

» Consultar por: [Base Patentes](#) | [Finalizar Sessão](#)**Depósito de pedido nacional de Patente**(21) Nº do Pedido: [PI0206618-1 A2](#)

(22) Data do Depósito: 02/09/2002

(51) Classificação: [C23C 16/27](#) ; [C23C 16/01](#)

(54) Título: Processo de preparação de filme de diamante auto-sustentado

(57) Resumo: "PROCESSO DE PREPARAÇÃO DE FILME DE DIAMANTE AUTO-SUSTENTADO E FILME DE DIAMANTE ASSIM PRODUZIDO". É descrito um processo de preparação de filme de diamante auto-sustentado a partir de um substrato cerâmico de zircônia parcialmente estabilizada COM $Y \sim 2 \sim O \sim 3 \sim$, o filme de diamante sendo depositado sobre o substrato em condições de CVD (chemical vapor deposition). Após o período de deposição o filme de diamante se encontra solto sobre o substrato, sendo então recuperado. O substrato é reutilizável: vários filmes podem ser depositados sobre o mesmo substrato. O substrato pode ser conformado com diferentes perfis, transferidos ao filme de diamante.

(71) Nome do Depositante: Universidade Federal do Rio Grande do Sul (BR/RS)

(72) Nome do Inventor: Naira Maria Balzaretto / [Márcia Maria Lucchese](#)  / Janete Eunice Zorzi / Altair Sória Pereira / João Alziro Herz da Jornada / Clovis Lasta Fritzen

(74) Nome do Procurador: Paulo Afonso Pereira Cons Em Marcas e Patentes LTDA



PROCESSO DE PREPARAÇÃO DE FILME DE DIAMANTE AUTO-SUSTENTADO

CAMPO DA INVENÇÃO

A presente invenção diz respeito a um processo de preparação de filme de diamante auto-sustentado e ao filme de diamante assim produzido. Mais especificamente, a presente invenção diz respeito ao processo de preparação de um filme de diamante por CVD (“chemical vapor deposition”) depositado sobre um substrato de zircônia parcialmente estabilizada, sem aderência, de modo que o filme crescido seja separado do substrato sem nenhuma dificuldade. A invenção diz respeito ainda ao filme de diamante auto-sustentado assim produzido.

FUNDAMENTOS DA INVENÇÃO

O diamante é o material que apresenta a maior condutividade térmica e a maior dureza dentre todos os materiais conhecidos. Apresenta grande intervalo proibido de energia (“band gap”), de 5,5 eV e portanto é um bom isolante elétrico em seu estado não dopado. Ao ser dopado com átomos de impurezas se torna semicondutor. Além disso o diamante tem excelentes propriedades elétricas como alta tensão de ruptura, alta mobilidade de portadores de carga (elétrons e buracos), e baixa constante dielétrica. Estas características tornam o diamante muito adequado para aplicações em sensores e dispositivos eletrônicos que sejam operacionais a alta temperatura, alta frequência, alto campo elétrico, e alta potência.

É igualmente esperado que o diamante seja usado para várias aplicações, por exemplo, sensores óticos e dispositivos de emissão de luz na região de comprimentos de onda curtos, com base no grande intervalo proibido de energia do diamante; dissipadores de

calor (heatsinks) com base na alta condutividade térmica e baixo calor específico; dispositivos de onda acústica de superfície com base em sua extrema dureza; e janelas de raios X e materiais óticos, com base em seus altos índices de transmissão e de refração ao longo de uma
5 faixa estendida de comprimentos de onda desde o infravermelho até o ultravioleta.

Além disso, o diamante é usado para recobrir a superfície de ferramentas de corte e usinagem, aumentando consideravelmente a resistência ao desgaste destas ferramentas.

10 A fim de explorar exaustivamente as excelentes propriedades do diamante, é importante sintetizar filmes de diamante de alta qualidade nos quais os defeitos estruturais sejam minimizados. Como é do conhecimento dos especialistas, grãos de diamante são obtidos ou por mineração de diamante natural ou pela síntese de diamantes sob
15 condições de pressão e temperatura elevadas. No entanto estes diamantes são extremamente caros e a área das faces destes diamantes é de no máximo 1 cm².

São também conhecidas as técnicas para depositar filmes de diamante sobre substratos adequados por Deposição Química a Vapor
20 (“Chemical Vapor Deposition”) ou CVD. As seguintes técnicas de CVD são conhecidas: plasma CVD, conforme as patentes JP Sho 59-27754 e Sho 61-3320, plasma de rádio frequência, CVD com filamento aquecido, CVD com corrente direta, CVD jato de plasma, CVD a combustão, e CVD térmica. Estas técnicas permitem formar filmes de
25 diamante contínuos sobre uma superfície grande a baixo custo.

