



ESTUDOS DO CONTROLE DA TAXA DE CRESCIMENTO DE
DIAMANTE CVD DE GRAU MONO CRISTALINO EM REATOR DE
MICROONDAS DE ALTA POTÊNCIA.

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

Letícia Maiara de Araújo (Faculdade de tecnologia Professor
Jéssen Vidal – FATEC), Bolsista PIBIC/CNPq

E-mail: lmaiaradearaujo@gmail.com

Vladimir Jesus Trava-Airold (LAS/CTE/INPE, Orientador)

E-mail: vladimir@las.inpe.br

COLABORADORES

Marco Antonio Ramírez Ramos (LAS/CTE/INPE)

Junho de 2016

RESUMO

O projeto em deposição química da fase vapor (Diamante) e seus Materiais Relacionados, O DIMARE, do INPE tem estado sempre em evidência, dirigido por dois projetos temáticos. Objetiva-se com esta proposta, inovar para uma das mais cobiçadas áreas de estudos em Diamante CVD, que é a de obter o diamante em estrutura mono cristalina via baixas pressões e baixas temperaturas, ou seja, via reações químicas na fase vapor. Neste trabalho, estudar-se-á uma maneira de controlar mecanicamente o deslocamento do porta substrato na mesma velocidade da taxa de crescimento do filme de diamante, que é um procedimento necessário para se obter grau mono cristalino. Para isso o reator MWCVD foi desmontado e devidamente preparado, através da substituição e adição de componentes de seus subsistemas.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 - Exemplo de obtenção do método HPHT	8
Figura 2 - (a) Reator de filamento quente (b) Reator de micro-ondas (c) Reator de micro-ondas com antena acoplada à câmara (d) Reator do tipo jato de plasma	9
Figura 3 - Microscopia eletrônica de varredura.....	10

Figura 4 - Esquema representativo do sistema de movimentação a ser acoplado.....	11
Figura 5 - Esquema representativo do crescimento do diamante sobre o substrato.....	12
Figura 6 - Esquema de montagem eletromecânica do sistema projetado.....	14
Figura 7 - Representação em corte de um fuso de esferas de castanha dupla.	16
Figura 8 - Conversor USB - RS- 485	17
Figura 9 - Configuração do sistema do CLP	18
Figura 10 - (a) Condição Inicial (b) Condição Final (1) Sistema de geração de microondas; (2) Cavidade ressonante; (3) Eixo de movimentação do porta-substrato; (4) Bomba de vácuo.....	20
Figura 11 - (a) Medição de vácuo realizada inicialmente; (b) e (c) Medição posteriores à solução dos vazamentos no sistema.....	21
Figura 12 - Diagrama de bloco do processo de movimentação do porta-substrato.....	23
Figura 13 - Montagem e acoplamento do motor (M), fuso de esferas (F) e acoplamento ao eixo do reator (A).....	23
Figura 14 - Diagrama de conexões elétricas entre os dispositivos.....	24
Figura 15 - Visão geral do protótipo	25
Figura 16 - Representação do encoder linear disponível no kit aprendizado.....	28
Figura 17 - Simulação da velocidade em função da temperatura.....	29
Figura 18 - Tela representativa do processo CVD.	30
Figura 19 - Tela representativa dos recursos mínimo de receita para um processo CVD.	31
Figura 20 - Tela representativa do histórico de variáveis relevantes do processo CVD. 31	
Figura 21 - Detalhe do menu contextual "Visualizar".....	32
Figura 22 - Detalhe do painel de exibição opcional Set Point e conexão com CLP.	32
Figura 23 - Tela inicial e detalhe do menu contextual "Arquivo".....	33
Figura 24 - Tela desenvolvida especificamente para aplicação do protótipo.....	33
Figura 25 - Gráfico do posicionamento do conjunto emissor - receptor do encoder ao longo do tempo.	34
Figura 26 - Gráfico do resultado da conversão de temperatura em velocidade de referência ao longo do tempo.	34

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 Micro Cristalino (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*)
- SCADA – Controle Supervisório e Aquisição de Dados (do inglês, *Supervisory Control and Data Acquisition*)
- SCD – Diamante Mono Cristalino (do inglês, *Single Crystal Diamond*)
- UNCD – Diamante Ultra Nano Cristalino (do inglês, *Ultra Nano Crystalline Diamond*)
- USB – Porta Serial Universal (do inglês, *Universal Serial Bus*).

Sumário

1. INTRODUÇÃO	6
2. OBJETIVO.....	7
2.1. Objetivos específicos.....	7
3. ALÓTROPO DE CARBONO: DIAMANTE	8
3.1 Métodos de obtenção de diamante sintético.....	8
3.2 Deposição Química da fase Vapor	9
3.3 Tamanhos de cristais	9
3.4 Diamante mono cristalino	10
4. METODOLOGIA	11
4.1 Condições e montagem do sistema MWCVD.....	12
4.1.1 Montagem do sistema MWCVD.....	12
4.2 Construção do projeto do sistema de movimentação do reator	13
4.2.1 Pirometro Ótico.....	14
4.2.3 Servomotor	15
4.2.4 Drive de redução eletrônica.....	15
4.2.5 Fuso de esferas	15
4.2.6 Interface Homem Máquina (IHM)	16
4.2.7 Sistema SCADA.....	16
4.3 Protótipo para validação.....	18
5. RESULTADOS E DISCUSSÃO	19
5.1 Sistema MWCVD	20
5.2 Sistema de movimentação.....	21
5.2.1 Pirômetro ótico.....	21
5.2.2 Controlador Lógico Programável.....	21
5.2.3 Servomotor e <i>drive</i> de redução.....	22
5.2.4 Fuso de esferas	22
5.2.5 Sistema de controle	23
5.3 Protótipo.....	24
5.3.1 Algoritmo	25
5.3.2 Programação do CLP Clic02 20VT-D	26
5.4 <i>Software</i> Supervisório SCADA.....	29
5.4.1 Telas	30
5.4.2 Interação com o protótipo	34
6. CONCLUSÃO	35
7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	35

1. INTRODUÇÃO

Embora, historicamente, sabe-se que a forma alotrópica do carbono, o qual pode-se verificar que apresenta a ligação química que resulta nas cadeias de carbono mais forte da natureza. Apenas em 1954 foi possível sintetizá-lo em laboratório a partir da grafite (BUNDY, 1955), submetendo-o a pressões acima de 60.000 atmosferas e a temperaturas acima de 2000 K. Neste mesmo ano publicou-se o primeiro indício de obtenção de diamante a partir da fase gasosa, isto é, via deposição química da fase vapor, 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), o qual ao ser decomposto em hidrogênio atômico deteriora formações grafíticas do carbono através do ataque a ligações do tipo sp^2 nas moléculas, favorecendo a formação de ligações do tipo sp^3 que é a do diamante. Na década de 80, há a publicação de uma série de aplicações desta técnica de obtenção de diamante (MATSUMOTO, S. M., Y., 1983; MATSUMOTO, S. S., Y.; TSUTSUMI, M.; SETAKA, N., 1982).

Várias técnicas foram desenvolvidas, dependendo do processo de ativação, destacando-se: a deposição química da fase vapor ativada por plasma de micro-ondas, do inglês *microwave plasma-assisted chemical vapor deposition*, ou MWCVD (BORGES; MOISAN; GICQUEL, 1995; LIOU et al., 1989); deposição química da fase vapor ativada por filamento quente, do inglês *hot filament chemical vapor deposition*, ou HFCVD (MATSUMOTO, S. S., Y.; TSUTSUMI, M.; SETAKA, N., 1982; SPITSYN, 1981); a deposição química da fase vapor ativada por jato de plasma, do inglês *arc jet plasma chemical vapor deposition*, ou 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; KOBASHI et al., 1988; MATSUMOTO, S. S., Y.; TSUTSUMI, M.; SETAKA, N., 1982; SPITSYN, 1981), 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., E.J.; BARANAUSKAS, V., 1997; TRAVA-AIROLDI, V. J. C., E.J.; FERREIRA, N.G.; LEITE, N.F., 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 a do cobre); é transparente a radiação desde o espectro ultra violeta até o infra vermelho; tem alto índice de refração (2,47); 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 anti-reflexo, janelas óticas devido à sua alta transparência a 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 ultra violeta, 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 a cerca de 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 do projeto de um sistema de supervisão e controle do processo de crescimento do diamante CVD de elevada eficiência e superior desempenho. Então, será utilizado um controlador lógico programável aliado a um conjunto de acionamento eletromecânico, composto por um *drive* de redução eletrônica e servomotor e um sistema de transmissão de movimento, um fuso de esferas.

2. OBJETIVO

Estudo e definição de parâmetros de velocidade e posicionamento para a obtenção do deslocamento linear controlado em reator MWCVD (deposição química da fase vapor assistida por plasma de micro-ondas, do inglês, *Micro Wave Plasma Assisted Chemical Vapour Deposition*) de alta potência.

2.1. Objetivos específicos

Obter uma maneira de controlar mecanicamente o deslocamento do porta substrato. Este controle será obediente à variação de temperatura medida sobre o filme de diamante.

Introdução à prática laboratorial em crescimento de diamante CVD via reator de microondas em 2,45 GHz de alta potência. Os principais parâmetros de crescimento deste tipo de diamante CVD estarão sendo estudados, com as devidas caracterizações, via MEV, espectroscopia de espalhamento Raman, Difração de Raio-X, etc., em conjunto com a equipe.

