



ESTUDOS DO CONTROLE DA TAXA DE CRESCIMENTO DE
DIAMANTE CVD DE GRAU MONO CRISTALINO EM REATOR DE
MICRO-ONDAS DE ALTA POTÊNCIA

RELATÓRIO FINAL DE PROJETO DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA
(PIBIC/INPE/CNPq)

Letícia Maiara de Araújo (Faculdade de tecnologia professor Jessen Vidal,
Bolsista PIBIC/CNPq)
E-mail: lmaiaradearaujo@gmail.com

Vladimir Jesus Trava-Airoldi (LAS/CTE/INPE, Orientador)
E-mail: vladimir@las.inpe.br

Leônidas Melo (FATEC – Faculdade de tecnologia Professor Jessen Vidal,
Orientador)
E-mail: leonidas.ldm@gmail.com

COLABORADORES

Dr. Marco A. Ramires (LAS/CTE/INPE)

Julho de 2017

AGRADECIMENTOS

Agradeço em especial aos professores e orientadores Leônidas Lopes de Melo e Vladimir Trava-Airoldi, pelo ensinamento, apoio e encorajamento contínuo em realizar os estudos.

Agradeço também a instituição por ter me dado as ferramentas e professores qualificados para que me permitisse chegar até o final dessa fase com ótimos resultados pessoais e estudantis.



“No meio da dificuldade encontra-se a oportunidade.”

Albert Einstein



RESUMO

O projeto pertencente ao Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais – INPE, tem como objetivo, inovar em uma das mais cobiçadas áreas de estudos em Diamante CVD. No qual é a obtenção de diamante em estrutura mono cristalina via baixas pressões e baixas temperaturas.

Neste trabalho, estudar-se a montagem de um reator de micro-ondas de alta potência para que futuramente comecem os testes que controlarão mecanicamente o deslocamento do porta-substrato na mesma velocidade da taxa de crescimento do filme de diamante. Para isso o reator MWCVD foi desmontado e devidamente preparado, através da substituição e adição de componentes de seus subsistemas: resfriamento, acionamento elétrico, vácuo e linhas de gases.

A etapa de montagem do reator foi realizada, seguida pela incorporação do pirômetro óptico e os demais mecanismos necessários para obtenção do objetivo proposto.

O objetivo proposto foi concluído com sucesso, pois conseguimos incorporar todos os elementos necessários para começar os testes, os quais serão estudados e incorporados a trabalhos futuros.

Palavras-Chave: Reator MWCVD; Automatização.



ABSTRACT

The project belonging to the Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais - INPE, aims to innovate in one of the most coveted areas of studies in Diamond CVD. In which is the obtaining of diamond in mono crystalline structure via low pressures and low temperatures.

In this work, we study the assembly of a high-power microwave reactor to begin the tests that will mechanically control the displacement of the substrate holder at the same rate as the growth rate of the diamond film.

For this, the MWCVD reactor was dismantled and properly prepared, by substituting and adding components of its subsystems: cooling, electric drive, vacuum and gas lines.

The assembly stage of the reactor was performed, followed by the incorporation of the optical pyrometer and the other mechanisms necessary to obtain the proposed objective.

The proposed objective was successfully completed, since we could incorporate all the necessary elements to begin the tests, which are studied and incorporated into future work.

Keywords: MWCVD reactor; Automation.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Exemplo de obtenção através do método HPHT	8
Figura 2 - (a). Representa um reator de filamento quente (HFCVD); (b). Representa um reator de micro-ondas (MWCVD); (c). Representa um reator de micro-ondas com antena acoplada à câmara (MWCVD); (d). Representa um reator do tipo jato de plasma (AJCVD).	9
Figura 3 - Microscopia eletrônica de varredura de: (a) UNCD(HF), (b) UNCD(MW), (c) cauliflower NCD, e (d) MCD.	10
Figura 4 - Esquema representativo do sistema de movimentação a ser acoplado, e conjunto câmara e porta-substrato	14
Figura 5 - Esquema representando o crescimento do diamante sobre o substrato	15
Figura 6 - Situação inicial do sistema MWCVD	16
Figura 7 - Conexões e tubulações de resfriamento projetadas instaladas	17
Figura 8 - Montagem do painel elétrico de comandos	18
Figura 9 – Magnetron Head	19
Figura 10 – Fonte de alta tensão	19
Figura 11 - Bomba de vácuo mecânica Edwards à esquerda, válvulas Hy-Lok tipo agulha ao centro e sensor Barocel 600 à direita	20
Figura 12 - Sistema de admissão de gases, à esquerda fluxímetro de massa e à direita controlador de fluxo.	21
Figura 13 - Vista em corte do conjunto câmara e porta-substrato a esquerda e detalhe do porta-substrato à direita	22
Figura 14 - Esquema de montagem eletromecânica do sistema projetado	23
Figura 15 - Representação em corte de um fuso de esferas de castanha dupla	26
Figura 25 - Tela Inicial e detalhe do menu contextual "Arquivo".	39

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

AJCVD - Deposição Química da Fase Vapor assistida por Jato de Plasma do inglês, (*Arc-Jet Plasma Assisted Chemical Vapour Deposition*);

CLP – Controlador Lógico Programável;

CVD – deposição química da fase vapor (do inglês, *Chemical Vapour Deposition*);

DIMARE – grupo de pesquisa em Diamante CVD e Materiais Relacionados;

HFCVD – Deposição Química da Fase Vapor assistida por Filamento Quente (do inglês, *Hot Filament Chemical Vapour Deposition*);

HPHT – Alta Pressão e Alta Temperatura (do inglês, *High Pressure and High Temperature*);

LAS – Laboratório Associado de Sensores e Materiais;

MCD – Diamante Microcristalino (do inglês, *Micro Crystalline Diamond*);

MWCVD – Deposição Química da Fase Vapor assistida por Plasma de Micro-ondas (do inglês, *Micro Wave Plasma Assisted Chemical Vapour Deposition*);

NCD – Diamante Nano Cristalino (do inglês, *Nano Crystalline Diamond*);

SCD – Diamante Mono Cristalino (do inglês, *Single Crystal Diamond*);

UNCD – Diamante Ultra Nano Cristalino (do inglês, *Ultra Nano Crystalline Diamond*);

PPR – Pulsos por revolução.



LISTA DE SÍMBOLOS

K = Kelvin

mm = Milímetros

CH₄ = Metano

H₂ = Hidrogênio

GHz = Gigahertz

g = Gramas

µm = Micrômetros

° C = Graus Celsius

” = Polegadas

A = Ampère

kW = Quilowatts

m³/h = Metros cúbicos por hora

V = Volts

mA = Miliampere

kHz = Quilohertz

W = Watts

Nm = Newton metro

mm/s = Milímetros por segundo



SUMÁRIO

1.	INTRODUÇÃO	5
1.1.	Objetivo geral	7
1.2.	Objetivo específico	7
2.	FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA	8
2.1.	Alotropia do carbono: diamante	8
2.2.	Métodos de obtenção de diamante sintético	8
2.3.	Deposição química da fase vapor	9
2.4.	Tamanhos dos cristais	10
2.5.	Diamante mono cristalino	11
3.	MATERIAIS E MÉTODOS	13
3.1.	Metodologia	13
3.2.	Condições e montagem do sistema MWCVD	15
3.2.1.	Montagem do Sistema MWCVD	15
3.3.	Construção do projeto do sistema de movimentação do reator	21
3.3.1.	Pirômetro ótico	23
3.3.2.	Controlador lógico programável	24
3.3.3.	Servomotor	24
3.3.4.	Drive de redução eletrônica	25
3.3.5.	Fuso de esferas	25
3.3.6.	Interface homem máquina (IHM)	26
3.3.7.	Sistema De Supervisão	26
4.	RESULTADOS E DISCUSSÃO	28
4.1.	Sistema MWCVD	28
4.2.	Sistema de movimentação	29
4.2.1.	Pirômetro ótico	29
4.2.2.	Controlador lógico programável	30
4.2.3.	Servomotor e drive de redução	30
4.2.4.	Fuso de esferas	31
4.2.5.	Sistema de controle	32
4.2.6.	Algoritmo	34
4.2.7.	Telas	35
5.	CONCLUSÃO	40

1. INTRODUÇÃO

A partir do século XX foi possível sintetizar diamante em laboratório a partir do grafite (BUNDY, 1955), submetendo-o a pressões acima de 60.000 atmosferas e a temperaturas acima de 2000 K. Em 1954 publicou-se o primeiro indício de obtenção de diamantes via deposição química da fase vapor – CVD, com pressão inferior a uma atmosfera e temperatura inferior a 1200 K (ANGUS, 1988). Apenas na década de 70 que se impulsionou o processo de obtenção de diamante a partir da fase gasosa, devido à descoberta do gás hidrogênio (SPITSYN, 1981). Após ser decomposto, o hidrogênio atômico deteriora formações gráficas do carbono através do ataque a ligações do tipo sp^2 das amostras, favorecendo a formação de ligações do tipo sp^3 que é a ligação pertencente a do diamante.

Várias técnicas foram desenvolvidas, dependendo do processo de ativação, destacando-se: a deposição química da fase vapor ativada por plasma de micro-ondas – MWCVD (BORGES; MOISAN; GICQUEL, 1995; LIOU et al., 1989); deposição química da fase vapor ativada por filamento quente – HFCVD (MATSUMOTO, S. S., Y. et al.); a deposição química da fase vapor ativada por jato de plasma – AJCVD (OHTAKE; YOSHIKAWA, 1990). Alguns trabalhos têm sido bastante esclarecedores no sentido de magnificar parâmetros, tais como melhores concentrações de CH_4 em H_2 , melhor temperatura de ativação da mistura e melhor pressão ambiente de crescimento (ANGUS, 1988 et al), adição de oxigênio na mistura CH_4/H_2 dá maior coalescência entre os grãos, encontrando-se maior pureza nos filmes de diamante (PATTERSON, 1991).

Uma contribuição importante da equipe em Diamante CVD e Materiais Relacionados, o DIMARE do LAS/INPE, a qual o presente projeto se insere, foi obter melhora na qualidade e taxa de crescimento do filme com o uso de gás halogênio nas misturas convencionais (FERREIRA et al., 2000; FERREIRA et al., 1997; TRAVA-AIROLDI, V. J. R., C. R.; FUKUI, M.; BARANAUSKAS, V., 1992). Aliado a este fato, vários modelos teóricos e buscas experimentais evoluíram para tentar esclarecer os possíveis mecanismos envolvidos no crescimento desses filmes de diamante (FRENKLACH; SPEAR, 1988; GOODWIN, 1991; HARRIS; MARTIN, 1990).

A literatura a respeito desses filmes de diamante é vasta os quais propuseram novas técnicas de caracterização e de diagnósticos *in situ* (BARANAUSKAS et al., 1992; CELII; BUTLER, 1989; FERREIRA et al., 1998), preparação de superfície (CORAT, 1997), crescimento colunar (TRAVA-AIROLDI, V. J. et al., 1995; TRAVA-AIROLDI, V. J. et al., 1998) e desenvolvimento tecnológico (TRAVA-AIROLDI, V. J. C. et al 1997).

Tal exploração acadêmica e industrial é resultante das propriedades únicas dos diamantes assim resumidas: é o material mais duro; baixo coeficiente de atrito (equivalente ao do teflon); condutividade térmica muito alta (cinco vezes superior à do cobre); é transparente a radiação desde o espectro ultra violeta até o infra vermelho; tem alto índice de refração; é material hospedeiro para vários tipos de dopagens; é resistente a radiações cósmica e nuclear; além de ser quimicamente inerte (MAY, P.W., 2000).

Suas aplicações atingem muitas áreas como a espacial, de microeletrônica, de ótica, na indústria mecânica, na indústria odontológica e médica. Dentre estas primeiras aplicações do diamante-CVD, pode-se destacar o uso em brocas de perfuração de poços de petróleo com desempenho superior às convencionais (TRAVA-AIROLDI, V. J. C., E.J.; MELO, L.L.; BONETTI, L.F., 2008), os quais apresentavam estrutura nano cristalina (CLAUDE A. KLEIN, 1993).

No que se refere à indústria mecânica e de ferramentas apresentam-se revestimentos de redução de desgaste e atrito e para ambientes agressivos (TRAVA-AIROLDI, V. J. C., E.J.; BARANAUSKAS, V., 1997). No campo da ótica temos filmes finos, transparentes, revestimentos antirreflexo, janelas óticas devido à sua alta transparência à um amplo espectro de radiação (KOIDL; KLAGES, 1992). E na área das aplicações eletrônicas, este material tem sido investigado conceitualmente por oferecer novas funções como detecção de luz ultravioleta, emissões de laser e eletrônica de alta temperatura (BUCKLEY-GOLDER; COLLINS, 1992).

