

PMT 594 - TRABALHO DE FORMATURA II

“ESTUDO DA CALIBRAÇÃO DA MICROSSONDA EDS PARA A ANÁLISE QUANTITATIVA DE CARBONO”

Aluno: Carlos Longo Cardoso Dias

Orientador: Tibério Cescon

INTRODUÇÃO TEÓRICA

Princípios básicos do microscópio

Nos microscópios eletrônicos de varredura (MEV), os elétrons são acelerados na coluna através de duas ou três lentes eletromagnéticas por tensões de 1 a 30 kV. Estas lentes obrigam um feixe de elétrons bastante colimado (50 a 200 Å de diâmetro) a atingir a superfície da amostra. Bobinas de varredura obrigam o feixe a varrer a superfície da amostra na forma de uma varredura quadrada similar a uma tela de televisão. A corrente que passa pela bobina de varredura, sincronizada com as correspondentes bobinas de deflexão de um tubo de raios catódicos, produz uma imagem similar mas aumentada. Os elétrons emitidos atingem um coletor e a corrente resultante é amplificada e utilizada para modular o brilho do tubo de raios catódicos. Os tempos associados com a emissão e coleta dos elétrons, comparados com o tempo de varredura, são desprezíveis, havendo assim uma correspondência entre o elétron coletado de um ponto particular da amostra e o brilho do mesmo ponto na tela do tubo. Neste tipo de microscópio, qualquer superfície boa condutora elétrica e estável em vácuo pode ser analisada com boa profundidade de foco. Materiais isolantes devem ser recobertos com uma fina camada de material condutor.

Princípios da análise química “EDS”

A maior parte dos microscópios eletrônicos de varredura são equipados com um detetor de raios-X, que permite a determinação da composição química da amostra analisada. Este detetor permite a determinação da energia dos raios-X característicos emitidos pelos elementos da amostra, quando há um bombardeamento de elétrons que incide nela. Estes raios-X característicos estão relacionados com a “energia de ligação” do elétron com o núcleo, sendo esta a energia mínima para que um elétron “salte” para outra camada eletrônica (cada uma dessas camadas tem uma determinada energia), gerando raio-X característico neste processo⁽¹⁾. Esta energia característica de uma dada camada está relacionada com a carga do núcleo do átomo (número atômico), ou seja, a atração entre o núcleo e os elétrons. O número atômico caracteriza o elemento químico em questão.

Na análise por microsonda de raios-X, há a incidência de um feixe de elétrons contra a amostra, assunto que será discutido no próximo tópico.

Interação feixe - amostra

Os elétrons que incidem na amostra perdem energia por processos de interação com os átomos⁽³⁾ : (vide figura1)

- 1- o mais comum e o que é a maior fonte de perda de energia dos elétrons é o espalhamento que eles sofrem, levando a pequenas mudanças de direção (menor do que 1°).
- 2- produção de um fóton de raio-X chamado de “bremsstrahlung” ou radiação contínua. Esta radiação eletromagnética é produzida por partículas carregadas desviadas pela carga do núcleo. A aceleração efetiva da partícula incidente é a causa fundamental para ocorrer esta radiação, que é emitida

com todos os valores de energia possíveis de zero até a energia das partículas do feixe incidente à amostra. A intensidade do “bremsstrahlung” depende da carga da partícula (z), a carga do núcleo ou número atômico (Z), e a massa da partícula incidente (m) como Z^2z^2/m^2 .

- 3- outro efeito importante é a produção de raios-X característicos que já foi discutido anteriormente.
- 4 elétrons secundários: emergem de uma profundidade de 100 a 200 angstroms. Sua missão depende sensivelmente da topografia da superfície da amostra e apresenta imagem com boa profundidade de foco para aumentos entre 10 e 100000 vezes.
- 5 Elétrons Auger: apresentam profundidade de escape entre 2 e 20 angstroms.

A análise de composição química por microsonda está baseada na medição do comprimento de onda ou da energia associados destes raios-X característicos emitidos pela amostra, sendo estes sinais captados por um detector. Quando o sinal captado é o comprimento de onda, o detector denomina-se “WDS”. Se o sinal que o detector “entende” for a energia associada ao comprimento de onda, ele se chama “EDS”.

Volume de Interação

Será apresentado agora a influência de algumas variáveis de controle do microscópio eletrônico de varredura sobre o volume de interação feixe-amostra(2).

Fixada a voltagem e o diâmetro do feixe de elétrons, observa-se que a taxa de energia depositada varia rapidamente através do volume de interação, sendo maior próximo ao ponto de impacto do feixe (vide figura 2).

O volume de interação é função da energia dos elétrons do feixe, quando se aumenta esta energia (vide figura 3), o volume de interação também aumenta. A forma do volume de interação não se altera significativamente com a energia do feixe.

