

TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÃO DOS FILMES DE DIAMANTE CVD

Teófilo Miguel de Souza

Laboratório de Pesquisa e Desenvolvimento de Dispositivos com Diamante CVD e Novos Materiais da UNESP - Campus Guaratinguetá - SP

E-mail: teofilo@feg.unesp.br

Joelma Mello

Laboratório de Pesquisa e Desenvolvimento de Dispositivos com Diamante CVD e Novos Materiais da UNESP - Campus Guaratinguetá - SP

E-mail: joelmamello@imicro.com.br

Jomar Esteves Bueno

Laboratório de Pesquisa e Desenvolvimento de Dispositivos com Diamante CVD e Novos Materiais da UNESP - Campus Guaratinguetá - SP

E-mail: jomar.bueno@uol.com.br

Resumo. *O uso de técnicas de caracterização dos filmes de diamante CVD e as correlações de seus resultados com os parâmetros macroscópicos de crescimento promovem um melhor entendimento para o desenvolvimento dos processos de crescimento e aplicações tecnológicas destes filmes. Partindo-se deste princípio e através de um processo iterativo, identificam-se as condições em que o filme de diamante cresce mais favoravelmente e com melhor qualidade. As técnicas de caracterização são de muita importância para análise de superfícies, interfaces e interior do material. O artigo apresenta avaliações feitas por microscopia eletrônica de varredura (MEV), técnica confocal (MCLV), dispersão de energia de raios X - EDX ("Energy Dispersive X-Ray"), espectroscopia de espalhamento Raman - RSS ("Raman Scattering Spectroscopy"), difração de raios X e espectroscopia de fotoelétrons excitados por raios X - XPS ("X-Ray Photoelectron Spectroscopy") sobre os filmes de diamante CVD e sobre o material onde ele está depositado. Há também descrições de utilização das análises metalográficas e a técnica de indentação Rockwell sobre o referido filme.*

Palavras-Chave: *Diamante, CVD, Filmes, Caracterização.*

1. INTRODUÇÃO

Devido à importância das técnicas de caracterização na área de diamante sintético, este trabalho apresenta uma descrição das principais utilizadas para os filmes de diamante CVD e o substrato. O uso de técnicas adequadas de caracterização dos filmes de diamante CVD e as correlações de seus resultados com os parâmetros macroscópicos de crescimento promovem um melhor entendimento para o desenvolvimento dos processos de crescimento dos filmes.

2. TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÃO DOS FILMES DE DIAMANTE CVD

As técnicas de caracterização utilizadas são convencionais, mas de muita importância para análise de superfícies, interfaces e interior do material. O trabalho apresenta uma correlação sistemática das medidas feitas por microscopia eletrônica de varredura (MEV),

microscopia confocal de varredura a laser (MCLV), dispersão de energia de raios X – EDX (“Energy Dispersive X-Ray”), espectroscopia de espalhamento Raman – RSS (“Raman Scattering Spectroscopy”), difração de raios X e espectroscopia de fotoelétrons excitados por raios X – XPS (“X-Ray Photoelectron Spectroscopy”). Os resultados são também complementados pela análise metalográfica, as técnicas de indentações Rockwell, dureza Vickers e determinação da massa de diamante e da espessura do filme da amostra. Estas técnicas são descritas a seguir, dado a enorme importância de suas utilizações na Engenharia dos Materiais, entretanto maior ênfase será dada para as menos convencionais e que são constantemente utilizadas nas análises dos filmes de diamante CVD.

3. MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)

A principal função do MEV é produzir uma imagem de aparência tridimensional varrendo a superfície de uma amostra com um feixe de elétrons. A forma e o tamanho dos acidentes topográficos na superfície de uma amostra sólida, podem ser visualizados com uma resolução e riqueza de detalhes impossíveis em um microscópio óptico, conforme observado na Fig.1.

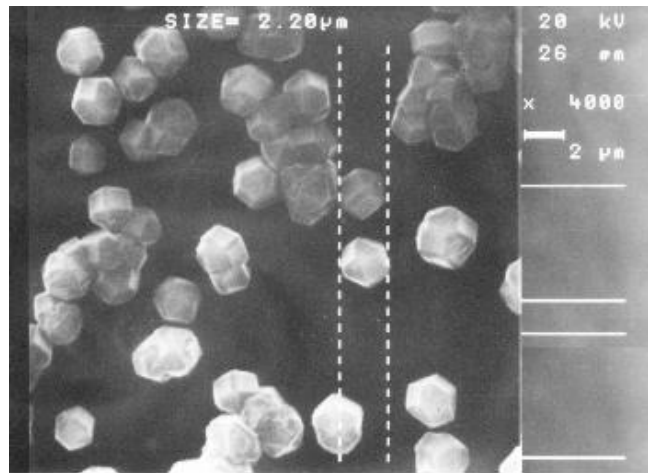


Figura 1 – Microscopia Eletrônica de Varredura

Alguns números típicos mostram as vantagens de um MEV que tem resolução de cerca de 4nm, profundidade de foco cerca de 300 vezes maior do que um microscópio óptico e uma magnificação nominal nos equipamentos mais modernos de até 500.000 vezes, evidenciando detalhes dos microcristais e contornos de grão com geometrias diferentes.

