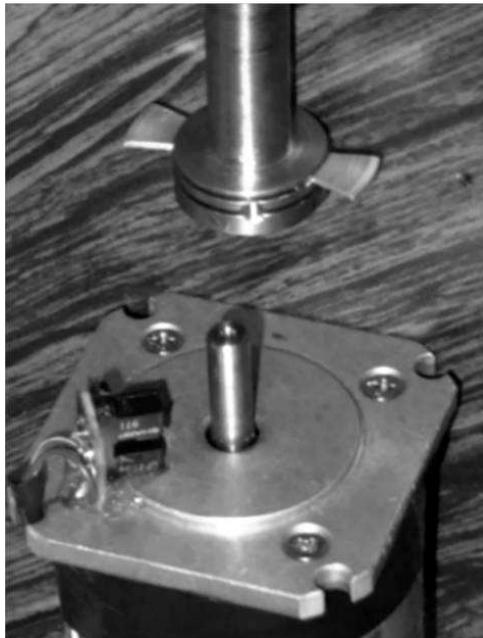
O motor de passo usado no acionamento do suporte do substrato do reator é de 200 passos/revolução (passo de  $1,8^\circ$ ), 6 Vcc, 12 A, marca Astrosin tipo 23Lm-004, fabricado por “Minibea Co, Taiwan.

O sistema foi projetado para funcionar em baixa velocidade, com o comando para acionamento do motor apresentando as seguintes opções de funcionamento:

- contínuo,
- alternado com reversão do sentido de rotação, com ajuste do movimento angular entre  $15^\circ$  e  $180^\circ$ .

Ambas as opções possuem controle de velocidade, variável de 0,1 pulso/s a 0,5 pulso/s.

No movimento alternado, o controle do ângulo de rotação do movimento angular do motor de passo utiliza um sensor óptico [Ref. 8] formado por um acoplador óptico e uma palheta (vide Figura 2.9) montada na haste inferior e o retorno é feito por temporização ajustável proporcional ao ângulo de rotação.



**Figura 2.9** Fotografia do motor destacando o sensor óptico.

A palheta é fixada por pressão em uma canaleta usinada na haste. A Figura 2.9 mostra a possibilidade de fixação de duas palhetas. No outro sentido o retorno fica limitado pela temporização proporcional aos pulsos emitidos para movimento do motor.

O funcionamento do controle de velocidade pode ser descrito em três partes:

- Controle da velocidade,
- Controle do movimento angular em sentido para o sensor óptico,
- Controle do movimento angular no sentido de afastamento do sensor óptico.

#### **4.3.1 Controle de velocidade**

Os pulsos **a** gerados pelo circuito integrado CI-1 (ver Figura 2.10) são usados para excitar as quatro bobinas de acionamento dos passos do motor, sendo condicionados para a forma dos pulsos: **c**, **d**, **e** e **f** (ver Figura 2.11) pelo CI-2 e amplificados de acordo com a potência requerida pelo motor de passo.

#### **4.3.2 Controle do movimento angular em sentido para o sensor óptico.**

Esta fase do movimento do suporte do substrato corresponde à fase I do diagrama de pulsos mostrado na Figura 2.11 que pode ser acompanhado pelo diagrama de blocos mostrado na Figura 2.10.

Com a rotação do motor em sentido normal o sinal **i** se mantém em nível 0, ver Figura 2.7, o acionamento do motor é feito pelos sinais **c**, **d**, **e** e **f**.

#### **4.3.3 Controle do movimento angular em sentido de afastamento do sensor óptico.**

A fase II do diagrama de pulsos apresentado na Figura 2.11 inicia quando a palheta da haste inferior intercepta o feixe de luz do sensor óptico. Neste instante o sinal **g** passa para nível 1, originando o pulso negativo **h** que é derivado do sinal **g** diferenciado e invertido pelo diferenciador e o inversor CI-2 (ver Figura 2.10). Como consequência, o sinal **i** passa para nível 1 fazendo com que o módulo reversor inverta os sinais **d** e **f** invertendo o sentido de rotação do motor de passo.