As dimensões lineares do volume de interação diminuem com o aumento do número atômico do elemento, fixada a energia do feixe de elétrons. A trajetória dos elétrons em materiais com alto número atômico tende a ser desviada da trajetória inicial mais rapidamente, reduzindo a penetração na amostra. Em materiais com baixo número atômico, o espalhamento elástico é menor e a trajetória dos elétrons desvia muito pouco da trajetória inicial, comparados aos materiais com alto número atômico, permitindo uma maior penetração do feixe na amostra (vide figura 4). A forma do volume de interação é alterada bastante, dependendo do número atômico, se este for pequeno, a forma do volume de interação aproxima-se a de uma pêra, com o número atômico elevado, a forma do volume de interação apresenta-se próxima a de uma esfera.

A inclinação do feixe de elétrons em relação a superfície da amostra é outra variável que influencia no volume de interação. Com o aumento deste ângulo, o volume de interação torna-se menor e assimétrico. A dimensão deste volume paralela à superfície e perpendicular ao eixo que passa pelo feixe de elétrons aumenta se comparada a incidência normal (vide figura 5).

A perda de energia devido aos elétrons espalhados, na colisão com os átomos da amostra, limita o máximo da profundidade de penetração do feixe de elétrons no material em aproximadamente $1\mu\text{m}$. Esta profundidade de penetração depende da voltagem aplicada.

O detector de raios-X

Princípios

Os detetores de raios-X são constituídos, geralmente, por um semicondutor que é um material com baixa condutibilidade. O uso de um semicondutor como um detetor de radiação apoia-se na absorção de radiação no material e ionização efetiva do material, tornando-o momentaneamente condutor. Na configuração cristalina da maioria dos semicondutores, esta ionização é descrita como a criação de um "hole" ou lacuna, que é um sítio no reticulado cristalino que é criado com a excitação de um elétron que, conseqüentemente a esta excitação, "salta" da banda de valência para a banda de condução, sendo esta compartilhada por todo o cristal⁽⁵⁾. A absorção de radiação ionizada cria uma quantidade de carga "livre" que é proporcional a energia depositada pelas partículas incidentes. Estas cargas(elétrons e "holes") são removidas pelo potencial aplicado como um "charge pulse", que forma a base para a "detecção" qualitativa do fenômeno, como também leva uma medida de energia das partículas absorvidas. A proporcionalidade entre a carga e a energia depositada é a "chave" para a "espectroscopia de energia". A capacidade de alta resolução do detector semicondutor apoia-se na sua alta precisão estatística na ação de transmissão de energia, ou seja, a energia para a conversão de carga . Se a energia necessária para a criação de um par elétron-"hole" é pequena (a chamada energia da banda proibida do cristal), um grande número de pares elétrons-"holes" resultarão de uma determinada energia imposta, produzindo uma excelente definição estatística do "tamanho" do "charge pulse". Ao mesmo tempo a energia da banda proibida não deve ser muito pequena, pois assim uma excitação térmica dos elétrons já faria com que estes tivessem energia suficiente

para "atravessar" a banda proibida, acarretando numa constante criação de pares elétron-holes. Este fato faz com que diminua o número de semicondutores que tenham um valor de energia da banda proibida que seja adequado. Uma outra condição importante é a pureza do cristal. Certos tipos de átomos de impureza combinam-se com os átomos do reticulado, produzindo portadores "livres" de carga e aumentando a condutibilidade do cristal⁽¹⁾.

Resolução do detector

A energia depositada por uma partícula absorvida pelo detector é usada na criação de pares elétron-lacuna e em outros tipos de processos de excitação envolvendo todo reticulado cristalino, como também a geração de calor. A energia necessária para o elétron ultrapassar a banda proibida para o silício vale 1,1 eV (elétron volt), mas devido a estes outros processos competindo por aquela energia depositada, a energia média gasta por par elétron-lacuna é da ordem de 3,8 eV na temperatura de operação de 77 K. No caso de um detector de germânio, estes valores de energia (banda proibida e média) são 0,67 e 2,98 eV, respectivamente. Como estes são menores do que no silício, esperar-se-ia que o detector de germânio tivesse melhor resolução do que o detector de silício. Outros fatores mostram exatamente o contrário desta constatação, ou seja, o detector de silício apresenta melhor resolução do que o de germânio.

A resolução efetiva do sistema do detector não pode ser separada dos efeitos do ruído eletrônico. A contribuição do ruído eletrônico aumenta para valores menores de energia e este efeito diminui para valores maiores de energia. A resolução do detector é convencionalmente especificada em 5,0 keV como uma energia de referência⁽¹⁾.

Os Picos de Escape

O processo de detecção de raios-x introduz um artefato muito importante no espectro: o pico de escape. Existe a possibilidade de ocorrer o escape de um raio-X de silício (E_s =energia de 1,74 keV) do detector no processo de deposição de um quantum de energia E . Em relação ao pico de energia total, a energia depositada no detector vale então $(E - 1,74)$ keV. Estes eventos aparecem no espectro como um pico separado de energia $(E - 1,74)$ KeV no caso dos detectores de silício. A probabilidade de ocorrer o escape aumenta com a diminuição do depósito total de energia (vide figura 6). Isto já seria esperado, pois menores valores de energia são depositados mais próximos da superfície do detector e, conseqüentemente, aumentando a probabilidade do escape de raio-X. Este fator sugere que haja cuidado na identificação dos picos, pois um número de picos de escape apresenta valores de picos de energia próximos aos valores de picos de energia totais de outros elementos .

