

ESPECTRÔMETRO DE MASSA COM JATO MOLECULAR PARA MEDIDAS "IN SITU" DE CRESCIMENTO DE DIAMANTE CVD

Thiago Rodrigues Pêgas

Aluno da Escola de Engenharia Industrial - CDT - Bolsa  
PIBIC/CNPq

Orientadores : Dra. Nélia Ferreira Leite e Dr. Vladimir Jesus  
Trava-Airoldi , Laboratório Associados de Sensores e Materiais

Para o crescimento de diamantes CVD em reatores de filamento quente já se conhece o processo, os gases e as proporções dos mesmos que são necessários, porém não se conhece exatamente os mecanismos de crescimento do diamante. Diante deste problema, uma maneira de buscar possíveis soluções seria colocar um espectrômetro de massa com jato molecular para analisar os gases estáveis e os radicais decorrentes da reação para o crescimento do diamante. O crescimento de diamante CVD se faz em vácuo de 50 torr a uma temperatura na região do substrato de 800 C. Estas duas exigências são determinantes no projeto do reator.

O presente trabalho se desenvolveu com o aprendizado inicial do crescimento de diamante e com o projeto propriamente dito deste reator de características especiais. Foi projetado, além do reator para uma câmara de alto vácuo para o espectrômetro de massa. Para a leitura do espectrômetro foi desenvolvido uma válvula, na qual estou auxiliando no projeto, para abrir e fechar intermitentemente a emissão de gases para o espectrômetro. Essa válvula é necessária porque o equipamento de vácuo para bombeamento dos gases é insuficiente para um fluxo de gases contínuo. Abaixo desta válvula, existe um orifício de expansão, onde há um congelamento dos graus de liberdade das moléculas e/ou radicais estáveis e não estáveis. Nesta região os gases se expandem e não mais se colidem. Mantem-se como na região do substrato onde se cresce diamante, para que possam ser analisadas pelo espectrômetro de massa.

O sistema de vácuo para bombeamento é composto por uma bomba mecânica, uma bomba turbo molecular e uma bomba difusora. A montagem está esquematizada na figura 1. O reator é acoplado à bomba mecânica que cria um vácuo grosseiro. No reator tem-se entrada para o filamento e para o acionamento da válvula intermitente. A câmara tem duas entradas, uma para a bomba turbo-molecular e outra para o espectrômetro de massa com jato molecular. Na parte inferior da câmara tem-se a entrada da bomba difusora.

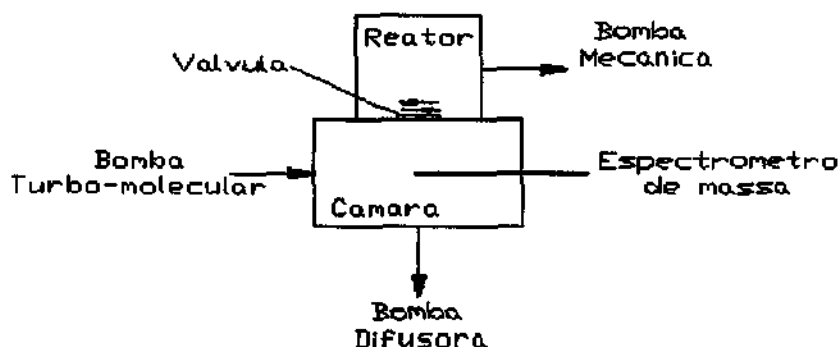
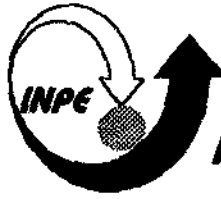


Fig.-01



*Ministério da Ciência e Tecnologia*

***Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais***

## **Relatório Final de Iniciação Científica**

agosto de 1995 a julho de 1996

**Projeto: Caracterização de Filmes de Diamante CVD**

**Aluno**

**Thiago Rodrigues Pêgas**

**Orientador**

**Nélia Ferreira Leite**

**INSTITUTO NACIONAL DE PESQUISAS ESPACIAIS - INPE  
LABORATÓRIO ASSOCIADOS DE SENSORES E MATERIAIS - LAS  
AV. dos Astronautas, 1758 - Jardim da Granja  
12201 - 970 - São José dos Campos - SP**

## **RESUMO**

Este relatório tem como objetivo descrever as atividades desenvolvidas ao longo de um ano de estudo e trabalho como bolsista PIBIC no Laboratório de Sensores e Materiais do INPE. Este projeto tem o objetivo de familiarizar-se com a prática de pesquisa científica, através de sua participação nos métodos de obtenção e caracterização de filmes de diamante CVD, além de aplicar os conhecimentos técnicos no auxílio dos pesquisadores na montagem e manutenção do laboratório.