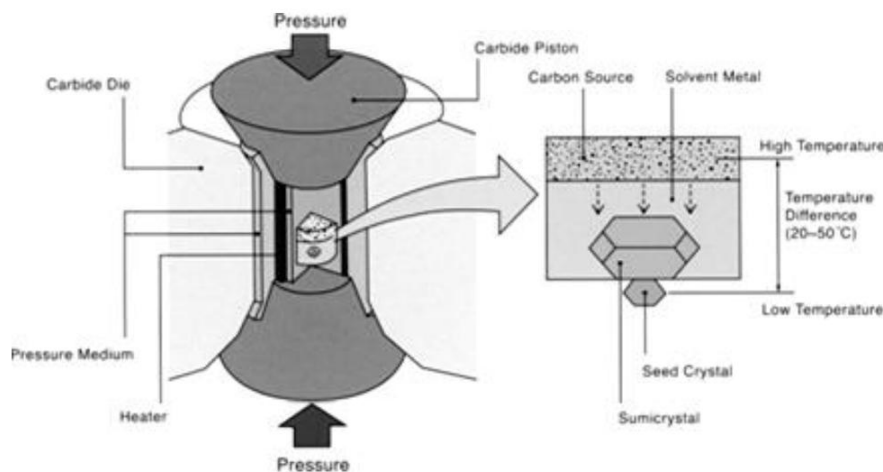
3. ALÓTROPO DE CARBONO: DIAMANTE

O diamante é conhecido por seu atrativo brilho característico e suas propriedades como material, desde sua descoberta atrai tanto o interesse econômico quanto o científico. Neste capítulo são abordados a tecnologia utilizada para sua 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.

3.1 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 metal catalisador da formação de diamante. Formando assim um cristal maior, orientado conforme a semente que o gerou, segundo a representação presente na Figura 1.

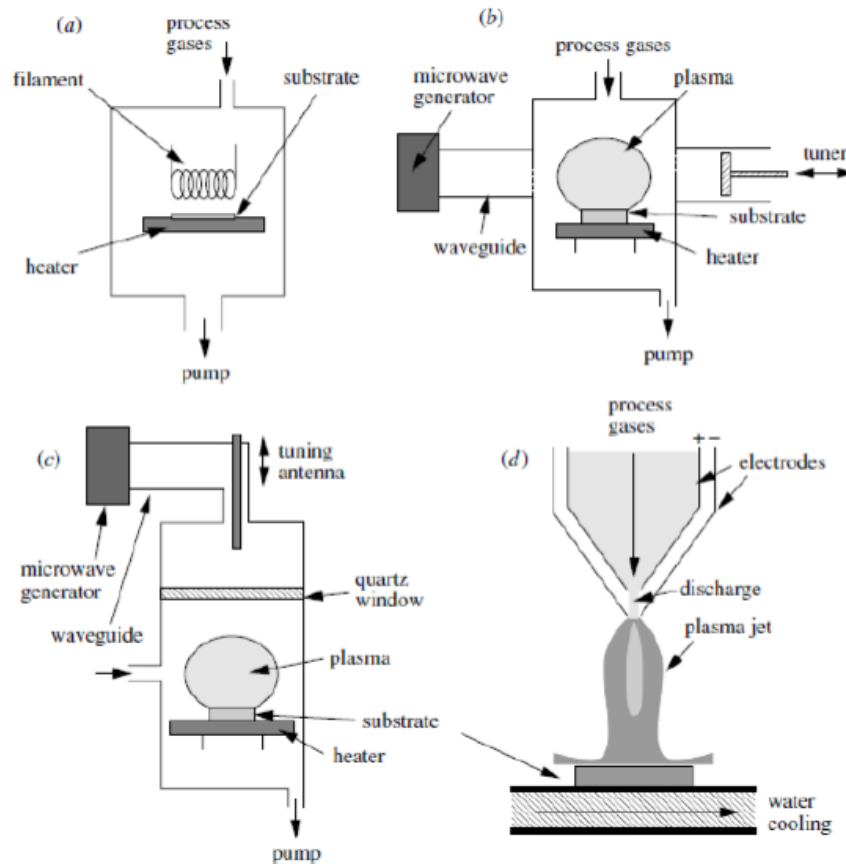
Figura 1 - Exemplo de obtenção do método HPHT



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.

Figura 2 - (a) Reator de filamento quente (b) Reator de micro-ondas (c) Reator de micro-ondas com antena acoplada à câmara (d) Reator do tipo jato de plasma



Fonte: MAY, P.W., 2000.

3.2 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.

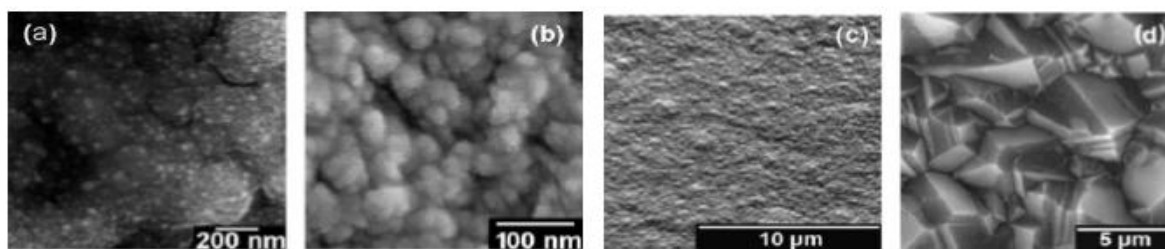
Dentre todas as soluções para a deposição química da fase vapor possíveis, a adotada para este projeto é através de ativação por plasma de micro-ondas, o MWCVD., através do método de jato de plasma por arco DC (AJCVD) (HEI et al., 2012), tem-se observado uma busca com maior intensidade através do método 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).

3.3 Tamanhos de cristais

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

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

Figura 3 - Microscopia eletrônica de varredura



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, de ferramentas de corte revestidas às 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 ultrananocristalino (UNCD do inglês *Ultra Nano Crystalline Diamond*) passando por sua forma nanocristalina (NCD do inglês *Nano Crystalline Diamond*) e 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 monocristalina (SCD, do inglês *Single Crystal Diamond*) (MAY, PAUL W.; MANKELEVICH, 2008).

Em uma breve descrição, o tamanho do cristal de diamante que compõe um filme, influencia diretamente 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 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).

3.4 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 esse método, ao preço de se perder a janela de condições ótimas para boas taxas de crescimento, tornando o escalonamento do processo intrinsecamente difícil.

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 importante fator 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 a remoção de hidrogênio das moléculas de metano, sendo 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 (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).

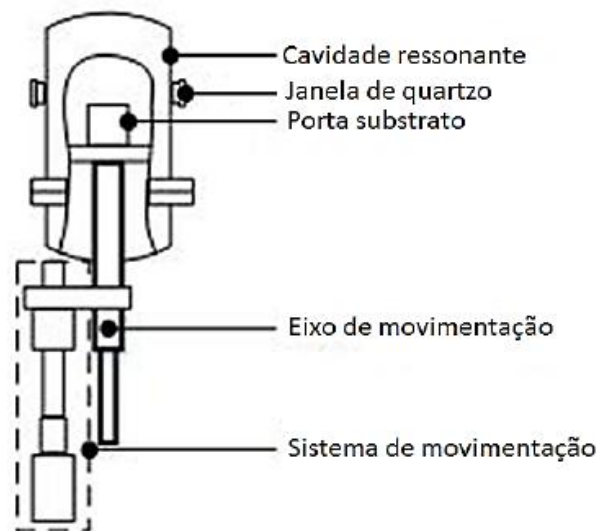
4. METODOLOGIA

Neste trabalho é proposto o desenvolvimento de um sistema de baixíssima velocidade de movimentação do porta-substrato, entre 1 a 50 micrometros 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 microondas, 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 $0,1\text{ }^{\circ}\text{C}$ em uma escala de $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$, 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 se obter diamante mono cristal.

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

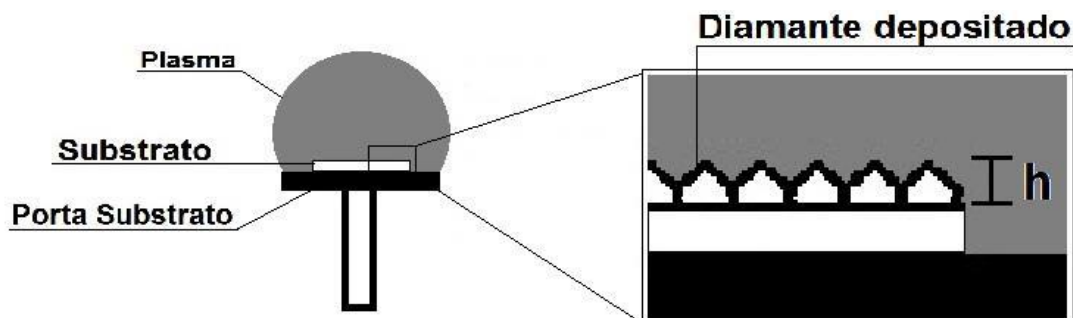


Fonte: José Vieira (aluno de mestrado)

O controle de velocidade do motor poderá ser obtido através de um sinal gerado pelo pirômetro óptico. Adicionalmente, esse sistema poderá ser controlado e supervisionado através de um *software* computacional de criação de sistemas de supervisão, os sistemas SCADA.

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 representativo do crescimento do diamante sobre o substrato



Fonte: José Vieira (aluno de mestrado)

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.

4.1 Condições e montagem do sistema MWCVD

Primeiramente foi realizado um levantamento técnico da atual condição 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 novamente.

4.1.1 Montagem do sistema MWCVD

Inicialmente foi necessário realizar a limpeza de sua cavidade e do sistema de geração e guia de micro-ondas, para isso a câmara e o sistema de guia de ondas foram desmontados, a limpeza foi realizada utilizando papel de limpeza e acetona para remover a sujeira, gordura e umidade das superfícies, outros componentes menores foram limpos em banho de ultrassom. A partir desse passo procedeu-se a montagem da câmara, e do sistema de guia de ondas. A realização da montagem da câmara em seus flanges por parafusos foi feita de forma cruzada para distribuir uniformemente a força de união entre os componentes e garantir total selagem ao contato com a atmosfera exterior.