É uma técnica muito usada na análise da morfologia superficial e seção de corte transversal da amostra, permitindo verificar a morfologia do substrato e interface, (Bennett et al 1992).

As análises de microscopia eletrônica de varredura forma obtidas com um microscópio modelo LEO 440.

4. MICROSCOPIA CONFOCAL DE VARREDURA A LASER (MCLV)

Atualmente, a microscopia confocal de varredura a laser (MCLV) é uma ferramenta essencial na obtenção de imagens com alta resolução e na reconstrução tridimensional de uma variedade de amostras. Permitindo estudos muito mais precisos e oferecendo várias vantagens sobre a microscopia convencional. A microscopia confocal vem se tornando cada vez mais, uma grande aliada nas pesquisas envolvendo os mecanismos de formação das cadeias cristalinas do diamante CVD.

Geralmente, as amostras são submetidas a um composto fluorescente e a luz emitida é processada num computador, o qual exibe a imagem no monitor de vídeo, conforme ilustrado pela

Fig.1. A iluminação é feita por um feixe delgado de raios laser, que varre o corte iluminado, ponto a ponto, em uma determinada área da amostra, realizando o que poderíamos chamar de “corte óptico”. Com a capacidade de variação do campo de varredura do MCLV (0,5 a 1,5 micrômetro) é possível, com essa fina espessura, que a informação seja coletada a partir de uma seção óptica bem definida, praticamente eliminando a fluorescência fora de foco, resultando em um aumento no contraste, na intensidade e qualidade do sinal detectado. Desta forma, a imagem é formada exclusivamente pelas estruturas que estão no plano de varredura, sem que os componentes situados em outros planos contribuam para a formação da imagem tridimensional, (Arnaldo et al 2000).

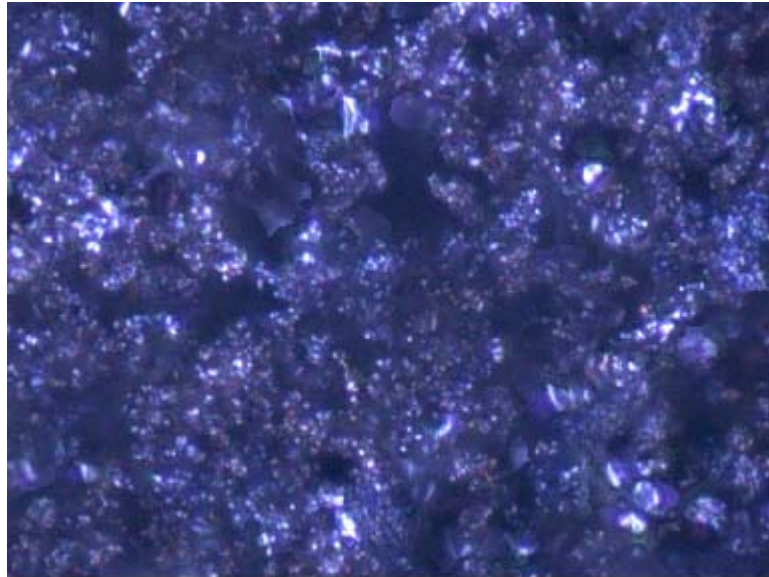


Figura 2 – MICROSCOPIA CONFOCAL DE VARREDURA A LASER

As imagens dos “cortes ópticos” podem ser armazenadas em computador e técnicas de processamento digital de imagens podem ser utilizadas para reconstruir uma imagem tridimensional da amostra, melhorando ainda mais a qualidade das imagens possibilitando melhor identificação, facilitando a interpretação dos resultados experimentais, permitindo ainda cálculos mais precisos do comprimento, área, volume e outras análises de acordo com a finalidade do estudo e formando imagens tridimensionais semelhantes às obtidas com o MEV.

As análises foram obtidas por um sistema de microscopia confocal, o MRC 1024-UV, equipado com um laser de argônio UV e um laser visível argônio/criptônio. O sistema é capaz de adquirir imagens de amostras triplamente marcadas e imagens de transmissão DIC “True Color”.