A publicação JP 58091100 de 30/05/1983 ensina a produção de grãos ou de um filme contínuo de diamante pelo pré-aquecimento de uma mistura gasosa de hidrocarboneto e hidrogênio por meio de um

material radiante aquecido a temperaturas mais elevadas do que temperaturas específicas e introduzindo a mistura gasosa sobre a superfície de um substrato aquecido a uma faixa específica de temperatura. Assim, uma mistura gasosa de CH_4 e H_2 a uma razão em volume de 1:50 é introduzida a partir de cilindros e através de válvulas 9, 10 e 11 e um tubo 6 a um tubo reacional 7. Um filamento de tungstênio 5 e um substrato 13 estão contidos no tubo 7, e quando a pressão no tubo 7 é regulada a cerca de 10 Torr e o filamento 5 é aquecido a $\geq 1000^\circ\text{C}$, a mistura gasosa é pré-aquecida. Ao ser colocada em contato com a superfície do substrato 13 aquecida a $500\text{-}1300^\circ\text{C}$, o CH_4 da mistura pré-aquecida é termicamente decomposto em carbono que se deposita sobre a superfície do substrato 13.

A patente US 5318836 ensina um corpo revestido de diamante tendo um filme de revestimento de diamante formado sobre a superfície de um substrato de cerâmica contendo grãos em forma de agulha com espessura de 0,2 micrometros até 1 micrometro e razão de aspecto de 2 ou mais na densidade bi dimensional de 30% ou mais, e o filme de revestimento tem boa adesão ao substrato cerâmico. O corpo revestido com diamante pode ser utilizado como ferramenta de corte. Para as finalidades da patente US 5318836 é considerado que os grãos em forma de agulha (aciculares) por ação do plasma de CVD penetram na superfície do filme de diamante formando âncora e portanto ajudando na fixação do filme sobre o substrato. O substrato cerâmico preferido é um corpo sinterizado preparado pela sinterização de uma composição que inclui nitreto de silício como ingrediente principal e pelo menos um auxiliar de sinterização selecionado dentre o grupo que consiste de ZrO_2 , MgO , Al_2O_3 , Y_2O_3 e um precursor para os mesmos.

As patentes US 5714202 e US 6099976 ensinam a deposição de um filme fino de diamante ou carbono tipo diamante sobre a barreira térmica cerâmica inclusive de zircônia, das paredes metálicas e componentes internos de uma máquina com turbina a gás. A barreira

5 térmica cerâmica é crescida colunarmente e o filme de diamante melhora as propriedades desta barreira quanto à resistência à erosão. O filme é crescido via CVD de forma usual. Estas patentes usam a zircônia como barreira térmica e não como substrato para CVD.

A patente US 6248400B1 ensina um processo CVD jato de plasma

10 com alta taxa de deposição de filme. Como substrato é usado um material com baixa adesão com diamante. Por resfriamento o filme de diamante automaticamente descola do substrato. O gás é reciclado já que a eficiência da utilização do gás é baixa. A deposição de carbono é evitada estabelecendo velocidade de fluxo de gás de pelo menos 5 m/s

15 na proximidade de um ponto anódico.

Conforme a patente US 6248400B1, convencionalmente, o processo tradicional de preparar um diafragma de diamante tem envolvido a etapa de depositar um filme de diamante sobre a superfície de um substrato de silício conformado na forma de um diafragma (na

20 forma de uma abóbada), usando CVD a filamento quente (“hot filament assisted CVD” ou HFCVD) e depois removendo o substrato com ácido. Isto traz várias desvantagens, como baixa taxa de deposição (1 micrometro por hora), dificuldade em manter a espessura do filme de diamante uniforme, remoção do substrato com ácido, e provisão de um

25 novo substrato para cada novo filme de diamante, baixa eficiência de gás para síntese do diamante em fase vapor. Conforme ensina o processo desta patente US, sobre um substrato de uma forma determinada é depositado um filme de diamante via um processo de

CVD jato de plasma e após deposição do filme o substrato é resfriado de modo a retirar automaticamente o filme de diamante do substrato devido à diferença de coeficientes de expansão térmica entre o diamante e o substrato durante a etapa de resfriamento.

5 A patente US 6248400B1 utiliza um plasma térmico gerado por uma descarga de arco de alta temperatura proveniente de um distribuidor e o jato de plasma é aplicado sobre o substrato, pelo que uma taxa de deposição de filme de algumas centenas de micrometros por hora é atingido. Assim é grandemente reduzido o tempo de
10 deposição de filme para alguns centésimos daqueles usualmente necessários na técnica até então conhecida.

Pelo fato de ser eliminada a etapa de destruição do substrato com ácido, o processo da patente US 6248400B1 permite que vários filmes de diamante sejam depositados sobre o mesmo substrato.

15 Conforme a mesma patente US, o material para pelo menos a superfície do substrato é de preferência um material que tenha baixa força de ligação com diamante mas tem alto coeficiente de expansão térmica e condutividade térmica. Por exemplo, metais que formam carbetos, como silício, molibdênio, tungstênio, etc. não são adequados
20 porque têm maior adesão ao diamante do que outros materiais. Também aqueles metais que podem formar uma solução sólida com carbono, tais como ferro, níquel, cobalto, etc. não são adequados porque não podem formar facilmente diamante de alta qualidade. São adequados os metais que não formam facilmente compostos e
25 soluções sólidas com carbono, como cobre, ouro e platina, e materiais cerâmicos. Um material compósito como WC-C e um aço inoxidável revestido com TiC são materiais adequados para o substrato.