No entanto, embora os estudos fundamentais para a deposição química na fase vapor se iniciaram há aproximadamente 15 anos (MANKELEVICH; MAY, 2008; MAY, PAUL W.; MANKELEVICH, 2008), apenas recentemente é que houve um desencadeamento forte em busca deste material, mesmo assim de forma não muito ostensiva (HEMLEY, 2011; TRAVA-AIROLDI, V. J. C., E.J.; FERREIRA, N.G.; LEITE, N.F., 1997).

As aplicações do diamante CVD são muito amplas, concorrendo com o diamante natural. Há novas frentes reais de aplicações, como em microeletrônica, sendo de grande interesse para aplicação em desenvolvimento de semicondutores de alta eficiência, e a possibilidade de obter *spins* eletrônicos orientados criados através da manipulação da radiação em micro-ondas durante o crescimento, além de sua aplicação em diversos campos da ótica (TALLAIRE et al., 2014; TALLAIRE; ACHARD; SILVA; et al., 2013).

Neste contexto de propriedades e características únicas dos diamantes CVD, há a necessidade do desenvolvimento de técnicas de automação e controle para a construção

destas estruturas. A automação e os sistemas de controle por ela possibilitados, bem como os mecanismos de controle e supervisão, são capazes de auto gerenciar e levar à transposição de grandes desafios na concepção deste material único (BOY, 2014; MEHTA; REDDY, 2015a).

No estudo aqui apresentado, propõe-se o desenvolvimento de um reator apto para que se possa projetar de um sistema de supervisão e controle do processo de crescimento do diamante CVD de elevada eficiência e desempenho superior.

1.1. Objetivo geral

Montar um reator MWCVD de alta potência, capaz de controlar os parâmetros de velocidade e posicionamento, para assim se obter um deslocamento linear controlado e uma deposição uniforme de filmes de diamante.

1.2. Objetivo específico

Inovar na obtenção de diamante em estrutura mono cristalina via baixas pressões e baixas temperaturas. Os métodos e estudos estão descritos ao decorrer do trabalho e com isso pode-se compreender melhor.

2. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

2.1. Alotropia do carbono: diamante

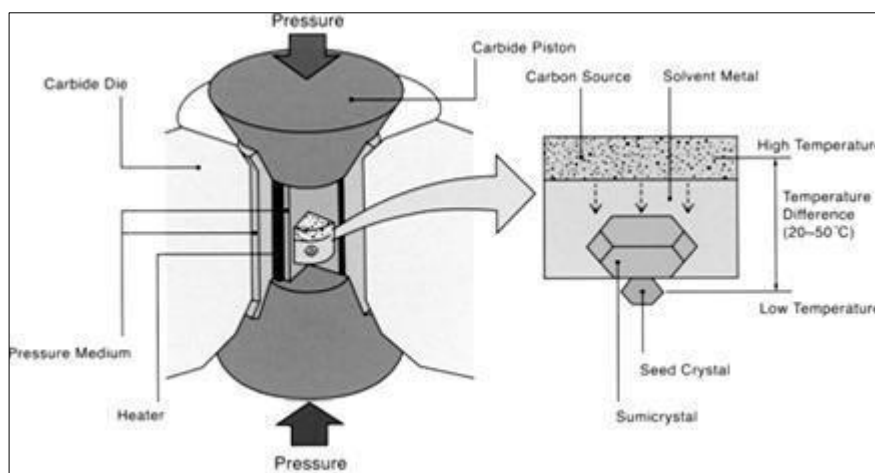
O diamante é conhecido por seu atrativo brilho característico e sua propriedade como material desde sua descoberta atrai tanto o interesse econômico quanto o científico.

Neste capítulo são abordadas as tecnologias utilizadas para sintetização na seção 3.1 e o enfoque na deposição por vapor químico na seção 3.2, os diversos tamanhos de cristais componentes de um filme deste material obtidos através destas técnicas na seção 3.3 e o enfoque no diamante CVD mono cristalino na seção 3.4.

2.2. Métodos de obtenção de diamante sintético

O diamante sintético, relatado primeiramente em 1954 (BUNDY, 1955), foi obtido através de um método no qual um diamante inicial (semente) é exposto a altas pressões e temperaturas, sob uma fonte de carbono utilizada juntamente com um metalcatalisador da formação de diamante. Formando assim um cristal maior, orientado conforme a semente que o gerou, segundo a representação presente na Figura 1.

Figura 1 - Exemplo de obtenção através do método HPHT



Fonte: Imagem disponível no site Wetenschappelijk Technisch Onderzoeks Centrum voor Diamant, 2017.

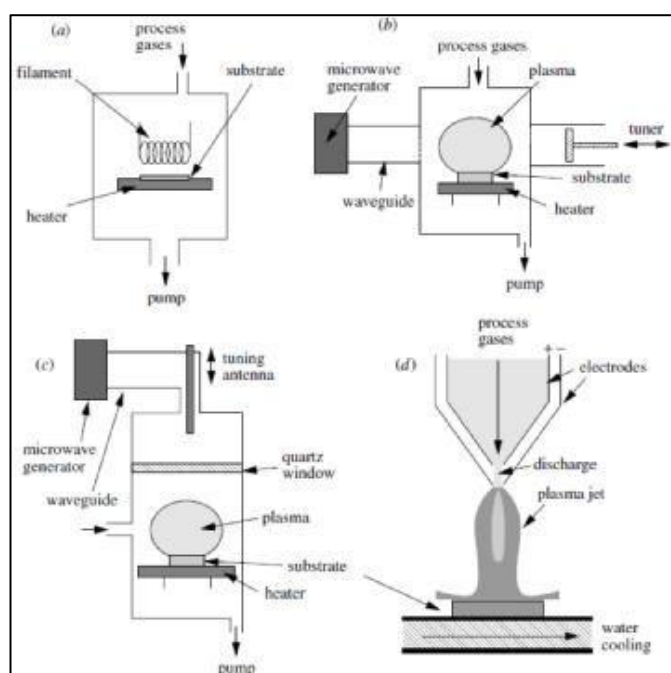
A deposição química na fase vapor (CVD) dos átomos de carbono, depende de uma reação química entre o gás, que contém radicais livres de hidrocarbonetos, e a superfície do substrato ou diamante já depositado (CORREA, 2004). Todos os métodos

que propiciam este ambiente requerem algum tipo de ativação do gás para a produção destes radicais. Geralmente, o gás que fornecerá o carbono para as reações e deposição é diluído em excesso de hidrogênio, aproximadamente entre 96% e 99% da mistura (L. REGEL; R. WILCOX, 2001), sendo o substrato mantido entre 700° C e 1000°C que garante a formação de diamante através das ligações do tipo sp^3 , embora outras espécies de carbono possam ser observadas em alguns métodos.

O crescimento de diamante é influenciado por diversos fatores (SHIKATA, 1998), tais como a ativação da mistura de gases, transporte dos gases ativos para o substrato, deposição simultânea em sp^2 e sp^3 e dissolução do carbono sp^2 depositado na fase gasosa.

A Figura 2 exhibe os principais métodos de deposição usualmente empregados na literatura (MAY, P.W., 2000).

Figura 2 - (a). Representa um reator de filamento quente (HFCVD); (b). Representa um reator de micro-ondas (MWCVD); (c). Representa um reator de micro-ondas com antena acoplada à câmara (MWCVD); (d). Representa um reator do tipo jato de plasma (AJCVD).



Fonte: MAY, P.W., 2000.

2.3. Deposição química da fase vapor

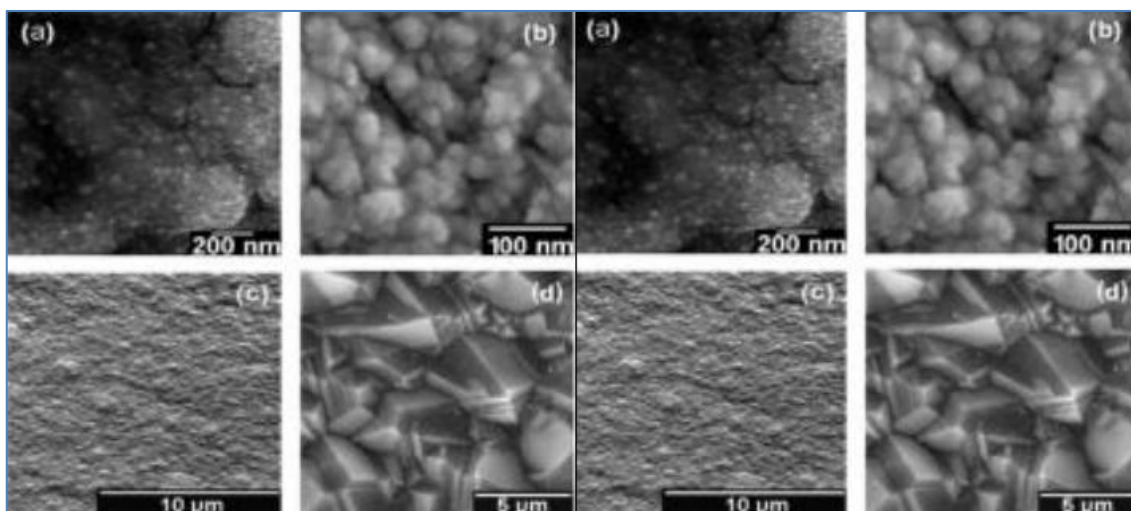
Desde sua descoberta, a técnica de deposição química da fase vapor (CVD) vem sendo melhorada e novos sistemas desenvolvidos, a fim de obter melhores filmes de maneira mais eficiente.

Dentre todas as soluções para a deposição química da fase vapor possíveis, a adotada para este projeto é através de ativação por plasma de micro-ondas (MWCVD). Embora tenha sido relatado a possibilidade de obter-se o diamante de grau mono cristalino através do método de ativação por filamento quente (HFCVD) (OHMAGARI et al., 2014), através do método de jato de plasma por arco DC (AJCVD) (HEI et al., 2012), tem-se observado uma busca com maior intensidade através do método assistido por micro-ondas, devido às taxas de crescimento, controle de impurezas, controle de estrutura morfológica que podem ser alcançadas por este método (CHOI et al., 2004; TALLAIRE et al., 2014; TALLAIRE; ACHARD; BRINZA; et al., 2013).

2.4. Tamanhos dos cristais

O diamante CVD pode ser obtido e estruturado de diversas maneiras, segundo a representação presente na Figura 3.

Figura 3 - Microscopia eletrônica de varredura de: (a) UNCD(HF), (b) UNCD(MW), (c) cauliflower NCD, e (d) MCD.



Fonte: MAY, P.W.; MANKELEVICH, 2008

A Figura 3 apresenta a microscopia eletrônica de varredura da morfologia de filmes de diamante estruturados em suas formas Ultra Nano Cristalina, Nano Cristalina e Micro Cristalina, suprimindo diferentes requisitos de aplicações das mais variadas, desde ferramentas de corte revestidas até janelas óticas. Este fato se deve à possibilidade de

alterar-se o tamanho dos cristais de diamantes formadores dos filmes, que pode variar desde o ultra nano cristalino (UNCD do inglês *Ultra Nano Crystalline Diamond*), nanocristalina (NCD do inglês *Nano Crystalline Diamond*), microcristalina (MCD do inglês *Micro Crystalline Diamond*) até a orientação de crescimento em que um cristal pode ser formado possuindo até alguns quilates (cerca de 0.2g por quilate) em sua apresentação mono cristalina (SCD, do inglês *Single CrystalDiamond*) (MAY, PAUL W.; MANKELEVICH, 2008).

Em uma breve descrição, o tamanho do cristal de diamante que compõe um filme, influencia diretamente na sua rugosidade, condutividade térmica, transparência à radiações, dentre outros fatores que influenciam com menor interferência. Por exemplo, tratando-se de aplicações industriais para o diamante, o interesse em ferramentas de corte é elevado quando se consideram os filmes orientados pelo crescimento de cristais UNCD e NCD demonstrados na Figura 3, por sua baixa rugosidade, provêm de um revestimento que reduz o desgaste da ferramenta e não altera a rugosidade significativamente, podendo assim revestir desde ferramentas de desbaste à ferramentas de acabamento, para diversas máquinas-operatrizes (KLOSS et al., 2008; LUX; HAUBNER; RENARD, 1992).

Na outra ponta da escala, apresentam-se os cristais formados pelo diamante mono cristalinos, com aplicações das mais variadas, mas apresentando seu maior diferencial quando comparado ao diamante natural lapidado, e a qualidade cristalina para dopagens e aplicações óticas, possuindo ainda grande resistência a vários ambientes agressivos (NAD; GU; ASMUSSEN, 2015; TALLAIRE; ACHARD; SILVA; et al., 2013).