5. DISPERSÃO DE ENERGIA DE RAIOS X (EDX)

O princípio básico desta técnica está fundamentado na própria microscopia eletrônica de varredura onde um elétron primário colide com um átomo da amostra, provocando a excitação. O átomo excitado decai para seu estado original emitindo um fóton de raios X característico. O sinal de raios X pode ser selecionado por energia usando-se um detetor de dispersão de energia de raios X. Esta técnica analítica é denominada espectroscopia de dispersão de energia de raios X, (Goldstein et al, 1994). Cada elemento tem suas energias de fótons muito características, o que permite sua identificação o que pode ser observado nos picos ilustrados na Fig.3. Além da emissão das linhas características, os espectros de raios X apresentam um ruído de fundo sempre presente, que limita a detecção de sinais fracos e consequentemente a possibilidade de determinação de baixas concentrações de elementos.

A análise pode ser semiquantitativa para elementos com número atômico maior que 10, com limite de detecção a partir de 1000 ppm e apenas qualitativa para números atômicos entre 5 e 10. A

análise semiquantitativa é baseada no fato de que a intensidade da radiação emitida é proporcional à fração em peso dos respectivos elementos. Para o cálculo das frações utilizam-se padrões com composição química próxima à da amostra. A sensibilidade é baixa para elementos leves e a análise quantitativa é limitada a superfícies planas e polidas, (Goldstein et al, 1994). As superfícies que não são planas, como região de fratura, partículas isoladas de filmes e substratos, levam a erros significativos.

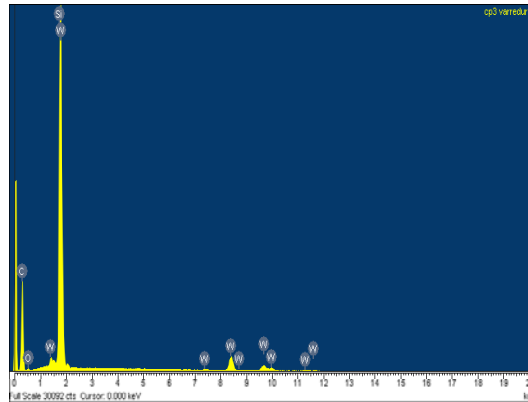


Figura 3 - Espectro típico da dispersão de energia de raios X.

Nesta técnica de análise, um ponto fraco tecnicamente é justamente a detecção, que utiliza janela de berílio, bastante fina, mas que mesmo assim absorve grande parte da energia dos Raios X, principalmente radiação com energia inferior a 0,7 keV. Para que elementos mais leves pudessem ser detectados foram desenvolvidas janelas ultrafinas, à base de materiais plásticos, que permitem a passagem de radiação correspondente ao carbono. E mais recentemente, janelas de diamante têm sido usadas, com menor absorção, principalmente na região dos espectros de Raios X de menor energia e pode representar um avanço, em termos de se obter melhores resultados para elementos leves, (Goldstein et al, 1994).

6. ESPECTROSCOPIA DE ESPALHAMENTO RAMAN

A espectroscopia de espalhamento Raman é uma técnica primordial na sondagem de níveis de energia de átomos ou moléculas. Um fóton interagindo com os modos vibracionais e rotacionais do material, conhecido como processo de espalhamento, é espalhado pelo material com uma frequência maior ou menor que a incidente dependendo do estado inicial das moléculas e/ou átomos do material.

O efeito Raman corresponde às radiações espalhadas a partir de uma amostra com frequência ligeiramente diferente da radiação incidente. A energia dos fótons espalhados é aumentada ou diminuída, relativamente à energia dos fótons incidentes, através de incrementos quantizados que correspondem às diferenças de energia entre níveis de energia, seja eletrônico, vibracional, ou entre níveis rotacionais da molécula em um gás, líquido ou sólido. O recurso da espectroscopia de espalhamento Raman consiste na análise da radiação inelasticamente espalhada pela matéria, com comprimento de onda mais curto ou mais longo em relação à radiação incidente, conhecidos como anti-Stokes e Stokes, respectivamente, e que são características intrínsecas de cada material.

Os filmes de diamante CVD, por diversas razões, podem formar-se com incorporações de grafite e formas amorfas de carbono, ou então, também com elementos estranhos introduzidos, estes últimos de grande interesse científico e tecnológico na área de semicondutores. Desta forma, de acordo com as suas possíveis aplicações, uma precisa caracterização se faz necessário, de preferência por métodos não destrutivos, com análises não somente quanto a sua heterogeneidade, mas também quanto a sua forma estrutural.