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 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 Modelo GMP 60K/SM,

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.

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.

3. Sistema de geração de micro-ondas: o sistema de geração de micro-ondas exibido na Figura 9 é da marca SAIREM modelo GMP 60 K/SM, de 6kW de potência e 2,45GHz de frequência máximas.

4. Sistema de vácuo: o sistema de vácuo consiste em uma bomba mecânica Edwards E2M5 com capacidade de até 6,3 m³h⁻¹ com motor monofásico bivolt, Active Gauge Controller Edwards, um sensor de membrana capacitiva Barocel 600, válvulas do tipo agulha Hy Lok, possui duas vias de sucção à câmara do reator uma para alta velocidade e outra para o controle fino e ajuste do vácuo.

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. Pôde ser observado algumas falhas na vedação de alguns componentes causados pelo longo tempo sem utilização e conseqüente falta de manutenção. Após a solução destes problemas a medição de pressão do sistema em funcionamento demonstrou valores desejáveis para o correto funcionamento do mesmo.

5. Sistema de admissão de gases: o sistema de gases com duas linhas, para metano e hidrogênio, conta com fluxímetros da marca MKS, um controlador também MKS e uma válvula solenóide além de uma válvula agulha Hy Lok. Para este sistema, e também o de vácuo, todas as antigas conexões tiveram de ser substituídos por modelos de anilha dupla da marca Hy Lok, pelo fato de além de antigas, serem um modelo de anilha única. Essa substituição de conexões garante um melhor selamento.

4.2 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 seu substrato e do filme de diamante em deposição a Figura 12 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.

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.

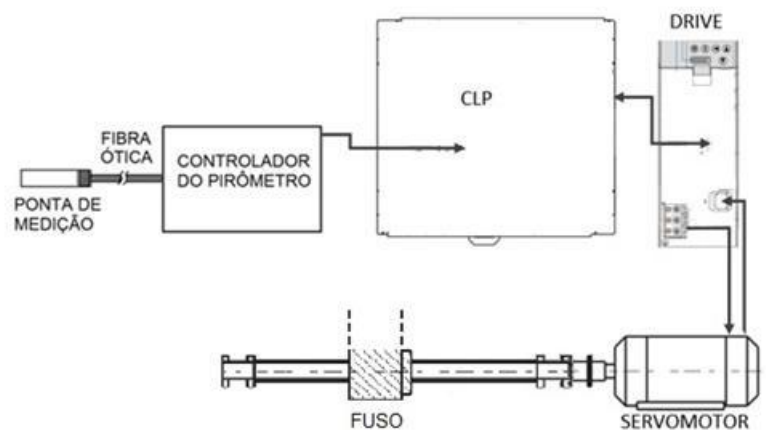
A versão inicial deste sistema emprega o método de controle de posicionamento do plasma através de discos metálicos alterando o formato do campo eletromagnético e a utilização de modificações no porta-substrato para restrição da exposição da semente de

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 13, 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 6 - Esquema de montagem eletromecânica do sistema projetado



Fonte: José Vieira (Aluno de mestrado).

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.

4.2.1 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.

4.2.2 Controlador Lógico Programável

O Controlador Lógico Programável (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 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.

4.2.3 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.

4.2.4 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.

4.2.5 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.

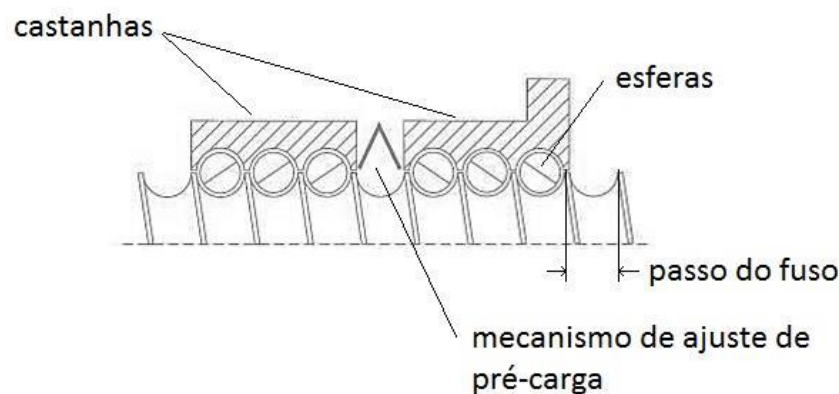
Um fuso de esferas pode apresentar diâmetros diversos (medido no centro de rolamento das esferas) e é composto por fuso, esferas calibradas, castanha, flange e raspadores (FLEISCHER; HERDER, 2012). Este mecanismo apresenta vantagens sobre

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 14. 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 7 - Representação em corte de um fuso de esferas de castanha dupla.



Fonte: Adaptado de Catálogo do Fabricante Steinmeyer

4.2.6 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).

4.2.7 Sistema SCADA

Os Sistemas de Supervisão e Aquisição de Dados, ou SCADA (do inglês, *Supervisory Control and Data Acquisition*), através da aquisição de informações de qualquer tipo de processo, possibilitam aos operadores monitorar e controlar com precisão os sistemas,

gerenciando-os de forma rápida e eficiente. Dados são apresentados de forma gráfica em tempo real, permitindo armazenamento histórico, geração de relatórios entre outros indicadores (DO; FILLATRE; NIKIFOROV, 2015).

Para supervisão do processo, em adição à IHM disponível para o equipamento foi desenvolvido um sistema SCADA específico para o sistema CVD em questão, 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.

O desenvolvimento do projeto de monitoramento remoto do processo foi realizado através do *software* E3 disponibilizado pela fabricante Elipse, sua programação é baseada em *scripts*, roteiros a serem seguidos pelo *software* à medida que eventos ocorrem. Através deste instrumento é possível estabelecer comunicação com dispositivos de níveis inferiores, controladores em geral, CLPs, microcontroladores, etc., que possuam capacidade de conexão através de um padrão, conhecido como protocolo de comunicação.

Por meio de marcadores conhecidos como *tags* o sistema envia e recebe informações dos dispositivos em rede, e a partir de suas associações e *scripts* proporciona a supervisão e controle do processo.

A versão de demonstração disponibilizada pelo fabricante possui a limitação de apenas 20 *tags* de comunicação sendo apenas um deles para transmissão de informações analógicas, entre algumas outras que não influenciam diretamente no desenvolvimento deste projeto.

O *software* disponibiliza conexões de comunicação para o controle e supervisão do processo através de uma entrada do tipo serial, dentre outras. Foi utilizado um conversor de *Universal Serial Bus* (USB) para o modelo RS-485 utilizando um *driver* de protocolo Modbus.

O padrão de comunicação RS-485 que foi utilizado neste projeto é o nível físico de comunicação entre dispositivos externos e o controle computacional, realizado pelo *software* supervisor. Este tipo de transporte de dados foi escolhido por utilizar um sinal diferencial entre um par trançado de fios com melhor tolerância a ruídos. O cabo é constituído de um par de fios trançado com impedância característica de 120Ω (BASRI et al., 2012; MEHTA; REDDY, 2015b).

Para que fosse possível a conexão entre o microcomputador e o CLP foi utilizado um conversor de saída USB para o padrão RS-485 exibido na Figura 15 que através de um circuito integrado específico capacita o microcomputador a comunicar-se com dispositivos de outros níveis através deste padrão serial.

Figura 8 - Conversor USB - RS-485



O protocolo Modbus trata como essa comunicação será feita, os protocolos industriais de maneira geral são conjuntos de sintaxe e semântica para a transferência de dados entre

dispositivos, este protocolo é um padrão internacional criado pela empresa Modicon® em 1979 para aplicação em seus CLPs que posteriormente foi divulgado para uso e padronização da comunicação entre diversos dispositivos de vários fabricantes e pode operar no padrão RS-485 ou RS-232 de comunicação serial (FRENZEL JR, 2016).

As configurações do CLP seguiram especificações do fabricante e podem ser observadas na Figura 9.

Figura 9 - Configuração do sistema do CLP

Fonte: José Vieira (aluno de mestrado)

Bem como as especificações para a configuração do *software* supervisor foram a comunicação no modo “*Modbus RTU*”, a camada física selecionada foi a opção “*Serial*”, o gerenciamento de conexão foi o selecionado por padrão em automático “*Automatic (manage by the driver)*”, a porta de comunicação selecionada foi a COM1, o Baud Rate utilizado foi de 38400, o conjunto de bits que compõe um dado foi de 8 bits, sem verificação de paridade e 2 bits de “*stop*”.

4.3 Protótipo para validação

A partir do conceito inicial deste sistema, deu-se início à construção de um projeto simplificado a partir de componentes e instrumentos existentes no laboratório do Instituto Federal de Educação Ciência e Tecnologia de São Paulo no *campus* Bragança Paulista, para realização de testes preliminares principalmente da implementação e funcionamento do sistema supervisor SCADA e a avaliação da viabilidade do projeto em relação aos requisitos básicos exigidos deste.

Como simplificação do modelo em questão foram utilizados componentes disponíveis no laboratório em *kits* educacionais, que possibilitam uma rápida prototipagem.

Nesta infraestrutura está presente o relé programável Clic02, que pode ser programado como um CLP através de linguagens padrão para esta tarefa, a LADDER e a FBD. Adicionalmente dispõem de um fuso simples com encoder linear, e um motor de passo.

Embora mais simples, cada um destes componentes oferece uma capacidade real de validação da solução, representando de uma maneira semelhante à montagem do reator MWCVD as condições transitórias e em regime permanente.

Nesta solução não se fará necessária a utilização de um *drive* para acionar o motor, que por ser um motor de passo, têm-se a possibilidade de implementar seu acionamento através de programação no próprio CLP.

