



**Ministério da Ciência e Tecnologia**  
**Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais**

## **5º Relatório de Atividades**

**Programa Institucional de Bolsa de Iniciação Científica-PIBIC/CNPq  
(Setembro de 1998 à Fevereiro de 1999)**

**Projeto: Estudos de Crescimento de Diamante - CVD Usando a Técnica Assistida por Filamento Quente: “Caracterização de Filmes Espessos de Diamante-CVD na Forma Tubular”**

**Aluna: Elaine Cristina Goulart**

**Orientador: Dr. Vladimir Jesus Trava-Airoldi**

**Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais-INPE**

**Centro de Tecnologias Especiais - CTE**

**Laboratório Associado de Sensores e Materiais-LAS**

## **Resumo**

Este relatório tem como objetivo descrever as atividades realizadas durante o período de vigência da bolsa. Dando-se continuidade ao trabalho, conforme descrito no 4º Relatório de Atividades[1], continuou-se os estudos relacionados ao crescimento de filmes de diamante-CVD, para aplicações em brocas odontológicas, dando-se ênfase ao estudo de caracterização de filmes de diamante-CVD (Chemical Vapor Deposition), obtidos na forma tubular, a partir da técnica assistida por filamento quente. A principal caracterização consistiu em medir o efeito do “stress” que surge devido ao processo de crescimento do diamante-CVD em substrato cilíndrico. A medida do “stress”, bem como a qualidade do filme foram efetuadas a partir da técnica de Espectroscopia de Espalhamento Raman e a análise morfológica foi feita a partir da Microscopia Eletrônica de Varredura. Os resultados evidenciaram a aplicação deste dispositivo de abrasão, também, para brocas odontológicas de forma cilíndrica.

## **1- Introdução**

O diamante com as suas propriedades singulares, tais como: é o material mais duro encontrado na natureza; seu coeficiente de atrito é muito baixo (equivalente ao do teflon); sua condutividade térmica é muito alta (cinco vezes superior a do cobre); é transparente a radiação na região espectral desde o UV até o IV; tem alto índice de refração; é inerte ao ataque químico; serve como hospedeiro, como material semi-condutor, etc., tem sido de grande interesse, principalmente com relação ao desenvolvimento completo de dispositivos de abrasão, para aplicações industriais. O aperfeiçoamento das brocas de dentistas e usos relacionados estão na linha de frente para industrialização, contudo as fases de melhoria da morfologia da superfície para se obter o melhor desempenho, como função dos parâmetros de crescimento, bem como dos parâmetros de soldas são estudos que precisam ser aprofundados. Os estudos mostram uma sensível melhora quanto à morfologia do filme que apresenta estrutura de face (111) preferencialmente em filmes de espessuras variável desde cerca de dezenas a centenas de micrometros.

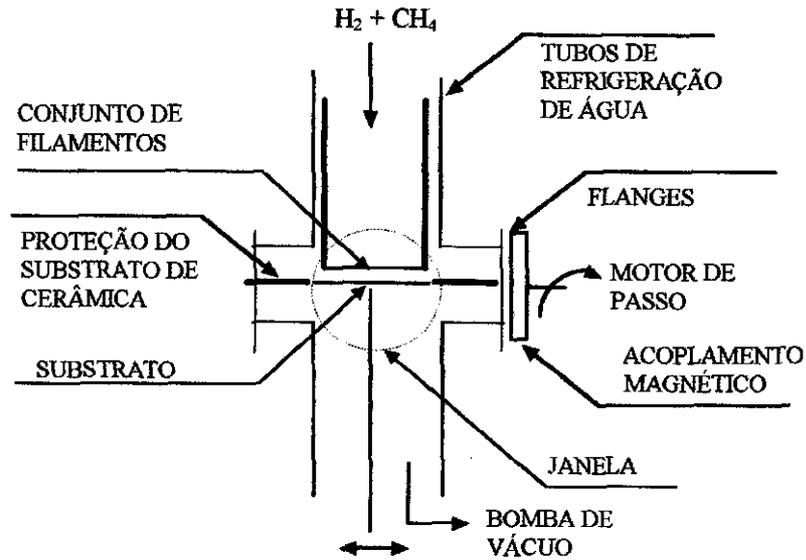
## **2- Parte Experimental**

Como no experimento descrito no 3º e 4º Relatório de Atividades[1], [2], utilizou-se para o crescimento dos filmes de diamante-CVD, o reator assistido por filamento quente.