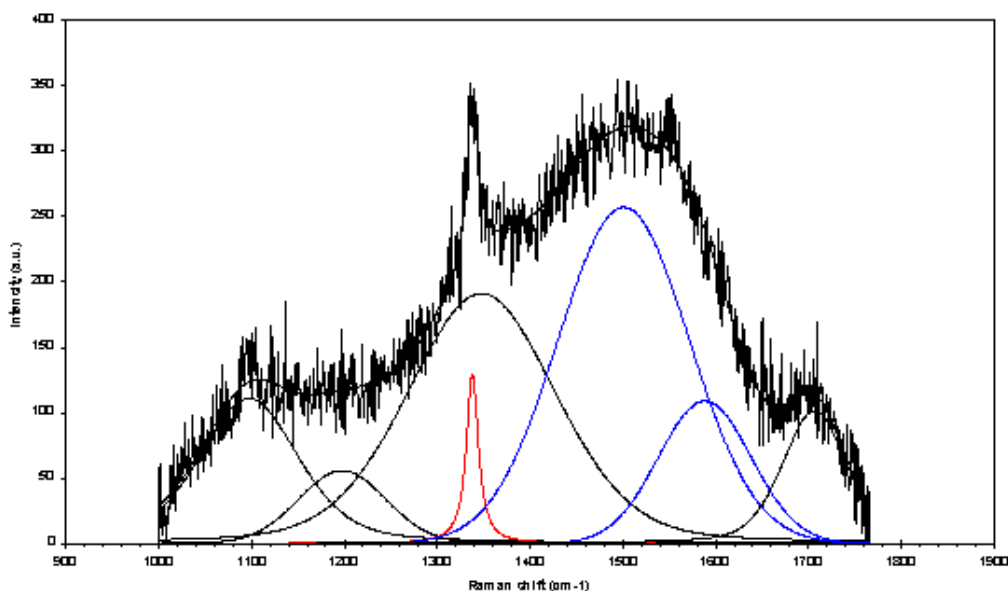


Figura 4 - Espectro de espalhamento Raman típico do diamante e os picos deconvoluidos.

No diamante sem a existência de impurezas na rede cristalina, com a composição química simples de puro carbono, o espectro de espalhamento Raman mostra a banda de espalhamento de primeira ordem devido a interação com o fônon da rede cristalina do diamante, que o identifica com o deslocamento Raman em $1345,32 \text{ cm}^{-1}$ mostrado na Fig. 4. Nesta figura é mostrada a banda do carbono amorfo, com centro em torno de 1497 cm^{-1} , bem mais larga que a do diamante. Também pode-se verificar os seguintes picos deconvoluidos em cm^{-1} :

- 1- 1108,52 o pico Diamante nano ou microcristalino
- 2- 1196,24 o pico Diamante microcristalino
- 3- 1345,32 o pico Diamante CVD com “stress”
- 4- 1350,67 o pico D do Grafite policristalino
- 5- 1497,63 o pico Grafite ou Carbono amorfo sp^2
- 6- 1568,69 o pico G do Grafite

É importante verificar que bandas do diamante e do grafite e formas de carbono amorfo estão bem separados, mas dentro da mesma região de alcance do espectro analisado. A sensibilidade para o grafite e formas amorfas é cerca de 50 vezes maior que para o diamante, o que torna esta técnica de grande importância, especialmente para o diamante.

A espectroscopia do espalhamento Raman, além de mostrar a qualidade do filme de diamante, também é usada para avaliar o estado de “stress” em que fica submetido o filme de diamante depositado sobre qualquer material. A análise de espectroscopia Raman foi também utilizada para medir a dependência entre o “stress” total do filme e a temperatura do substrato. O pico da linha de espalhamento Raman pode estar mais deslocado para comprimentos de ondas maiores, se o filme apresentar “stress” compressivo, e mais deslocado para comprimentos de ondas menores se o filme apresentar “stress” de tração.

O deslocamento adicional do pico Raman, Δk , é utilizado para medir o “stress” total do filme por comparação com a posição da linha de deslocamento do diamante sem “stress”. O pico sem “stress” está centrado em $1332,5 \text{ cm}^{-1}$ e desta forma Δk equivale a uma metodologia uniforme e adequada para análise de posição do pico da linha do espectro de espalhamento Raman. Inicialmente a forma da linha é ajustada por uma expressão Lorentziana. Nas análises têm sido explorado o “stress” total a que fica submetido o filme, onde cada $2,87 \text{ cm}^{-1}$ de deslocamento adicional corresponde a 1 GPa de “stress” total. Em comparação com a linha do diamante sem

“stress”, os valores experimentais mostram um deslocamento para a direita do pico de espalhamento Raman.