Outro artefato importante é o chamado "pico soma", onde dois fótons de raios-X de energia E_s chegam simultaneamente e não são discriminados pelo processo de detecção. Um raio-X de energia $2E_s$ é registrado e aparece na tela(1).

Otimização da Microanálise por raios-X

Há um número de variáveis instrumentais do microscópio eletrônico de varredura, que o operador do equipamento controla, que pode influenciar no resultado final da informação obtida(6). Estas variáveis são citadas abaixo:

a- escolha da voltagem de aceleração do feixe de elétrons: o quociente pico/ruído aumenta com a elevação da voltagem (vide figura 7). Além disso, este aumento da voltagem contribui para um aumento na resolução espacial,

através da diminuição do espalhamento do feixe de elétrons que incide na amostra.

- b- escolha do canhão de elétrons: é feita geralmente entre um filamento convencional de tungstênio e um filamento de hexaboreto de lantânio (LaB_6). Para uma dada corrente, o filamento de tungstênio promove um maior diâmetro do feixe de elétrons do que o filamento de hexaboreto de lantânio aumentando o volume de interação feixe-amostra (vide figura 8).
- c- variáveis do EDS: deve ser dada atenção na escolha das variáveis do espectro que aparecem na tela, em particular a faixa de energia mostrada no “display” e o tempo de contagem experimental. Esta faixa deve ser a maior possível (cerca de 40keV) no caso de uma amostra desconhecida, pois a existência de picos K e L para valores de energia maiores que 10kV podem ser essenciais em uma análise quantitativa inicial, como mostra a figura 9a, sendo que nele observa-se um pico que pode ser de Mo e S L/K em 2,3 keV. Na faixa de energia de 0 a 10 keV, este pico poderia ser erroneamente identificado como S K_α , mas quando se amplia a faixa de energia para 0 a 20 keV no “display”, evidencia-se um pico de Mo K_α em 17,48 keV (vide figura 9b), indicando que o “pico de S K_α ” é na verdade um pico Mo L_α . Após isto, a seleção da faixa de energia desejada para a análise deve ser escolhida com o objetivo de maximizar a resolução do “display”. Se a amostra é conhecida, a faixa de energia adequada pode ser selecionada imediatamente. O tempo de contagem deve ser minimizado para reduzir os efeitos de contaminação e volatilização elementar (no caso do sódio, por exemplo). Estes fatores devem ser balanceados com a necessidade de se obter uma contagem suficiente para que se tenha erros aceitáveis. Neste contexto, o operador deve estar

ciente da diferença entre o “clock time”, que é o espaço de tempo em que a análise está sendo efetuada, e o “live time”, que é o espaço de tempo no qual o detector está processando fótons de raios-X. Quando a velocidade de contagem aumenta, o detector automaticamente pára de operar, para aumentar o tempo em que o sinal elétron/lacuna possa ser processado e a carga do detector possa ser reduzida a zero antes que o próximo fóton seja processado. Se o “dead time”, que é o tempo em que o detector não está contando fótons, atingir um valor maior que 25%, os artefatos do espectro (picos de escape, por exemplo) aumentarão e a resolução do detector pode ser prejudicada. Isto corresponde a uma velocidade de contagem total de entrada de cerca de 3000 cps através da amostra.

PARTE EXPERIMENTAL

Todas as tomadas de dados (análises químicas quantitativas) foram realizadas no espectrômetro de energia dispersiva (EDS) acoplado a um microscópio eletrônico de varredura (MEV) JEOL 6300.

O objetivo do trabalho é se avaliar a influência de algumas variáveis do MEV e do EDS sobre o teor de carbono. Para isso, foram realizadas análises em carbonetos e aços inoxidáveis.

Para se fazer a análise dos carbonetos, estes foram extraídos das ligas as quais eles pertenciam. Esta extração foi realizada da seguinte forma:

- amostras dessas ligas foram superatacadas com uma solução de 27 ml de ácido clorídrico (HCl) e 5 ml de ácido nítrico (HNO₃), conhecida como água régia. Com este ataque, os carbonetos foram revelados em relação a matriz.
- preparou-se amostras de alumínio, embutindo-as para posterior lixamento automático em lixas de 320 e 1000 mesh, respectivamente, e polimento em politrizes de 3 e 1 microns, respectivamente.
- cada amostra das ligas superatacadas foi prensada contra uma amostra de alumínio através de uma morsa, para que os carbonetos revelados fossem embutidos nas amostras de alumínio. Feito isto, as amostras estavam prontas para serem analisadas.