2.5. Diamante mono cristalino

O diamante mono cristalino sintético pode ser obtido através da deposição química da fase vapor (CVD), ou mesmo através do método de alta pressão e alta temperatura (HPHT), neste último caso o controle de impurezas torna-se um problema, uma vez que são utilizados catalisadores metálicos para a formação dos cristais de diamante, cristais mais puros são possíveis por intermédio desse método, ao preço de se perder condições ótimas para boas taxas de crescimento, tornando o escalonamento do processo intrinsecamente difíceis.

Tendo em vista uma técnica em que controlar substâncias envolvidas no processo antes e durante a formação de cristais é totalmente possível, a deposição química da fase vapor assistida por plasma micro-ondas (MWCVD) é muito promissora (TALLAIRE et al., 2014).

Um fator importante para o desenvolvimento de filmes de maior tamanho de grão, até o grau mono cristalino, é a alta concentração de hidrogênio atômico próximo à superfície de deposição, visando à remoção de hidrogênio das moléculas de metano, sendo assim, é reportado maior eficiência e controle em relação a este parâmetro em reatores do tipo micro-ondas de alta potência. Através do modelo proposto por May e Mankelevich(MAY, PAUL W.; MANKELEVICH, 2008),relaciona-se a temperatura do substrato em função do tamanho de grão obtido por CVD e da razão entre hidrogênio atômico e radicais de metano (precursores de carbono para os cristais de diamante), desta forma pode-se estimar o tamanho de cristal a ser obtido utilizando este parâmetro (MAY, PAUL W.; MANKELEVICH, 2008).

3. MATERIAIS E MÉTODOS

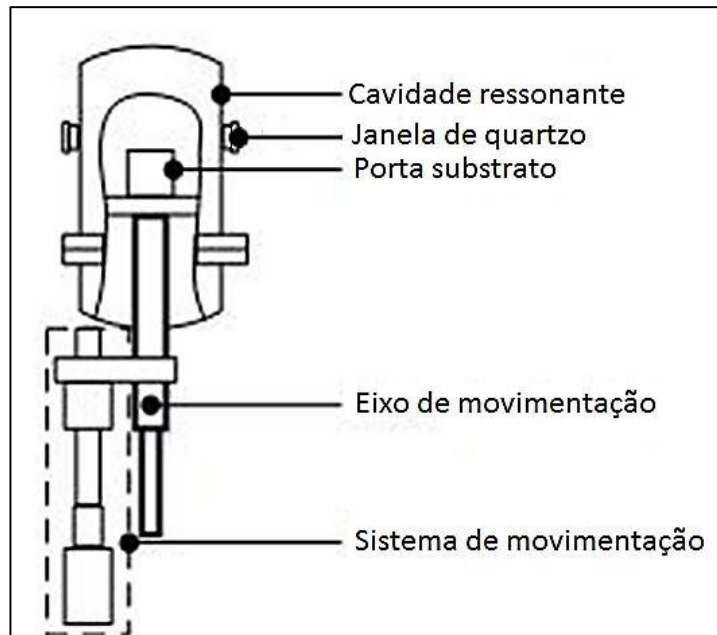
3.1. Metodologia

Neste trabalho é proposto o desenvolvimento de um sistema de baixíssima velocidade de movimentação do porta-substrato, entre $1\mu\text{m}$ a $50\mu\text{m}$ por hora, que corresponde à taxa de crescimento do diamante. Este sistema para se movimentar com a velocidade adequada, de acordo com os parâmetros de crescimento do sistema de descarga em micro-ondas, será alimentado a partir da saída de um medidor de temperatura, que controlará a posição do porta-substrato. Este medidor, de alta temperatura, será um pirômetro óptico de alta resolução, com precisão maior que $0,1^\circ\text{C}$ em uma escala de 1000°C acoplado ao sistema e colocado em posição adequada para medir a variação de temperatura na superfície do diamante, que mudará de acordo com a taxa de crescimento. O reator contém em sua cavidade ressonante janelas de quartzo para que a medida de temperatura via pirometria óptica, possa ser efetuada.

O porta-substrato e o substrato serão posicionados de forma a se moverem no volume do plasma na mesma velocidade da taxa de crescimento, uma das principais dificuldades a serem vencidas para a obtenção de diamante mono cristalino.

O sistema de movimentação representado na Figura 4 será baseado principalmente em um servomotor, *drive* de redução e um fuso de esferas, para realizar com precisão a movimentação do eixo do porta-substrato.

Figura 4 - Esquema representativo do sistema de movimentação a ser acoplado, e conjunto câmara e porta-substrato

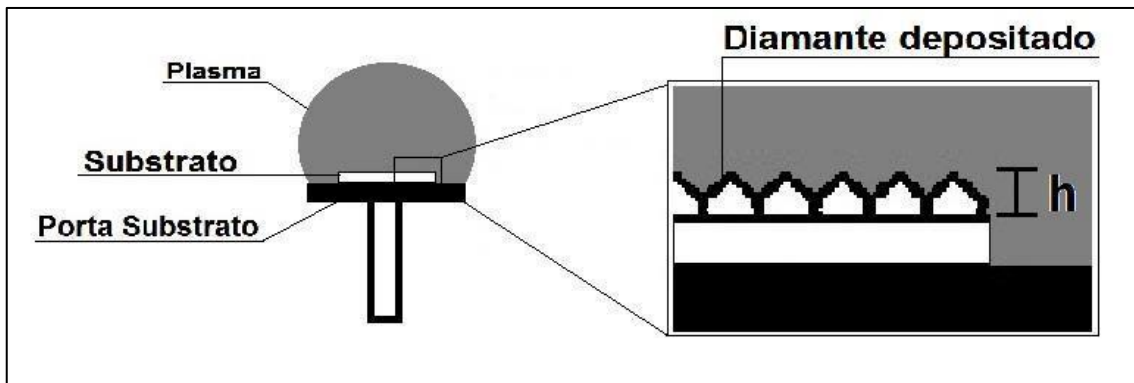


Fonte: Próprio autor, 2015.

O controle de velocidade do motor poderá ser obtido através de um sinal gerado pelo pirômetro ótico. Adicionalmente, esse sistema poderá ser controlado e supervisionado através de um *software* computacional de criação de um sistema de supervisão, próprio da IHM.

É importante destacar que ao se deslocar o porta-substrato por um curso equivalente à altura “h”, conforme representação na Figura 5, seu novo posicionamento deixará a amostra e o diamante CVD já crescido em sua superfície, expostos à mesma região e condições de deposição aos quais o substrato inicial havia sido submetido.

Figura 5 - Esquema representando o crescimento do diamante sobre o substrato



Fonte: Próprio autor, 2015.

Respeitando-se a taxa de crescimento, um parâmetro que varia principalmente em relação à temperatura da superfície do substrato, sendo também indiretamente influenciada pela quantidade de hidrogênio atômico, pressão interna do sistema, relação de mistura gasosa, densidade de micro-ondas, essa compensação pode ser efetuada deslocando proporcionalmente o porta-substrato, em intervalos específicos de tempo referenciado à sua posição inicial.

3.2. Condições e montagem do sistema MWCVD

Primeiramente foi realizado um levantamento técnico das condições iniciais do reator existente na infraestrutura do grupo de pesquisa em Diamante CVD e Materiais Relacionados, o DIMARE, no Laboratório Associado de Sensores e Materiais² exibido na Figura 6. O sistema encontrava-se desativado, assim houve a necessidade de desmontá-lo para adaptá-lo às novas condições de infraestrutura do laboratório e montá-lo novamente.

3.2.1. Montagem do Sistema MWCVD

Inicialmente foi necessário realizar a limpeza da cavidade ressonante e do sistema de geração e guia de micro-ondas, para isso a câmara e o sistema de guia de ondas foram desmontados. A partir desse passo procedeu-se a montagem da câmara, e do sistema de guia de ondas.

Figura 6 - Situação inicial do sistema MWCVD

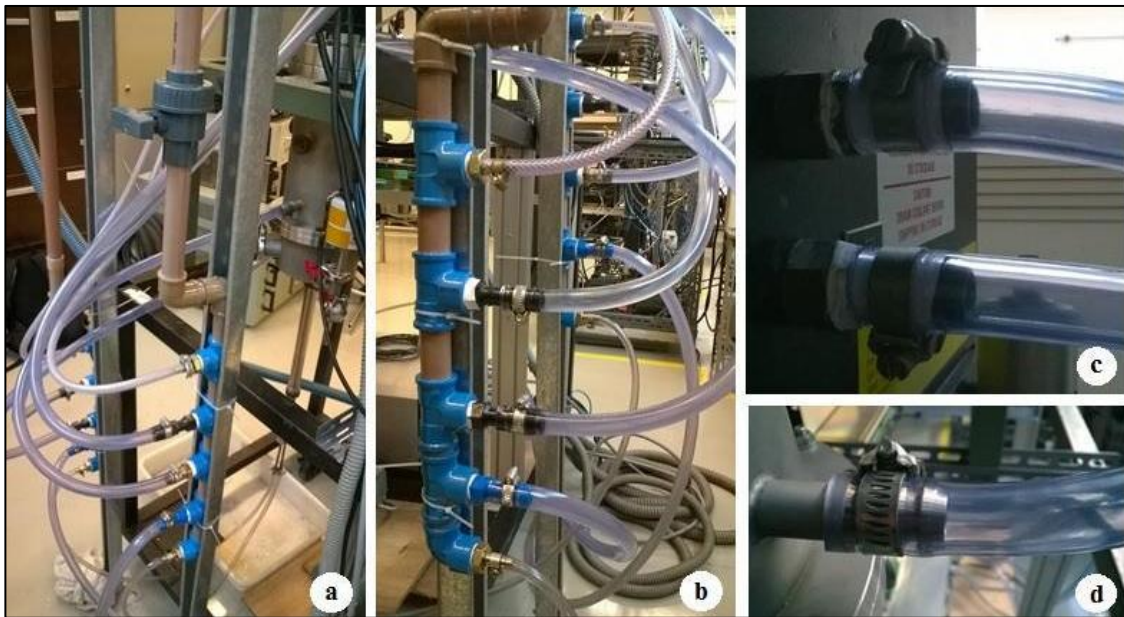


Fonte: Imagens cedidas pelo INPE.

Foi observada a necessidade de projetar seus sistemas de resfriamento, acionamento elétrico, vácuo e admissão de gases, uma vez que estes eram ausentes ou totalmente inoperáveis nas condições em que o reator se encontrava, levando em consideração todas as características de operação e segurança envolvidas em seu funcionamento, como diminuição de vibrações, desligamento do sistema no caso de falta de energia elétrica ou água para refrigeração, por exemplo. O procedimento adotado para a montagem do sistema está descrito nos tópicos a seguir:

1) Sistema de resfriamento: Pela necessidade de todo o sistema ter um bom resfriamento, inclusive para o funcionamento da fonte de tensão e geração de micro-ondas em sua potência máxima, o primeiro subsistema a ser projetado e instalado foi o de resfriamento. “As conexões foram realizadas com mangueiras de 1/2” para a fonte de tensão MW Power Supply, modelo MX6000D-111KX, gerador de micro-ondas e câmara do reator. “Para a seção final do guia de onda e para o porta-substrato foram utilizadas mangueiras de 1/4” (Figura 7). A linha de resfriamento para a fonte de tensão e gerador de micro-ondas foi instalada seguindo as informações contidas no manual do fabricante.