Além disto, participei ativamente no projeto de um reator de crescimento de diamante CVD monitorado por espectrômetro de massa com jato molecular.

# 1. INTRODUÇÃO

O processo de crescimento de diamante chamado CVD (Chemical Vapor Deposition) foi descoberto no ano de 1954 com um custo muito inferior ao do processo conhecido anteriormente. A pressão utilizada no CVD é inferior a uma atmosfera e temperatura de 1200 K, porém os primeiros resultados satisfatórios com CVD só foram alcançados na década de 70 porque nunca se soube que processos físicos e químicos ocorriam na criação do diamante e na década de 80 ocorreram grandes avanços.

Nos laboratórios do LAS são utilizados dois métodos de crescimento de diamante CVD: assistido por filamento quente e assistido por plasma gerado por microondas.

O interesse no desenvolvimento tecnológico do crescimento de diamante é muito grande pois ele tem propriedades únicas na natureza e tem um grande potencial econômico em um futuro próximo.

Dentre as propriedades<sup>(2)</sup> do diamante pode-se destacar:

- Maior dureza dentre todos os materiais conhecidos pelo homem.
- Melhor condutor térmico em temperatura ambiente .
- Baixíssimo coeficiente de atrito ( semelhante ao do teflon ).
- Alto índice de refração.
- Resistência ao calor, ácidos e radiação.

O campo de aplicação de filmes finos de diamantes é muito vasto e atualmente o grupo de diamantes do LAS-INPE estuda a aplicação de diamantes em brocas odontológicas.

Pode-se citar outras aplicações na área da indústria mecânica, como por exemplo: proteção de superfícies, camadas suavizadoras de atrito em mancais e motores, em ferramentas de corte, etc.

No crescimento de diamante CVD no laboratório do LAS, já conhecemos o processo, os gases e as proporções dos mesmos que são necessários, porém não se conhece exatamente os mecanismos de crescimento do diamante. Diante deste problema, uma maneira de buscar possíveis soluções seria colocar um espectrômetro de massa.

O diagnóstico da fase gasosa com espectrômetro de massa convencional só é capaz de analisar espécies estáveis. A análise dos radicais químicos é de importância fundamental para muitos processos. O espectrômetro de jato molecular é o diagnóstico alternativo para analisar os gases estáveis e os radicais decorrentes da reação para o crescimento do diamante.

O crescimento de diamante CVD em nossos laboratórios se faz em uma pressão de 50 torr a uma temperatura na região do substrato

de 800°C. Estas duas exigências são determinantes no projeto do reator.

Para acoplar um espectrômetro de massa com jato molecular, foi projetado, além do reator, uma câmara de alto vácuo para o espectrômetro de massa.

## **2. TRABALHO DESENVOLVIDO**

### **2.1 FAMILIARIZAÇÃO**

Nos primeiros meses de estudo, tomei conhecimento dos equipamentos e reatores disponíveis no laboratório e do método de crescimento e das formas de caracterização de filmes finos de diamantes CVD além de manter os primeiros contatos com o grupo de pesquisa e com a oficina de usinagem do **INPE**.

### **2.2 MONTAGENS MECÂNICAS**

Particpei de montagens de novos reatores, de adaptação dos já existentes, além de acompanhar toda a confecção ,montagem e testes efetuados no reator para crescimento de diamante CVD monitorado por espectrômetro de massa com jato molecular.

### **2.3 PREPARAÇÃO DE AMOSTRAS**

Preparei várias amostras de substratos para crescimento de diamante. A superfície do substrato sempre é polida com pasta de diamante ou alumina e posteriormente é banhado em uma solução de acetona e pó de diamante em ultra-som para que partículas do pó se encrostem formando sítios de nucleação, o que melhora a taxa de crescimento.