Quatro tipos de carbonetos foram levados para a análise e foram extraídos das seguintes ligas metálicas, obtidas do Laboratório de Fundição do Instituto de Pesquisas Tecnológicas (IPT):

- MC: super liga a base de níquel
- M_2C : aço ferramenta
- M_3C : ferro fundido nodular
- M_7C_3 : ferro fundido branco grafitizado

As fotografias das microestruturas das ligas acima encontram-se no anexo1.

A composição química das ligas e seus respectivos carbonetos encontram-se na tabela abaixo (% peso):

	C	Cr	Mo	W	V	Nb	Si	Ti	Mn
MC	0,083	14,10	4,0	1,98	9,9	2,0	0,22	0,8	0,01
M_2C	1,14	4,0	4,8	5,8	1,6	-----	0,41	-----	0,24
M_7C_3	2,8	7,0	-----	-----	-----	-----	4,0	5,0	-----
M_3C	2,5	5,0	-----	-----	8,5	-----	3,0	-----	-----

Para se confirmar a existência destes carbonetos, foi realizada difração de raios-X nas 4 ligas acima, assunto que será tratado na parte de resultados.

Cada um dos carbonetos sofreu 6 análises com as seguintes variáveis do MEV e EDS, respectivamente:

- tensão: 25 kV

 - dead time (PHA): 25%

- tensão: 25 kV

 - dead time (PHA): 15%

- tensão: 20 kV

 - dead time (PHA): 25%

- tensão: 20 kV

 - dead time (PHA): 15%

- tensão: 15 kV

 - dead time (PHA): 25%

- tensão: 15 kV

 - dead time (PHA): 15%

Através das análises acima, encontrou-se o teor de carbono (porcentagem atômica e em peso). No anexo2, encontram-se exemplos de análise qualitativa e quantitativa para cada carboneto.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Difração de raios-X

Realizou-se difração de raios-X nos 4 carbonetos. Foi comparado os resultados dos picos de difração com os picos mais intensos dos cartões da JCPDS (vide anexo3).

Para o MC, foi calculado o parâmetro de rede "a" através da seguinte expressão: $1/d^2 = (h^2 + k^2 + l^2) / a^2$, pelo carboneto ter uma estrutura cúbica, encontrando-se o valor de 4,41 angstroms para $d = 2,558$ angstroms (vide anexo 3). Comparando com o cartão do carboneto NbC, o resultado sugere que houve encolhimento do reticulado, pois o parâmetro de rede do cartão vale 4,47 angstroms. Ou seja, o titânio presente no carboneto em solução sólida contribuiu para esta contração do reticulado.

Os carbonetos restantes apresentam todos estrutura hexagonal, apresentando aumento do parâmetro "a" e diminuição do parâmetro "c". Para calcular os parâmetros de rede destes carbonetos foi utilizada a seguinte expressão: $1/d^2 = 4/3 (h^2 + hk + k^2) / a^2 + l^2/c^2$. No caso do M_7C_3 , o cálculo de "a" e "c" foi realizado através dos picos de difração $d = 2,02$ e $1,435$ angstroms, encontrando os valores $13,97$ e $4,36$ angstroms, respectivamente, diferentemente dos valores do cartão do Cr_7C_3 (vide anexo 3), que são $13,98$ e $4,523$ angstroms. Para o M_2C , o cálculo dos parâmetros de rede foi feito a partir dos picos $d = 2,36727$ e $2,28550$ angstroms, encontrando-se para "a" e "c" $3,0303$ e $4,65$ angstroms, respectivamente, diferentemente dos valores do cartão do Mo_2C (vide anexo 3), que são $a = 3,0124$ e $c = 4,7352$ angstroms. Para o M_3C , os picos utilizados para se encontrar os parâmetros de rede foram $d = 2,08500$ e $1,16300$

angstroms, encontrando “a” e “c” como 5,92 e 2,537 angstroms, respectivamente. O cartão de Fe_3C (vide anexo 3) apresenta “a” e “c” igual a 2,754 e 4,349, respectivamente.

Estequiometria do MC

Para se encontrar a estequiometria do carboneto MC pertencente a superliga, que é um carboneto do tipo $(\text{Nb,Ti})\text{C}$, segundo a literatura, foi feita uma aproximação da composição química do carboneto, desconsiderando o elemento que estivesse em menor concentração atômica, entre o Nb e o Ti (no caso Ti), como se o titânio não estivesse em solução sólida no carboneto, considerando, então, um carboneto do tipo NbC.

Consultando-se o diagrama de fases Nb-C (vide figura 10), nota-se que ocorre a formação do carboneto NbC em uma faixa de composição. Como a liga na qual o carboneto se forma é bruta de fusão, pelo diagrama de fases, ele se forma a 3608 °C com desvio de 50 graus. Através deste dado, extrapola-se no diagrama de fases o valor nominal da estequiometria do carboneto NbC, encontrando-se o valor de 44% de carbono.

Estequiometria do M_3C

Para se encontrar a estequiometria deste carboneto, que contém ferro e vanádio, foi feita uma aproximação, como se o carboneto tivesse apenas ferro em sua composição para se extrapolar no diagrama de fases binário Fe-C metaestável (vide figura 11), encontrando-se a estequiometria esperada, ou seja, 25%.