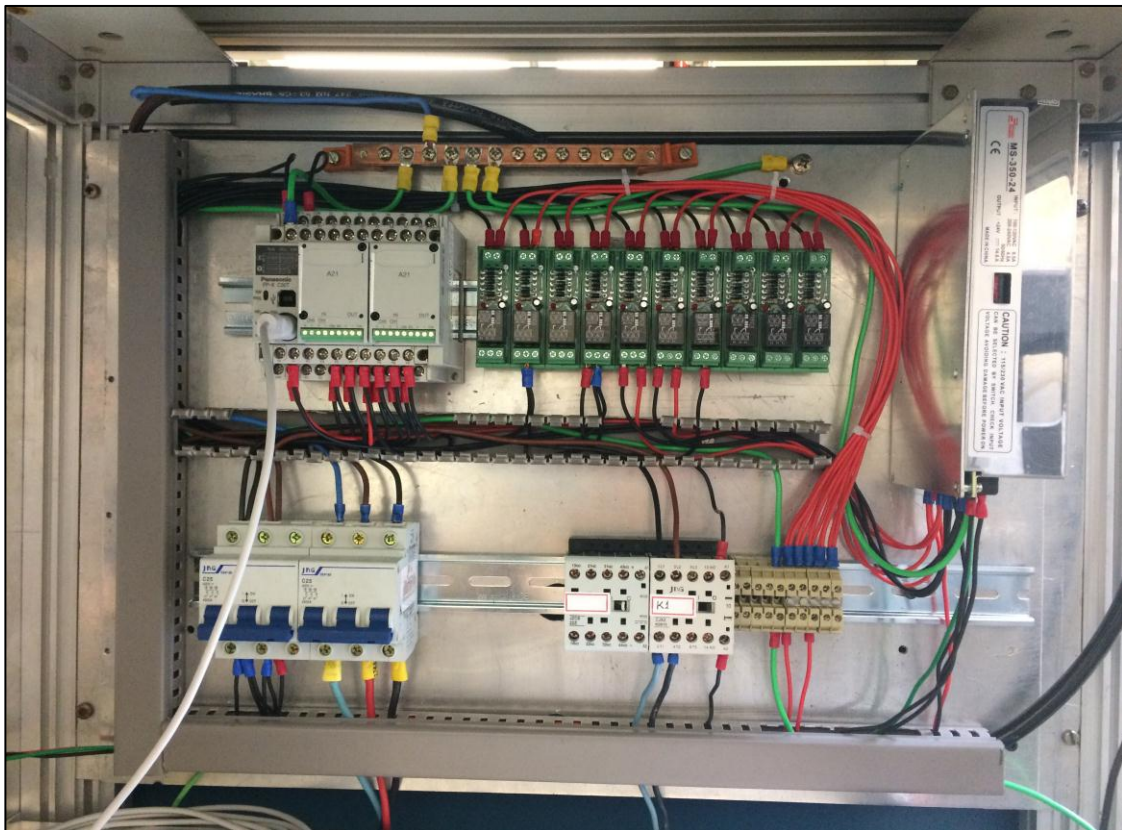
Figura 7 - Conexões e tubulações de resfriamento projetadas instaladas



Fonte: Imagens cedidas pelo INPE.

2) Sistema de acionamento elétrico: Foram utilizadas uma contatora de 25 A, e duas mini-contadoras de 9 A, botões para acionamento e lâmpadas indicativas para o painel frontal, e uma caixa de partida para a bomba de vácuo (Figura 8). Os componentes foram alocados em uma placa de alumínio e incorporados à estrutura de suporte do reator.

Figura 8 - Montagem do painel elétrico de comandos

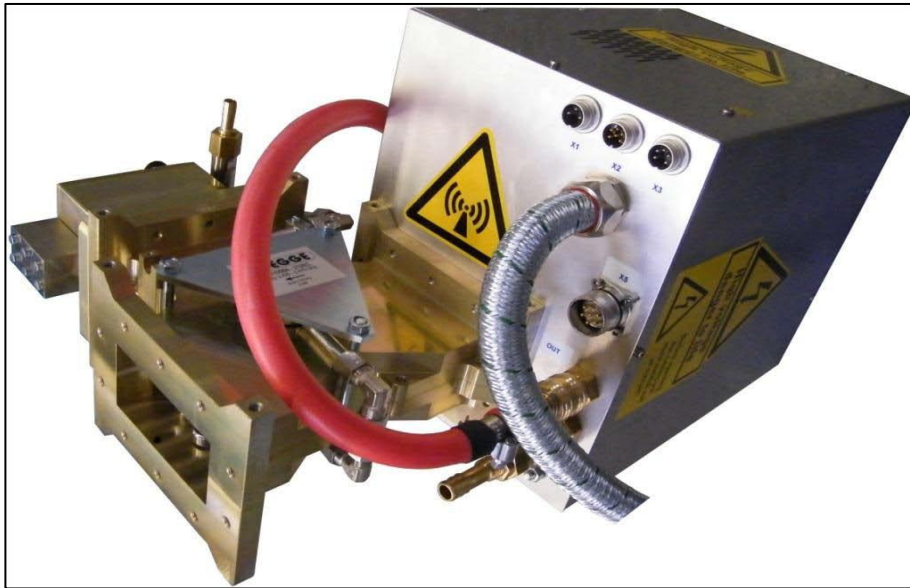


Fonte: Imagens cedidas pelo INPE.

1) Sistema de geração de micro-ondas: Para a geração de micro-ondas é necessário um Magnetron Head (Figura 9), modelo: MH6000S-213BF.

O sistema de geração de energia (Figura 10) é composto por uma MW Power Supply, modelo: MX6000D-111KX.

Figura 9–Magnetron Head



Fonte: Disponível no manual de operações da Industrial Microwave + Plasma System.

Figura 10 – Fonte de alta tensão



Fonte: Disponível no manual de operações da Industrial Microwave + Plasma System.

3) Sistema de vácuo: O sistema de vácuo consiste em uma bomba mecânica Edwards E2M5 com capacidade de até 6,3 m³/h com motor monofásico bivolt. Active Gauge Controller Edwards, um sensor de membrana capacitiva Barocel 600. Válvulas tipo agulha Hy-Lok. Esta válvula possui duas vias de sucção, uma para alta velocidade e outra para o controle fino e ajuste do vácuo (Figura 11).

Figura 11 - Bomba de vácuo mecânica Edwards à esquerda, válvulas Hy-Lok tipo agulha ao centro e sensor Barocel 600 à direita



Fonte: Imagem da bomba foi cedidas pelo INPE.

Após a montagem do sistema de bombeamento mecânico, foram realizados testes para verificação de vazamentos, etapa crítica para a operabilidade do sistema, uma vez que este é intrinsecamente dependente da pureza da mistura gasosa necessária ao processo.

4) Sistema de admissão de gases: O sistema de gases com duas linhas, para metano e hidrogênio, conta com Fluxímetro da marca MKS (Figura 12), um controlador também MKS e uma válvula solenóide além de uma válvula agulha HyLok.

Figura 12 - Sistema de admissão de gases, à esquerda fluxímetro de massa e à direita controlador de fluxo.

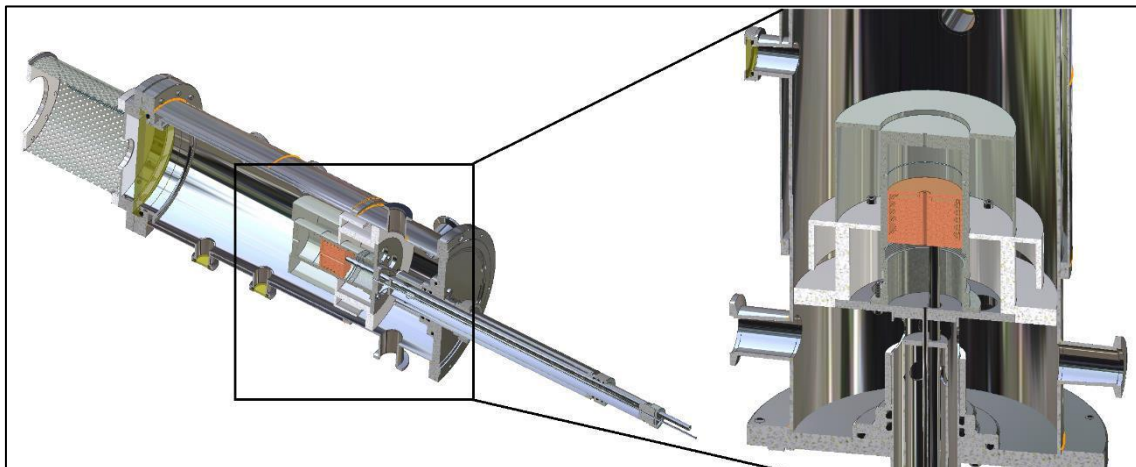


Fonte: Imagens cedidas pelo INPE

3.3. Construção do projeto do sistema de movimentação do reator

O sistema de movimentação do porta-substrato é um dos objetivos fundamentais deste trabalho, possibilitando o posicionamento ideal ao longo do tempo de deposição do filme de diamante. A Figura 13 exibe a vista em corte do reator e do conjunto do porta-substrato. O estudo da literatura culminou na concepção do sistema de movimentação e de posicionamento, baseado em sistemas pré-existentes em equipamentos de alta precisão como, por exemplo, os microscópios de força atômica e difratômetros de Raios-X.

Figura 13 - Vista em corte do conjunto câmara e porta-substrato a esquerda e detalhe do porta-substrato à direita



Fonte: Imagem cedida pelo INPE

O sistema eletromecânico será realimentado por um sensor de temperatura de alta resolução acoplado ao reator. Uma vez que o sistema de movimentação será altamente dependente e inter-relacionado a outros parâmetros, houve então a necessidade de atualizar toda instrumentação relacionada ao processo com a aquisição de novos equipamentos, abordados posteriormente nesta seção.

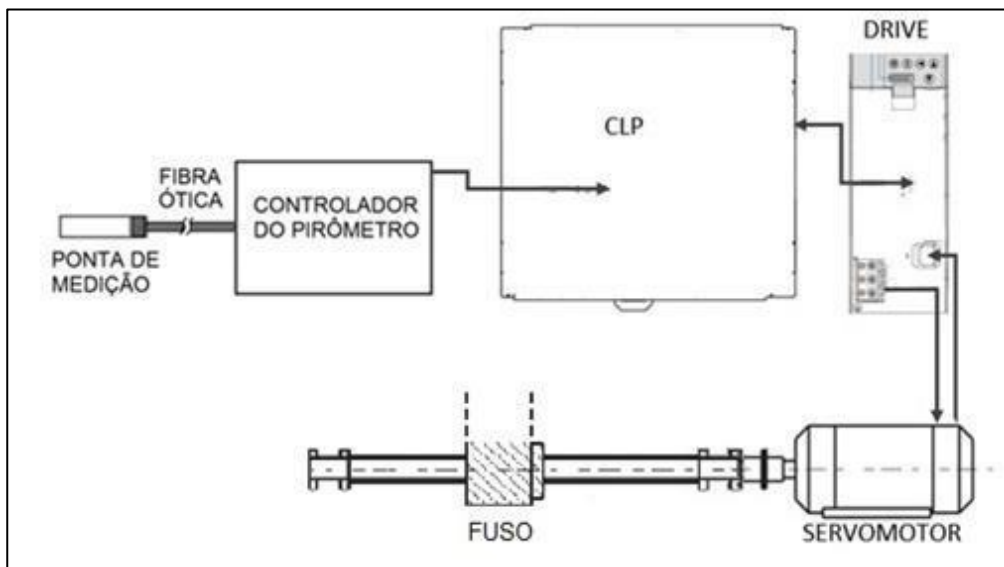
A versão inicial deste sistema emprega o método de controle de posicionamento do plasma através de discos metálicos alterando o formato do campo eletromagnético e a utilização de modificações no porta-substrato para restrição da exposição da semente de diamante que serve como base para o crescimento orientado de diamante CVD (BHANDARI, 2008; NAD et al., 2015).

Entretanto as necessidades requerem um sistema que interprete a retroalimentação de um sensor de temperatura de alta resolução a fim de determinar com base nesta informação a taxa de crescimento de diamante CVD que também é influenciada por parâmetros secundários de forma menos expressiva a serem estudados posteriormente, por esta razão o sistema tem de ser configurável e atualizável. Adicionalmente, este sistema deve possibilitar a interação com o usuário e realizar o controle de diversos parâmetros simultaneamente.

A proposta aqui retratada utiliza de um conjunto de elementos de controle e acionamento eletromecânico. O esquema representativo na Figura 14, baseado nas necessidades dispostas anteriormente, demonstra a conexão de cada um destes

equipamentos, tratados em detalhes a seguir: o primeiro conceito do projeto deu-se acerca de um equipamento de controle principal o Controlador Lógico Programável (CLP); um sistema atuador composto por um fuso de esferas; um servomotor com *drive* de redução, e um equipamento para a medição da temperatura do substrato constituído de um pirômetro ótico.

Figura 14 - Esquema de montagem eletromecânica do sistema projetado



Fonte: Próprio autor, 2015.

O controle do processo de crescimento dar-se-á através da obtenção da leitura da temperatura pelo pirômetro e processada pelo CLP, este por sua vez identificará através de sua programação a taxa atual de crescimento baseada na temperatura e reposicionará em função desta o porta-substrato, modificando através do *drive* a posição angular do servomotor, condicionada pelo fuso de esferas em movimentação linear. Os componentes selecionados para operação em campo estão apresentados brevemente nas subseções a seguir.

3.3.1. Pirômetro ótico

O pirômetro é um instrumento de aferição de temperatura que trabalha a partir da quantificação da energia emitida por um corpo através de sua radiação térmica. Este equipamento pode ser classificado por possuir uma ou duas cores para realizar a detecção de diferentes larguras de banda de radiação (HERMAN, 1996). Por não poder haver contato do instrumento de medição diretamente com o substrato ou filme de diamante

para evitar medidas irregulares de temperatura dependente da região em que está posicionado. Outro importante fator é que não podem ser adicionados componentes metálicos no interior do reator, uma vez que a radiação micro-ondas é eletromagnética, sendo influenciada por qualquer corpo metálico no interior da câmara.