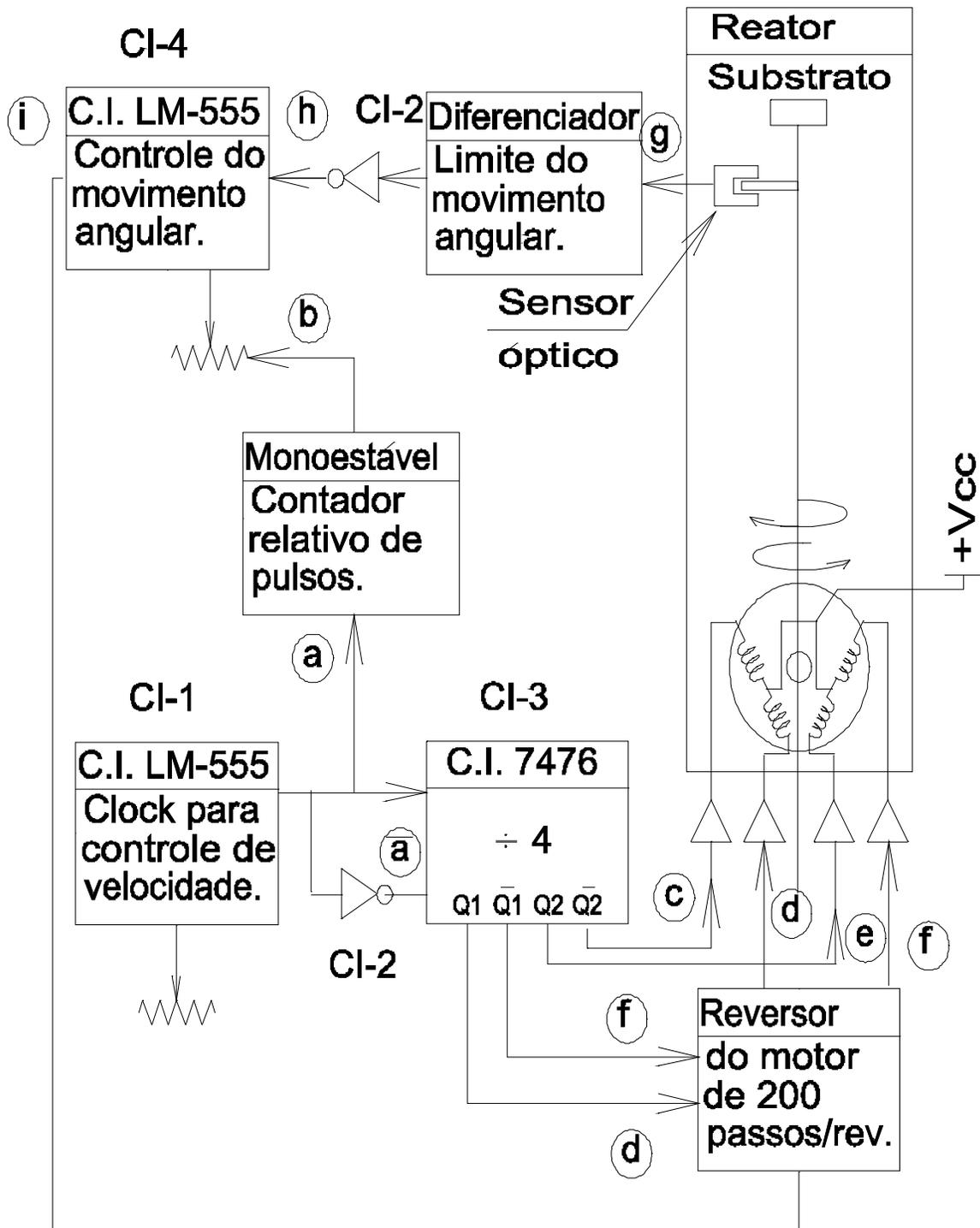
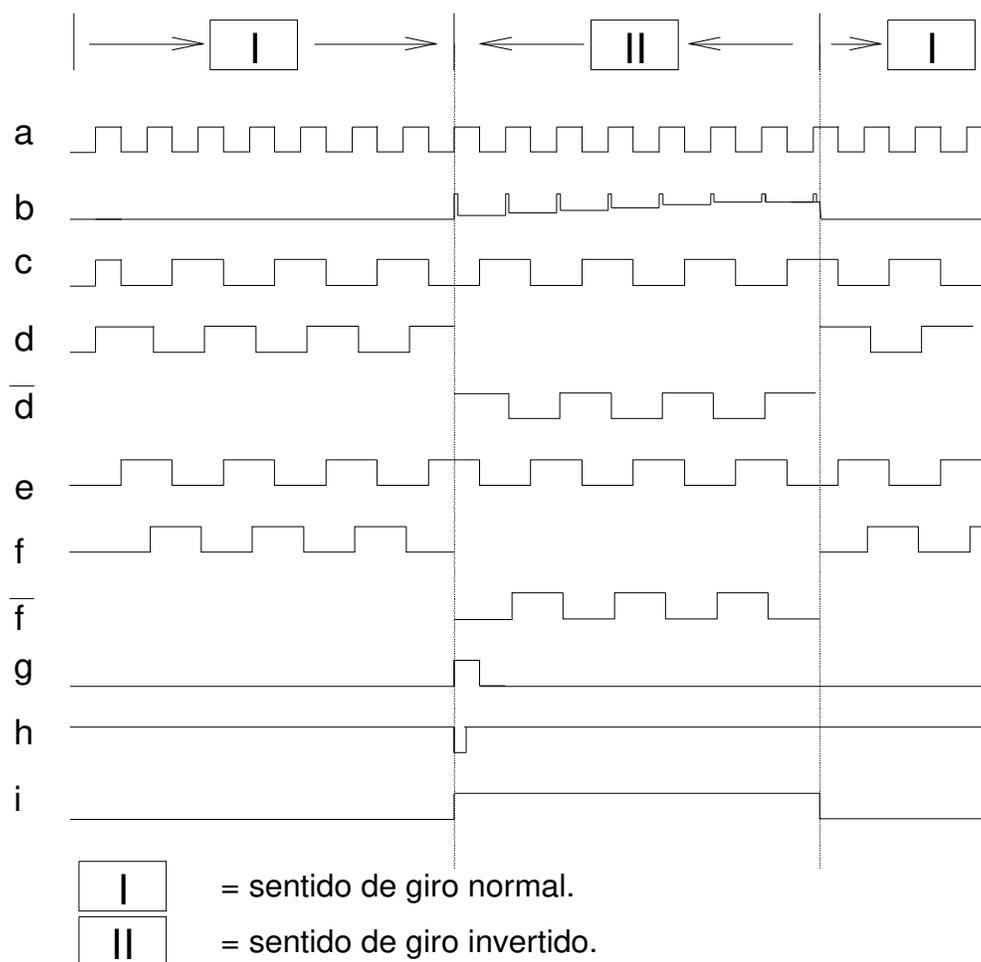


Figura 2.10 Diagrama de blocos do controle do motor.

Portanto, para inverter o sentido de rotação do motor de passo [Ref. 11] é necessário que se invertam os pulsos **d** e **f**, conforme ilustrado na fase II da Figura 2.11.

Esta inversão do sentido de rotação do motor ocorre durante o tempo em que o sinal **i** está positivo, determinado pela carga do capacitor de temporização de CI-4, é carregado pelos pulsos positivos **b** originados dos pulsos **a** que determinam a velocidade do motor de passo, ver fase II ilustrada na Figura 2.11.



**Figura 2.11** Diagrama reduzido do fluxo dos sinais do controle de velocidade do motor.

Como a carga do capacitor de temporização de CI-4 depende do tempo dos pulsos  $T_b < T_{a_{MIN}}$ , a temporização de retorno é independente da variação do ajuste de velocidade do motor.

Ao final da temporização, produzida pelo conjunto de pulsos **b**, o sinal **i** volta ao nível 0 e o reversor encerra a inversão dos sinais **d e f**, voltando o motor a girar na condição inicial, desta forma retornando a fase I.

O controle alternado do sentido de rotação apresenta a vantagem de possibilitar manter o termopar para o controle de temperatura.

## **5. Instalação do reator**

O reator é alimentado por uma mistura gasosa que consiste de H<sub>2</sub> mais vapor de álcool etílico P.A.vaporizado a partir de um reservatório líquido conforme ilustrado na Figura 2.12. O hidrogênio gasoso é o meio de transporte que arrasta o vapor do álcool para o reator. Os fluxos dos gases são controlados por fluxímetros de massa do tipo 247C, 4 channel readout, marca MKS. O fluxo total da mistura é ajustado para a vazão de 100 ml/min sob a CNTP. A medição do vácuo na câmara de reação é feita por um sensor do tipo tubo de Bourdon, com pressões entre 2500 e 16000 Pa. A excitação do filamento é feita por uma fonte DC de corrente e tensão estabilizada (fabricante Tectrol, modelo TCA 4050), com capacidade máxima de 40 Amperes em 50 Volts. Tipicamente utiliza-se em torno de 200W para manter o substrato em 900°C.

A primeira aproximação da regulagem interna da altura do substrato ao filamento consiste em ajustar a rosca da haste do suporte do substrato para ficar próxima ao filamento quando a flange superior estiver recolocada, e travar o ajuste com uma contra-porca e arruela de pressão, conforme ilustrado nos detalhes <28 e 29> da Figura 2.6.

Esta regulagem é feita durante o estágio de preparação para partida, quando o reator está aberto com a flange superior retirado.

O ajuste definitivo da altura do substrato em relação ao filamento é feito com o reator funcionando pela rotação de um botão (vide detalhes <43> das Figuras 2.5 item 43 e 2.12) que está posicionado na parte inferior do reator.

Girando o botão para a direita o suporte do substrato se afasta do filamento com o deslocamento de 1,5 mm por volta ou seja 0,5 mm a cada 120°. Girando para a esquerda o mesmo se aproxima.