Embora a técnica apresente soluções para a preparação de filmes

de carbono que se separam facilmente do suporte sobre o qual foram depositados, os assim chamados filmes de carbono auto-sustentados, ainda há necessidade de outros processos de fabricação de filmes de carbono com estas características, a partir de diferentes materiais cerâmicos, um desses processos sendo descrito e reivindicado no presente pedido.

SUMÁRIO DA INVENÇÃO

De um modo geral, a presente invenção trata de um processo de preparação de filme de diamante por CVD que se solta do substrato após resfriamento do substrato, o processo compreendendo:

- prover um substrato de zircônia parcialmente estabilizada com 3% de Y_2O_3 , preparado a partir do pó cerâmico pela formação de um disco sinterizado a 1600-1900°C /2-4horas;
- introduzir o disco assim sinterizado em um reator CVD com plasma de microondas sob condições de formação de filme de diamante sobre o substrato;
- crescer o filme de diamante por deposição de carbono proveniente de uma mistura de hidrogênio, metano e oxigênio em proporções de formação de filme de diamante sobre o substrato de zircônia parcialmente estabilizada a taxas de 6-8 micrometros por hora, durante o período de tempo necessário para crescer o filme até a espessura desejada;
- retornar o substrato à temperatura ambiente;
- recuperar o filme de diamante depositado, solto sobre o substrato de zircônia; e
- repetir as etapas de crescer o filme de diamante, resfriar o substrato e recuperar o filme de diamante tantas vezes quantas desejadas.

Assim, a presente invenção provê um processo para a preparação de filme de diamante sobre um substrato cerâmico de zircônia parcialmente estabilizada que após o término da reação de deposição se encontra solto sobre o substrato.

5 A presente invenção provê ainda um processo ambientalmente amigável para a preparação de filme de diamante sobre um substrato cerâmico de zircônia parcialmente estabilizada que dispensa o uso de ácido para remoção do substrato após deposição do filme de diamante.

10 Ainda, a presente invenção provê um processo para a preparação de filme de diamante sobre um substrato cerâmico de zircônia parcialmente estabilizada que permite a reutilização do substrato, ou seja, que vários filmes sejam depositados sobre o mesmo substrato.

15 A invenção provê adicionalmente um processo para a preparação de filme de diamante sobre um substrato cerâmico de zircônia parcialmente estabilizada onde o filme de diamante apresenta praticamente a mesma cristalinidade nas duas faces do filme.

BREVE DESCRIÇÃO DOS DESENHOS

20 A FIGURA 1 anexa ilustra um filme de diamante CVD crescido sobre um substrato de zircônia parcialmente estabilizada conforme a invenção.

A FIGURA 2A anexa ilustra o deslocamento Raman da superfície lisa de diamante auto-sustentado, que estava em contato com o substrato de zircônia parcialmente estabilizada durante o processo de deposição de filme conforme a invenção.

25 A FIGURA 2B anexa ilustra o deslocamento Raman da superfície de crescimento, rugosa, do filme de diamante auto-sustentado.

A FIGURA 2C anexa ilustra o deslocamento Raman da superfície lisa de um filme de diamante auto-sustentado crescido sobre silício,

que estava em contato com o substrato durante a deposição.

DESCRIÇÃO DETALHADA DA INVENÇÃO

Na busca de um substrato adequado para deposição de filme de diamante sob condições mais favoráveis do que aquelas verificadas para o substrato de silício do estado da técnica, a Requerente verificou que os materiais cerâmicos são candidatos em potencial, por serem materiais refratários e resistentes a altas temperaturas. Porém estes não são os únicos pré-requisitos. As taxas de nucleação e de crescimento devem ser suficientemente altas, o que pode ser atingido através do polimento do substrato com pasta de diamante. Porém as cerâmicas, em geral, apresentam alto coeficiente de expansão térmica, o que pode provocar a geração de trincas no filme, ou até mesmo, o rompimento do filme de diamante durante o aquecimento e o resfriamento do substrato na deposição.

A zircônia parcialmente estabilizada utilizada no presente processo, porém, resiste às temperaturas do processo de CVD, tem alta taxa de nucleação e o filme depositado não adere ao substrato após o resfriamento deste ao final do processo de CVD.

A presente invenção compreende portanto um processo de preparação de um filme de diamante sobre um substrato cerâmico de zircônia parcialmente estabilizada, dito filme apresentando-se solto do substrato após resfriamento deste.

O processo da invenção compreende as etapas de:

1. prover um substrato cerâmico de zircônia parcialmente estabilizada;
2. crescer o filme de diamante por CVD sobre o dito substrato cerâmico sob condições de formação de filme e durante o período de tempo necessário para crescer a espessura desejada de filme de diamante sobre o substrato cerâmico;

3. resfriar o substrato cerâmico sobre o qual foi crescido o filme de diamante;
4. recuperar o filme de diamante assim produzido do substrato cerâmico de zircônia; e
5. repetir as etapas 2, 3 e 4 para formar uma sucessão de filmes de diamante auto-sustentados sobre o dito substrato.