3.3.2. Controlador lógico programável

O CLP é um dispositivo eletrônico, que vem sendo fortemente utilizado nas indústrias para substituir os antigos painéis de controle a relés, uma vez que podem ser reprogramados.

O CLP basicamente recebe entradas de sinal elétrico, vindas de sensores, computadores, e outros controladores ou até mesmo de outros CLPs e as processam, a fim de estabelecer sinais de saída para diversos tipos de equipamentos (VALENCIA-PALOMO; ROSSITER, 2011).

Este dispositivo foi selecionado por sua robustez e melhor capacidade de processamento, quando comparado a outros dispositivos de controle, pode ser empregado para a comunicação em rede do sistema com outros dispositivos como microcomputadores, tendo soluções em *software* baseadas em conjuntos de funções que possibilitam maior exploração do sistema.

3.3.3. Servomotor

Servomotores podem ser descritos como atuadores rotativos, com controle angular de posicionamento, através de sinais elétricos, podem ser acionados em vários modos de operação, conhecidos como: torque, velocidade e posição (KORDIK, 2003).

Apresentam maior precisão de posicionamento que os motores de passo, apesar do segundo proporcionar uma qualidade razoável de pulsos por revolução, produzem menor vibração durante a operação e apresentam dispositivos de determinação de sua posição (*encoders*) embutidos em sua construção.

Nesta aplicação, parâmetros convencionais como velocidade, tempo de ciclo ou aceleração do motor não são muito relevantes, uma vez que este irá operar com baixíssimas velocidades e alterações de posicionamento, assim o parâmetro de maior importância para o dimensionamento do motor foi o torque exigido pela operação.

3.3.4. Drive de redução eletrônica

Para o funcionamento de um servomotor, este precisa ser acionado por pulsos com frequências determinadas, para isso é necessário um *drive*, este dispositivo é capaz de gerar sinais específicos de frequências de corrente, para que o motor possa posicionar-se ou rotacionar no sentido desejado (CUSIMANO, 2015).

A característica mais importante do *drive* de redução para esta aplicação é a possibilidade de realizar-se a chamada redução eletrônica do movimento de rotação do motor. Esta redução é definida como a capacidade de se subdividir uma rotação completa do motor em frações de rotação.

3.3.5. Fuso de esferas

Uma vez definido os principais componentes de controle e atuação, o movimento rotacional do servomotor deve ser convertido em linear para o deslocamento devido no porta-substrato. O componente responsável por tal condição é um fuso de esferas, diferentemente dos fusos convencionais, os fusos de esferas possuem trilhas nas quais esferas se movimentam para reduzir o atrito e a folga do movimento.

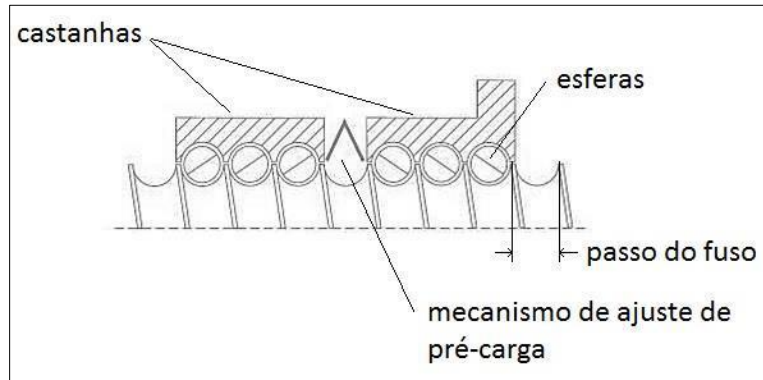
Um fuso de esferas pode apresentar diâmetros diversos (medido no centro de rolamento das esferas) e é composto por fuso, esferas calibradas, castanha, flange e raspadores (FLEISCHER; HERDER, 2012). Este mecanismo apresenta vantagens sobre soluções convencionais de transmissão como o coroa-pinhão, hidráulico ou pneumático e das roscas acme (fusos comuns) são elas respectivamente: a carga sob a qual o sistema está submetido é distribuída uniformemente sobre as esferas e trilhas do fuso, não há atraso no acionamento sem a necessidade de bombas, tanques e linhas de pressão, e também maior rendimento, menor desgaste e menor atrito.

A especificação deste mecanismo é baseada na aplicação a ser desenvolvida, os elementos para tal são o passo que é definido como o deslocamento linear realizado a partir de uma volta completa do fuso, sentido de rosca que pode ser rosca direita ou esquerda, precisão do passo que determina qual será o erro de posicionamento do fuso a partir de um deslocamento linear padrão, e o tipo de castanha.

O conjunto de esferas circula no interior de uma castanha, este componente do fuso pode ser duplo ou simples, possuir flanges de diferentes formatos ou feitos sob medida dependendo do fornecedor, ele concentra uma das maiores vantagens do fuso de esferas para esta aplicação, a possibilidade de eliminar a folga linear do dispositivo. Isto pode ser observado nos fusos de castanha dupla, nos quais cada castanha comprime suas

esferas em um sentido como na Figura 15. Esta solução apresenta também o sistema de pré-carga, que através de uma mola ou rosca entre cada castanha, pode ser ajustada para aumentar ou diminuir a compressão das esferas sobre a trilha (KASSOUF, 2003).

Figura 15 - Representação em corte de um fuso de esferas de castanha dupla



Fonte: Adaptado de Catálogo do Fabricante Steinmeyer.

3.3.6. Interface homem máquina (IHM)

A interação entre um operador e um equipamento em campo deve ser realizada por intermédio de um sistema que possa transmitir os comandos do primeiro ao segundo a fim de realizar uma tarefa, para este fim são aplicados instrumentos conhecidos como Interface Homem Máquina ou IHM. Este recurso vem cada vez mais ganhando espaço no ramo industrial por sua flexibilidade de programação, exibição e atualização. Tendo aplicação desde processos simples de automação até IHMs para o controle de processos complexos como de reatores nucleares (JIA; HUANG; ZHANG, 2014).

Com os avanços tecnológicos e dispositivos cada vez mais poderosos para processamento o uso de IHMs mais tecnológicas e amigáveis ao usuário é uma tendência, como os sistemas possuidores dos famosos *touchscreens*, porém ainda possibilitando supervisão e controle em tempo real (GRANADO; BERRETEAGA, 2015). Também há relevante preocupação com a ergonomia do operador uma vez que este geralmente passa um período relativamente longo acompanhando os processos (AKYEAMPONG et al., 2014).

3.3.7. Sistema De Supervisão

Para supervisão do processo, em adição à IHM disponível para o equipamento foi utilizado um sistema de supervisão que é próprio da IHM com um sistema baseado em Visual

basic, a partir de análises do funcionamento do equipamento, pôde-se definir os requisitos para os quais serviria o ambiente de interação entre o operador e o equipamento. Adicionalmente, os domínios desenvolvidos através deste *software* tornam possível a supervisão remota do processo, o que é um diferencial para seu escalonamento industrial.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A tecnologia de Deposição Química a Partir da Fase Vapor (CVD) possibilitou a produção do diamante sintético contribuindo de forma expressiva para os estudos e utilizações em larga escala devido a conservação das características naturais do diamante.

Um dos principais fatores que interferem a taxa de crescimento do diamante monocristal é a movimentação do porta-substrato (HEMLEY, 2011), e também uma dificuldade a ser investigada. De modo a atender esta necessidade, o presente projeto avalia a movimentação do porta-substrato por meio de um servomotor para posicionamento angular controlado por um CLP e um *drive* de acionamento.

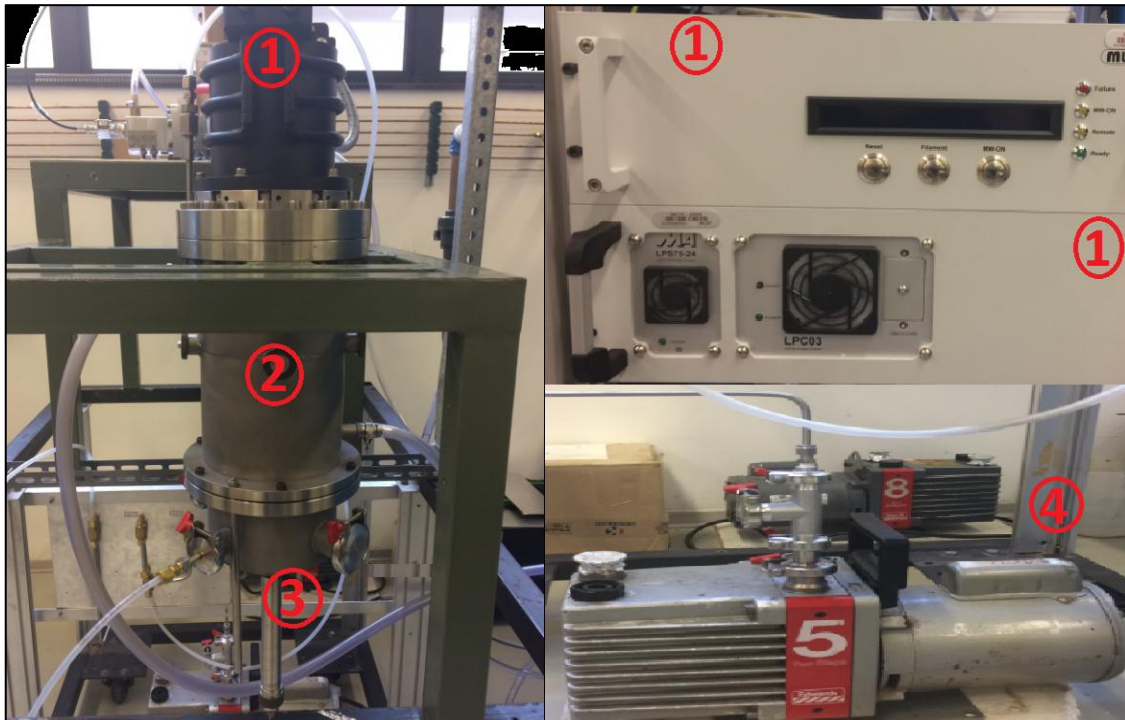
O movimento rotativo é convertido em movimento linear através do uso de um fuso de esferas, este movimento deve compreender a escala de 1 μm a 50 μm por hora.

Uma vez que a temperatura da superfície do substrato é intimamente relacionada com a taxa de crescimento do diamante, um pirômetro ótico acoplado a câmara determina e envia ao CLP um sinal com esta informação.

4.1. Sistema MWCVD

A montagem e revisão do reator foram concluídas, com isso o sistema está apresentado na Figura 16 suas condições atuais.

Figura 16 - (1) Sistema de geração de micro-ondas; (2) Cavidade ressonante; (3) Eixo de movimentação do porta-substrato; (4) Bomba de vácuo.



Fonte: Imagem cedida pelo INPE.

4.2. Sistema de movimentação

O sistema de movimentação desenvolvido neste trabalho tem como objetivo a compensação do crescimento do diamante CVD de grau mono cristalino em reator de micro-ondas de alta potência, a fim de expor o diamante depositado às mesmas condições de crescimento garantindo seu crescimento em uma única estrutura cristalina.

4.2.1. Pirômetro ótico

O sensor de temperatura utilizado será um pirômetro ótico de alta resolução da fabricante Dr. Mergenthaler Gmb H&Co., modelo LPC-03 que conta com um controlador específico de programação própria. Com este equipamento, é possível obter através da programação de *scripts*, um sinal de controle de qualquer padrão industrial (0 a 10 V, 0 a 5 V, 4 a 20 mA ou ainda de 0 a 20 mA), com a relação necessária à variável medida, neste caso a temperatura, para que um sistema de controle possa interpretá-la e executar a função necessária. Este modelo foi escolhido por apresentar tempos de resposta baixos,

da ordem de décimos de micro-segundos, tem alta taxa de amostragem de 10kHz, uma alta resolução e programação flexível do controlador.

4.2.2. Controlador lógico programável

Como central de processamento de dados e supervisão do processo foi utilizado um CLP da fabricante Panasonic, modelo FPX C30T, de 16 entradas e saídas digitais e 4 entradas e saídas analógicas. Para interação com o usuário, este CLP é disponibilizado em conjunto a uma Interface Homem Máquina (IHM) touchscreen de 7 polegadas da fabricante Weintek modelo MT6070iH.

O controlador é programado através do software FPWIN Pro, fornecido juntamente à unidade, e a interface também possui software de programação, denominado EasyBuilder 8000.