Entretanto este protótipo possuirá limitações quanto à disponibilidade de recursos de maior complexidade, para isto algumas aproximações tiveram de ser adotadas e serão destacadas a seguir:

As temperaturas atingidas pelo sistema não podem ser facilmente reproduzidas em qualquer laboratório, portanto uma aproximação teve de ser inicialmente adotada, que mudaria a escala de temperatura de 700 a 1000°C para uma escala de 30 a 50°C, esta temperatura mesmo em uma escala que pode ser facilmente medida por sensores como termopares (sistemas iniciais usados nos testes, disponíveis nos kits didáticos) ou sensores do tipo LM35 (alternativa aos sistemas dos kits, disponíveis avulsos no laboratório) não seria facilmente controlada para estabilizar-se a um valor constante, o que tornaria o teste menos estável, assim o sinal que seria desta forma obtido foi simulado através de um potenciômetro. Também o deslocamento linear do protótipo não seria tão reduzido, a uma escala de frações de micrometros, pois o conjunto de fuso convencional e motor de passo disponível no kit não possibilitaria esta resolução, juntamente ao fato de que este sistema não conta com um *drive* para realizar a redução eletrônica do passo.

O sistema de deposição é estável a partir do momento em que as condições são ideais para conduzir o crescimento de diamante CVD, dessa forma, durante os testes não houve a necessidade de simular a variação de temperatura.

O *software* de programação do CLP não conta com um método específico para armazenar valores, o que acarretou o desenvolvimento de uma alternativa para a medição da velocidade através do posicionamento do encoder linear do kit.

O encoder linear do kit conta apenas com uma saída de pulsos, é incremental, o que impossibilita a sua utilização para determinar a direção do movimento, obrigando assim a adotar que o sistema de movimentação já estaria sendo acionado na direção correta no início de seu funcionamento.

5. 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 a 50 micrometros 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.

Um protótipo desenvolvido para testes iniciais e para a avaliação da resposta transitória e de estado estacionário do sistema também demonstrou grande potencial desta abordagem para o problema em questão.

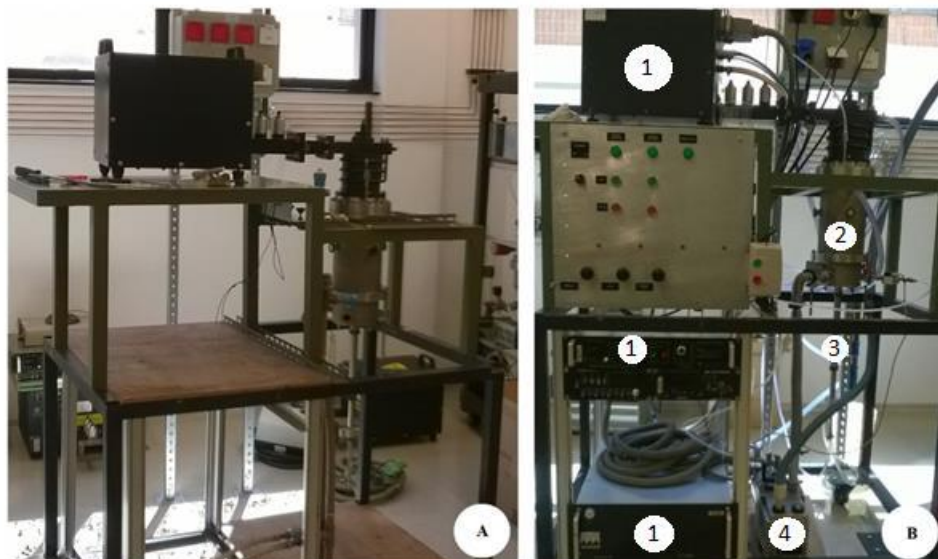
Os resultados obtidos neste estudo foram reportados nas subseções seguintes, divididos em duas principais. A subseção 5.1 trata dos resultados obtidos da montagem e avaliação do sistema MWCVD disponível no Laboratório Associado de Sensores e Materiais.

A seção 5.2 descreve os resultados da montagem do protótipo no laboratório do Instituto Federal de Educação Ciência e Tecnologia de São Paulo *campus* Bragança Paulista e o desenvolvimento do seu sistema supervisor.

5.1 Sistema MWCVD

A montagem e revisão do reator foi concluída, com isso o sistema está preparado para ter o novo projeto implementado, a Figura 17 exibe as suas condições iniciais e atuais.

Figura 10 - (a) Condição Inicial (b) Condição Final (1) Sistema de geração de micro-ondas; (2) Cavidade ressonante; (3) Eixo de movimentação do porta-substrato; (4) Bomba de vácuo.



Fonte: José Vieira (aluno de mestrado)

Durante testes de vácuo foram constatados problemas na vedação de alguns componentes do sistema exibindo valores superiores a 0.9 Torr de pressão como constatado no display superior do indicador do Active Gauge Controller Edwards demonstrado pela Figura 11a, estes foram revisados e sua vedação foi refeita, apresentando resultados desejáveis de pressão (com valores inferiores a 0.9 Torr) para o processo CVD como pode ser observado na Figura 18b e 18c.

Figura 11 - (a) Medição de vácuo realizada inicialmente; (b) e (c) Medição posteriores à solução dos vazamentos no sistema.



Fonte: José Vieira (Aluno de Mestrado)

5.2 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.

5.2.1 Pirômetro ótico

O sensor de temperatura utilizado será um pirômetro ótico de alta resolução da fabricante Dr. Mergenthaler GmbH & 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.

5.2.2 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.

5.2.3 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 kit é o Panasonic A5 MINAS LIQI.

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-passo para estes porém, atingem uma resolução de no máximo 50800 pulsos por revolução, um valor já considerável porém, quando comparado à resolução do kit de servo Panasonic, embora o custo deste seja maior isso é compensado por sua resolução muito superior.

5.2.4 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 que rege o deslocamento linear por passo pode ser descrita como:

$$d = pPPR \quad (1)$$

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:

$$d = 50001048576 \quad (2)$$

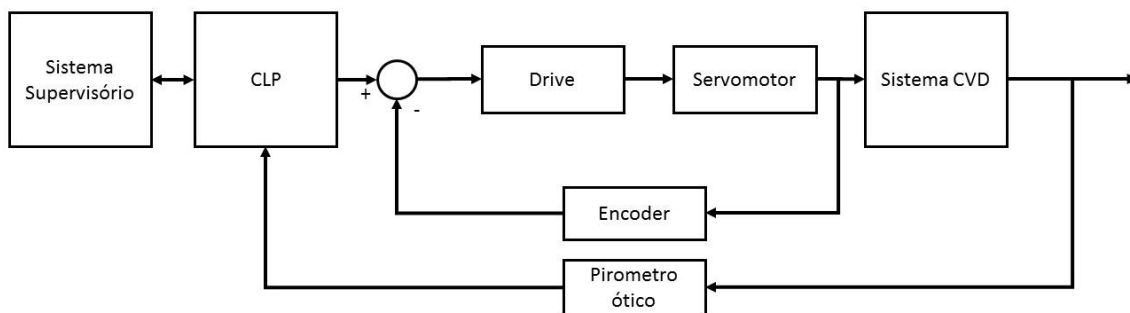
$$d = 0,0047 \mu m \quad (2)$$

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.

5.2.5 Sistema de controle

Na Figura 12 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.

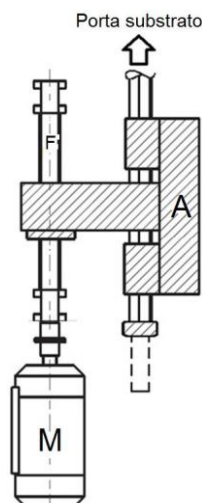
Figura 12 - Diagrama de bloco do processo de movimentação do porta-substrato



Fonte: José Vieira (aluno de Mestado)

A Figura 13 demonstra o projeto mecânico de movimentação, este projeto considerou as forças atuantes no momento da deposição.

Figura 13 - Montagem e acoplamento do motor (M), fuso de esferas (F) e acoplamento ao eixo do reator (A).



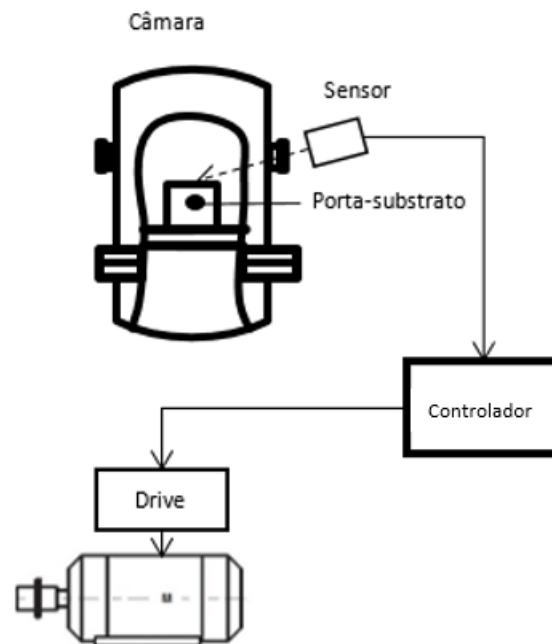
Fonte: José Vieira (aluno de Mestrado)

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 13 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 14 - Diagrama de conexões elétricas entre os dispositivos.