Estequiometria do M_2C

Este carboneto tem Mo, V e W. Como o molibidênio é o elemento que se encontra em maior porcentagem atômica no carboneto, foi considerado que apenas o Mo estivesse em solução sólida no carboneto, para se extrapolar o valor da porcentagem atômica de carbono no diagrama de fases binário Mo-C .

Como o carboneto foi formado em uma estrutura bruta de fusão, a sua formação ocorre a aproximadamente 2500 °C (vide figura 12). Extrapolando este valor no diagrama Mo-C, encontramos que a porcentagem atômica de carbono vale 34%.

Estequiometria do M_7C_3

Este carboneto apresenta, principalmente, cromo e ferro em sua composição. Para se encontrar a estequiometria deste carboneto, consulto-se o diagrama ternário C-Fe-Cr. Como a liga em questão é bruta de fusão, tomou-se a secção isotérmica do diagrama a 1000 °C, que é a temperatura de formação do carboneto em questão. Nesta secção isotérmica, extrapolou-se o valor da estequiometria do carboneto (vide figura 13), encontrando-se o valor esperado de aproximadamente 8,5% em peso de carbono, o que equivale a 30% atômico.

Variáveis de controle do microscópio eletrônico de varredura (MEV) analisadas

Para o "dead time" (PHA) de 25%, os resultados indicam que (vide gráfico 1) que a porcentagem atômica de carbono aumenta para valores crescentes de tensão. Isto se deve a diminuição do espalhamento do feixe de elétrons que incide na amostra quando se aumenta a voltagem, aumentando o volume de

interação feixe amostra.

Para o PHA de 15%, os resultados indicam o mesmo fenômeno ocorrido no caso do PHA de 25% (vide gráfico 2), ou seja, a porcentagem atômica de carbono aumenta com o incremento da tensão.

Fixando agora a tensão, e variando o PHA (vide gráficos 3, 4, 5), os resultados sugerem que para o PHA de 15% (menor), o teor de carbono cresce. Comparando o PHA de 25% e 15%, o teor de carbono é maior para o segundo. Este efeito ocorre devido ao aumento dos artefatos do espectro (picos de escape, por exemplo) quando se aumenta o PHA.

Como tentativa de calibração, foi feita uma análise em silício puro com 25 kV e 25% de PHA e constatou-se a presença de contaminação de carbono (vide anexo 4). Foi subtraído este pico de carbono encontrado no silício para as análises dos carbonetos nas mesmas condições e, com isto, foi construído o gráfico 6.

CONCLUSÕES

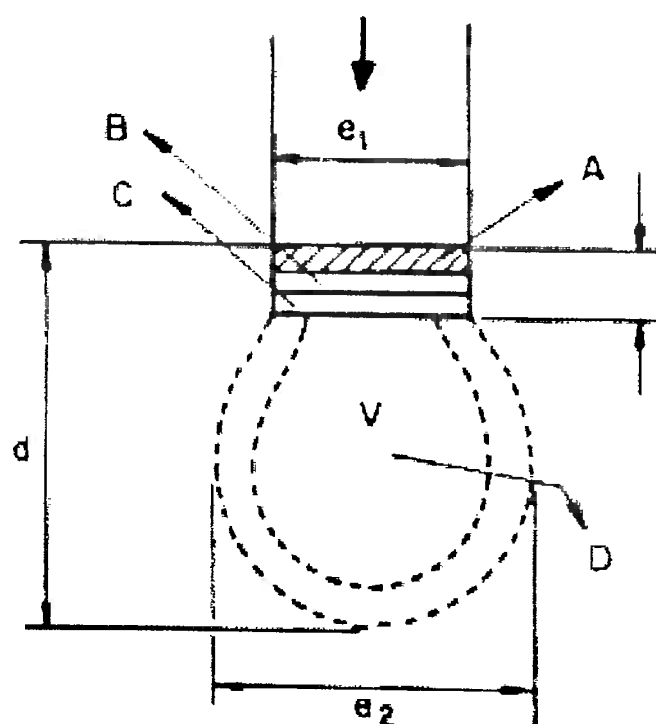
O ideal para se fazer as análises “EDS” seria considerar carbonetos que não tivessem uma faixa de formação no diagrama de fases, e sim um valor constante de composição.

Os resultados indicam que a porcentagem atômica de carbono aumenta com o incremento da tensão do microscópio.

A porcentagem atômica cresce com o aumento do “dead time”(PHA).