O filamento de tungstênio, com diâmetro de 300 $\mu$ m, é colocado acima do substrato a uma distância de aproximadamente 3mm. O filamento é então aquecido a uma temperatura de 2200°C. Dentro do reator que é uma pequena câmara de vidro pyrex em baixa pressão (50Torr) é colocada uma mistura de aproximadamente 2% de metano diluído em hidrogênio, o fluxo da mistura é de 100sccm.

A diferença básica deste reator com os mais convencionais, é que para este experimento o substrato está em constante movimento de rotação. Este movimento é obtido de forma completamente estanque para a câmara de crescimento, através de um acoplamento magnético.

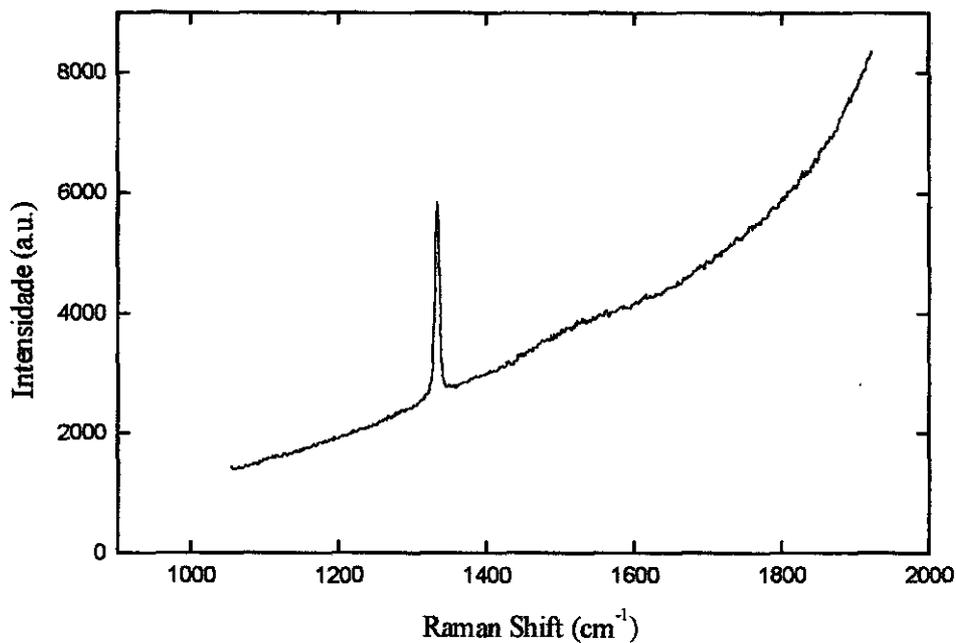
A figura 1 mostra o esquema do reator assistido por filamento quente. Este reator foi projetado para se obter filmes de diamante auto-sustentados de até 50[mm] de comprimento.



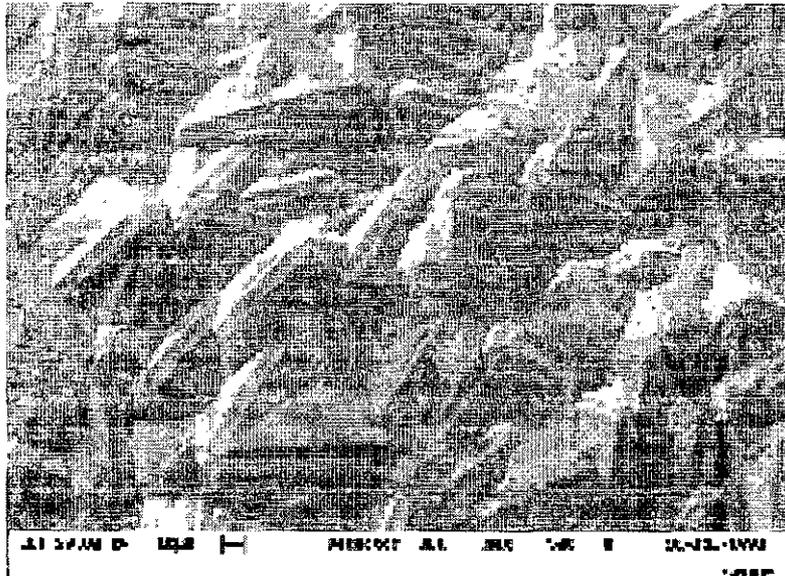
**Figura 1** - Esquema do reator assistido por filamento quente.