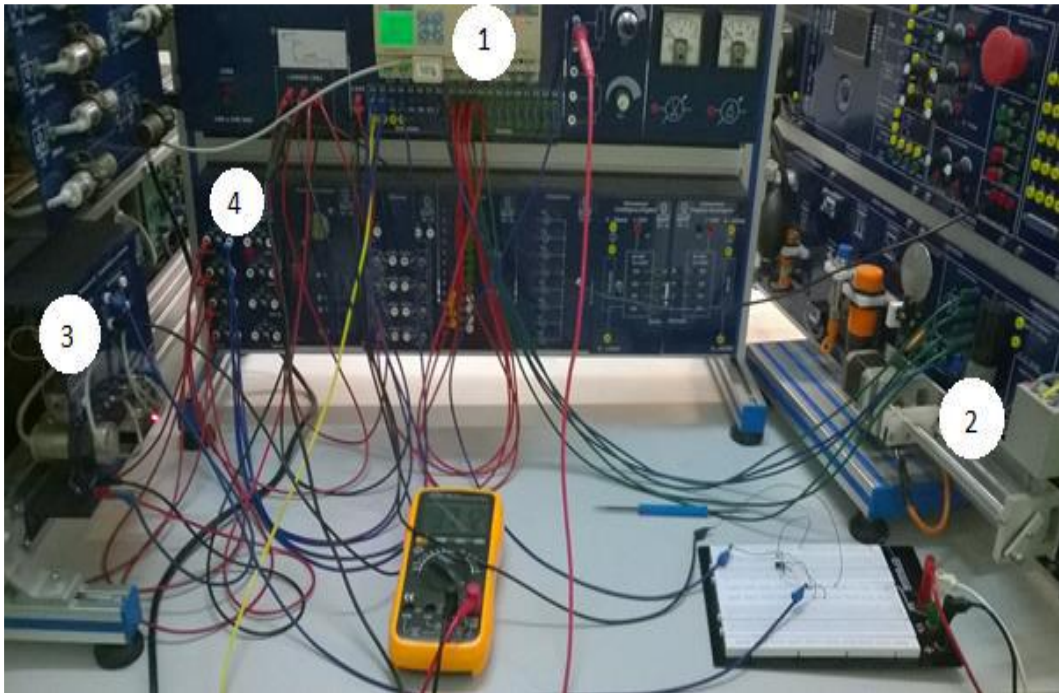
Fonte: José Vieira (Aluno de Mestrado)

5.3 Protótipo

O protótipo foi concebido a partir de instrumentos de controle e medição disponíveis na infraestrutura do Instituto Federal de Educação Ciência e Tecnologia de São Paulo *campus* Bragança Paulista, para testes de viabilidade e análise de resposta do sistema projetado.

A fim de obter uma observação real da interação dos componentes foi realizada a montagem composta por um CLP modelo Clic02 20VT-D, um conjunto eletromecânico constituído por um motor de passo A4K-M245, um fuso convencional, um encoder, um conjunto de simulação da temperatura inicial formado por um aquecedor e 3 termopares tipo (J, K e PT100) e botões de interação com o usuário. A Figura 22 exhibe o protótipo montado.

Figura 15 - Visão geral do protótipo



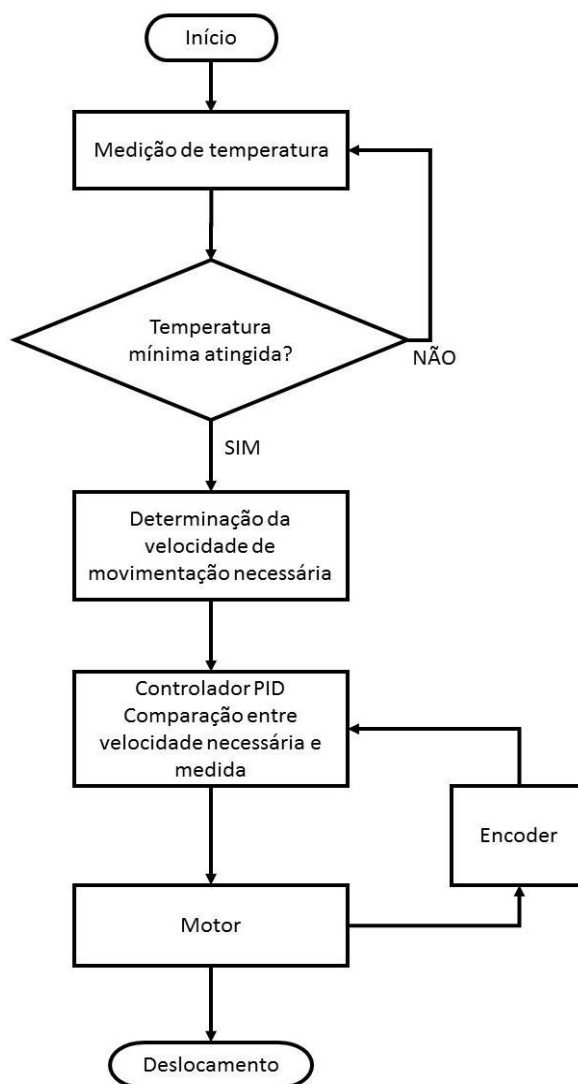
Fonte: José Vieira (Aluno de Mestrado)

5.3.1 Algoritmo

Na Figura 15 é exemplificado o algoritmo da programação do CLP para a movimentação, na qual dando-se início ao processo de crescimento, a medição de temperatura deve aferir se esta atingiu o valor referência mínimo para a janela ótima de condição de crescimento.

Esta informação é enviada como Referência para a função PID do CLP, onde é comparada 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 16 - Algoritmo de programação do CLP



Fonte: José Vieira (Aluno de Mestrado)

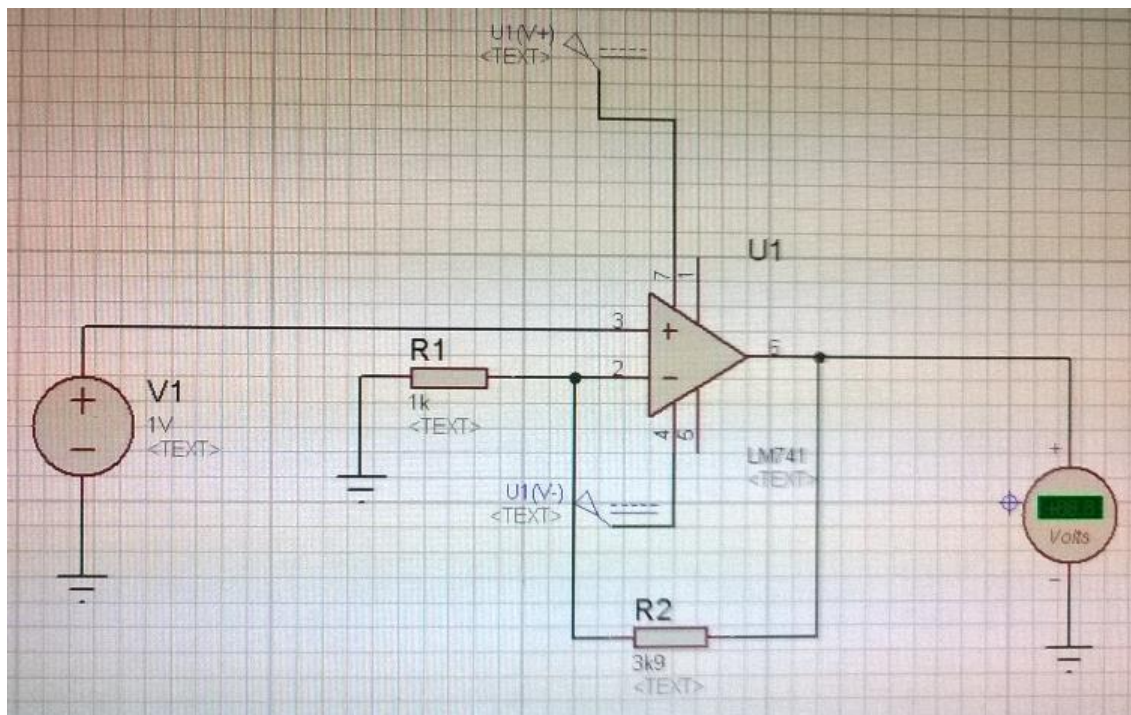
5.3.2 Programação do CLP Clic02 20VT-D

O CLP utilizado para testes de protótipo foi o modelo Clic02 20VT-D da fabricante WEG, disponível no laboratório do Instituto Federal. A escolha deste dispositivo foi principalmente por este ser o modelo disponível na instituição, além de toda a equipe docente e técnica já possuir um grande *know how* referente a este modelo uma vez que este vem sendo utilizado há vários anos no Instituto. Adicionalmente trata-se de um CLP simples porém eficaz na aplicação proposta, possui 8 entradas digitais e 4 analógicas, 8 saídas digitais a transistor e protocolo Modbus incorporado.

A programação foi executada em lógica de contatos LADDER, e foi subdividida em seções de programa separados no código inserido no CLP por comentários para cada função específica a ser realizada. Os equipamentos disponíveis nos kits são menos complexos do que os definidos para o projeto final no reator do Laboratório Associado de Sensores e Materiais, porém foi possível a realização aproximada do sistema através de compensações na programação.

A estratégia inicial para realizar esta simulação de temperatura era de utilizar sensores do tipo termopar disponíveis nos kits, porém não foi possível porque estes sensores geram sinais da ordem de milivolts, no caso dos termopares tipo J ou K e de resistência elétrica, no caso do termopar tipo PT100, a entrada analógica do CLP lê apenas tensões variáveis de 0 a 10 V, o que tornou difícil a utilização destes sensores, também foi testado o tratamento deste sinal por uma amplificação através de um circuito baseado no amplificador operacional LM741 com diversos ganhos exibido na Figura 24, esta solução foi também descartada pelo mesmo fator da utilização direta do sensor LM35, abordado em seguida.