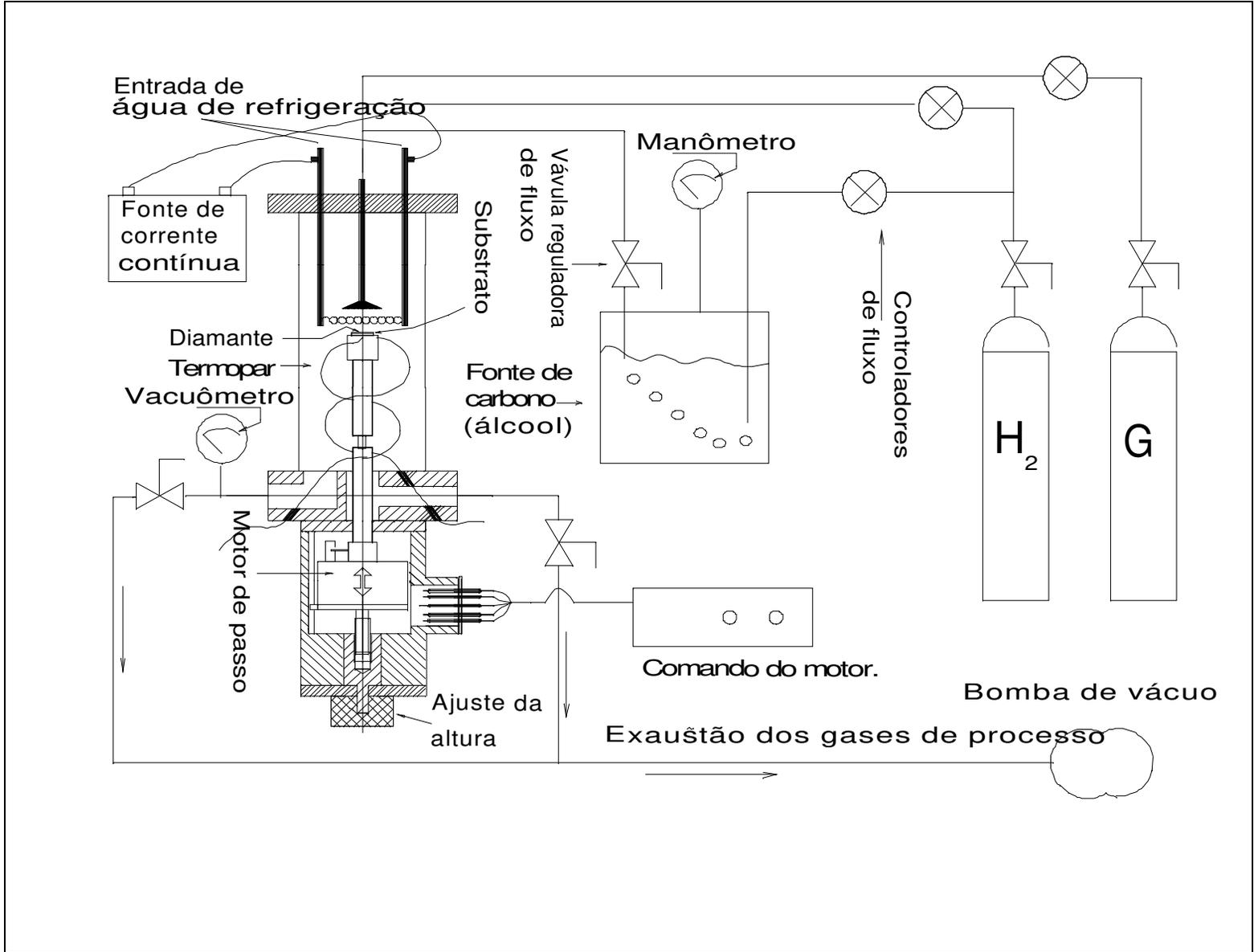


Figura 2.12 Esquema geral do reator.



**Figura 2.13** Reator mostrando a desmontagem da flange superior.

A Figura 2.13 apresenta o reator mostrando a desmontagem da flange superior.

## 6. Sumário

Foram incorporadas as seguintes melhorias no sistema:

- Fluxo aerodinâmico laminar e simétrico dos gases em torno da haste central do suporte do substrato,
- Rotação do suporte do substrato,
- Mancal na câmara superior do compartimento do motor para escorar a haste do suporte do substrato,
- Vedação com: anéis de vedação de Viton™ e passantes montados em PCB instalados em flanges com anéis de vedação,
- Pré-ajuste interno da altura do substrato na fase de pré-sinterização,
- Ajuste fino entre o suporte do substrato e o filamento durante a operação do reator,
- Utilização de multi-filamentos,
- Filamentos simples e filamentos trançados,
- Controle eletrônico de rotação do motor de passo.

No Capítulo III as amostras produzidas são apresentadas e comparadas com amostras produzidas em reatores convencionais com filamento quente, sem rotação do substrato.

## 7. Bibliografia

- [1] V. Baranauskas, A. Peled, V. J. Trava-Airoldi, C. A. S. Lima. I. Doi and E. J. Corat, *Appl. Surf. Sci.*, **79/80**, (1994) 129.
- [2] O. Matsumoto and T. Katagiri, *Thin Sol. Films* **146** (1987) 283.
- [3] K. Tankala and T. DebRoy, *J. Appl. Phys.* **72** (1992) 712.
- [4] H. J. Ceragioli, Tese de Doutorado: Influência de Gases Nobres no Crescimento de

Diamante e de Nanoestruturas de Carbono pelo Método de Deposição Química a partir da Fase Vapor (CVD), DSIF/FEEC/Unicamp (2001).

[5] Parker Hannifin Corporation, Seal Group, Parker O-Ring Handbook, (1980).

[6] F. H. Colvin and F. A. Stanley, The New American Machinist's Handbook, McGraw-Hill Book Company, Inc. (1955).

[7] E. Oberg and F. D. Jones, Machinery's Handbook, The Industrial Press (1957).

[8] Motorola Inc, Motorola Semiconductor Master Selection Guide and Catalog (1981).

[9] J. Milman and C. C. Halkias, Integrated Electronics, MacGraw-Hill (1972).

[10] R. A. Rivero, Proyecto de Circuitos Electrónicos, Editora Arbó S.A.C. (1972).

[11] Superior Electric, Design Engineer's Guide to Stepping Motors SE-L8946, (1992).