◆ **Preparação do suporte cerâmico**

A preparação do suporte cerâmico de acordo com a invenção é crítica para o desempenho do processo.

- 10 Um produto útil para a formação do substrato da invenção é um pó cerâmico comercial de zircônia parcialmente estabilizada, da Tosoh Ceramics Division, código TZ-3YB.

- 15 A Tabela 1 a seguir contém as especificações técnicas do pó com código TZ-3Y, que são as mesmas do pó utilizado. A única diferença é que o pó utilizado, TZ-3YB, é comercializado com uma mistura de fase ligante, de origem não revelada. Esta fase ligante, cuja função é facilitar a conformação da peça cerâmica pré-compactada, é eliminada durante o processo de sinterização em alta temperatura.

Tabela 1

ZrO ₂ (peso %)	94,8 %
Y ₂ O ₃ (peso %)	5,1
Y ₂ O ₃ (mol %)	3,0
tamanho cristalino (10 ⁻¹⁰ m)	250
área específica superficial (m ² /g)	16

- 20 O pó cerâmico, pré-compactado na forma de um disco de aproximadamente 2 mm de altura e com o diâmetro desejado, por exemplo cerca de 2 cm, é sinterizado entre 1600-1900°C, uma temperatura ideal sendo de cerca de 1600°C, e durante 2 a 4 horas,

que pode ser de 2 horas. Como conseqüência da sinterização, as dimensões do disco diminuem aproximadamente 20% em relação às dimensões do disco pré-compactado.

5 Para melhores resultados, as rampas de temperatura são lentas, tanto para aumentar a temperatura (1°C/min) quanto para reduzi-la (2°C/min).

10 O substrato de zircônia tem uma vantagem adicional, pois pode ser conformado, já que a zircônia pré-compactada pode ser conformada antes da sinterização, o filme crescendo acompanhando o perfil e sem aderir ao substrato.

♦ Formação do filme de diamante auto-sustentado sobre o substrato de zircônia

A nucleação e o crescimento do filme de diamante sobre o substrato preparado como descrito acima, ocorrem em um reator CVD.

15 No reator utilizado, a energia necessária para decompor os gases é fornecida por microondas (reator ASTEX modelo 5000) com freqüência de 2,45 GHz geradas com potência de, no máximo, 5000 W.

20 O substrato é colocado sobre uma base de molibdênio, móvel e refrigerada, dentro de uma câmara de reação. Após feito vácuo na câmara, o procedimento experimental consiste em aumentar gradativamente o fluxo de hidrogênio, juntamente com a potência do plasma gerado e a pressão do gás até que sejam atingidas as condições desejadas, determinadas, principalmente, pela temperatura do substrato que deve estar na faixa de 700 a 1000°C. No reator CVD,
25 a temperatura da superfície inferior do substrato se situa em torno de 200°C devido à base refrigerada, e a temperatura na superfície superior se situa em torno de 1000°C.

Após atingidas as condições desejadas, metano e oxigênio são

introduzidos na câmara, dando início ao processo de nucleação e posterior crescimento do filme. De acordo com o processo, os gases utilizados são H_2 , CH_4 e O_2 com fluxos na faixa de 200-300 cm^3/min , 20-30 cm^3/min e 2-3 cm^3/min , respectivamente, numa faixa de pressão total entre 50 e 90 Torr, sendo a temperatura do substrato mantida entre 950-1100°C, com uma temperatura preferida de 980-1050°C.

Nestas condições do processo o crescimento do filme de diamante se dá preferencialmente no plano (111), o que está ilustrado na Figura 1.

A espessura do filme de diamante depositado sobre o substrato é determinada pelas condições de deposição como composição e proporção relativa dos gases, temperatura do substrato e pressão, e pelo tempo de deposição.

Durante as primeiras 5 a 6 horas de deposição em um substrato de zircônia parcialmente estabilizada sem ter sido utilizado previamente, com coloração esbranquiçada, parte da zircônia é reduzida a zircônio, na presença do hidrogênio e oxigênio, e ocorre a formação de ZrC, conforme resultados de difratometria de raios-X. Este substrato composto, contendo zircônia, zircônio e ZrC, tem aspecto metálico e conduz eletricidade. Durante esta transformação da zircônia, na primeira deposição, ocorre crescimento de filme de diamante, porém a uma taxa não muito elevada.

A partir da segunda deposição, a taxa de crescimento é elevada, cerca de 6-8 micrometros por hora, num reator de microondas, com potência relativamente baixa, de 2,5 kW. A zircônia apresenta baixíssima condutividade térmica e requer baixa potência para manter a temperatura ideal, de cerca de 1000°C, para crescimento do filme de diamante. Por exemplo, após 6h de deposição com substrato

reutilizado o filme teria aproximadamente 40 micrometros de espessura e poderia ser manuseado.

Após o tempo desejado de deposição, ao desligar o reator, quando o substrato retorna à temperatura ambiente, o filme de diamante encontra-se totalmente solto sobre o substrato, sem aderência alguma. O substrato pode ser utilizado várias vezes, sem necessidade de pré-tratamento adicional da superfície.