### 3- Resultados

Na figura 2a, observa-se o Espectro Raman, na região central do filme de diamante-CVD, crescido sobre um substrato cilíndrico, com um tempo de crescimento de 165 horas. Na figura 2b, observa-se a Microscopia Eletrônica de Varredura, na mesma região central do filme, onde predomina a orientação (111), ideal para dispositivos de abrasão.

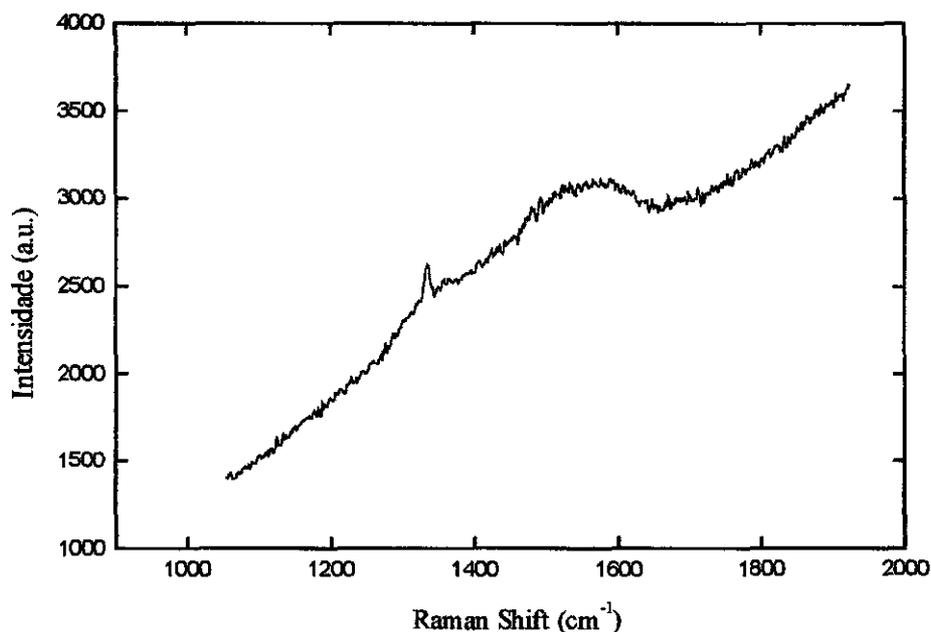


**Figura 2a** - Espectro Raman do filme de diamante-CVD, em sua região central, com um tempo de crescimento de 165 horas.

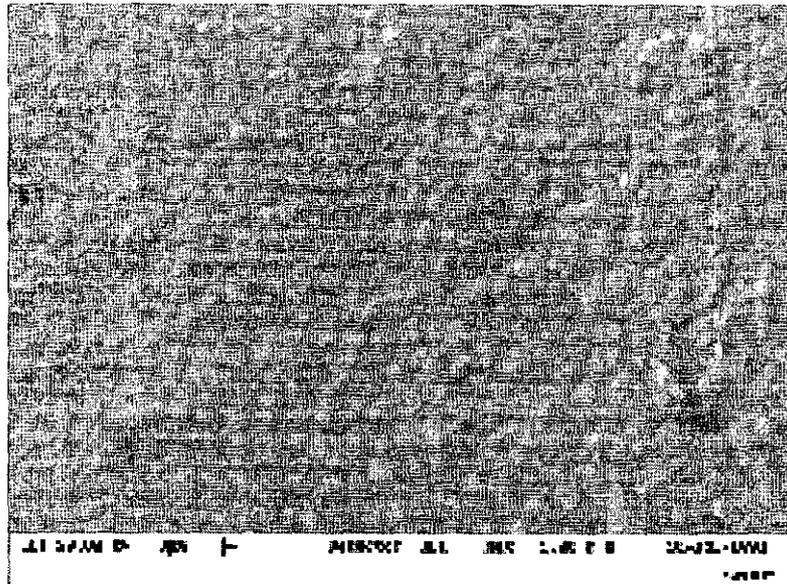


**Figura 2b** - Microscopia Eletrônica de Varredura do filme de diamante-CVD, em sua região central, com um tempo de crescimento de 165 horas.