### **2.4 PROJETO**

Projetei com o auxílio dos pesquisadores e acompanhei a usinagem do reator de filamento quente para crescimento de diamante CVD que será acoplado à um espectrômetro de massa, onde este

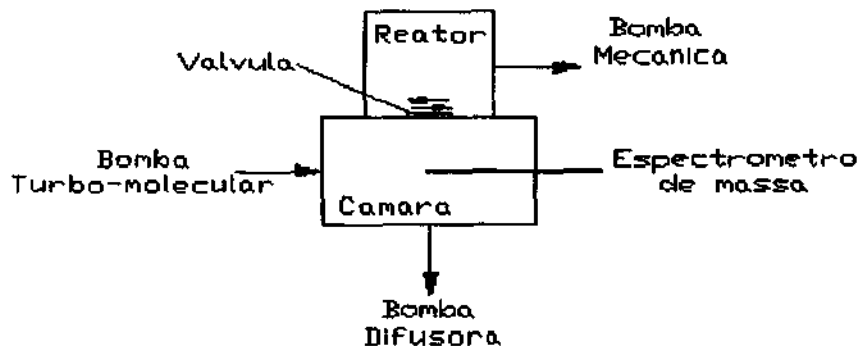
espectrômetro analisará os gases provenientes da área de formação de diamantes.

Este reator é formado pelos seguintes componentes:

2.4.1 - Reator propriamente dito. ( Atualização )

2.4.2 - Câmara do espectrômetro de massa. ( Projeto )

A figura 1 mostra esquematicamente o conjunto do reator.



**FIG.1 - Conjunto do Reator**

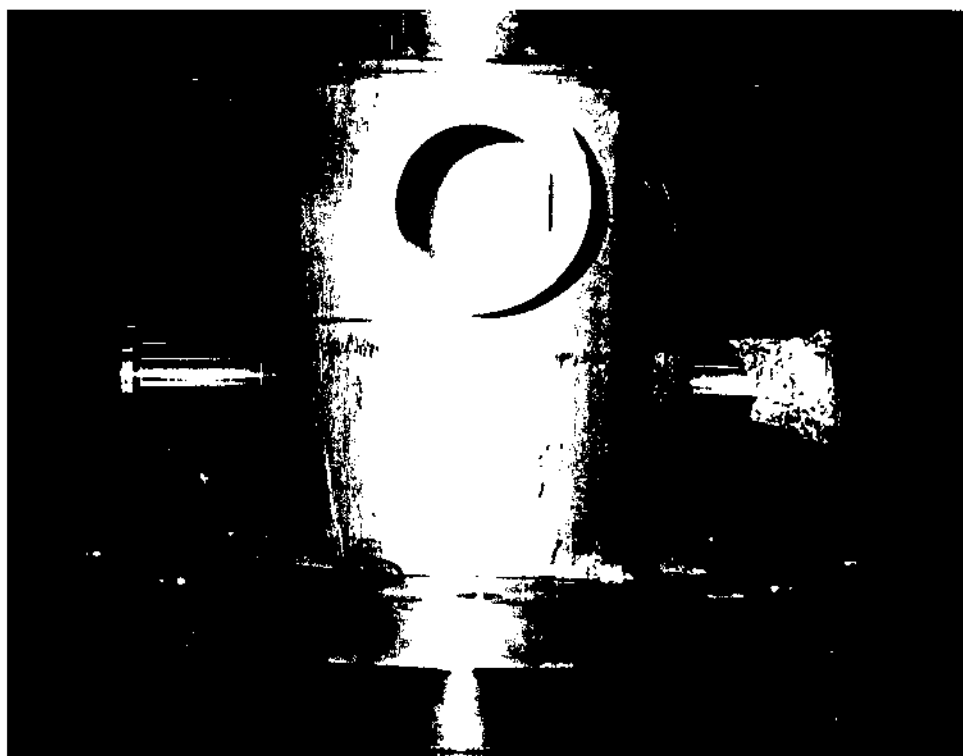
### **2.4.1 Reator**

Este é um reator CVD de filamento quente que é acoplado à uma bomba de vácuo mecânica. No reator tem-se entrada para filamento, saída para bomba de vácuo e uma outra na qual será acoplada um mecanismo eletromecânico que acionará a base do substrato e o movimentará intermitentemente fazendo com que ele funcione como uma válvula. O movimento do substrato torna a emissão de gás para o espectrômetro intermitente. A emissão de gás intermitente é necessária porque se tivéssemos um fluxo contínuo de gás, o sistema de bombeamento teria que ser de altíssima capacidade e consequentemente muito caro.

Na figura 2 temos a foto do sistema eletromecânico e na figura 3 temos a foto do reator, os dois já usinados e prontos.