O filme de diamante apresenta aspecto claro, translúcido e com excelente cristalinidade em ambos os lados, inclusive no lado em que esteve em contato com a zircônia. As figuras 2A e 2B mostram os espectros Raman das duas superfícies do filme. Estes espectros contêm o pico correspondente ao diamante, na região de 1332 cm^{-1} , sem a larga fluorescência característica, normalmente observada em filmes de diamante crescidos sobre substrato de silício, relacionada à grande quantidade de defeitos estruturais no diamante, como ilustra o espectro Raman da Figura 2C.

A presente invenção será a seguir ilustrada pelos seguintes Exemplos, que não devem ser considerados como limitativos.

EXEMPLOS

Conforme descrito acima, foi preparado um compacto sinterizado de zircônia parcialmente estabilizada, de dimensões 1,8 mm de espessura com diâmetro de 2 cm.

O compacto sinterizado de zircônia parcialmente estabilizada, de cor branca, foi submetido ao processo de CVD em reator com plasma de microondas, sobre a base refrigerada de molibdênio, segundo o procedimento tradicional, com atmosfera contendo hidrogênio, metano e oxigênio, atingindo temperaturas na faixa de 1000°C na superfície em contato com o plasma.

As condições mais típicas envolvem $H_2/CH_4/O_2$ com fluxos respectivamente de $300\text{ cm}^3/\text{min}$; $30\text{ cm}^3/\text{min}$; $3\text{ cm}^3/\text{min}$, pressão 70 Torr, potência do reator de 2500 W, sem diferença de potencial elétrico entre plasma e substrato.

5 A base da zircônia, em contato com a base de molibdênio atingiu temperaturas na faixa de 200°C .

10 A duração do tratamento inicial foi de 5 a 6 horas. Após esta fase do processo, o substrato cerâmico adquiriu aspecto cinza metálico ao longo de todo o seu volume, se tornou condutor elétrico, apresentando menor resistividade na superfície em contato com o plasma.

15 A análise do padrão de difração de raios-X da superfície do substrato que estava em contato com o plasma revelou a formação de ZrC nesta superfície, devido à reação entre o carbono atômico do plasma e a zircônia do substrato nas condições de deposição do filme de diamante.

A eficiência do processo de crescimento dos filmes de diamante nesta fase inicial não é grande, provavelmente devido ao efeito competitivo relativo à formação concomitante de ZrC a partir da mesma fonte de carbono.

20 A partir desta fase inicial o substrato pode ser reutilizado várias vezes, para crescimento de filmes de diamante, com condições de crescimento do filme nas faixas indicadas na Tabela 2. Para efeito de comparação, em todas as situações o tempo de deposição foi de 6 horas.

25 **Tabela 2**

$H_2/CH_4/O_2$ (cm^3/min)	Pressão (Torr)	Potência reator (W)	Condições do filme de diamante
300/20/2	60	2000	Muito Fino, Boa cristalinidade

300/20/2	80	3000	Coalescimento Crescimento a 6 micrometros/h Curvo
300/20/2	70	2500	Coalescimento Crescimento a 6 micrometros/h Plano
300/30/3	70	2500	Coalescimento Crescimento a 7-8 micrometros/h Plano

Verifica-se que os filmes de diamante produzidos sobre o substrato de zircônia conforme a invenção apresentam mínima tensão interna e boa cristalinidade nas duas superfícies, conforme evidenciado por espectroscopia Raman (Figuras 2A e 2B em anexo). O nível de tensão interna e a cristalinidade dos grãos de diamante podem ser avaliados pela largura do pico Raman do diamante e sua posição em relação à 1332 cm^{-1} (posição correspondente ao diamante natural). Deslocamentos do pico na direção de maiores números de onda indicam certo nível de tensão interna do tipo compressiva (para o silício, o pico do diamante pode situar-se na faixa de $1336\text{-}1337 \text{ cm}^{-1}$). No caso dos filmes depositados sobre zircônia parcialmente estabilizada observa-se um pequeno deslocamento na outra direção, ou seja, os filmes apresentam um pequeno nível de tensão interna do tipo trativa (picos na faixa de 1331 cm^{-1}).

15 **EXEMPLO COMPARATIVO**

A seguir é apresentada uma Tabela Comparativa entre as diferentes propriedades do substrato de silício do estado da técnica e o substrato de zircônia parcialmente estabilizada da invenção.