Sabe-se que esse deslocamento adicional da linha do diamante é uma característica dos filmes de diamante crescidos e aderentes sobre substratos que é devido a soma de efeitos extrínsecos e intrínsecos. Os efeitos extrínsecos aparecem principalmente devido a grande diferença entre os valores dos coeficientes de dilatação térmica do diamante e do substrato, enquanto os efeitos intrínsecos aparecem devido à existência de defeitos e/ou impurezas na estrutura cristalina do diamante.

Para avaliar o “stress” total σ , em GPa, para cada filme de diamante, efetuam-se os seguintes cálculos:

$$\sigma = (\text{posição do pico do filme com “stress”} - 1332,5) / 2,87 \quad (1)$$

Sendo σ_{int} o “stress” intrínseco, σ_{ext} o “stress” extrínseco, $k=1345$ GPa o módulo biaxial de Young do filme de diamante, T_0 a temperatura ambiente, T_c a temperatura de crescimento do filme, todos em °C, α_s o coeficiente de dilatação térmica do substrato e α_f o coeficiente de dilatação térmica do filme de diamante à temperatura ambiente, pode-se calcular:

$$\sigma_{\text{ext}} = k (\alpha_f - \alpha_s)(T_c - T_0) \quad (2)$$

Para obter o “stress” intrínseco efetua-se

$$\sigma_{\text{int}} = \sigma - \sigma_{\text{ext}} \quad (3)$$

sendo que α_f e α_s são dependentes da temperatura .

Os espectros de espalhamento Raman foram obtidos através do MicroRaman Sistema 2000 da Renishaw analisado com o software Spectralmax.

7. DIFRAÇÃO DE RAIOS X

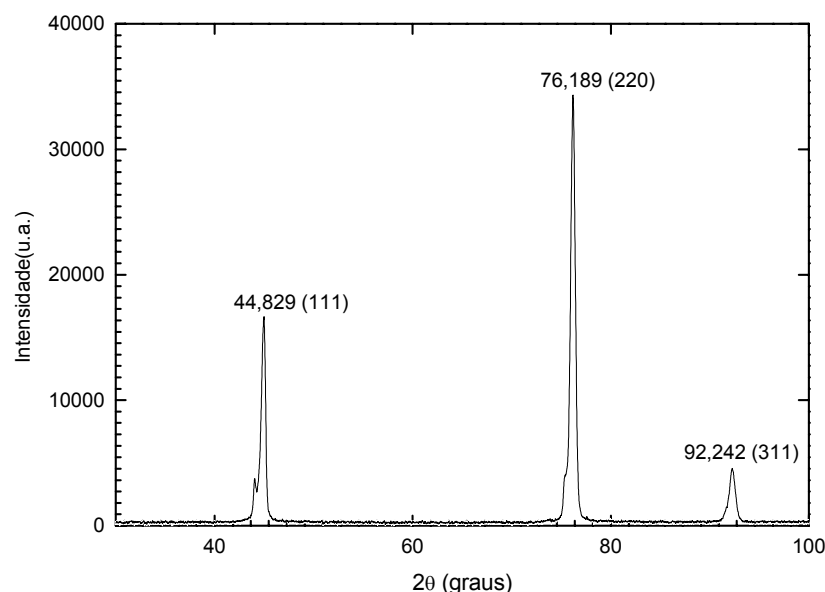


Figura 5 - Difratoograma para um filme de diamante CVD

A técnica de difração de raios X analisa qualitativa e quantitativamente informações relacionadas com a estrutura cristalina e as propriedades de materiais. Ela permite a identificação dos materiais, (Cullity B.D. 1956). É uma técnica não destrutiva, não requerendo preparação específica da amostra e não é necessário remover o filme do substrato para ser analisado.

A Fig. 5 apresenta o difratograma para um filme auto-sustentado de diamante CVD crescido com 1,5% em volume de metano e 98,5% em volume de hidrogênio à temperatura de 600 °C e 30h de crescimento.

Observa-se que o pico correspondente a $2\theta = 44,829^\circ$ refere-se ao plano (111), o pico correspondente a $2\theta = 76,189^\circ$ refere-se ao plano (220) e o pico em $2\theta = 92,242^\circ$ é relativo ao plano (311).

Análises de difração de raios X foram obtidas com o difratômetro modelo PW1830 da Philips.