## Capítulo III

# Amostras diamantíferas crescidas no reator de filamento quente sem e com substrato rotativo

### 1. Introdução

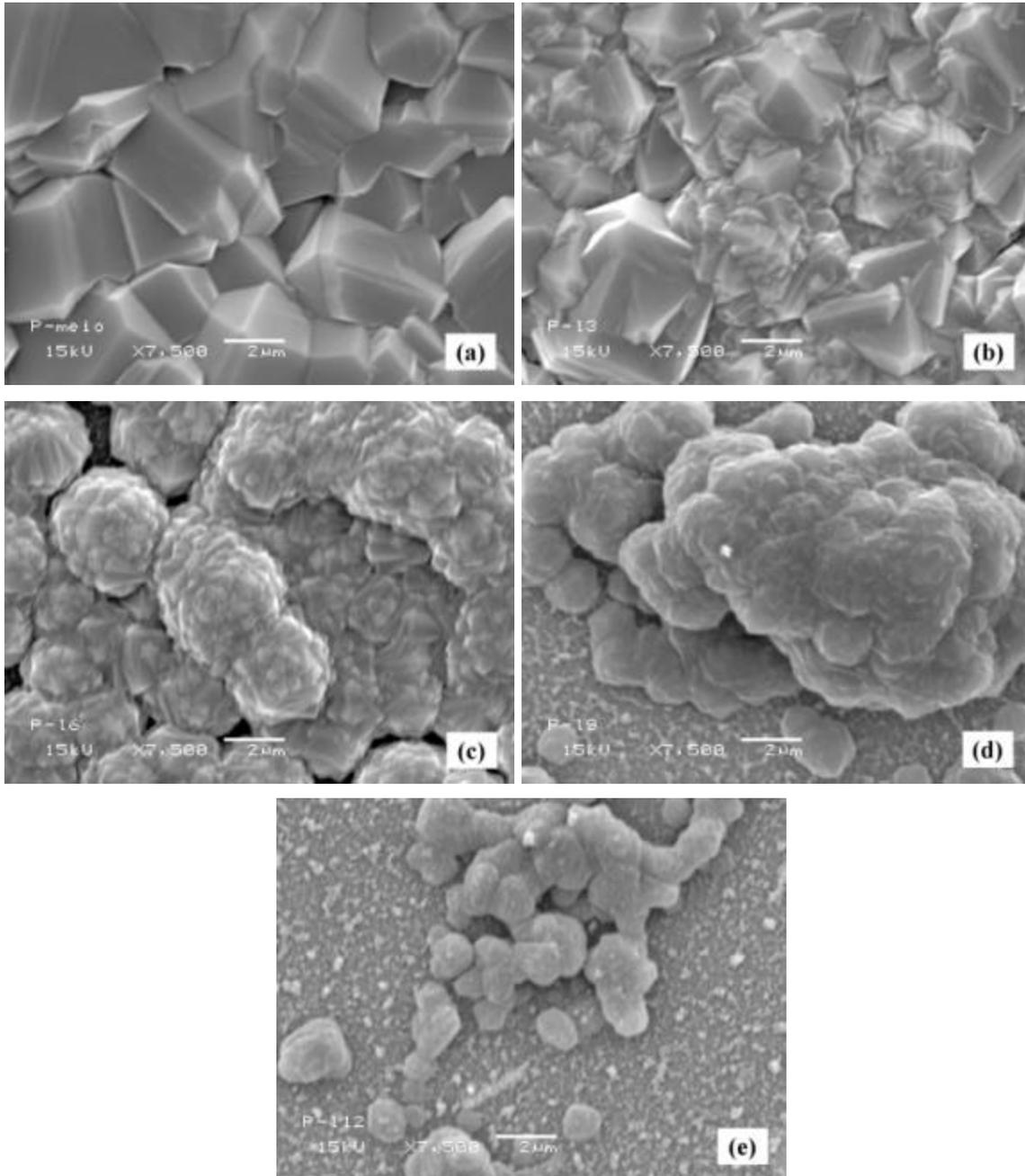
Neste capítulo são apresentados resultados típicos do crescimento de filmes diamantíferos que foram sintetizados empregando o reator CVD de filamento quente sem e com substrato rotativo. As amostras de diamante foram crescidas utilizando o álcool etílico como fonte de carbono e o hidrogênio como gás de arraste dos radicais de carbono para a superfície de crescimento do filme de diamante, e exaustão dos produtos gasosos do reator de filamento quente [1, 3-5].

### 2. Caracterização da amostra utilizando filamento único empregando reator CVD de filamento quente de geração anterior

As Figuras 3.1 (a, b, c, d, e) ilustram a morfologia dos grãos de diamante crescidos durante 6 horas no reator CVD de filamento quente convencional com filamento reto, sem substrato rotativo e sem as melhorias descritas no Capítulo II. Para o crescimento foi usado como filamento um fio reto de tungstênio com diâmetro de 272  $\mu\text{m}$ .

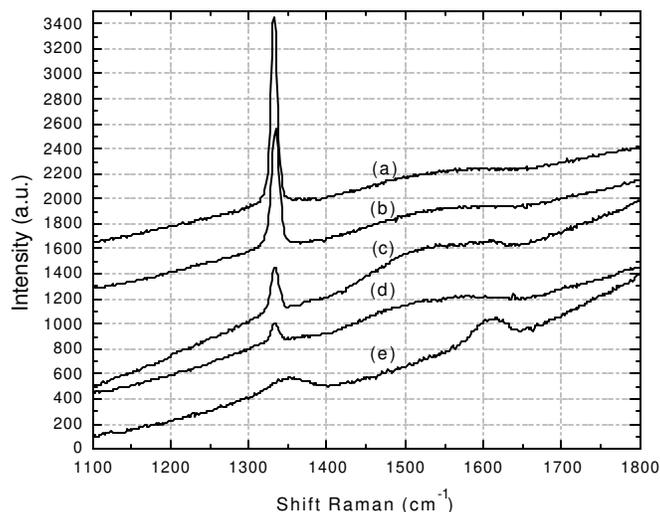
Pode-se observar que o filme depositado apresenta diferentes características morfológicas ao longo da amostra. Na região central da amostra sob o filamento, Figuras 3.1 (a, b), o filme é homogêneo e apresenta boa coalescência e facetamentos de grãos. Em regiões da amostra mais distantes do filamento, no entanto a qualidade do filme não se mantém; o facetamento dos grãos diminui e não se observa mais a coalescência dos mesmos. O filme deixa, portanto, de ser uniforme. Este comportamento está ilustrado nas

Figuras 3.1(c, d) que correspondem a 6 e 9 mm de afastamento desta projeção sob o filme. Para as regiões afastadas da perpendicular do filamento sob o filme acima de 12 mm, é verificado apenas a presença de grãos dispersos ou pequenas aglomerações de grãos (Figura 3.1 (e)).



**Figura 3.1** *Imagens típicas de MEV de um filme de diamante crescido em reator CVD de filamento quente convencional com filamento reto e substrato não rotativo, distantes do filamento de 3, 6, 9, 12 e 15 mm respectivamente mostrado nas imagens: a, b, c, d, e, f*

A Figura 3.2 apresenta os espectros de micro-Raman característicos do filme de diamante crescido no reator CVD com filamento reto, substrato fixo e sem as melhorias descritas no Capítulo II. As curvas (a), (b), (c), (d) e (e) correspondem às imagens de MEV da Figura 3.1 (a,b,c,d,e), respectivamente.



**Figura 3.2** Espectros típicos de Raman dos filmes de diamante crescidos com filamento reto e substrato fixo, correspondentes, respectivamente às imagens apresentadas na Fig.3.1

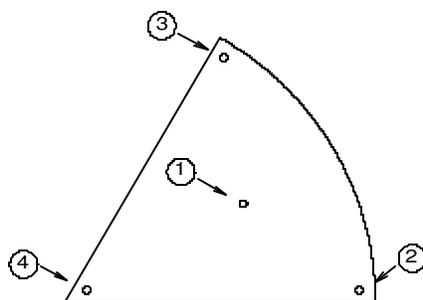
É observada para as regiões centrais da amostra, curvas da Figura 3.2(a, b) um único pico Raman localizado em  $1332\text{ cm}^{-1}$  devido às ligações tipo C-C  $\text{sp}^3$  referente à fase diamantífera do carbono que indicam ser esta região uma amostra diamantífera de boa qualidade. Na região da curva (c), distante 6 mm da projeção perpendicular do filamento sob o substrato, é observado a redução do pico localizado em  $1332\text{ cm}^{-1}$  correspondente às ligações tipo C-C  $\text{sp}^3$  referente à fase diamantífera do carbono e o aparecimento de um pico largo, em torno de  $1580\text{ cm}^{-1}$ , devido às ligações tipo C-C  $\text{sp}^2$  referente à fase grafítica do carbono [6, 7] o que corresponde a uma perda gradual da qualidade da amostra diamantífera, que piora a medida que a deposição se afasta da projeção perpendicular do filamento sob a amostra, conforme as curvas (d, e).

A observação dos espectros de micro-Raman apresentadas na Figura 3.2 correlaciona-

se com o que é observado nas imagens de MEV da Figura 3.1 e permite concluir que o filme de diamante crescido no reator CVD de filamento quente sem rotação do substrato apresenta crescimento de diamante em uma região restrita às proximidades da projeção perpendicular do filamento sob o substrato.

### 3. Formato e pontos de medição dos substratos de silício

A Figura 3.3 ilustra o formato dos substratos de silício [5] utilizados para o crescimento dos filmes de diamantes no reator CVD com substrato rotativo.