TABELA COMPARATIVA

Fator	Silício	Compacto de zircônia
• Custo do substrato	É comercializado a USD 10-30 por substrato	Não se tem uma avaliação precisa do custo envolvido.
• Condições de deposição	Por apresentar elevada condutividade térmica, na faixa de $0,30 \text{ Wcm}^{-1}\text{K}^{-1}$ requer maior potência do reator para atingir a temperatura adequada para a nucleação e crescimento do diamante, o que implica em custos com energia durante a deposição.	Por apresentar condutividade térmica baixa, na faixa de $1,6 \times 10^{-4}$ a $0,023 \text{ Wcm}^{-1}\text{K}^{-1}$, a potência necessária no reator para atingir a temperatura adequada de cerca de 1000°C é menor, implicando em menores custos com energia durante a deposição.
• Reutilização	Necessita ser removido por ataque ácido após cada processo de deposição, não sendo possível reutilizá-lo.	Pode ser reutilizado, minimizando os custos com substrato.
• Aderência do filme	O filme adere perfeitamente ao silício, impossibilitando a reutilização do substrato.	O filme não adere ao compacto de zircônia, viabilizando sua reutilização.
• Remoção do substrato	É feita através de ataque ácido, que tem custo adicional.	O filme fica solto no substrato, não havendo necessidade de remoção, evitando custos com esta etapa do processo.
• Perfil	Plano. O substrato de silício é de difícil conformabilidade.	Pode ser trabalhado, já que a zircônia pode ser conformada antes da sinterização, o filme crescendo acompanhando o perfil, sem aderir ao substrato
• Taxa de nucleação sem pré-tratamento	Baixa a não ser que o silício seja previamente riscado com pasta diamantada	Alta mesmo durante a primeira nucleação
• Qualidade do filme na superfície em contato com o substrato	Baixa cristalinidade, com defeitos	Boa cristalinidade, como a da outra superfície
• Impacto ambiental	Resíduos químicos e silício, o que implica em custos adicionais para minimizar o impacto ambiental.	Não há resíduos químicos no processo, nem emissão de gases na atmosfera nem necessidade de armazenamento de resíduos químicos tóxicos evitando

		custos adicionais. Tecnologia limpa
--	--	--

REIVINDICAÇÕES

1. Processo para a preparação de filme de diamante auto-sustentado por processo CVD, fazendo crescer o filme de diamante sobre o substrato em presença de gases hidrogênio, metano e oxigênio, sob condições adequadas de P e T, e após resfriamento do substrato recuperando o filme de diamante auto-sustentado, sem aderência sobre o substrato, caracterizado por que o substrato sobre o qual o filme de diamante é crescido é um substrato de zircônia parcialmente estabilizada com 3% em mol de Y_2O_3 .
2. Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por que o substrato de zircônia parcialmente estabilizado é preparado a partir de pó comercial com fase ligante, pré-compactado e sinterizado na faixa de temperatura de 1600-1900°C durante 2-4 horas.
3. Processo de acordo com a reivindicação 2, caracterizado por que o substrato de zircônia é sinterizado a cerca de 1600°C/2 horas.
4. Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por que o processo de CVD é efetuado em um reator de plasma de microondas com frequência de 2,45 GHz geradas com potência de até 5000 W.
5. Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por que no processo CVD, o substrato de zircônia é colocado sobre uma base de molibdênio, móvel e refrigerada, a refrigeração permitindo que a superfície inferior do substrato mantenha uma temperatura de cerca de 200°C, o substrato estando contido dentro de uma câmara de reação onde é feito vácuo, ao mesmo tempo que é gradualmente aumentado o fluxo de hidrogênio, juntamente com a potência do plasma gerado e a pressão do gás até que sejam atingidas as condições desejadas, determinadas, principalmente, pela temperatura da superfície superior

do substrato, situada entre 700 e 1000 °C.

5 6. Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por que no processo CVD uma vez atingidas as condições de temperatura do substrato e pressão de hidrogênio, metano e oxigênio são introduzidos na câmara do reator, dando início ao processo de nucleação e posterior crescimento do filme de diamante sobre o substrato.

10 7. Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por que as condições do processo de CVD envolvem a mistura dos gases H_2 , CH_4 e O_2 , com fluxos na faixa de 200-300 cm^3/min ; 20-30 cm^3/min e 2-3 cm^3/min , respectivamente, sob pressão entre 50 e 90 Torr, a temperatura do substrato sendo mantida entre 950-1100°C.

8. Processo de acordo com a reivindicação 7, caracterizado por que a pressão é de 70 Torr.

15 9. Processo de acordo com a reivindicação 7, caracterizado por que a temperatura do substrato é mantida entre 980-1050°C.

10. Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por que o crescimento do filme de diamante se dá preferencialmente no plano (111).

20 11. Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por que a partir da segunda deposição, o filme de diamante cresce sobre o substrato a uma taxa de 6-8 micrometros por hora.

25 12. Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por que o substrato de zircônia parcialmente estabilizada pode ser conformado com perfil superficial, o mesmo perfil sendo transferido ao filme de diamante auto-sustentado.