Na figura 3a, observa-se o Espectro Raman, na região de bordas do filme de diamante-CVD. Na figura 3b, observa-se a Microscopia Eletrônica de Varredura, na mesma região de bordas do filme, a cerca de 20[mm] da região central do filme, onde não há uma orientação definida dos grãos, provavelmente devido à variação na temperatura de crescimento, na superfície do filme.

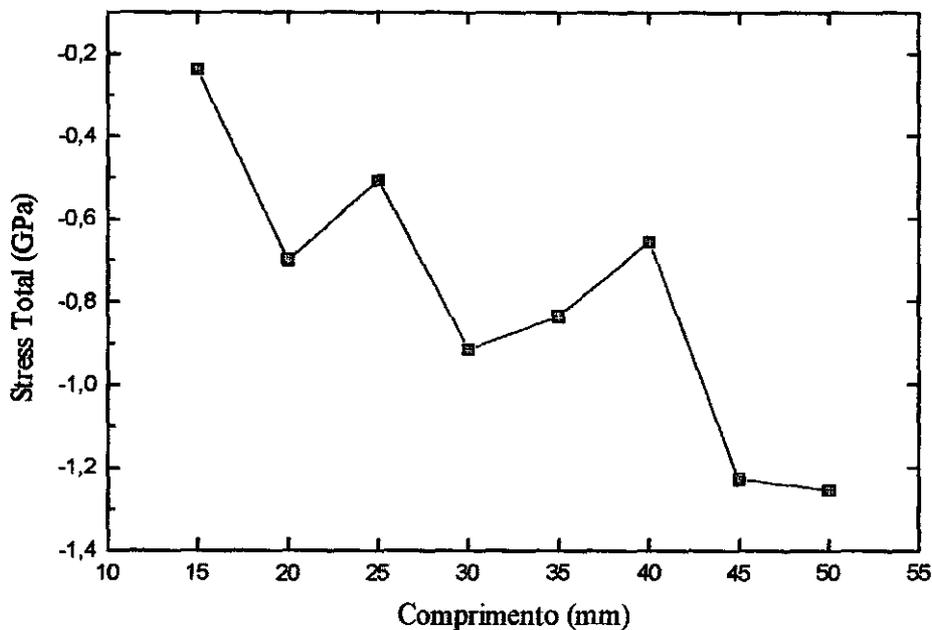


**Figura 3a** - Espectro Raman , do filme de diamante-CVD, em sua região lateral, com um tempo de crescimento de 165 horas.

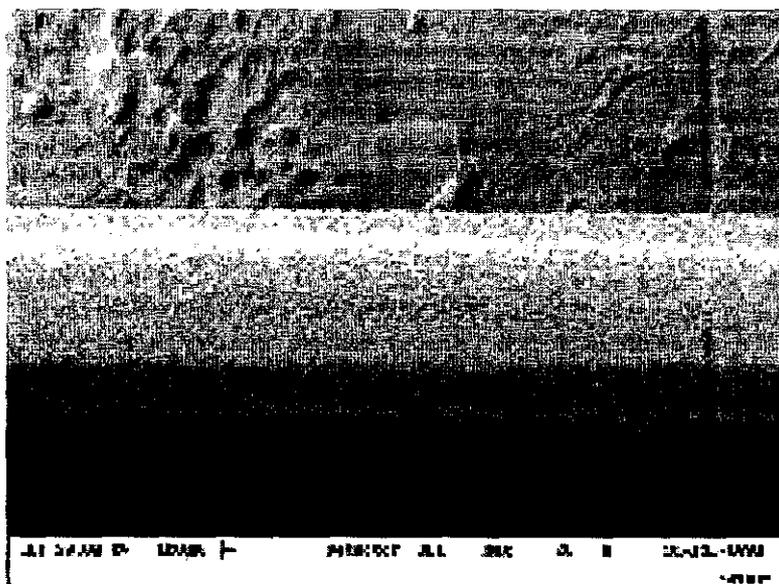


**Figura 3b** - Microscopia Eletrônica de Varredura, do filme de diamante-CVD, em sua região lateral, com um tempo de crescimento de 165 horas.