**FIG.2-Sistema Eletromecânico**



**FIG.2-Reator**

#### **2.4.2 Câmara do espectrômetro de massa**

A câmara do espectrômetro de massa é dividida em duas seções. A primeira seção, a câmara de análise, existe o espectrômetro à uma faixa de pressão de  $10^{-6}$  -  $10^{-7}$  torr e a segunda, intermediária entre o

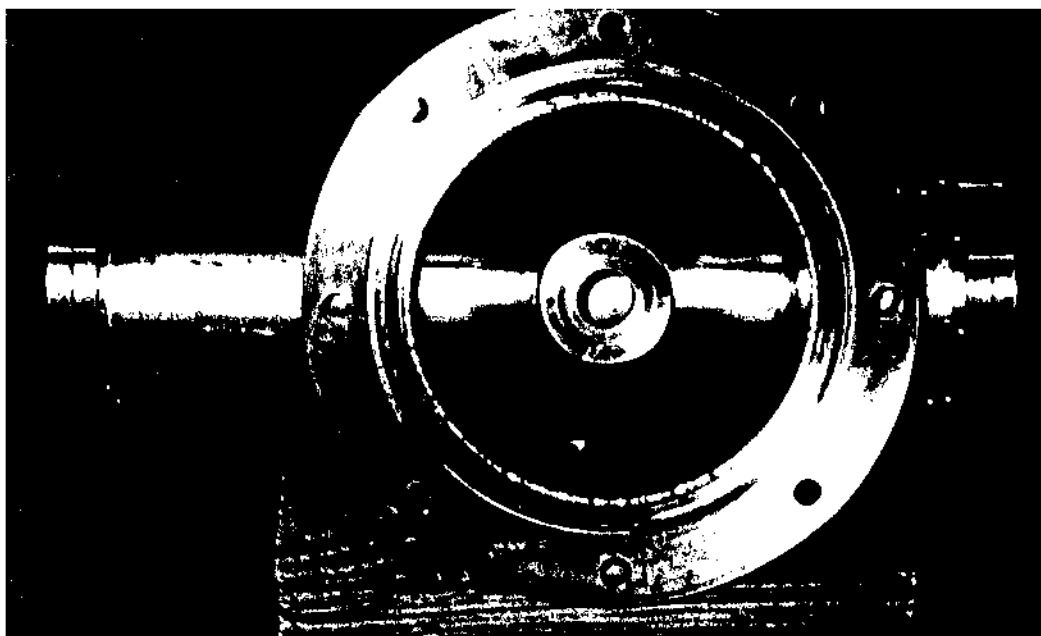
reator e o espectrômetro, à uma faixa de pressão de  $10^{-4}$  -  $10^{-5}$ . Nesta segunda seção é que será gerado e colimado o jato molecular

O orifício que o gás proveniente da reação de crescimento irá passar, situado entre o reator e a câmara do espectrômetro, tem  $300\mu\text{m}$  de diâmetro e atua como um orifício de expansão. A diferença de pressão entre a região de estagnação (antes do orifício) e a câmara de expansão causa a formação do jato molecular, assim como a expansão supersônica do gás. O jato molecular tem como característica, ao passar pelo orifício de expansão, um número reduzido de colisões moleculares. O aspecto mais interessante neste caso, é o congelamento das propriedades químicas durante a expansão. Neste sentido, as espécies moleculares no jato molecular mantém a proporcionalidade das concentrações na região de crescimento e desde que as propriedades químicas estejam congeladas, existem espécies estáveis e radicais no jato molecular.

A câmara tem ligada a ela uma bomba de vácuo turbo-molecular e também uma bomba difusora que funciona juntamente com uma armadilha de nitrogênio.

O espectrômetro a ser utilizado é um BALZER QMG 421-C com fonte de ions de fluxo cruzado.

Na figura 4 temos a foto da câmara do espectrômetro.



**Fig.04-Câmara do espectrômetro de massa**



### **3.Conclusão**

O conhecimento dos mecanismos de crescimento é importante porque para melhorar a qualidade do diamante é de vital importância o conhecimento completo do processo.

Ainda não foi alcançado resultados, pois o conjunto já foi totalmente testado e está sendo montado no laboratório.

O diamante é um dos materiais do futuro, pois tem uma infinidade de características úteis e raras como baixo índice de atrito, alta dureza entre muitos outros.

Portanto, o conhecimento das formas de crescimento de diamante e de suas propriedades me ajudou além de conhecer este material revolucionário também a conhecer o ambiente de pesquisa, o que é muito importante.

### **4.Referências**

[1] - E.J.Corat , Tese de doutorado , ITA ( 1993 )

[2] - H.E.Spear & J.P.Dismukes eds., Syntetic Diamond: Emerginc CVD science and technology, John Wiley & Sons,Inc ( 1993)