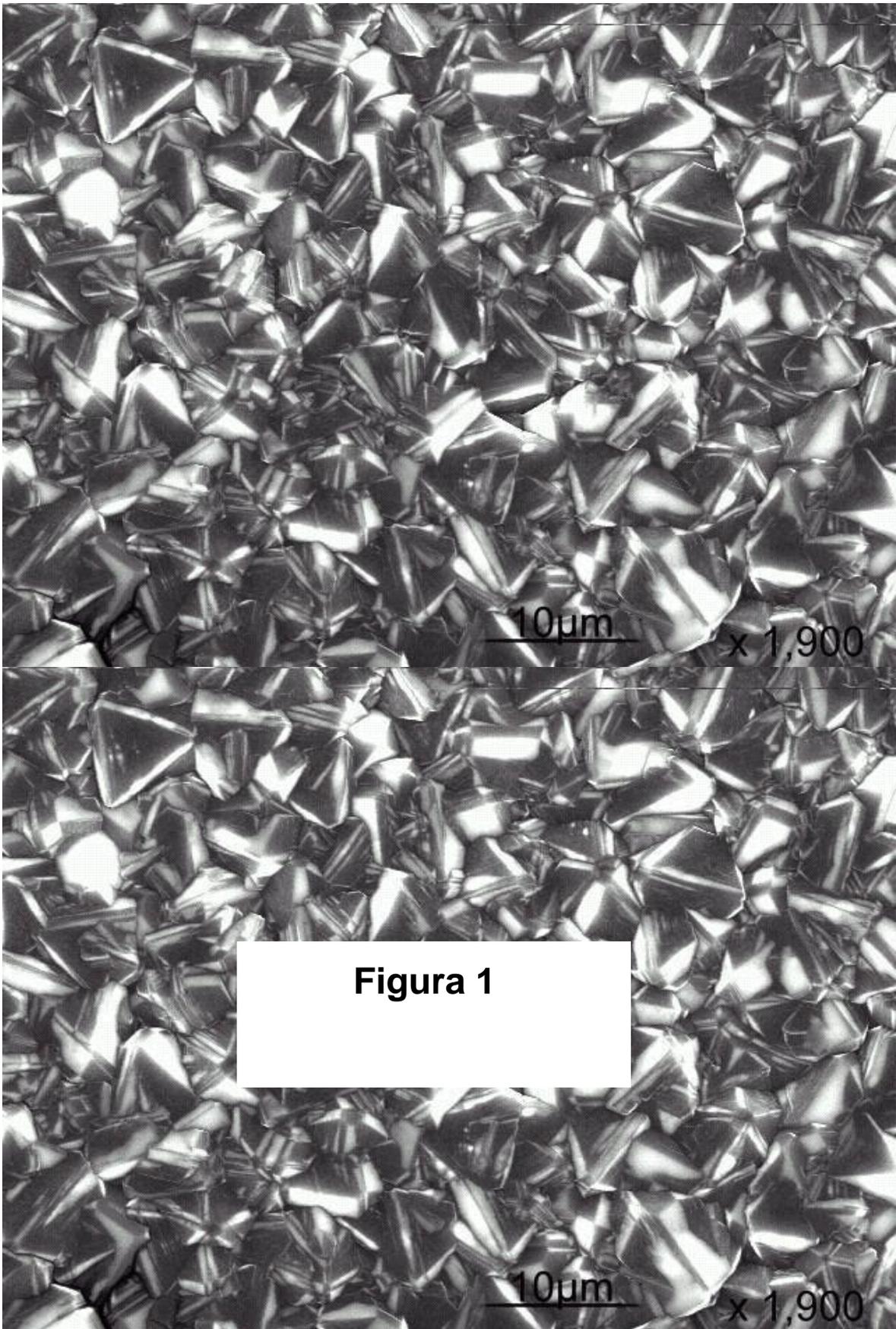
13. Filme de diamante auto-sustentado preparado de acordo com o processo da reivindicação 1, caracterizado por que apresenta mínima

mínima tensão interna e boa cristalinidade nas duas superfícies, conforme evidenciado por espectroscopia Raman.

RESUMO

PROCESSO DE PREPARAÇÃO DE FILME DE DIAMANTE AUTO-SUSTENTADO

É descrito um processo de preparação de filme de diamante auto-sustentado a partir de um substrato cerâmico de zircônia parcialmente estabilizada com Y_2O_3 , o filme de diamante sendo depositado sobre o substrato em condições de CVD (chemical vapor deposition). Após o período de deposição o filme de diamante se encontra solto sobre o substrato, sendo então recuperado. O substrato é reutilizável: vários filmes podem ser depositados sobre o mesmo substrato. O substrato pode ser conformado com diferentes perfis, transferidos ao filme de diamante.