Este CLP possui uma programação flexível combinada entre um tipo de “C” e LADDER, o que torna possível muitas estratégias de controle, uma vez que podem ser declaradas variáveis ao decorrer do programa para armazenar valores e realizar operações matemáticas mais complexas.

Sua alimentação é de 220 V, um fator importante uma vez que dispensa uma fonte para sua alimentação da rede disponibilizada no laboratório, possui comunicação serial em diversos padrões industriais como o RS-232, RS-485, possui saídas a transistor com alta velocidade de resposta (aproximadamente 10ms do estado desligado para o ligado e 8ms do estado ligado para desligado) e comunica-se diretamente com a IHM fornecida em conjunto.

A IHM é de fácil programação, mesmo sendo um modelo *touchscreen* tem um *software* que torna simples a determinação de entradas de informação e comandos do operador para o CLP.

4.2.3. Servomotor e drive de redução

O servomotor selecionado para esta aplicação foi da fabricante Panasonic, modelo MSMD082J1U, trifásico de 120 V com corrente de operação de até 4 A e 400W de potência capazes de oferecer torque de aproximadamente 1,3 Nm. É comercialmente disponível para este servo, um kit que compreende o mesmo, um sistema de redução mecânica planetário de 1:10, e o *drive* de acionamento.

Este conjunto de servo e *drive* de redução possibilita a divisão do movimento de rotação do motor em mais de um milhão de micro-passos, o fator determinante para sua escolha. No mercado existem disponíveis conjuntos de motores de passo e drives de micro-passos para estes, mas atingem uma resolução de no máximo 50800 pulsos por revolução, um valor já considerável, porém, quando comparado à resolução do kit de servo Panasonic.

4.2.4. Fuso de esferas

Como a aplicação não admite folgas de qualquer natureza, foi necessário levar em consideração para a opção do fuso, o fuso utilizado é de castanha dupla, o que elimina a folga de movimentação linear, e é o de menor diâmetro e passo comercialmente disponível, 16mm e 5mm respectivamente, com erro de posicionamento de 0,023/300mm, não cumulativo.

A Equação 1 que rege o deslocamento linear por passo pode ser descrita como:

$$d = \frac{P}{PPR} \quad (1)$$

Onde “P” é o deslocamento linear equivalente ao passo do fuso, e “PPR” é o número de Pulsos Por Revolução do motor possibilitados pelo *drive* e a incógnita “d” representa o deslocamento linear por passo.

Esta equação foi determinante para a opção do fuso de esferas e do *drive* de movimentação, uma vez que a principal necessidade do sistema é que o deslocamento linear seja de frações de micrometros, esta equação descreve a relação entre o número de passos e o passo do fuso com o deslocamento linear por passo obtido. Assim, utilizando as especificações do *drive* selecionado (1048576 pulsos por revolução) e do fuso (passo de 5mm) temos o resultado, em micrometros, descrito na Equação 2:

$$d = \frac{5000}{1048576} \quad (2)$$

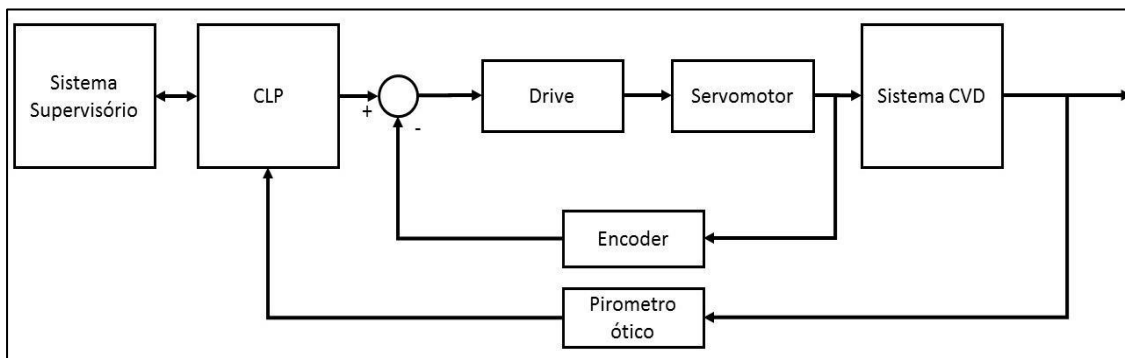
$$d = 0,0047\mu m$$

Esta seria a resolução máxima de deslocamento por passo do motor possível para este sistema projetado, embora provavelmente não seja necessário usar a resolução de passos do *drive* em seu valor máximo, isto demonstra uma folga para que o sistema não seja utilizado em seu limite de operação total, o que pode também prevenir desgaste prematuro ou imprecisão no posicionamento.

4.2.5. Sistema de controle

Na Figura 17 é exemplificado o fluxo de sinal de controle na malha correspondente ao sistema de movimentação, pode-se observar duas retroalimentações, a primeira, de temperatura realizada pelo pirômetro ótico e seu controlador, envia um sinal de 0 a 10 V para uma entrada analógica do CLP, onde é relacionada à taxa de crescimento do diamante CVD, esta relação leva em consideração as condições ideais para o início do processo de crescimento e então por meio de uma proporção linear é estimada a velocidade em que o motor terá de movimentar-se, este sinal de controle é comparado a uma segunda retroalimentação, de um encoder embarcado no servo, pelo *drive* que finalmente aciona o motor o número de passos e no intervalo de tempo necessário.

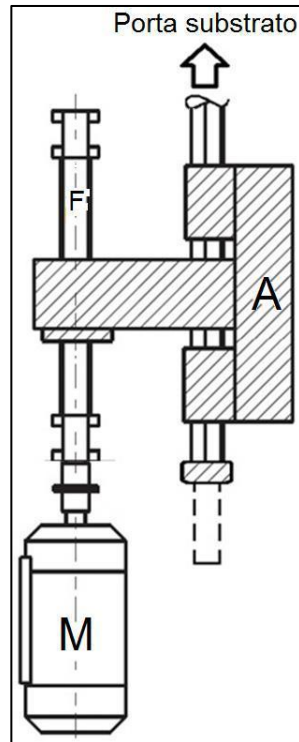
Figura 17 - Diagrama de blocos do processo de movimentação do porta-substrato



Fonte: Próprio autor,2015.

A Figura 18 demonstra o projeto mecânico de movimentação, este projeto considerou as forças atuantes no momento da deposição.

Figura 18 - Montagem e acoplamento do motor (M), fuso de esferas (F) e acoplamento ao eixo do reator (A).



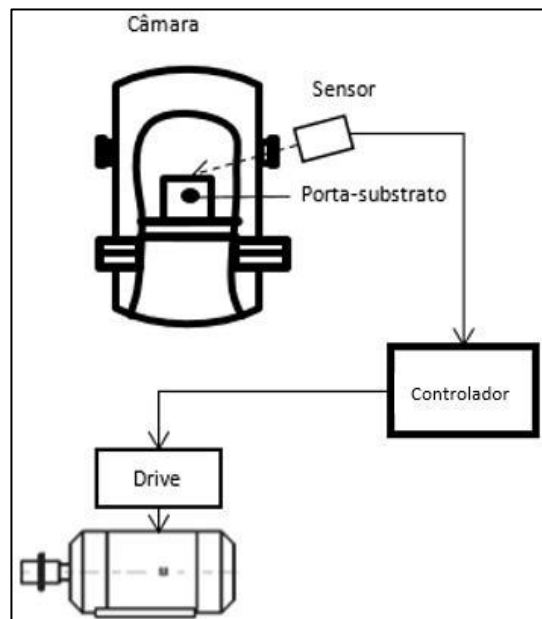
Fonte: Próprio autor, 2015.

Por se tratar de uma movimentação muito pequena, fez-se necessário garantir que este movimento seja transmitido com a maior eficiência possível, desta forma, o acoplamento foi concebido com dois pontos de apoio ao eixo do porta-substrato e sua fixação deverá ser realizada através de soldagens.

A Figura 19 demonstra o esquema de conexões de sinal entre os dispositivos, o pirômetro, com sua ponta de prova fixada à estrutura do reator e apontada para a amostra sobre o porta-substrato através de uma janela de quartzo, será conectado ao CLP através de uma de suas entradas analógicas, enviando um sinal de 0 a 10 V.

O CLP por sua vez estará conectado ao *drive* através de conexões específicas determinadas pelo fabricante e este controlará o posicionamento do servo através de uma conexão de pulsos e alimentação trifásica.

Figura 19 - Diagrama de conexões elétricas entre os dispositivos.



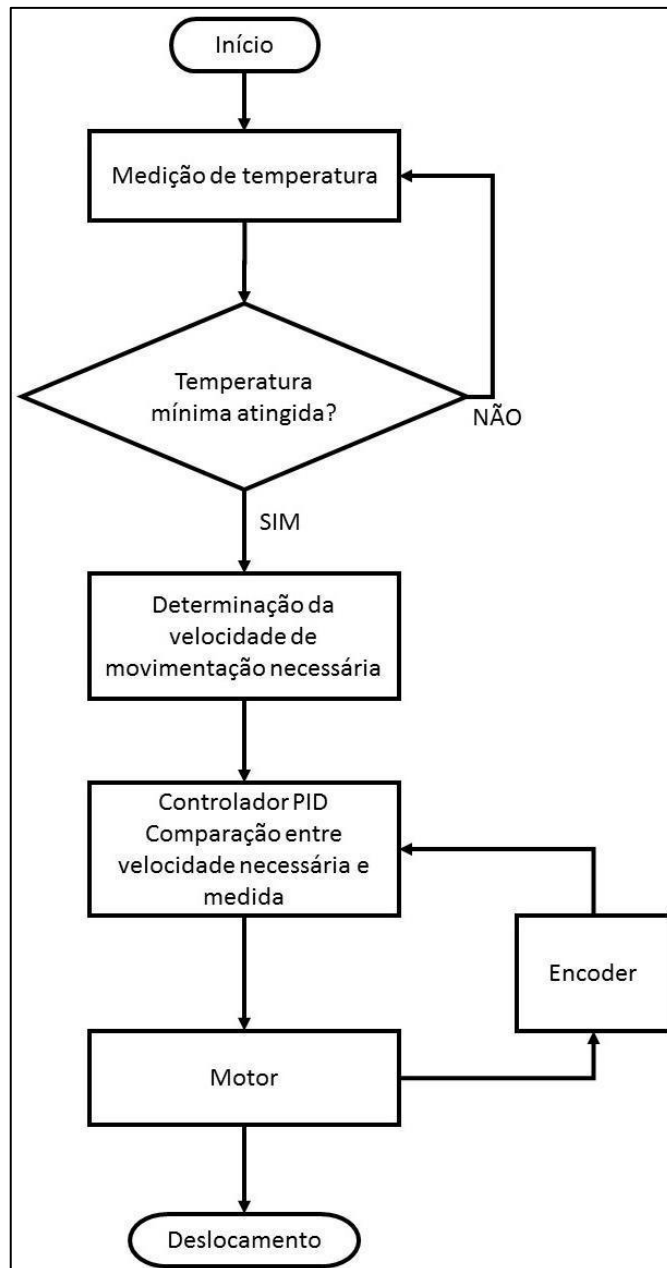
Fonte: Próprio autor, 2015.

4.2.6. Algoritmo

Na Figura 20 é exemplificado o algoritmo da programação do CLP para a movimentação, na qual dá início ao processo de crescimento, a medição de temperatura deve aferir se esta atingiu o valor referência mínima para a janela de condição ótima de crescimento.

Este valor tem de ser indicado a cada tipo de deposição a ser feita, pois pode variar, ao atingir esta condição o valor é tratado por um bloco específico de proporcionalidade para a determinação da velocidade.

Esta informação é enviada como referência para a função PID do CLP, onde é comparado à atual velocidade medida e então este erro é tratado e um sinal de controle é enviado para o bloco de funções de comparação, que para cada valor obtido pelo PID, tem uma velocidade respectiva dentro de intervalos pré-definidos.

Figura 20 - Algoritmo de programação do CLP

Fonte: Próprio autor, 2015.