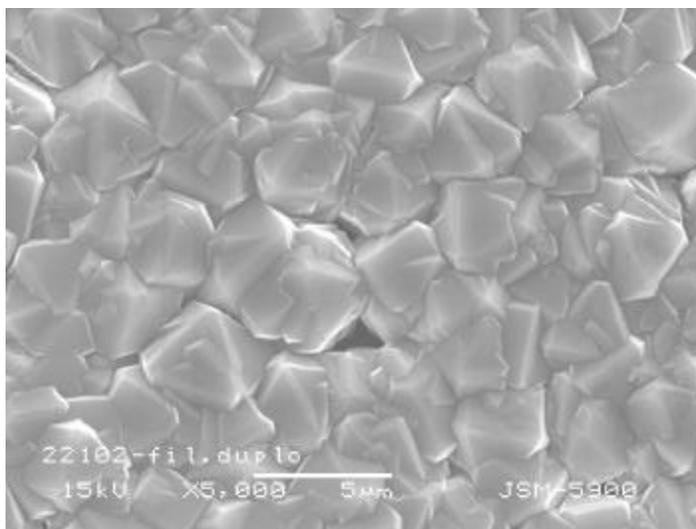
**Figura 3.3** Pontos de medição no substrato do filme de diamante crescido utilizando o reator CVD com substrato rotativo

As lâminas de silício foram clivadas em seis setores de  $60^\circ$  com raio de 25 mm. Os pontos (1), (2), (3) e (4) indicam os locais escolhidos para as análises de microscopia eletrônica de varredura MEV e espectroscopia de micro-Raman.

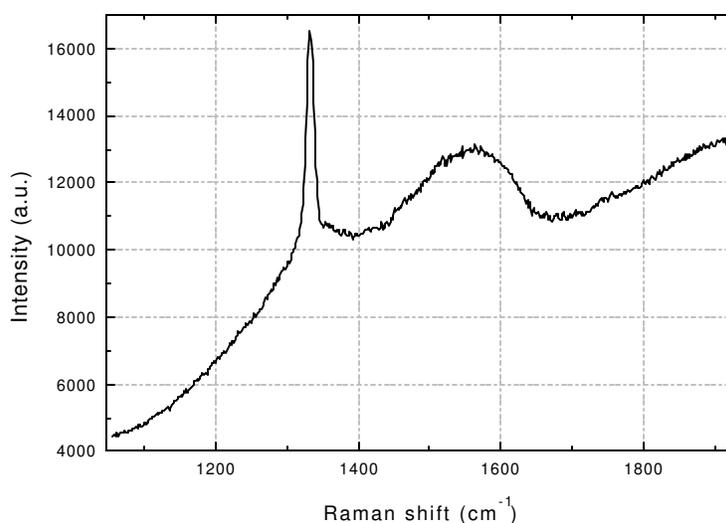
### 4. Caracterização de amostras de diamante utilizando como filamento dois fios trançados

Foi utilizado um filamento de tungstênio com diâmetro de 272  $\mu\text{m}$  trançado em par como filamento quente do reator CVD com substrato rotativo. A Figura 3.4 apresenta as imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) de um filme de diamante crescido durante 6 horas. Observou-se que todo o filme apresenta excelente homogeneidade. A coalescência nas extremidades da amostra poderia ter sido perfeita se

tivesse sido aumentado o tempo de crescimento. A Figura 3.5 mostra o espectro de micro-Raman da amostra de diamante correspondente a imagem de MEV ilustrada na Figura 3.4



**Figura 3.4** Imagem típica de MEV de um filme de diamante depositado com filamento trançado, relativa ao ponto 1 da Figura 3.3.

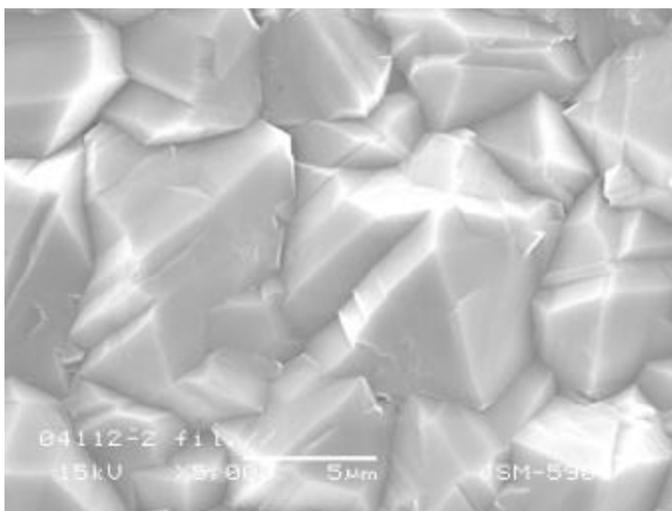


**Figura 3.5** Espectro típico de micro-Raman de um filme de diamante com filamento trançado

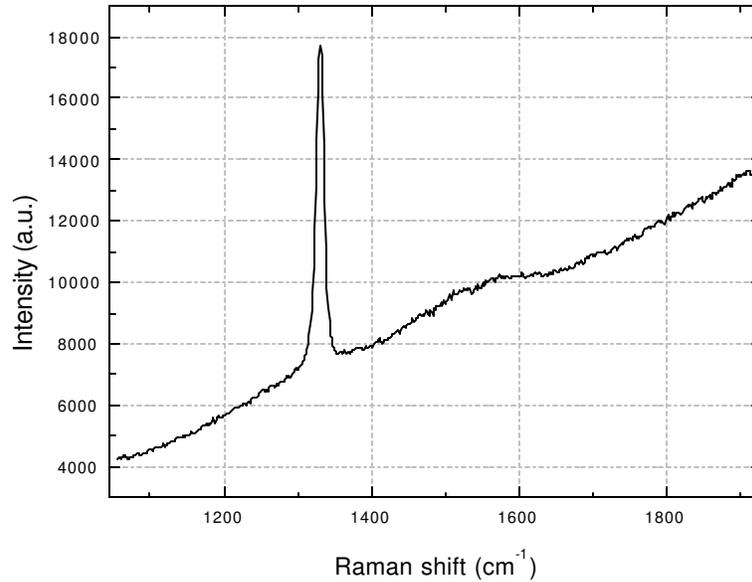
É observada a presença de dois picos no espectro de micro-Raman. Um pico estreito localizado em  $1332\text{ cm}^{-1}$ , devido às ligações tipo C-C  $\text{sp}^3$  referente à fase diamantífera do carbono e, outro, pico largo, em torno de  $1580\text{ cm}^{-1}$ , devido às ligações tipo C-C  $\text{sp}^2$  referente à fase gráfitica do carbono [6, 7].

## 5. Caracterização das amostras de diamante utilizando como filamentos dois fios em paralelo

O substrato de silício foi mantido em oscilação constante durante todo o crescimento, em frequência 0,02 Hz. No entanto, o filamento do reator CVD com substrato rotativo foi modificado. Neste caso, foram utilizados dois fios de tungstênio com diâmetro de 272  $\mu\text{m}$  dispostos em paralelo separado por uma distância de 9 mm. A Figura 3.6 mostra a imagem obtida por MEV de um filme de diamante crescido durante 23 horas com filamentos paralelos. Pode ser observado que a amostra apresenta uma perfeita coalescência sobre toda a área, bem como os grãos de diamante com facetamento bem definido. A Figura 3.7 mostra o espectro de micro-Raman da amostra de diamante crescido com filamento paralelo.