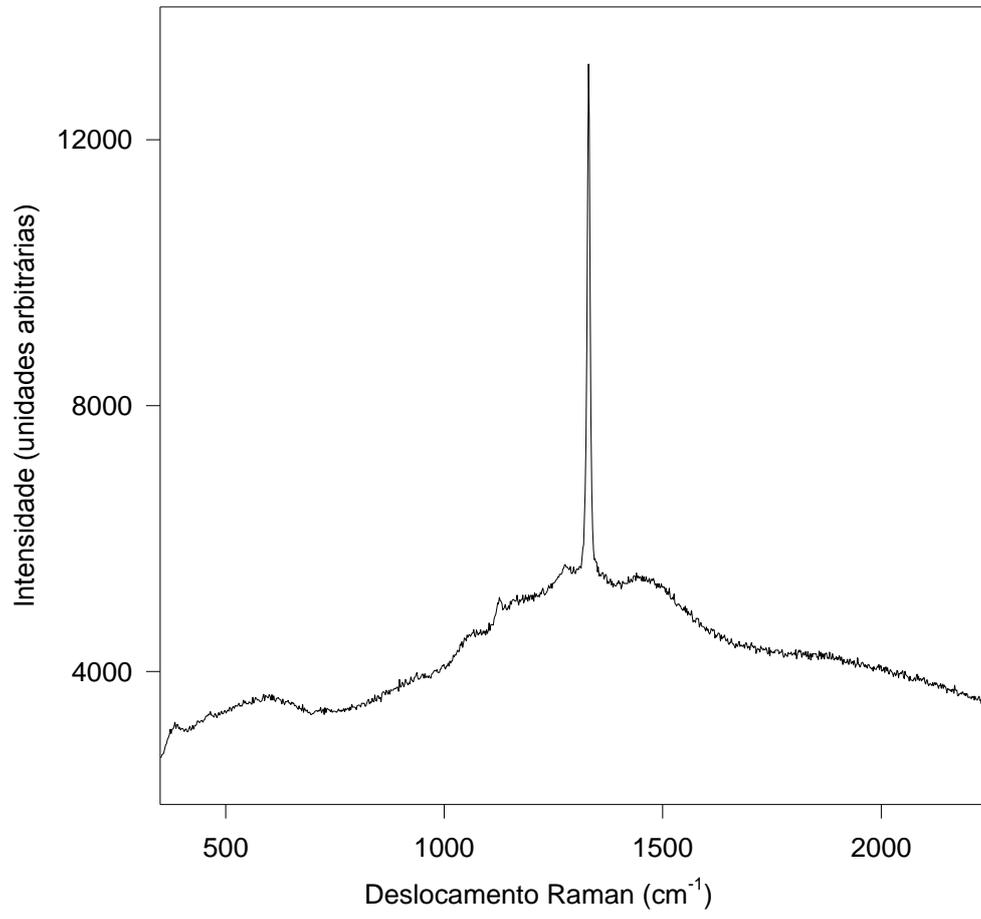
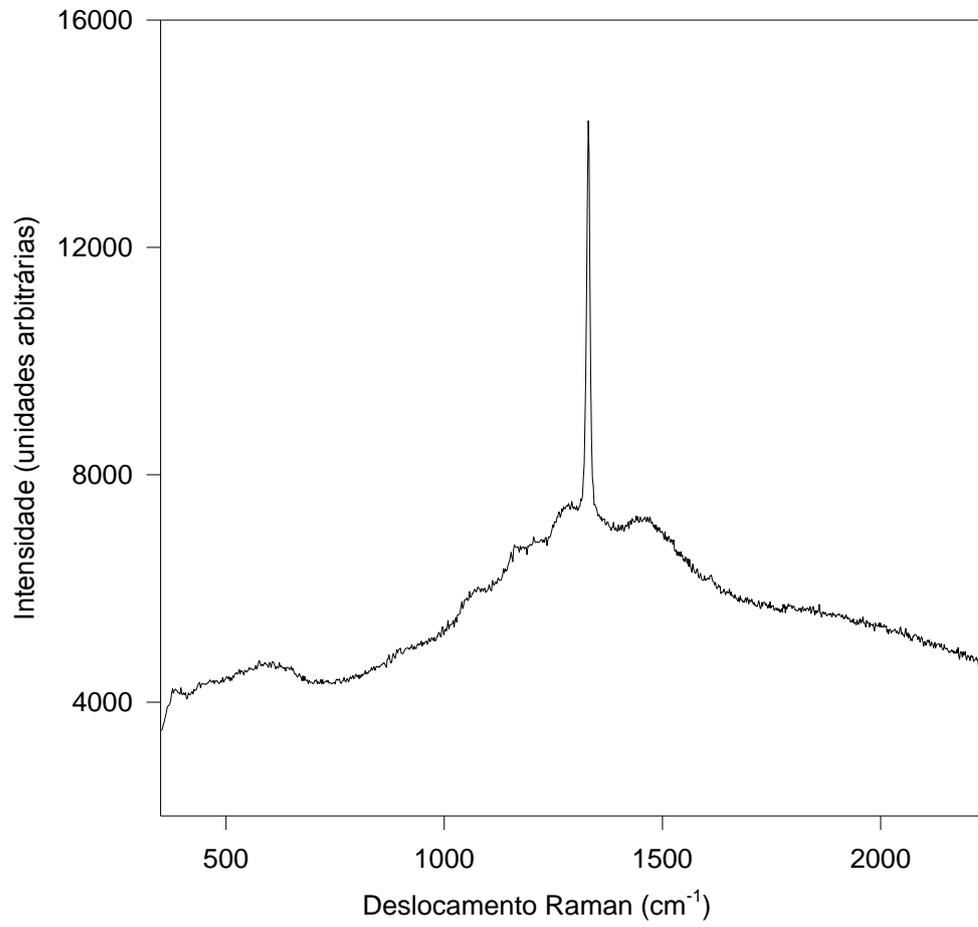


Figura 2A

**Figura 2B**