Figura 16 - Circuito elaborado para a amplificação do sinal do termopar utilizando o circuito integrado LM741



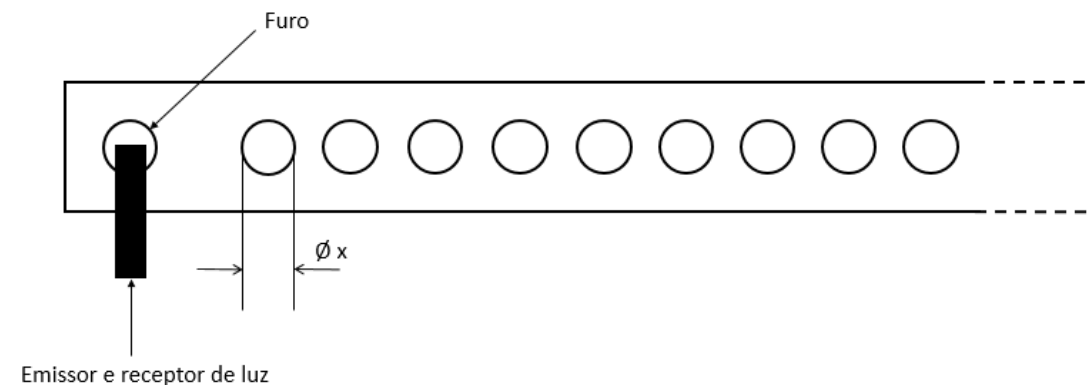
Fonte: José Vieira (Aluno de Mestrado)

Em uma segunda alternativa foi utilizado um sensor de temperatura do tipo LM35, que varia sua tensão de saída proporcionalmente à temperatura que é medida em uma escala de 0 a 5V. Nesta solução seria possível a medição alterando na programação do CLP a escala de 0 a 10V para 0 a 5V totais, porém não foi possível manter a temperatura estável para que houvesse medição da velocidade e esta ser comparada com a velocidade calculada com base na temperatura.

Para a simulação do sinal da temperatura foi utilizado um potenciômetro disponível no kit, o motor utilizado foi um motor de passo, e o encoder é do tipo linear de posicionamento acoplado ao fuso do kit.

Foi necessário recorrer a uma alternativa para determinar a velocidade, uma vez conhecido o tamanho do furo que o encoder utiliza, exemplificado na Figura 25, ao se contar o tempo em que o mesmo realiza a passagem desde seu acionamento até o desacionamento no final do furo, pode-se estimar sua velocidade (v) dividindo o tempo (t) pelo comprimento do trajeto (x), procedimento descrito na equação 2.

Figura 17 - Representação do encoder linear disponível no kit aprendido.



Fonte: José Vieira (Aluno de Mestrado).

$$v = xt \quad (2)$$

Esta informação de velocidade, resultante da equação 2, servirá como retroalimentação, comparada a velocidade estimada através da medição de temperatura.

A primeira seção é o acionamento do motor de passo, este acionamento é realizado acionando-se sequencialmente as saídas Q1-Q4 do CLP através de pulsos gerados por um temporizador no modo oscilador (modo 5) e contadores sem ultrapassagem de valor e não retentivos (modo 1).

A segunda seção é a que possibilita, se necessário, o acionamento manual do sentido de rotação do motor, e seu desligamento ou travamento, através de botões de pulso.

A terceira seção é onde realiza-se a comparação dos valores de saída de controle enviados pela função PID e aciona diferentes osciladores. Este procedimento é realizado de modo que hajam frequências diferentes de acionamento sequencial das bobinas do motor de passo, alterando assim sua velocidade quando necessário.

A quarta seção é a que recebe pulsos do encoder para determinar a velocidade de movimentação atual do sistema, através de operações de multiplicação e divisão do CLP. Este bloco realiza operações matemáticas através do recurso de programação LADDER "MD". Neste ponto do programa, conta-se o tempo em que o encoder permaneceu acionado, ou seja, o tempo que o mesmo leva para passar por um dos furos, uma vez que o diâmetro do furo não varia, é possível estimar-se a velocidade.

A quinta seção indica, através de um sistema de pulsos de borda de subida e descida do sinal do encoder, o tempo de amostragem que será disponível para a realização da medição de tempo que o encoder leva para acionar e não acionar.

A sexta seção realiza a conversão da temperatura que servirá de referência para a função PID. Esta conversão leva em consideração o valor mínimo que a temperatura necessita atingir para iniciar o processo, e a proporção linear entre a temperatura e a taxa de crescimento.

A temperatura mínima (T_{\min}) e máxima (T_{\max}) terão de ser inseridas pelo usuário no processo em sua aplicação real, neste protótipo foram adotados valores compatíveis com os dispositivos do kit, uma vez que estes não atingem temperaturas tão altas quanto as do processo, e também, visando simplificação no programa do protótipo.

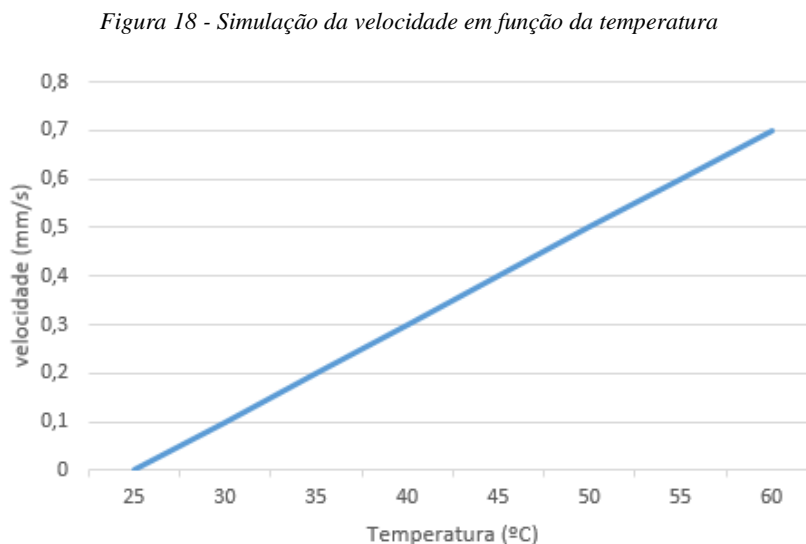
Para este caso foi utilizada a entrada analógica A1 do CLP, que aceita uma tensão variável de 0 a 10V, e a variação de temperatura considerada foi de 30 °C (T_{\min}) a 50 °C (T_{\max}), numa escala de 0 a 50°C relacionada proporcionalmente a uma variação de velocidade de 0 mm/s(v_{\min}) a 0,5 mm/s(v_{\max}).

Dessa forma, a conversão somente inicia-se quando a temperatura mínima é atingida através de um comparador, e a relação com a taxa de crescimento (velocidade de

movimentação) simulada é realizada através da equação 3 e essa relação está demonstrada no graficamente na Figura 17.

$$v(T) = 0,02T - 0,5 \quad (3)$$

Em que T representa a temperatura atual e $-0,5$ foi inserido devido ao fato de que no sistema real a condição ideal de deposição inicia-se a partir de um certo valor de temperatura, não durante toda a escala de variação, da temperatura ambiente aos 1000°C por exemplo, mas sim de uma temperatura de aproximadamente 700°C a 1000°C , então este fator foi também considerado para simulação.



Fonte: José Vieira (Aluno de Mestrado)

A determinação do posicionamento para a leitura desta informação pelo sistema supervisório foi executada em um conjunto adicional em que um contador é incrementado a cada vez que o encoder é ativado. O programa completo pode ser analisado através do Anexo I incluído neste trabalho.

5.4 Software Supervisório SCADA

Os sistemas SCADA permitem supervisionar e controlar plantas de processos industriais à distância, provêm uma grande quantidade de recursos para sua análise estatística, dados históricos, juntamente com sua alta capacidade de processar informações, por serem executados em microcomputadores que podem ser exclusivos para este fim.

As seções subsequentes deste texto abordam, no item 5.4.1 o desenvolvimento das telas do sistema supervisor e a seção 5.4.2 trata sobre a interação do mesmo com o protótipo.

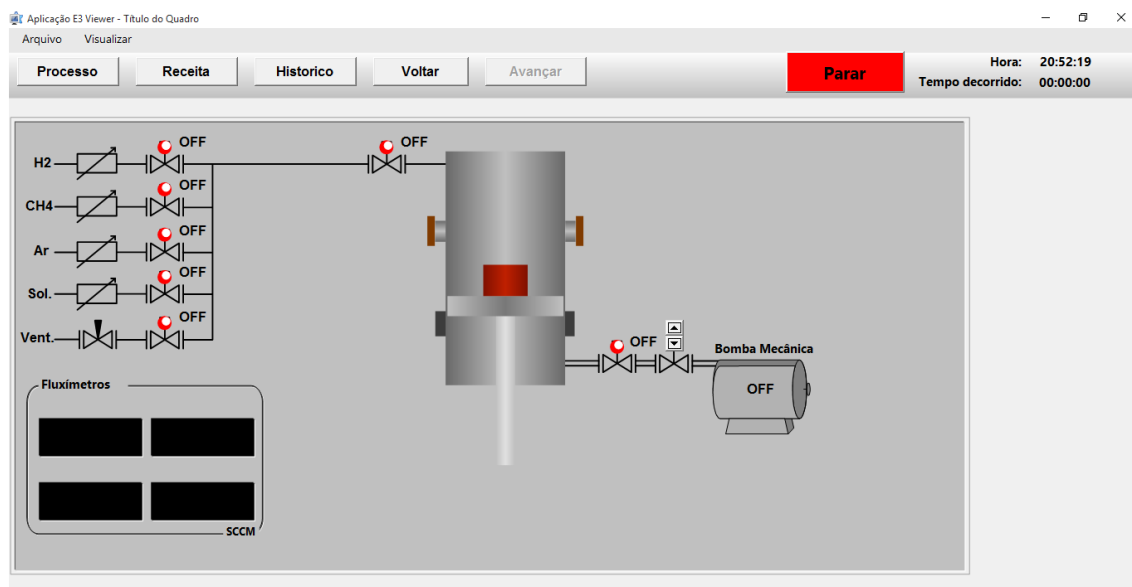
5.4.1 Telas

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 representada na Figura 27.