**Figura 3.6** Imagem típica de MEV de um filme de diamante crescido com dois filamentos em paralelo

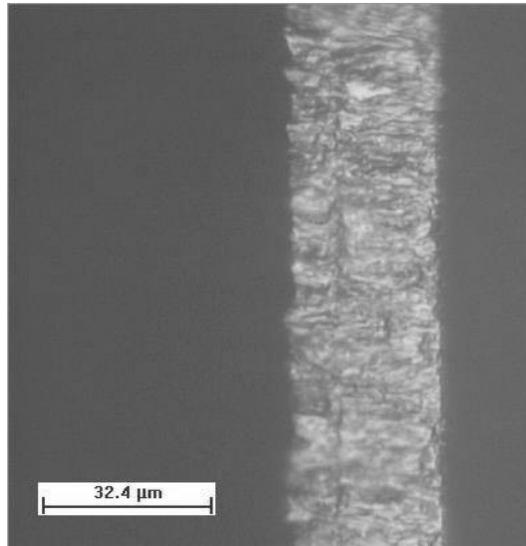


**Figura 3.7** *Espectro típico de Raman de um filme de diamante crescido com dois filamentos em paralelo*

É observado que o diamante é de boa qualidade, pois o espectro de micro-Raman apresenta o pico em  $1332\text{ cm}^{-1}$  bem definido e intenso, enquanto que o pico devido às ligações tipo  $\text{C-C sp}^2$ , características da grafite, em torno de  $1580\text{ cm}^{-1}$ , é quase inexistente [6, 7].

## **6. Caracterização de fratura da amostra utilizando filamentos formados por dois fios em paralelo**

A Figura 3.8 mostra a seção transversal típica da fratura do filme de diamante observada por microscopia óptica. A amostra foi fraturada e a espessura do filme foi medida por microscopia óptica na seção transversal da amostra em diversas posições da mesma.



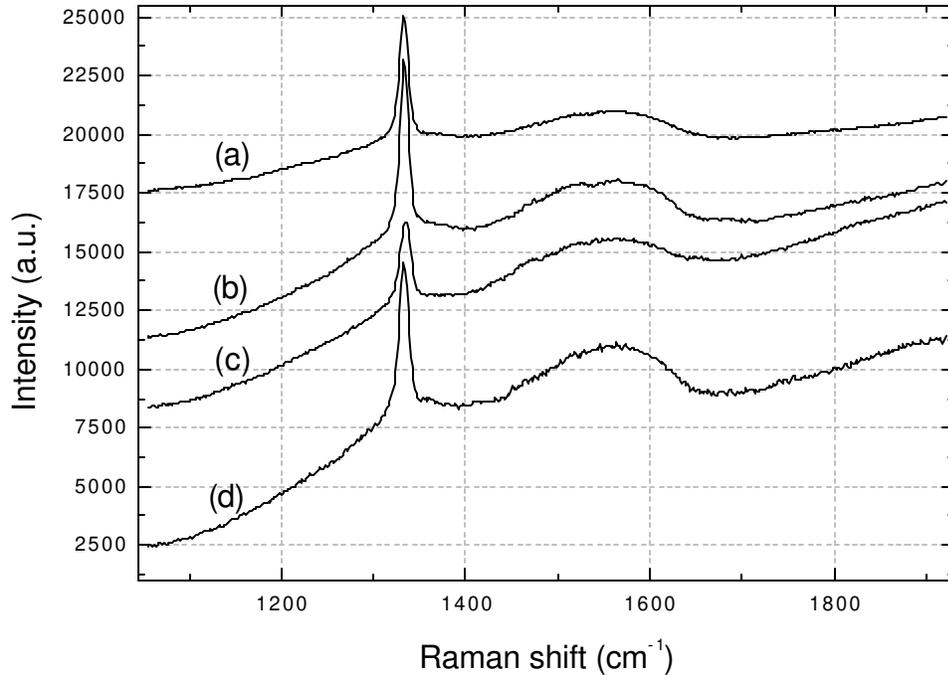
**Figura 3.8** *Imagem de microscopia óptica da seção transversal, do filme de diamante obtida com a fratura da amostra*

A superfície do lado direito (ver Figura 3.8) mostra a interface do filme com o substrato de silício, e no lado esquerdo da imagem mostra a superfície do diamante crescido.

As espessuras medidas apresentaram o máximo de 33,2 μm e mínimo de 28,2 μm. A média padrão da espessura do filme de diamante, para dezesseis medidas, foi de 30,3 μm. O desvio padrão das espessuras foi de 2,9 μm, devido principalmente à natureza granular do filme policristalino dos grãos de diamante.

## **7. Avaliação da amostra do filme de diamante utilizando filamento trançado**

A Figura 3.9 apresenta os espectros de micro-Raman característicos do filme de diamante crescido no reator CVD com filamento trançado. As curvas (a), (b), (c) e (d) correspondem aos espectros medidos nos pontos (1), (2), (3) e (4) indicados na Figura 3.3, respectivamente.

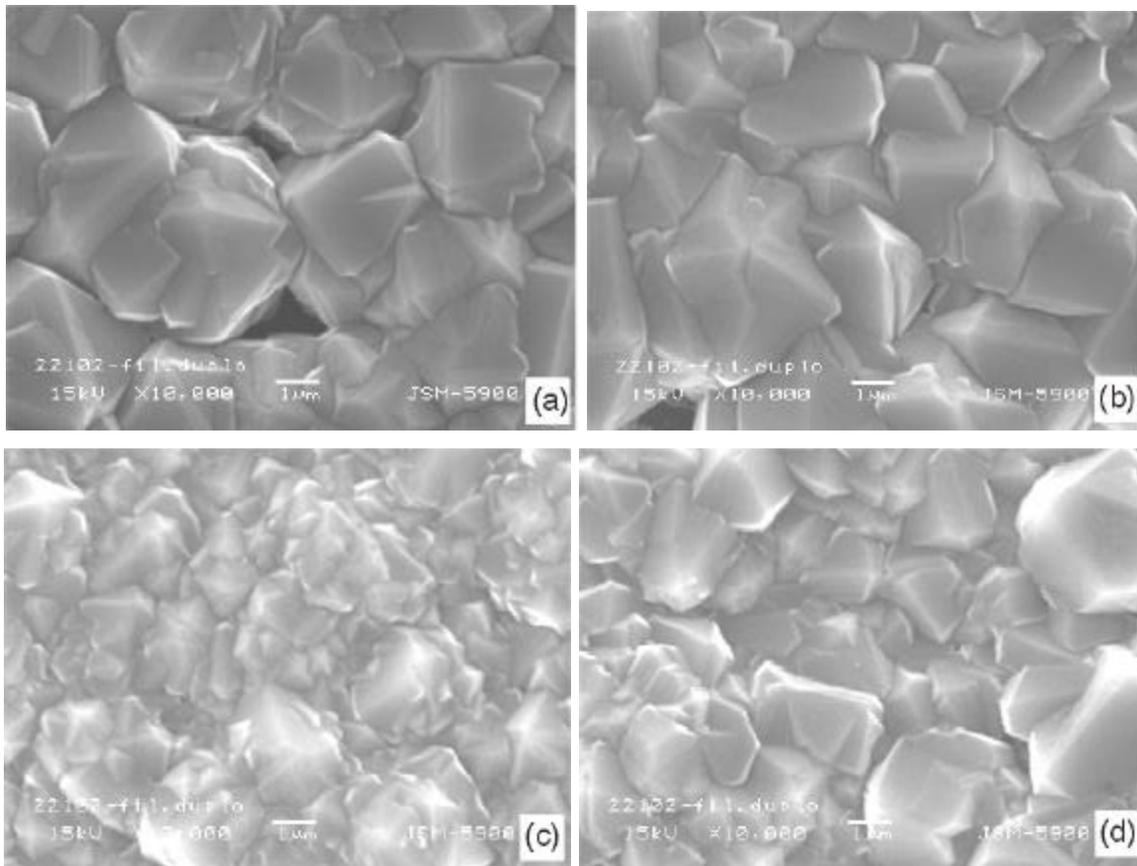


**Figura 3.9** Espectros típicos de micro-Raman dos filmes de diamante crescidos com filamentos traçados

São observadas para todas as regiões da amostra a presença das fases diamantífera e grafítica devido aos picos localizados em  $1332\text{ cm}^{-1}$  e  $1580\text{ cm}^{-1}$ , respectivamente. No entanto, no centro da amostra (curva (a)) tem-se a menor influência da fase grafite do carbono.