Na figura 4a, observa-se a variação do Stress Total com o comprimento do tubo em diamante-CVD. O valor negativo indica um stress sempre compressivo, com predominância da componente térmica. Na figura 4b, observa-se a Microscopia Eletrônica de Varredura, em extensão relativamente grande do filme de diamante, onde foi realizada a Espectroscopia por Espalhamento Raman, em vários pontos.



**Figura 4a** - Variação do Stress Total em função do comprimento do filme de diamante-CVD, do filme de diamante-CVD, com um tempo de crescimento de 165 horas.



**Figura 4b** - Microscopia Eletrônica de Varredura, do filme de diamante-CVD, que mostra a uniformidade no diâmetro.

#### **4- Conclusões**

Com os experimentos realizados, para obtenção do filme de diamante-CVD, pode-se observar que a estrutura desejada com morfologia (111), foi obtida, sendo a característica principal para o processo de abrasão.

O estudo do stress, utilizando medidas de Espectroscopia por Espalhamento Raman, mostrou o stress total compressivo, em toda a extensão da amostra estudada.

Amostras com diferentes tempos de crescimento evidenciaram o mesmo comportamento do stress, que varia em função da qualidade do filme. O fato de ser um "stress" compressivo, está relacionado com a diferença do coeficiente de dilatação térmica entre o substrato que é de molibdênio e o diamante. Pôr outro lado, conclui-se também que o filme tem boa aderência ao substrato.

#### **5- Outras Atividades Realizadas**

1. Participação com apresentação do trabalho "Caracterização de Filmes Espessos de Diamante-CVD, na Forma Tubular." Elaine Cristina Goulart, V.J.Trava-Airoldi, E.J.Corat, N.F.Leite, R.Riva, J.R.Moro, I Encontro de Diamante e Materiais Relacionados - Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais - INPE - Dezembro de 1998 - São José dos Campos - SP.
2. Participação com apresentação do trabalho "Caracterização de Filmes Espessos de Diamante-CVD, na Forma Tubular." Elaine Cristina Goulart, V.J.Trava-Airoldi, E.J.Corat, N.F.Leite, R.Riva, J.R.Moro, no V Encontro de Iniciação Científica e VI Encontro de Pesquisadores da Universidade São Francisco - Novembro de 1998 - Bragança Paulista - SP.
3. Participação com apresentação do trabalho "Caracterização de Filmes Espessos de Diamante-CVD, na Forma Tubular e sua Solda em Suportes de Forma Cilíndrica." Elaine Cristina Goulart, V.J.Trava-Airoldi, E.J.Corat, N.F.Leite, R.Riva, J.Moro, no XIX Congresso Brasileiro de Aplicações de Vácuo na Indústria e na Ciência e I Congresso Brasileiro de Metrologia - Julho de

1998 - Campinas - SP.