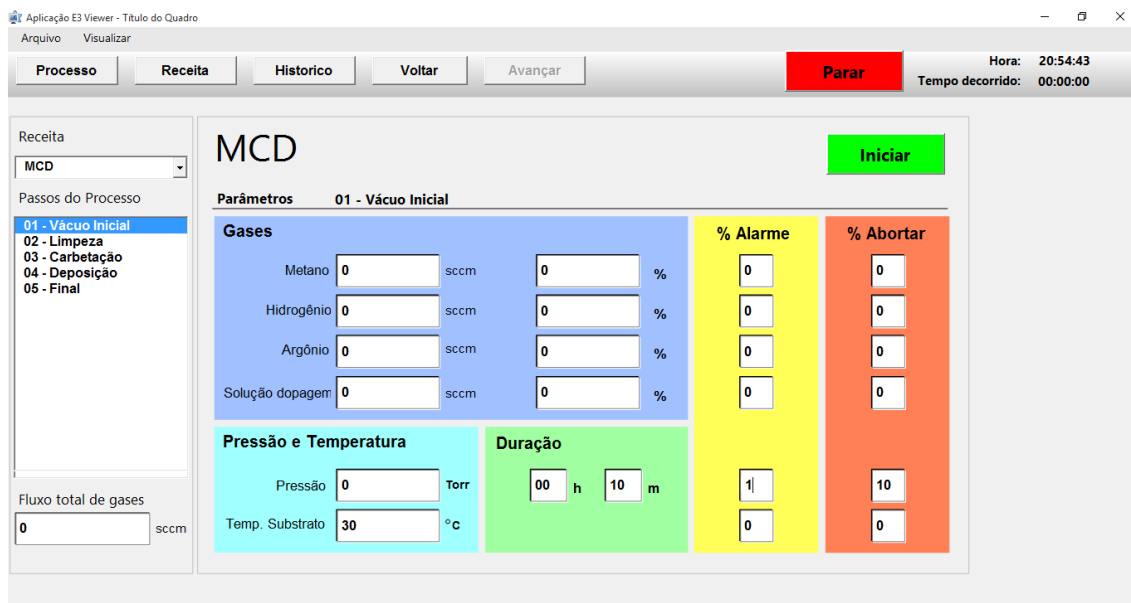
Figura 19 - Tela representativa do processo CVD.



Fonte: José Vieira (Aluno de Mestrado).

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 19. 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.

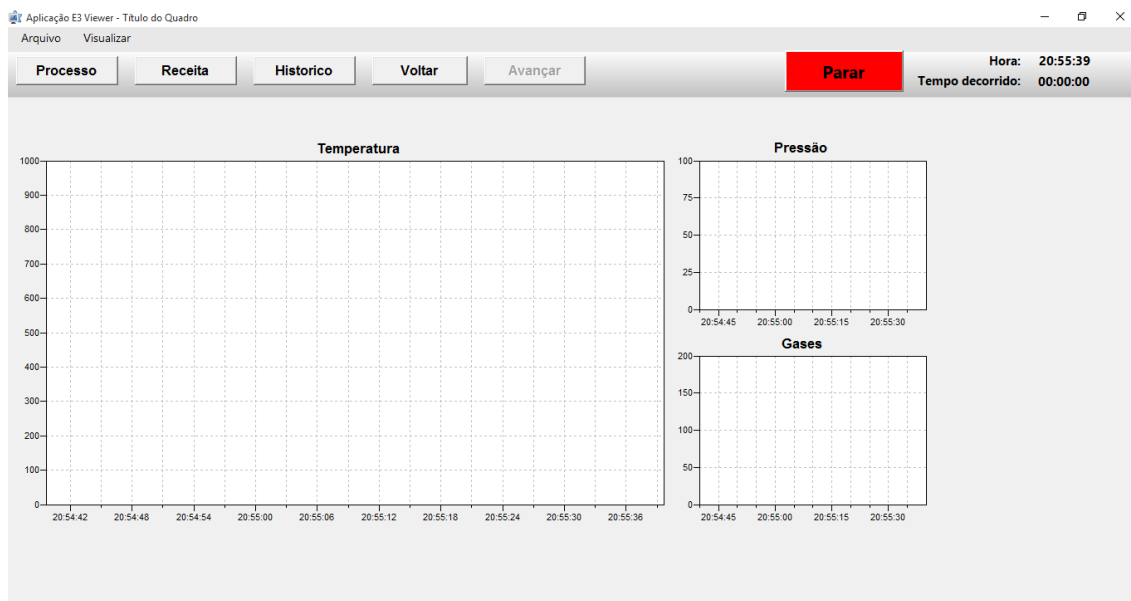
Figura 20 - Tela representativa dos recursos mínimo de receita para um processo CVD.



Fonte: José Vieira (Aluno de Mestrado)

A tela contendo o histórico exibe gráficos em tempo real dos atuais valores de temperatura, pressão e gases inseridos no processo, a Figura 29 exibe a tela projetada.

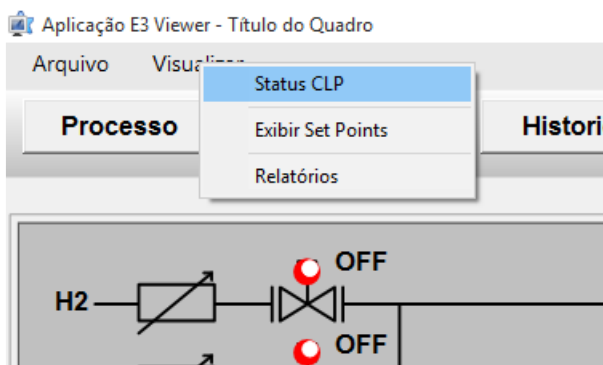
Figura 21 - Tela representativa do histórico de variáveis relevantes do processo CVD.



Fonte: José Vieira (Aluno de Mestrado).

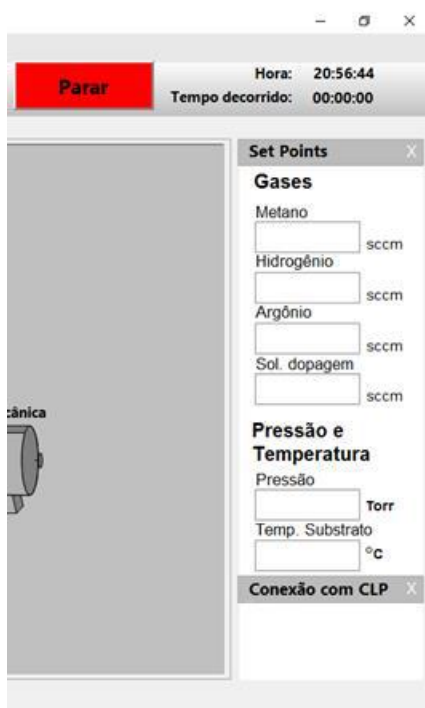
Adicionalmente há um painel lateral, representado na Figura 28, que o usuário pode exibir ou não, dependendo de sua necessidade, através do menu contextual “Visualizar”, representado na Figura 30, dividido em dois indicadores: um exibe os set points de todos os parâmetros do processo no momento. A outra aba exibe a conectividade com o CLP.

Figura 22 - Detalhe do menu contextual "Visualizar".



Fonte: José Vieira (Aluno de Mestrado).

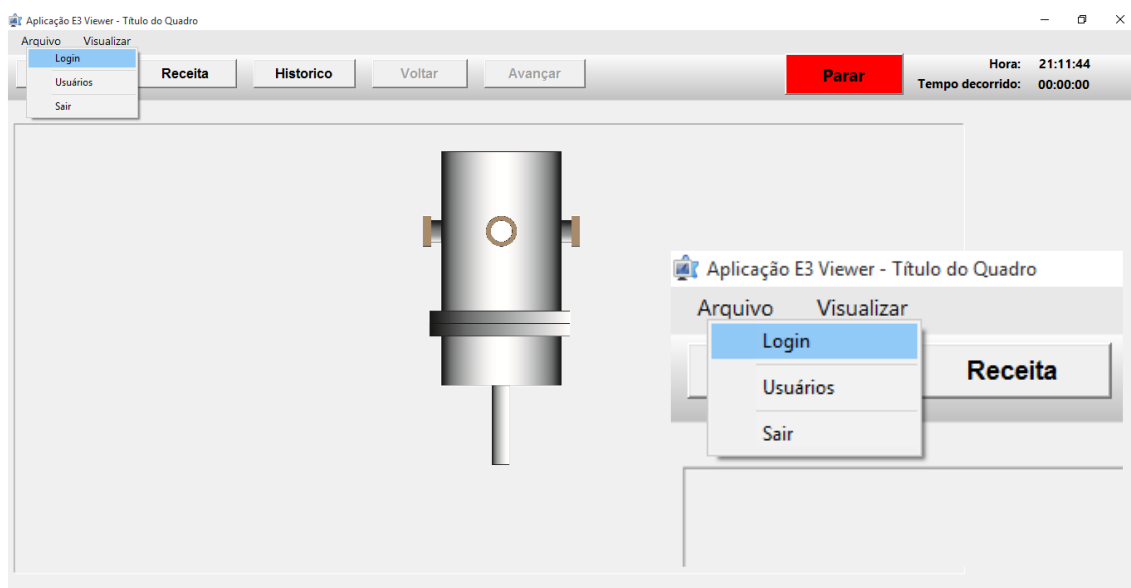
Figura 23 - Detalhe do painel de exibição opcional Set Point e conexão com CLP.



Fonte: José Vieira (Aluno de Mestrado).

O menu contextual "Arquivo" exposto na Figura 32 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 24 - Tela inicial e detalhe do menu contextual "Arquivo".