As Figuras 3.10 (a, b, c, d) ilustram a morfologia dos grãos de diamante crescidos no reator CVD com substrato rotativo e filamento traçado correspondentes aos pontos (1), (2), (3) e (4) indicados na Figura 3.3, respectivamente.

Podem ser observados grãos bem facetados com tamanhos em torno de  $4\text{ }\mu\text{m}$  praticamente sobre toda a superfície do substrato. Aparentemente a nucleação é mais nítida no centro da amostra e na região do ponto (2) e (4). Na região em torno do ponto (3) parece ocorrer um multifacetamento ou uma nucleação secundária, indicando possivelmente uma temperatura de crescimento inferior de crescimento em relação ao centro da amostra.

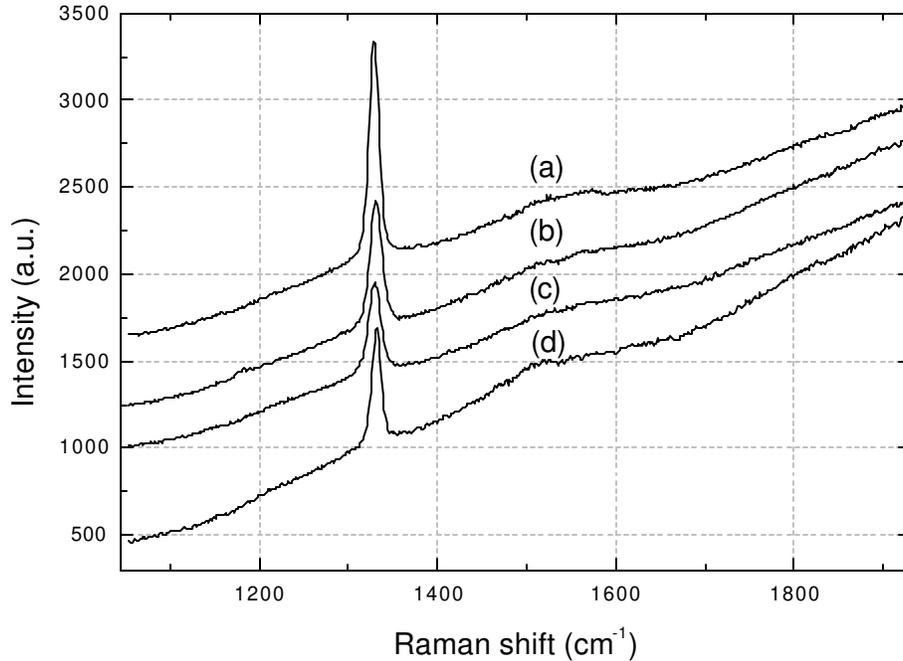


**Figura 3.10** *Imagens típicas de MEV do filme de diamante crescido com filamentos trançados*

As imagens a, b, c, d; da Figura 3.10 correspondem respectivamente as regiões 1, 2, 3 e 4 da amostra (ver Figura 3.3).

## **8. Avaliação da amostra do filme de diamante utilizando dois filamentos em paralelo**

A Figura 3.11 apresenta os espectros de micro-Raman característicos do filme de diamante crescido no reator CVD com filamento paralelo. As curvas (a), (b), (c) e (d) correspondem às medidas em trono dos pontos (1), (2), (3) e (4) da Figura 3.3, respectivamente.

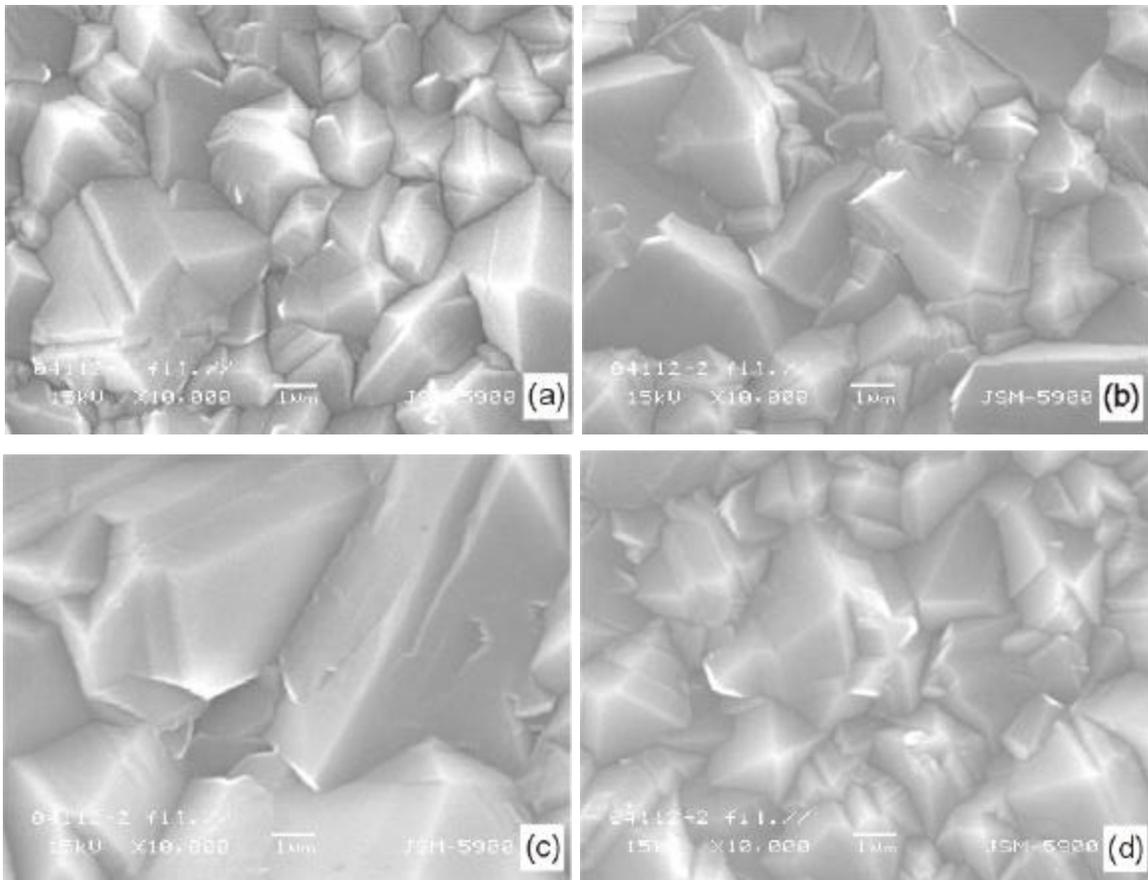


**Figura 3.11** Espectros típicos de Raman dos filmes de diamante crescidos com filamentos em paralelo

Observa-se que o diamante é de boa qualidade devido ao pico em  $1332\text{ cm}^{-1}$  ser bem definido e intenso. As curvas (a), (b), (c) e (d) são muito semelhantes e garante a qualidade do filme ao longo de toda a amostra.