4. Participação com apresentação do trabalho “Cylindrical CVD Diamond as a High Performance Small Abrading.” Elaine Cristina Goulart, V.J.Trava-Airoldi, E.J.Corat, no XIX Congresso Brasileiro de Aplicações de Vácuo na Indústria e na Ciência e I Congresso Brasileiro de Metrologia - Julho de 1998 - Campinas - SP.
5. Participação com apresentação do trabalho “Estudos de Crescimento de Diamante-CVD usando a Técnica Assistida pôr Filamento Quente: Estudos de Obtenção da morfologia Preferencial (111) para Dispositivos de Abrasão.” no IV Seminário de Iniciação Científica do INPE - Julho de 1998 - São José dos Campos - SP.
6. Participação como co-autora no trabalho apresentado no congresso internacional “International Conference On Metallurgical Coatings and Thin Films” - “Cylindrical CVD Diamond as a High Performance Small Abrading Device.”, Elaine Cristina Goulart, V.J.Trava-Airoldi, J.R.Moro, E.J.Corat, S.Silva, N.F.Leite - San Diego - USA - 1998.
7. Participação como co-autora no paper para publicação na revista “Surface and Coatings Technology” - “Cylindrical CVD Diamond as a High Performance Small Abrading Device.”, Elaine Cristina Goulart, V.J.Trava-Airoldi, J.R.Moro, E.J.Corat, S.Silva, N.F.Leite.
8. Participação com apresentação do trabalho “Apalpadores Mecânicos em Diamante-CVD de Alta Durabilidade.” Elaine Cristina Goulart, V.J.Trava-Airoldi, E.J.Corat, J.R.Moro, no III Encontro de Iniciação Científica e V Encontro de Pesquisadores da Universidade São Francisco - Novembro de 1997 - Bragança Paulista - SP.
9. Participação com apresentação do trabalho “Estudos de Crescimento de Diamante-CVD.” no III Seminário de Iniciação Científica do INPE - Julho de 1997 - São José dos Campos - SP.
10. Participação com apresentação do trabalho “Filme Auto-Sustentado de Diamante-CVD como Apalpador Mecânico de Alta Durabilidade.” Elaine Cristina Goulart, V.J.Trava-Airoldi, E.J.Corat, no XVIII Congresso Brasileiro de Aplicações de Vácuo na Indústria e na Ciência e I Congresso Brasileiro de Metrologia - Julho de 1997 - Petrópolis - RJ.
11. Participação na 1ª Escola de Verão em Crescimento de Cristais no Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares - IPEN/CNEN/SP - Fevereiro de 1997 - São Paulo - SP.

## **6- Referências**

1. Goulart, E.C., “Estudos de Crescimento de Diamante - CVD Usando a Técnica Assistida por Filamento Quente: Estudos de Obtenção da Morfologia Preferencial (111) para Dispositivos de Abrasão”, 4º Relatório de Atividades-PIBIC/CNPq (1998).
2. Goulart, E.C., “Estudos de Crescimento de Diamante - CVD Usando a Técnica Assistida por Filamento Quente”, 3º Relatório de Atividades-PIBIC/CNPq (1998)”.
3. Maeda, H., Irie, M., Kusakabe, K. and Morooka, S., “Advances in New Diamond Science and Technology” (Proc. 4th Int. Cof. New Diamond Sci & Technol.), edited by Satio, S., Fujimori, N., Fukunaga, O., Kamo, N., Kobashi, K. And Yoshikawa, M., (Myu, Tokyo, 19940), p.153.

4. Matsumoto, S., Sato, Y., Tsutsumi, M. and Setaka, N. and J.Mater. Sci. 17, 3106 (1982).
5. Busch, J. V. and Dismukes, J. P., "A comparative Assessment of CVD Diamond Manufacturing Technology and Economics" in Synthetic Diamond: Emerging CVD Science and Technology, Edited by K. E. Spear and J. P. Dismukes (John Wiley & Sons, Inc., N. Y. (1994), p.581.
6. Trava-Airoldi, V.J., Corat, E.J. and Baranauskas, V., "Diamond Chemical Vapour Deposition: Emerging Technology for Tooling Applications", Chapter Contribution for the Book on Advanced Ceramics for Cutting Tool Applications, Editor: Dr. Jim Low, Trans Tech Publications-Switzerland (1997), p.195.
7. Trava-Airoldi, V.J., Corat, E.J., Pena, A.F.V., Leite, N.F., Baranauskas, V. and Salvadori, M.C., Diamond and Related Materials vol. 4, 1255 (1995).
8. Trava-Airoldi, V. J., Corat, E. J., del Bosco, E. and Leite, N. F., Surf. Coat. Technol., 76/77, 797 (1995).
9. Sevillano, E.; Casey, J.A; Gat, R; Jin, S; Berkman; V. J.; Post, R. S. and Smith, D. K.: Proc. of the 4<sup>th</sup> International Symposium on Diamond Materials, The Electrochemical Society Inc., Reno (1995).
10. Heinrich, t. Grogler, S. M. Rosiwal, R. F. Singer, R. Stockel, L. Ley. Diam. Rel. Mat., 5, 304 (1996).

## **7- Agradecimentos**

Ao INPE/LIT, em especial à José Juliano Fioretto, pelas imagens em microscopia eletrônica de varredura.