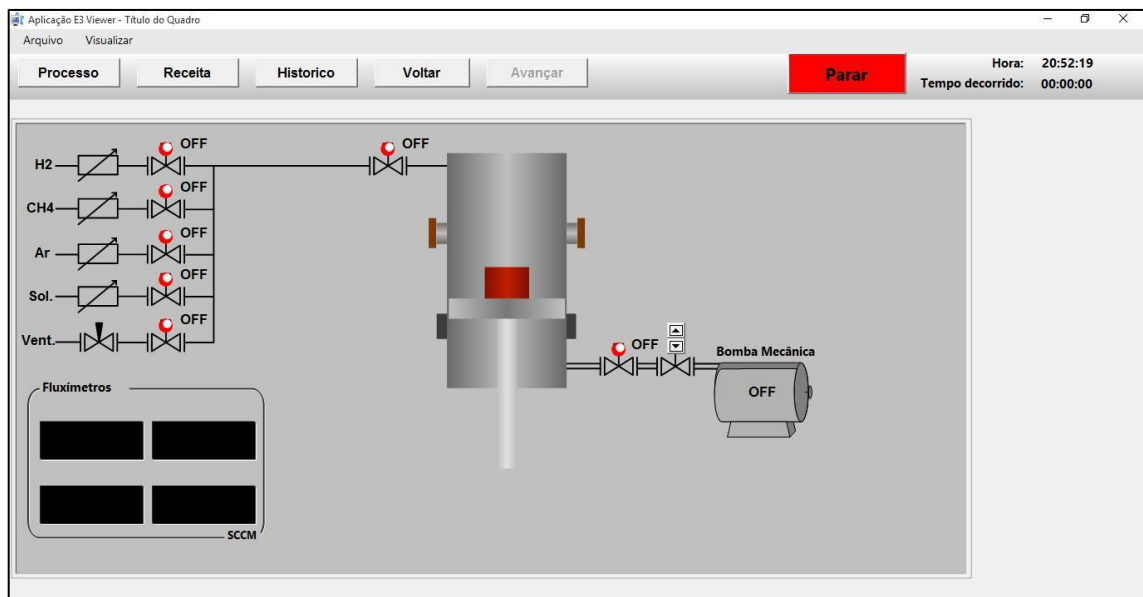
4.2.7. Telas

As telas foram projetadas para garantir uma experiência satisfatória do usuário na utilização do sistema, dessa forma, além da tela inicial, elas subdividem-se em três painéis principais: o processo, a receita e o histórico. Para garantir um nível mínimo de segurança é implementado o sistema de usuários, através do cadastro de cada operador, pode-se obter níveis de execução do sistema específicos.

Independentemente da tela a ser monitorada, o sistema sempre dispõe do menu principal para a navegação entre as telas, e acesso aos menus contextuais. Além de um botão sempre visível para a interrupção do processo manualmente se necessário.

A tela que monitora o processo pode intervir, bem como monitorar, sobre a abertura e fechamento de válvulas solenoides, acionamento da bomba de vácuo, exibir leituras de temperatura e pressão do sistema, se o mesmo está ativo ou não representado na Figura 21.

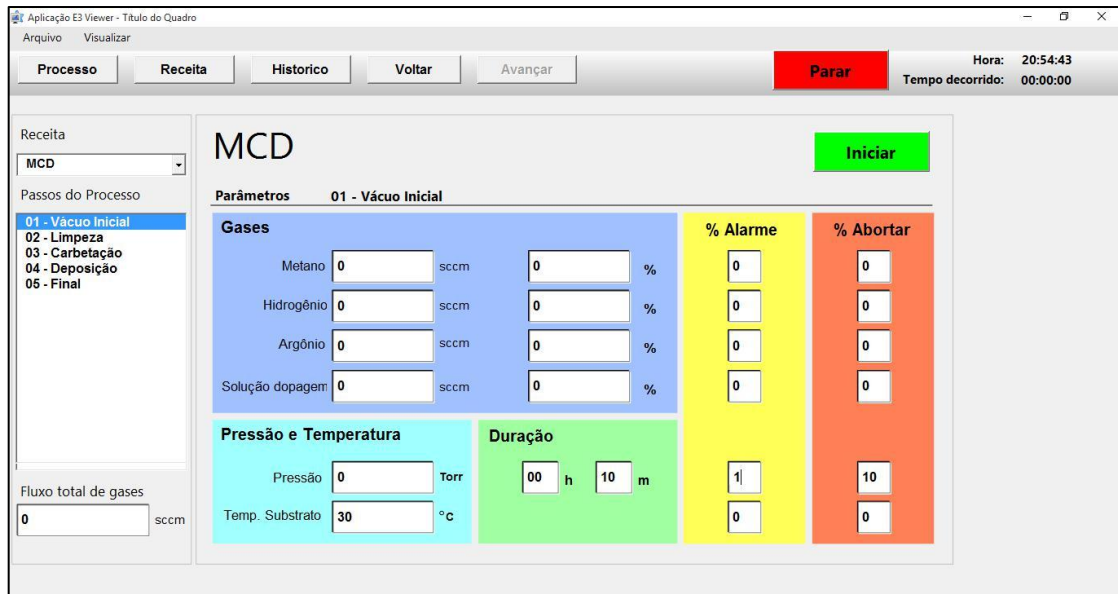
Figura 21 - Tela representativa do processo CVD.



Fonte: Próprio autor, 2015.

A tela de receita é voltada para o conjunto de instruções as quais o sistema deve seguir para iniciar um processo de deposição e terminá-lo com o mínimo ou nenhuma interferência do operador para garantir melhor repetibilidade de amostras exibida na Figura 22. Nesta tela podem ser configurados níveis de alarme e de interrupção do processo, caso excedidos os valores de referência acima ou abaixo do limite estabelecido em porcentagem, o sistema deve indicar, ou interromper o processo.

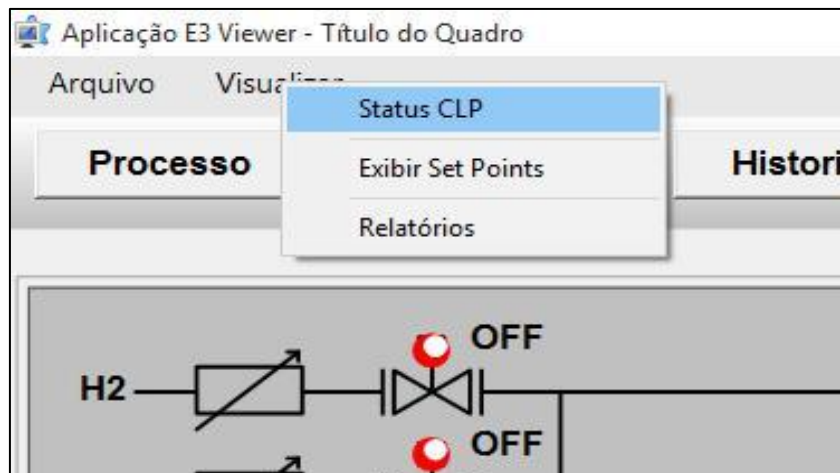
Figura 22 - Tela representativa dos recursos mínimos de receita para um processo CVD.



Fonte: Próprio autor, 2015.

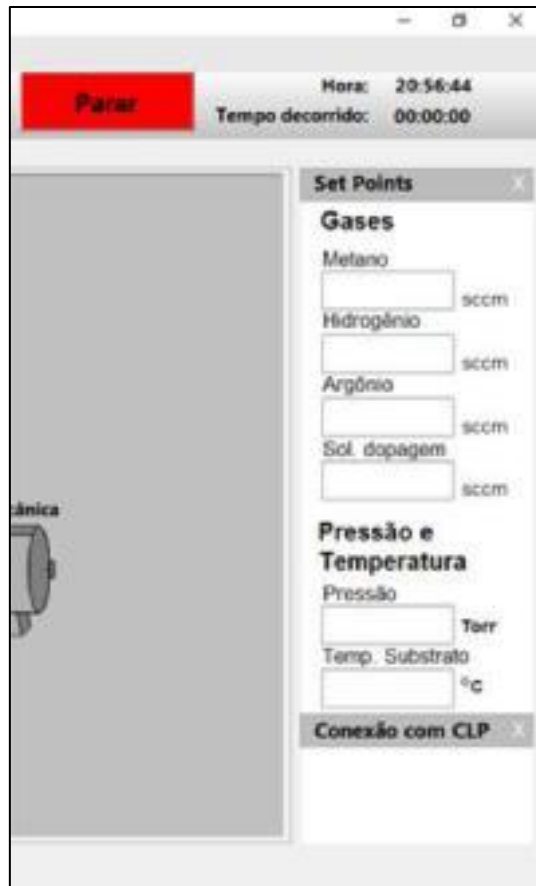
Adicionalmente há um painel lateral, representado na Figura 23, que o usuário pode exibir ou não, dependendo de sua necessidade, através do menu contextual “Visualizar”, dividido em dois indicadores: um exibe os set points de todos os parâmetros do processo no momento. A outra aba exibe a conectividade com o CLP (Figura 24).

Figura 23 - Detalhe do menu contextual "Visualizar"



Fonte: Próprio autor, 2015.

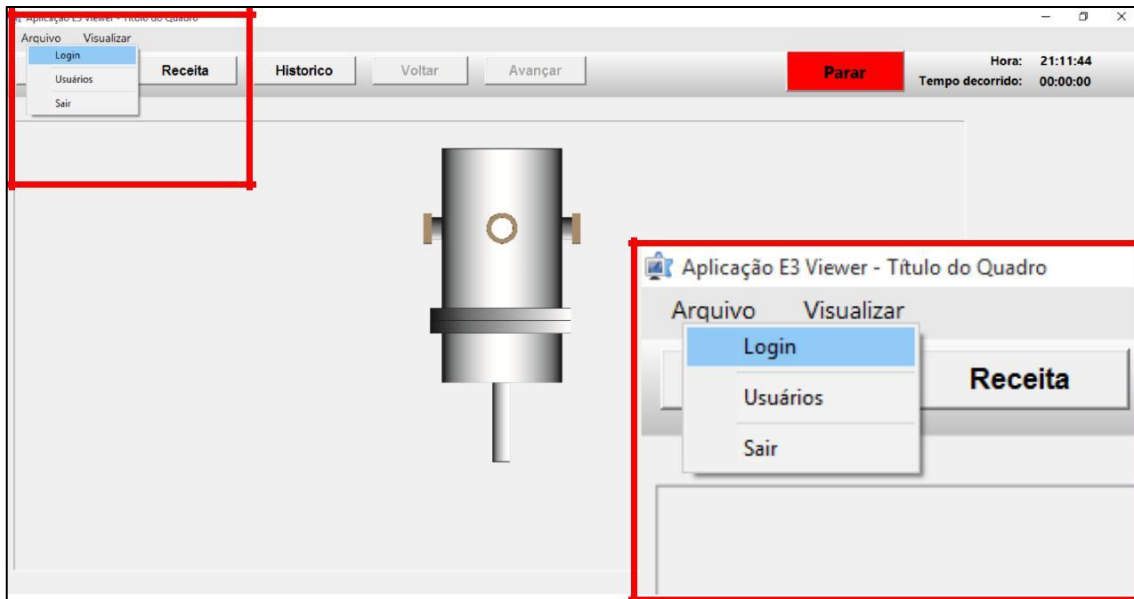
Figura 24 - Detalhe do painel de exibição opcional Set Points e Conexão com CLP.



Fonte: Próprio autor, 2015.

O menu contextual “Arquivo” exposto na Figura 25 exhibe as opções de login, que disponibiliza o tipo de acesso que cada usuário terá entre telas e configurações, o controle de usuários que permite a adição ou remoção de usuários do programa e a opção sair que executa o encerramento da aplicação.

Figura 2516 - Tela Inicial e detalhe do menu contextual "Arquivo".



Fonte: Próprio autor, 2015.

Esta tela é aberta através do clique sobre o porta-substrato representado na tela de processo, pois dessa forma que será exibida a informação sobre o deslocamento do porta-substrato no sistema real.

Como parâmetros, apenas a temperatura simulada, a velocidade de movimentação e o posicionamento através dela obtido, uma vez que o teste de acionamento de saídas digitais como para válvulas solenoides e algumas outras leituras de sinais analógicos não poderiam ser realizadas devido à limitação do *software* em *tags* de comunicação.

5. CONCLUSÃO

Este estudo vem a acrescentar um dos passos de maior importância para a busca da obtenção de uma estrutura cristalina de diamante CVD de superior qualidade. O estudo da literatura possibilitou em conjunto com a aplicação de técnicas de automação e controle e a análise da viabilidade do sistema em questão.

A tecnologia desenvolvida e estudada por este trabalho foi essencial para estabelecer uma clara orientação no projeto de um sistema complexo, do trabalho a ser implementado ao mesmo e os estudos fundamentais necessários à sua concepção.

Entretanto pode-se observar também que os mecanismos pelos quais o diamante CVD de grau mono cristalino é sintetizado, ainda demandam intenso estudo, adicionalmente à aplicações de novas tecnologias e atualizações de técnicas existentes.

Foi observada a necessidade de esse sistema lidar com variações em escalas extremamente pequenas de deslocamento linear, correspondentes a taxa de crescimento do diamante CVD. Também, a elevada precisão e capacidade de processamento de todos os dispositivos envolvidos no processo.