8. ESPECTROSCOPIA DE FOTOELÉTRONS EXCITADOS POR RAIOS X (XPS)

Na espectroscopia de fotoelétrons uma fonte de radiação eletromagnética é usada para ejetar os elétrons da amostra. A fonte de fótons usada é a de raios X, moles entre 1253,6 e 1486,6 eV para as linhas $K\alpha$ do Mg e Al, respectivamente. A técnica XPS é uma das técnicas mais poderosas em termos quantitativos para análise de superfície. A identificação dos elementos presentes na superfície é feita diretamente pela determinação das energias de ligação dos picos dos fotoelétrons. A intensidade, ou seja, a área integrada do pico fotoelétrico é proporcional ao número de átomos no volume detectado, permitindo obter muitas informações sobre a composição da superfície, (Briggs, D., Seah, M. P. 1990). Uma das grandes vantagens da técnica XPS é a facilidade com que os resultados quantitativos podem ser obtidos. Isto é feito pela determinação das áreas sob os picos do espectro de fotoelétrons e aplicando os fatores de sensibilidade. A integração do pico de interesse é feita após a subtração do ruído de fundo dos elétrons secundários. Normalmente é escolhido o pico mais intenso de cada elemento no espectro.

Um equipamento para análise de superfícies é composto por uma câmara de ultra alto vácuo, uma fonte de raios X, um canhão de elétrons, um canhão de íons, um manipulador de amostra, um espectrômetro, um detector de elétrons e computador para controle. O canhão de íons, além de ser útil na limpeza das amostras *in situ*, é também usado no perfilamento de composição em combinação com XPS. Um dispositivo para inserção rápida de amostra é usado para introduzir a amostra da atmosfera para a câmara de análise sem quebra de vácuo.

As análises da espectroscopia de fotoelétrons excitados por raios X (XPS) foram obtidas empregando-se um espectrômetro da Kratos Analytical, modelo XSAM HS.

9. METALOGRAFIA

A metalografia microscópica estuda os materiais, com o auxílio do microscópio, visando a determinação de seus constituintes e de sua textura. Este estudo é feito em superfícies previamente polidas e atacadas com reagentes, a fim de expor a topografia da amostra, (Voort G.F.V, 1986).

A apreciação da natureza dos grãos, nódulos, veios, agulhas e glóbulos, suas respectivas porcentagens, suas dimensões, arranjo e formato e a interpretação desses dados constituem o escopo do exame metalográfico. A importância deste exame decorre do fato de as propriedades mecânicas de um material dependerem não só da sua composição química como também da sua textura, indicando a presença de fases.

A técnica dos ensaios metalográficos utilizada para analisar a seção transversal do material próximo ao filme de diamante, foi dividida nas seguintes etapas, (ASM 1985):

- a) Escolha e localização da seção transversal da amostra analisada.

- b) Obtenção de uma superfície plana e polida com lixas 400, 600 e feltro com pasta de alumina 0,25µm em solução com ácido oxálico.
- c) Exame através do microscópio óptico para a observação das ocorrências visíveis sem ataque do reagente.
- d) Ataque da superfície pelo reagente Kroll ou aço oxálico durante 120 s.
- e) Exame ao microscópio óptico para a observação da morfologia da superfície.
- f) Obtenção de fotografias que reproduzem e conservam o aspecto observado.

Os ensaios metalográficos foram realizados utilizando-se um microscópio óptico modelo Leica DMRXP.

10. INDENTAÇÃO ROCKWELL

Neste ensaio, a profundidade da indentação com uma carga estabelecida, é usada para medir a dureza da amostra. São usados, ou um cone de 120° de diamante com a ponta levemente arredondada, ou esferas de aço (1/16 “ou 1/8” de diâmetro) como indentadores.

A dureza Rockwell é dependente da carga e do indentador, sendo necessário especificar a combinação de carga e indentador utilizados.

O ensaio Rockwell pode ser efetuado rapidamente e é livre do erro pessoal envolvido na medida microscópica da marca da indentação.

A espessura mínima da amostra para o caso de dureza Rockwell comum é dez vezes a profundidade de impressão. Se a impressão perfurar ou mesmo se ela puder ser notada do outro lado do corpo de prova, deve-se passar para uma escala menor ou então para a dureza Rockwell superficial. As impressões de dureza devem ser espaçadas umas das outras de pelo menos três vezes o diâmetro da impressão para evitar erros de avaliação entre elas.

Uma outra aplicação para a indentação Rockwell, é poder ser utilizada para verificar a aderência entre filme e substrato. Após a indentação, verifica-se se houve delaminação do filme na região ao redor da mesma. Quanto menor a delaminação, maior é a aderência.

Para os ensaios de indentação Rockwell foi utilizada uma máquina modelo Avery tipo 6402.