As Figuras 3.12 (a, b, c, d) ilustram a morfologia dos grãos de diamante crescidos no reator CVD com substrato rotativo e filamento paralelo correspondentes aos pontos (1), (2), (3) e (4) indicados na Figura 3.3, respectivamente.

A amostra também apresenta bom facetamento em praticamente toda sua área. Observa-se uma granulometria com grãos variando de  $\sim 1\text{ }\mu\text{m}$  a  $\sim 15\text{ }\mu\text{m}$ . Há uma semelhança e maior homogeneidade dos grãos nos pontos (2) e (4). Os grãos de maior tamanho ocorreram em tronco do ponto (3), indicando que a temperatura nesta região estava provavelmente um pouco acima da temperatura na região central da amostra.



**Figura 3.12** Imagem típica de MEV de filme de diamante crescido com filamentos em paralelo

As imagens a, b, c, d; da Figura 3.12 correspondem respectivamente as regiões 1, 2, 3 e 4 da amostra (ver Figura 3.3).

## 9. Conclusões

O reator de filamento quente para deposição química a partir da fase de vapor com porta substrato rotativo, conforme observado na caracterização das amostras, apresentou resultados superiores aos das amostras crescidas em reator de geração anterior, que não incorporava as melhorias de:

- Exaustão centralizada e balanceada aerodinamicamente dos gases resultantes do processo químico de deposição.
- Uso de vários filamentos em paralelo.

- Rotação do substrato controlada em velocidade e em ciclo alternativo.
- Ajuste mensurável da altura do substrato durante a operação de crescimento do filme.

Os resultados obtidos até o presente momento indicam que este reator permite uma maior cobertura de área do substrato com filmes de diamante de ótima qualidade. A otimização dos parâmetros de crescimento relativos a cinética dos gases e a escolha adequada da temperatura poderão ainda ser otimizados para uma análise final sobre este reator.

## 10. Bibliografia

- [1] V. Baranauskas, A. Peled, V. J. Trava-Airoldi, C. A. S. Lima, I. Doi and E. J. Corat, *Appl. Surf. Sci.* **79/80**, (1994) 129.
- [2] J. C. Angus and C. Hayman, *Science* **241** (1988) 913.
- [3] K. Tankala and T. DebRoy, *J. Appl. Phys.* **72** (2) (1992) 712.
- [4] B.V. Derjaguin and D. Fedoseev, Ch 4 Izd., Nauka, Moscow, URSS 1977.
- [5] H. J. Ceragioli. Tese de Doutorado: Influência de Gases Nobres no Crescimento de Diamante e de Nanoestruturas de Carbono pelo Método de Deposição Química a partir da Fase Vapor (CVD), Unicamp (2001).
- [6] R. J. Nemanich and S.A. Solin, *Phys. Rev B* **20** (1979) 392.
- [7] M. Yoshikawa, G. Katagiri, H. Ishida, A. Ishitani, M. Ono, K. Matsumura, *Appl. Phys. Lett.* **55** (1989) 2608.

# Capítulo IV

## Considerações finais

### 1. Conclusões

Foi projetado e construído um reator para o processo de Deposição Química a partir da Fase Vapor, que possibilita rotação do substrato e uso de múltiplos filamentos. A rotação do substrato pode ser no sentido horário ou anti-horário ou com frequência variável, do tipo vai-e-volta, com ângulo de operação definido pelo operador, desde 15 ° até 180°.

O reator foi utilizado para a realização de crescimentos de diamante, sendo apresentados no presente trabalho os primeiros resultados de crescimento empregando-se duas montagens distintas: (i) com filamento trançado e (ii) com dois filamentos paralelos.

Os filmes sintetizados foram caracterizados por Microscopia óptica, Microscopia eletrônica de varredura e Espectroscopia Raman. Os grãos de diamante apresentaram alta pureza, pela predominância das ligações tipo C-C  $sp^3$  sobre as de grafite (ligações tipo C-C  $sp^2$ ). No caso de filamentos paralelos ocorreu quase inexistência da linha Raman devida à grafite. O facetamento característico dos grãos de diamante é evidente nos crescimentos realizados. A dispersão nos valores da espessura dos filmes, obtidos com substrato rotativo e filamentos paralelos, foi determinada pela posição local de medição, em função de a medida ter sido feita até o topo do grão, ou não até o topo do grão, mostrando, portanto, a homogeneidade dos filmes obtidos.

Os resultados obtidos até o presente momento indicam que este reator permite uma maior cobertura de área do substrato com filmes de diamante de ótima qualidade. A otimização dos parâmetros de crescimento relativos a cinética dos gases e a escolha adequada da temperatura poderão ainda ser otimizados para uma análise final sobre este reator.

O reator incorporou as seguintes melhorias:

- Melhoria do fluxo laminar dos gases reagentes pela sucção centralizada dos gases resultantes do processo em torno da haste central do suporte do substrato,
- Rotação do suporte do substrato por meio de motor de passo encapsulado em câmara adjacente a câmara de reação do reator, com exaustão simultânea de gases, de forma a evitar problemas de contaminação, e com vedação que mostrou ser funcional e eficiente para o vácuo de operação,
- O suporte do substrato se mostrou firme e sem vibrações, isto se deve à haste do suporte do substrato ter sido escorada por mancal na câmara superior do compartimento do motor,
- A vedação do conjunto se mostrou eficiente, devido ao emprego de anéis de vedação de Viton<sup>TM</sup> e de passantes montados em PCB e instalados com flanges e anéis de vedação,
- O dispositivo interno de ajuste da altura do substrato na fase de pré-sinterização, feito por rosca macho e outra fêmea na haste do suporte do substrato se mostrou funcional e de simples ajuste,
- O dispositivo de ajuste fino entre o suporte do substrato e o filamento, para funcionamento durante a operação do reator, se mostrou consistente, funcional e não apresentou perda de vácuo,
- O dispositivo desenvolvido para utilização de multi-filamentos foi de fabricação simples e se mostrou funcional.

Em face da análise das amostras produzidas detalhadas no Capítulo III, consideramos os nossos objetivos atingidos com este desenvolvimento, que foram de:

- Melhorar a uniformidade de revestimento do substrato,
- Melhorar a homogeneidade dos grãos de diamante (CVD),
- Permitir um aumento da área revestida, possibilitar o revestimento de substratos com superfícies curvas,
- Aumentar a produtividade ao se alterar os ajustes da altura do substrato em deposição.

As amostras produzidas apresentaram qualidade superior quando comparadas com as amostras dos filmes de diamante produzidos nos reatores de projetos anteriores. A

melhoria da cobertura e a melhor homogeneidade e facetamento das amostras de diamante obtidas somados as possibilidades de se produzir revestimentos em superfícies curvas, com o recurso da rotação do substrato permitem prever a confecção de coberturas diamantíferas mais homogêneas. Futuras adaptações poderão possibilitar a cobertura de múltiplos substratos para interesses de produção de peças de diamante, em escala industrial.