Este trabalho insere-se em um projeto maior em busca da obtenção do diamante CVD de grau mono cristalinos dessa forma estudos posteriores serão conduzidos para o cumprimento deste grande objetivo.

O primeiro dos trabalhos futuros serão conduzir o estudo de deposições de diamante CVD em sementes de diamante mono cristalino natural, HPHT ou CVD, buscando o aumento do tamanho destes cristais iniciais, com e sem o auxílio da movimentação a fim de caracterizar o crescimento e as curvas de temperatura, pressão e misturas gasosas ideais para então definir como tais informações podem ser incorporadas ao sistema de controle.

REFERÊNCIAS

- ANGUS, J. C. H., C.C. Low-Pressure, Metastable Growth of Diamond and "Diamond like" Phases. **Science**, v. 241, p. 913-921, 1988-08-19 1988.
- BARANAUSKAS, V. et al. Direct observation of chemical vapor deposited diamond films by atomic force microscopy. **Applied Physics Letters**, v. 60, n. 13, p. 1567-1569, 1992.
- BASRI, N. M. H. et al. RS-485 Interface for Boiler Header Inspection Robot Prototype. **Procedia Engineering**, v. 41, p. 1490-1496, // 2012.
- BHANDARI, R. **Method and apparatus for producing single crystalline diamonds**. United States 2008.
- BORGES, C. F. M.; MOISAN, M.; GICQUEL, A. A novel technique for diamond film deposition using surface wave discharges. **Diamond and Related Materials**, v. 4, n. 2, p. 149-154, 1995.
- BOY, G. A. From automation to tangible interactive objects. **Annual Reviews in Control**, v. 38, n. 1, p. 1-11, 2014.
- BUCKLEY-GOLDER, I. M.; COLLINS, A. T. **Active electronic applications for diamond**. **Diamond and Related Materials**, v. 1, n. 10–11, p. 1083-1101, 1992.
- BUNDY, E. P. H., H.T.; WENTORF JR., R. J. **Man-Made Diamonds**. **Nature**, v. 176, n. 4471, p. 51-55, 1955-07-09 1955.
- CELII, F. G.; BUTLER, J. E. Hydrogen atom detection in the filament- assisted diamond deposition environment. **Applied Physics Letters**, v. 54, n. 11, p. 1031-1033, 1989.
- CHOI, I. H. et al. **Growth of highly oriented diamond films by the MPCVD technique using CO– H₂, CH₄–H₂ and CH₄–N₂–H₂ gas mixtures**. **Diamond and Related Materials**, v. 13, n. 4–8, p. 574-580, 2004.

CLAUDE A. KLEIN, G. F. C. **Young's modulus and Poisson's ratio of CVD diamond.** v. 2, n. Issues 5–7, p. 918–923, 13 April 1993 1993.

CORAT, E. J. F., N.G.; TRAVA-AIROLDI, V.J.; LEITE, N.F.; BARROS, R.C.M.; IHA, K., **J. Materials Science Letter**, v. 16, p. 167, 1997.

CORREA, W. L. A. **Contribuição para a síntese de diamante com dopagem de boro, nitrogênio ou enxofre.** 2004. (Ph.D.). FEEC, UNICAMP

CUSIMANO, G. **Choice of motor and transmission in mechatronic applications: Non-rectangular dynamic range of the drive system.** Mechanism and Machine Theory, v. 85, p. 35-52, 3// 2015.

Edwards Vacuum – **Sensor de pressão**

Disponível em: <https://shop.edwardsvacuum.com/products/t114/list.aspx>

Data de acesso: terça-feira, 23 de maio de 2017

FERREIRA, N. G. et al. **Hactinometry with CF₄ addition in microwave plasma-assisted chemical vapor deposition of diamond.** Diamond and Related Materials, v. 6, n. 2–4, p. 472-475, 1997.

FLEISCHER, J.; HERDER, S. **Adaptronic Ball Screw for the Enhancement of Machine Precision.** Procedia CIRP, v. 1, p. 621-626, // 2012.

FRENKLACH, M.; SPEAR, K. E. **Growth mechanism of vapor-deposited diamond.** Journal of Materials Research, v. 3, n. 01, p. 133-140, 1988.

FRENZEL JR, L. E. Chapter Twenty-One - Modbus. In: FRENZEL, L. E. (Ed.). **Handbook of Serial Communications Interfaces.** Oxford: Newnes, 2016. p.93-95. ISBN 978-0-12-800629-0.

GOODWIN, D. G. Simulations of high- rate diamond synthesis: Methyl as growth species. **Applied Physics Letters**, v. 59, n. 3, p. 277-279, 1991.

GRANADO, L.; BERRETEAGA, O. **Creating Rich Human-machine Interfaces with Rational Rhapsody and Qt for Industrial Multi-core Real-time Applications.** Procedia Manufacturing, v. 3, p. 1903-1909, // 2015.

HARRIS, S. J.; MARTIN, L. R. **Methyl versus acetylene as diamond growth species.** Journal of Materials Research, v. 5, n. 11, p. 2313-2319, 1990.

HEI, L. F. et al. **Fabrication and characterizations of large homoepitaxial single crystal diamond grown by DC arc plasma jet CVD.** Diamond and Related Materials, v. 30, p. 77-84, 2012.

HEMLEY, R. J. M., HO-KWANG; YAN, CHIH-SHIUE. **Ultratough CVD single Crystal Diamond and three dimensional growth thereof** 2011.

HERMAN, I. P. Chapter 13 - Pyrometry. In: HERMAN, I. P. (Ed.). **Optical Diagnostics for Thin Film Processing.** San Diego: Academic Press, 1996. p.591-617. ISBN 978-0-12-342070-1.

Hy-Lok - Válvulas

Disponível em: <http://www.hylokbrasil.com.br/valvulas/>

Data de acesso: terça-feira, 23 de maio de 2017

KLOSS, F. R. et al. **Commercial developments of nano-crystalline diamond — Two prototypes as case studies.** Diamond and Related Materials, v. 17, n. 7–10, p. 1089-1099, // 2008.

KOBASHI, K. et al. **Synthesis of diamonds by use of microwave plasma chemical-vapor deposition: Morphology and growth of diamond films.** Physical Review B, v. 38, n. 6, p. 4067-4084, 1988.

KOIDL, P.; KLAGES, C. P. **Optical applications of polycrystalline diamond.** Diamond and Related Materials, v. 1, n. 10–11, p. 1065-1074, 1992.

L. REGEL, L.; R. WILCOX, W. Diamond film deposition by chemical vapor transport. **Acta Astronautica**, v. 48, n. 2–3, p. 129-144, 2001.

LIU, Y. et al. Low- temperature diamond deposition by microwave plasma- enhanced chemical vapor deposition. **Applied Physics Letters**, v. 55, n. 7, p. 631-633, 1989.

LUX, B.; HAUBNER, R.; RENARD, P. **Diamond for tooling and abrasives**. *Diamond and Related Materials*, v. 1, n. 10–11, p. 1035-1047, 1992.

MANKELEVICH, Y. A.; MAY, P. W. **New insights into the mechanism of CVD diamond growth: Single crystal diamond in MW PECVD reactors**. *Diamond and Related Materials*, v. 17, n. 7-10, p. 1021-1028, 2008 2008.

MATSUMOTO, S. M., Y. **Journal of Materials Science**, v. 18, 1983.

MATSUMOTO, S. S., Y.; TSUTSUMI, M.; SETAKA, N. **Journal of Materials Science**, v. 17, 1982.

MAY, P. W. Diamond Thin Films: A 21st Century Material. **Phil. Trans. R. Soc. Lond. A**, v. 358, 2000.

MAY, P. W.; MANKELEVICH, Y. A. **From Ultra nanocrystalline Diamond to Single Crystal Diamond Growth in Hot Filament and Microwave Plasma-Enhanced CVD Reactors: a Unified Model for Growth Rates and Grain Sizes**. *J. Phys. Chem. C* 2008, v. 112, p. 12432–12441, July 23, 2008 2008.

MEHTA, B. R.; REDDY, Y. J. Chapter 1 - Industrial automation. In: REDDY, B. R. M. J. (Ed.). **Industrial Process Automation Systems**. Oxford: Butterworth-Heinemann, 2015a. p.1-36. ISBN978-0-12-800939-0.

Muegge GmbH – Industrial Microwave + Plasma System. Assistência técnica. **Manual de operações**. 46p. Magnetron Head - Type: MH6000S-213BF.

Muegge GmbH – Industrial Microwave + Plasma System. Assistência técnica. **Manual de operações**. 71p. MW Power Supply – Type: MX6000D-111KX

NAD, S.; GU, Y.; ASMUSSEN, J. **Growth strategies for large and high quality single crystal diamond substrates**. *Diamond and Related Materials*, v. 60, p. 26-34, 11// 2015.

NIKIFOROV, I. **Sequential monitoring of SCADA systems against IFAC-PapersOnLine**, v. 48, n. 21, p. 746-753, // 2015.

OHMAGARI, S. et al. **Characterization of free-standing single-crystal diamond prepared by hot-filament chemical vapor deposition**. *Diamond and Related Materials*, v. 48, p. 19-23, 2014.

OHTAKE, N.; YOSHIKAWA, M. **Diamond Film Preparation by Arc Discharge Plasma Jet Chemical Vapor Deposition in the Methane Atmosphere**. *Journal of Electrochemical Society*, n. 2, 1990-02-01 1990.

PATTERSON, D. E. C., C.J. ; BAI, B.J.; KOMPLIN, N.J.; FREDI, L.; HAUGE, R.H. **Diamond Growth Studies with Halogens, Chalcogens and Hydrocarbons**. Presentation at Diamond Films '91. Second European Conference on Diamond, Diamond-Like and Related Coatings, Nice, France, September 2-6, 1991, 1991.

SHIKATA, S. **The Road to Commercialization of Vapor-Phase-Grown Diamond**. *MRS Bulletin*, v. 23, n. 09, p. 61-64, 1998.

SPITSYN, B. V. B., L.L.; DERYAGIN B.V. **Journal of Crystal Growth**, v. 52, 1981.

TALLAIRE, A. et al. **High quality thick CVD diamond films homoepitaxially grown on (111)-oriented substrates**. *Diamond and Related Materials*, v. 41, p. 34-40, 2014.

TALLAIRE, A. et al. **Growth strategy for controlling dislocation densities and crystal morphologies of single crystal diamond by using pyramidal-shape substrates**. *Diamond and Related Materials*, v. 33, p. 71-77, 2013.

TALLAIRE, A. et al. **Growth of large size diamond single crystals by plasma assisted chemical vapour deposition: Recent achievements and remaining challenges.** *Comptes Rendus Physique*, v. 14, n. 2–3, p. 169-184, 2013.

TRAVA-AIROLDI, V. J. et al. **Columnar CVD diamond growth structure on irregular surface substrates.** *Diamond and Related Materials*, v. 4, n. 11, p. 1255-1259, 1995.

TRAVA-AIROLDI, V. J. et al. **Cylindrical CVD diamond as a high-performance small abrading device.** *Surface and Coatings Technology*, v. 108–109, n. 0, p. 437-441, 1998.

TRAVA-AIROLDI, V. J. C., E.J.; BARANAUSKAS, V. **Diamond Chemical Vapor Deposition: Emerging Technology for Tooling Applications, Invited Chapter Contribution for the Book on Advanced Ceramics for Cutting Tool Applications.** In: LOW, J. (Ed.): *Trans Tech Publications*, 1997.

TRAVA-AIROLDI, V. J. C., E.J.; FERREIRA, N.G.; LEITE, N.F. **CVD-Diamond: An Overview of Research and Development at INPE.** *Brazilian Journal of Physics*, v. 27 A, 1997.

TRAVA-AIROLDI, V. J. C., E.J.; MELO, L.L.; BONETTI, L.F. **Broca de Perfuração de Rochas emDiamante-CVD 2008.**

TRAVA-AIROLDI, V. J. R., C. R.; FUKUI, M.; BARANAUSKAS, V. **Characterization of diamond films deposited by hot-filament CVD using CF₄ as doping gas by Raman spectroscopy, FTIR spectroscopy, and atomic force microscopy.** 1992. doi: **10.1117/12.130764**. p.87-96.

VALENCIA-PALOMO, G.; ROSSITER, J. A. **Programmable logic controller implementation of an auto-tuned predictive control based on minimal plant information.** *ISA Transactions*, v. 50, n. 1, p. 92-100, 2011.

WTOCD – **Wetenschappelijk Technisch Onderzoeks Centrum Voor Diamant**

Disponível em: http://www.wtocrd.be/nl/Fundamental/fundamental_research.html

Data de acesso: quinta-feira, 20 de julho de 2017.