11. DETERMINAÇÃO DA MASSA DE DIAMANTE E DA ESPESSURA DO FILME DA AMOSTRA

Um dos métodos possíveis para se determinar a velocidade de crescimento e a massa da amostra, é o método da pesagem, sobre uma balança com precisão de 2×10^{-5} gramas. A medida da massa da amostra é feita antes e após a deposição, supondo ser o filme, homogêneo em espessura sobre toda a superfície superior do substrato. Para determinar a espessura média do filme, conhecendo-se sua densidade assim como a do substrato, a espessura do substrato medida por um micrômetro digital, utiliza-se a seguinte fórmula:

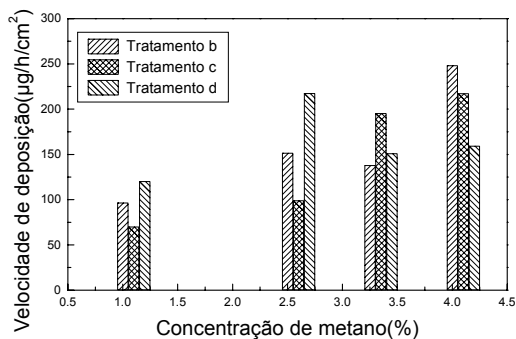
$$e_{\text{diamante}} = (m_{\text{diamante}} / \rho_{\text{diamante}}) / [(m_{\text{sub}} / \rho_{\text{sub}}) \times (1 / e_{\text{sub}})] \quad (4)$$

onde:

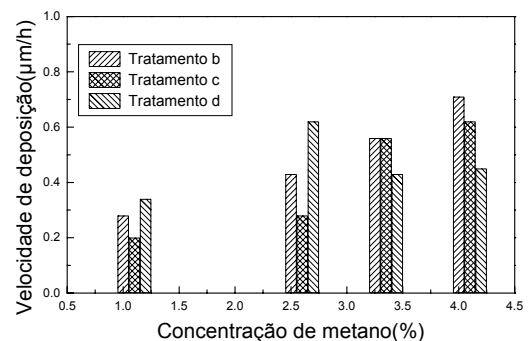
e_{diamante} é a espessura do filme de diamante em µm,
 m_{diamante} é a massa do diamante em gramas,
 ρ_{diamante} é a densidade do diamante em g/cm³,
 m_{sub} é a massa do substrato em gramas,
 ρ_{sub} é a densidade do material do substrato,
 e_{sub} é a espessura do substrato em µm.

Para efeito de exemplo ilustrativo, adotaremos os valores de $\rho_{\text{diamante}} = 3,51524\text{g/cm}^3$, para o substrato, exemplo a liga Ti6Al4V com $\rho_{\text{sub}} = 4,38252\text{ g/cm}^3$. A massa do diamante depositada é calculada com uma incerteza sobre a pesagem de $4 \times 10^{-5}\text{g}$ e sobre a espessura do substrato de $5\mu\text{m}$. Uma incerteza sobre a densidade do diamante de $0,05\text{g/cm}^3$ é levada em consideração devido a variação da qualidade dos filmes, que podem apresentar uma razoável proporção de fases sp^2 e ter influência sobre a densidade. Uma incerteza média de 5% sobre a espessura é devido ao filme ser muito fino ($<10\mu\text{m}$). A velocidade de deposição é obtida dividindo-se a espessura obtida pelo tempo de deposição. Os valores de massa em função do tempo de deposição estão expressos em $\mu\text{g/h/cm}^2$. Esta unidade, representando um valor médio, foi utilizada por ser independente das características dos filmes. A unidade $\mu\text{m/h}$ depende da densidade do filme.

As Figuras 6a e 6b mostram as velocidades de deposição dos filmes de diamante, com os diversos tratamentos, para uma temperatura constante de 600°C e variação da concentração de metano de 1,0 a 4,0 em porcentagem dentro da mistura gasosa hidrogênio-metano, Plasma: 15W/cm^3 e Fluxo: 200sccm , com um tempo de crescimento de 8 horas. Observa-se que para o tratamento da superfície do substrato somente com Al_2O_3 e ácido oxálico há a limpeza da superfície, mas não produz os “núcleos” de iniciação do crescimento do filme de diamante. Em 8h, porém há um acréscimo de massa do substrato, de acordo com o aumento da porcentagem de metano na mistura gasosa, sendo 0,06943% para 1% de CH_4 , 0,08665% para 2,5% de CH_4 e 0,09639% para 4% de CH_4 , pela difusão de átomos de carbono e hidrogênio na liga. A Fig. 6b apresenta a velocidade de deposição em função da espessura obtida e do tempo de deposição. Verifica-se que a maior velocidade de crescimento é para uma mistura gasosa com 4% de metano, onde há a cristalinidade e a presença das facetas do diamante bem definidas, porém com morfologia não homogênea e sempre há descolamento do filme para maiores tempos de deposição. Há também o maior acréscimo na massa do substrato, alterando portanto, mais ainda as propriedades mecânicas da superfície do substrato. Uma concentração de 2,5% de metano apresenta menor alteração nas propriedades mecânicas das ligas, com uma velocidade de deposição relativamente alta e menor descolamento do filme para o tempo de deposição de 8 horas. Esta concentração foi adotada para outras temperaturas e experimentos já foram feitos com os tratamentos de superfície c e d.



a- velocidade de deposição em $\mu\text{g/h/cm}^2$



b- velocidade de deposição em $\mu\text{m/h}$

Figura 6 - Velocidade de deposição do filme.