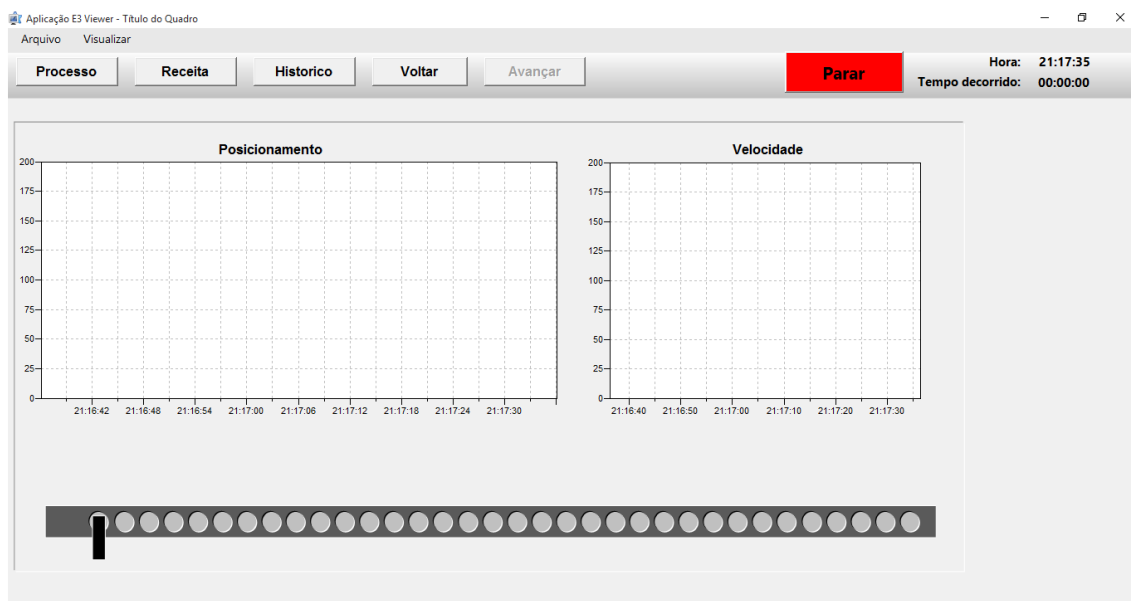
Fonte: José Vieira (Aluno de Mestrado).

Em conjunto com o protótipo foi desenvolvida uma tela especificamente para demonstrar seu desempenho segundo representação na Figura 33. 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.

Seus gráficos acompanham a evolução da velocidade e do posicionamento ao longo do tempo, e a representação abaixo destes é a ilustração animada da posição do encoder.

Figura 25 - Tela desenvolvida especificamente para aplicação do protótipo.

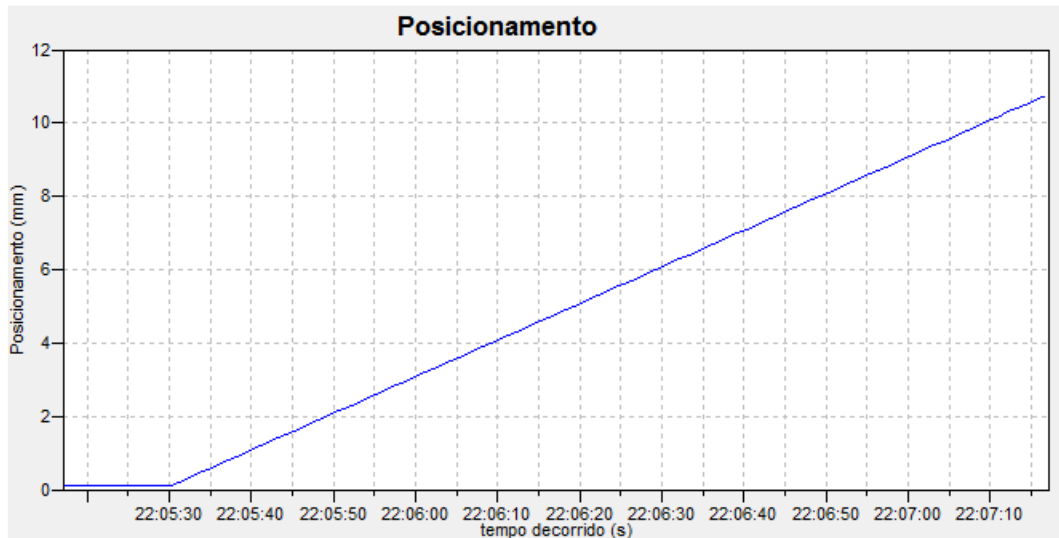


Fonte: José Vieira (Aluno de Mestrado).

5.4.2 Interação com o protótipo

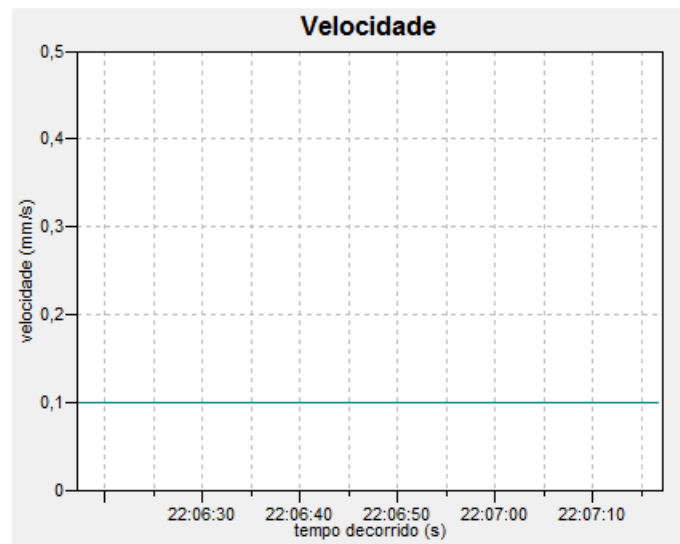
O protótipo então foi testado em conjunto com o *software* de supervisão, para confirmação de seu desempenho conjunto em posicionamento e velocidade, o resultado gráfico pode ser observado nas Figura 34 e 35, respectivamente.

Figura 26 - Gráfico do posicionamento do conjunto emissor - receptor do encoder ao longo do tempo.



Fonte: José Vieira (Aluno de Mestrado).

Figura 27 - Gráfico do resultado da conversão de temperatura em velocidade de referência ao longo do tempo.



Fonte: José Vieira (Aluno de Mestrado).

Os resultados são aproximados uma vez que não está sendo avaliado o deslocamento real do conjunto emissor/receptor do encoder, mas sim a contagem de seus acionamentos. Foram avaliadas simulações para três temperaturas e os dados coletados foram similares, variando-se apenas a inclinação da reta do posicionamento que tem sua inclinação mais expressiva com maiores velocidades, e a medição da velocidade apenas muda seu valor constante (dados não mostrados).

6. 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, um protótipo 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 desse 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.

O protótipo foi desenvolvido e apesar das limitações encontradas nos kits disponíveis para seu projeto e execução, foram obtidos como resultados significativos a relação entre os parâmetros de operação para a realização da movimentação do porta-substrato utilizando um conjunto de componentes eletromecânicos no âmbito de comprovar a eficácia do modelo para sua aplicação em maior escala.

Este trabalho insere-se em um projeto maior em busca da obtenção do diamante CVD de grau mono cristalino, dessa forma estudos posteriores serão conduzidos para o cumprimento deste grande objetivo. O primeiro dos trabalhos futuros a serem realizados será a transposição deste sistema obtido através do protótipo, para a implementação do projeto no reator de micro-ondas de alta potência, seguido pela implementação do sistema supervisor.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- AKYEAMPONG, J. et al. Evaluation of hydraulic excavator Human–Machine Interface concepts using NASA TLX. **International Journal of Industrial Ergonomics**, v. 44, n. 3, p. 374-382, 5// 2014.
- ANGUS, J. C. H., C.C. Low-Pressure, Metastable Growth of Diamond and "Diamondlike" 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.
- CELI, 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.
- DO, V. L.; FILLATRE, L.; NIKIFOROV, I. Sequential monitoring of SCADA systems against cyber/physical attacks★. **IFAC-PapersOnLine**, v. 48, n. 21, p. 746-753, // 2015.
- FERREIRA, N. G. et al. OES study of the plasma during CVD diamond growth using CC14/H₂/O₂ mixtures. **Diamond and Related Materials**, v. 9, n. 3–6, p. 368-372, 2000.
- FERREIRA, N. G. et al. Evidence of enhanced atomic hydrogen production with halogens in diamond MWPACVD. **Diamond and Related Materials**, v. 7, n. 1, p. 81-87, 1998.
- FERREIRA, N. G. et al. H actinometry 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.
- JIA, Q.; HUANG, X.; ZHANG, L. A design of human–machine interface for the two-modular high-temperature gas-cooled reactor nuclear power plant. **Progress in Nuclear Energy**, v. 77, p. 336-343, 11// 2014.
- KASSOUF, S. Fuso de Esferas: Especificação e Reparo - Mecatrônica Atual :: Automação industrial de processos e manufatura. 2003. Disponível em: < <http://www.mecatronicaatual.com.br/educacao/1109-fuso-de-esferas-especificacao-e-reparo> >. Acesso em: 01/11.
- 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, 7// 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.
- KORDIK, J. Comparação de sistemas com motores de passo e servomotores - Mecatrônica Atual :: Automação industrial de processos e manufatura. 2003. Disponível em: <

- <http://www.mecatronicaatual.com.br/educacao/1087-comparao-de-sistemas-com-motores-de-passo-e-servomotores?showall=&limitstart=0> >. Acesso em: 01/11.
- L. REGEL, L.; R. WILCOX, W. Diamond film deposition by chemical vapor transport. **Acta Astronautica**, v. 48, n. 2–3, p. 129-144, 2001.
- LIOU, 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 Ultrananocrystalline 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. ISBN 978-0-12-800939-0.
- _____. Chapter 9 - Serial communications. In: REDDY, B. R. M. J. (Ed.). **Industrial Process Automation Systems**. Oxford: Butterworth-Heinemann, 2015b. p.307-339. ISBN 978-0-12-800939-0.
- 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.
- 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 Rchas em Diamante-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.