12. COMENTÁRIOS E CONCLUSÕES

Assim foram apresentadas as principais técnicas de caracterização dos filmes de diamante CVD. A microscopia eletrônica de varredura foi utilizada para a análise morfológica da superfície e determinação do tamanho dos cristais do filme de diamante CVD. A técnica confocal foi utilizada para a análise morfológica da superfície do filme e a dispersão de energia de raios X foi utilizada

para análise dos elementos constituintes da amostra. Com a espectroscopia de espalhamento Raman determinou-se a pureza cristalina dos filmes, assim como identificou-se os diversos picos do diamante e do grafite, avaliando-se ainda o "stress" sob o filme. O exame metalográfico forneceu detalhes da natureza, dos nódulos, veios, agulhas, glóbulos, respectivas porcentagens, dimensões, arranjo e formato dos grãos do substrato metálico. A técnica XPS foi utilizada para a análise dos elementos químicos da superfície. Com a difração de raios X obteve-se os picos principais do diamante. A técnica de indentação Rockwell foi empregada para determinar a adesão do filme ao substrato. Utilizou-se uma balança de precisão para a obtenção da velocidade de crescimento e da massa da amostra pelo método da pesagem.

13. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Arnaldo A. A. et al, 2000, "Realçando Imagens de Microscopia Biológica através de Técnicas de Processamento Digital de Imagens".
- ASM 1985, "Handbook: Metallography and Microstructures Materials Park". v.9, p.453.
- Bennett, L. H. Swartzendruber, L. J. ASM Handbook, V.10, 1992, "Materials Characterization", American Society for Metals.
- Briggs, D., Seah, M. P. 1990, "Practical Surface Analysis, Auger and X-Ray Photoelectron Spectroscopy". Second edition, John Wiley & Sons, Chichester, v.1.
- Cullity, B. D. 1956, "Elements of X-Ray Diffraction", Addison-Wesley, Reading, Mass., Cap. 6.
- Goldstein, J. J. et al. 1994, "Scanning electron microscopy and X-ray microanalysis", 2nd edition, Plenum Press.
- Klug, H.P., Alexander, L.E. 1954, "X-Ray Diffraction Procedures for Polycrystalline and Amorphous Materials", John Wiley and Sons, Nova York, Cap. 4.
- Voort, G. F. V. 1986, "Applied Metallography". Van Nostrand R. Company, New York.

14. DIREITOS AUTORAIS

Os autores são os únicos responsáveis pelo conteúdo do material impresso incluído no seu trabalho.

CVD DIAMOND FILM CHARACTERIZATION TECHNIQUES

Teófilo Miguel de Souza

Laboratório de Pesquisa e Desenvolvimento de Dispositivos com Diamante CVD e Novos Materiais da UNESP - Campus Guaratinguetá - SP

E-mail: teofilo@feg.unesp.br

Joelma Mello

Laboratório de Pesquisa e Desenvolvimento de Dispositivos com Diamante CVD e Novos Materiais da UNESP - Campus Guaratinguetá - SP

E-mail: joelmamello@imicro.com.br

Jomar Esteves Bueno

Laboratório de Pesquisa e Desenvolvimento de Dispositivos com Diamante CVD e Novos Materiais da UNESP - Campus Guaratinguetá - SP

E-mail: jomar.bueno@uol.com.br

***Abstract.** The utilization of CVD diamond film characterization techniques and the correlations of its results with the macroscopic growth parameters promote a better understanding for the development of the processes and technological applications of these films. Starting from this*

principle and throughout an iterate process, one can identify the conditions in which diamond film grows more favorably and with a better quality. The characterization techniques are most important for the surface analysis, interfaces and the core of the material. This article presents evaluations proceeded with electronic sweeping microscope (ESM), focused technique (MCLV), X-rays dispersive energy (EDX), Raman scattering spectroscopy (RSS), X-rays diffraction and excited X-rays photoelectron spectroscopy (XPS), where CVD diamond films are deposited and its substrate. There are also several descriptions of metallographic analysis as well as Rockwell indentation techniques being used.

Keywords: *CVD, Diamond, Films, Characterizations*