REFERÊNCIAS

- (1) Woldseth, R., "X-Ray Energy Spectrometry", Kevex Corporation, 1973.
- (2) Lee, R. E., "Scanning Electron Microscope and X-Ray Microanalysis".
- (3) Birks, L.S., "Electron Probe Microanalysis", Wiley-Interscience, 1971.
- (4) "Metals Handbook", volume 10, American Society for Metals, 1986.
- (5) Callister, William D., "Materials Science and Engineering", John Wiley & Sons, 1985.
- (6) Williams, David B., "Practical Analytical Electron Microscopy in Materials Science", Philips Electronic Instruments, 1987.
- (7) Massalski, Thaddeus, "Binary Alloy Phase Diagrams", volume 1, American Society for Metals, 1986.



superfície

- e_1 : diâmetro do feixe incidente
- e_2 : alargamento do feixe
- V : volume de interação dos elétrons
- A: profundidade de escape p/ elétrons Auger
- B: profundidade de escape p/ elétrons secundários
- C: profundidade de escape p/ elétrons retroespalhados
- D: Volume p/ geração de raios X
- d : profundidade de interação

Fig. 1

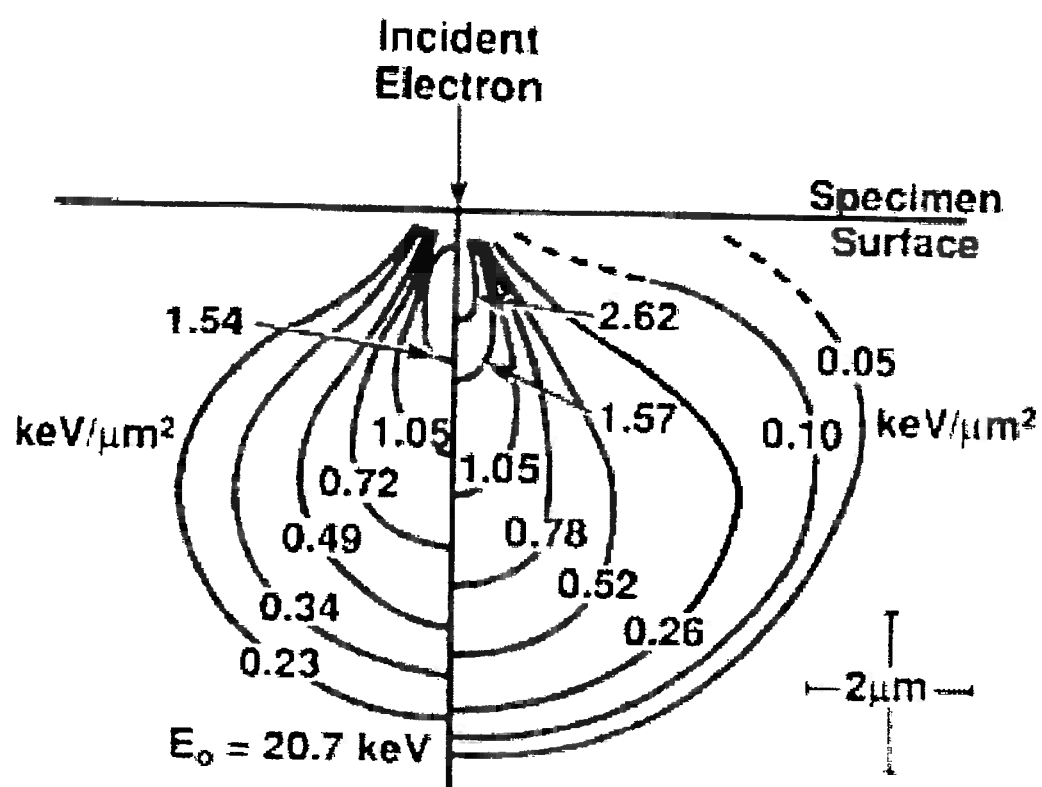


Fig. 2

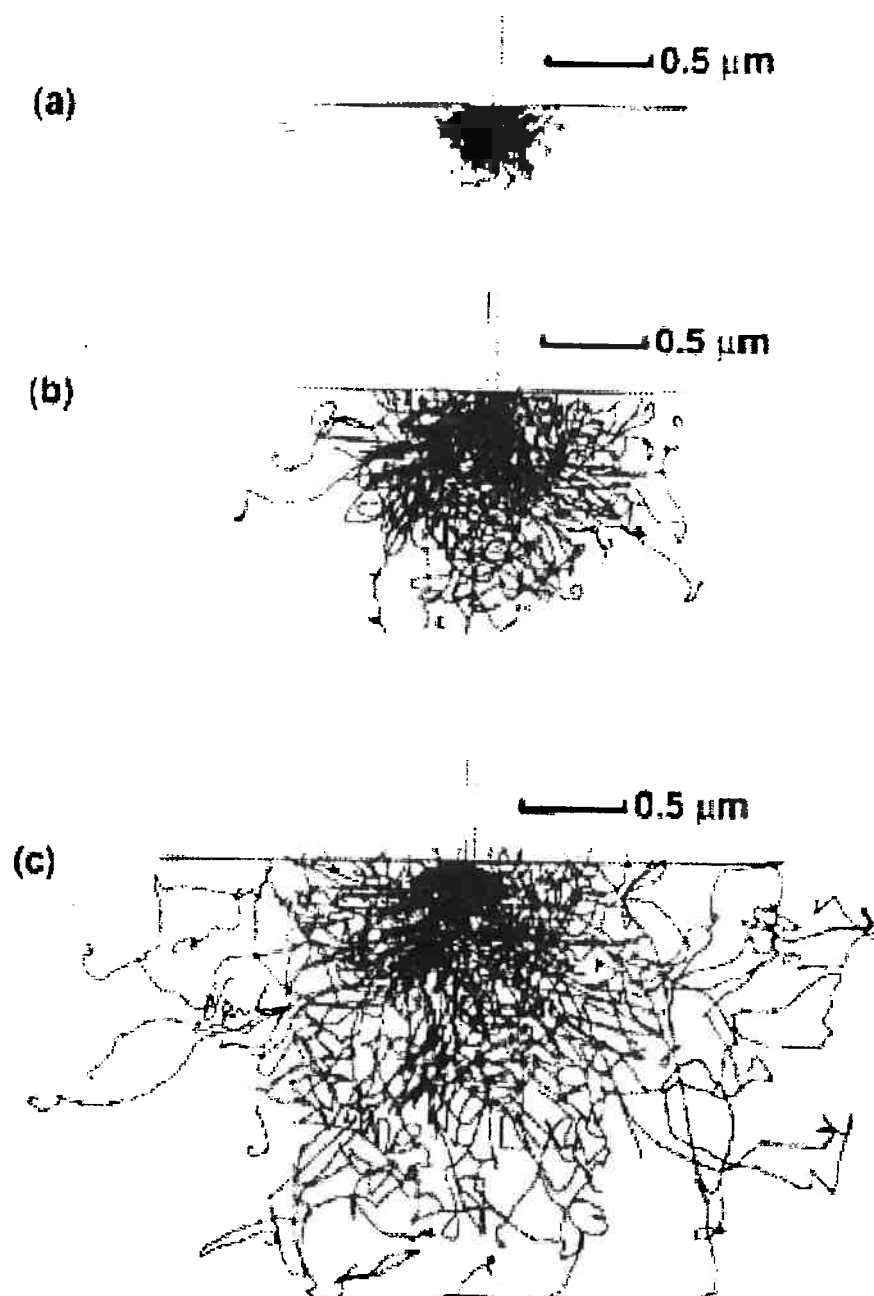


Fig.3

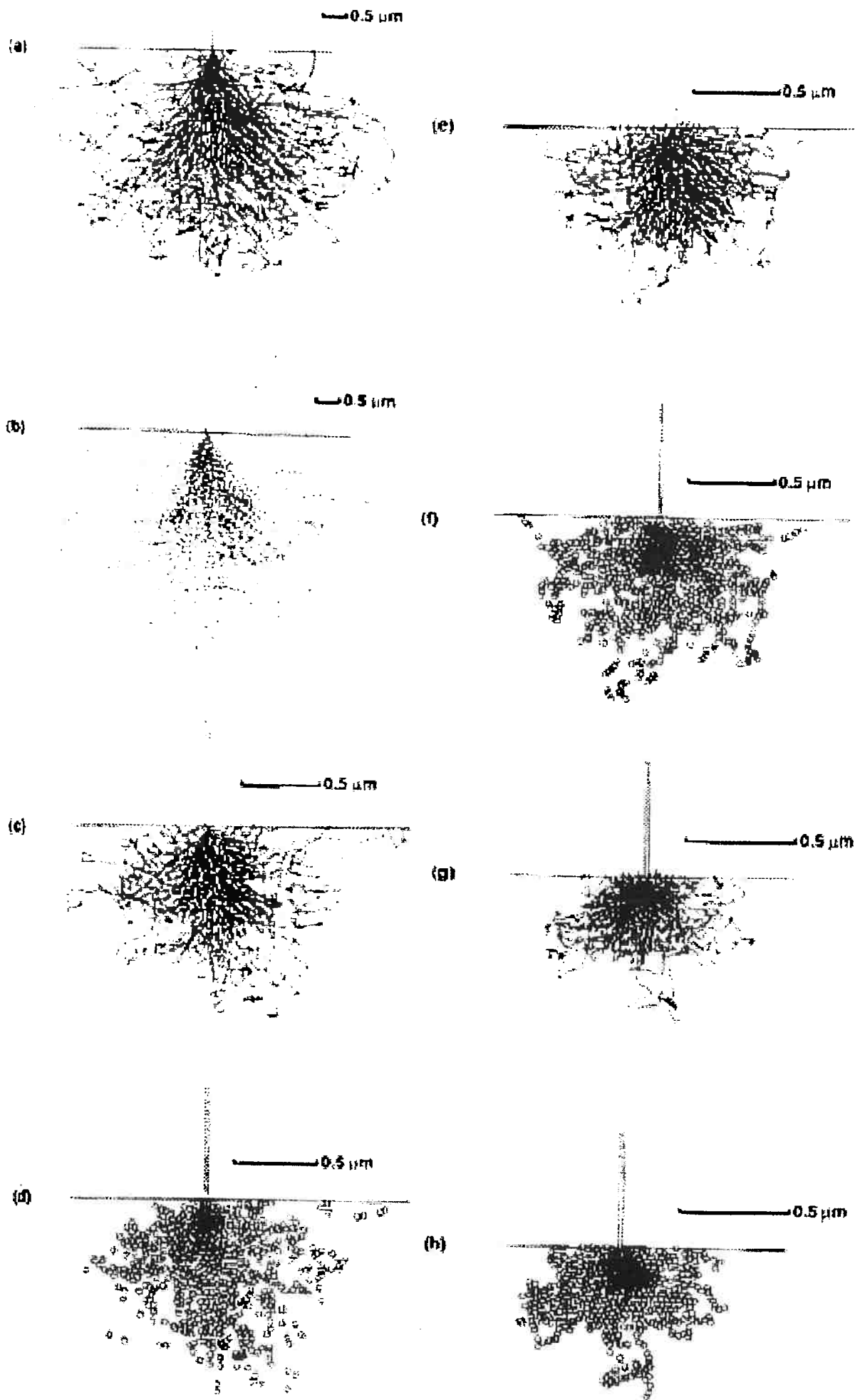


Fig. 4

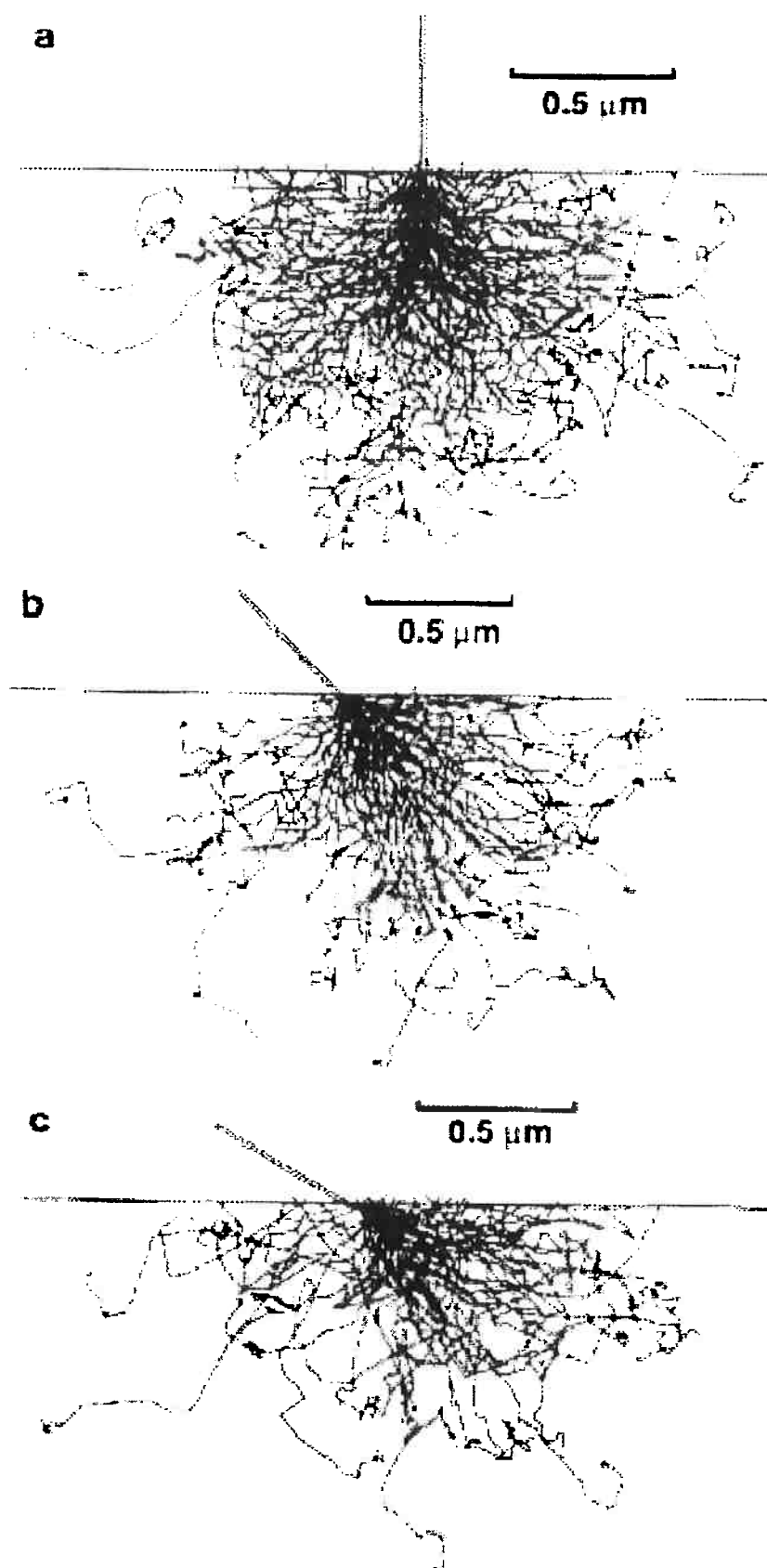


Fig. 5

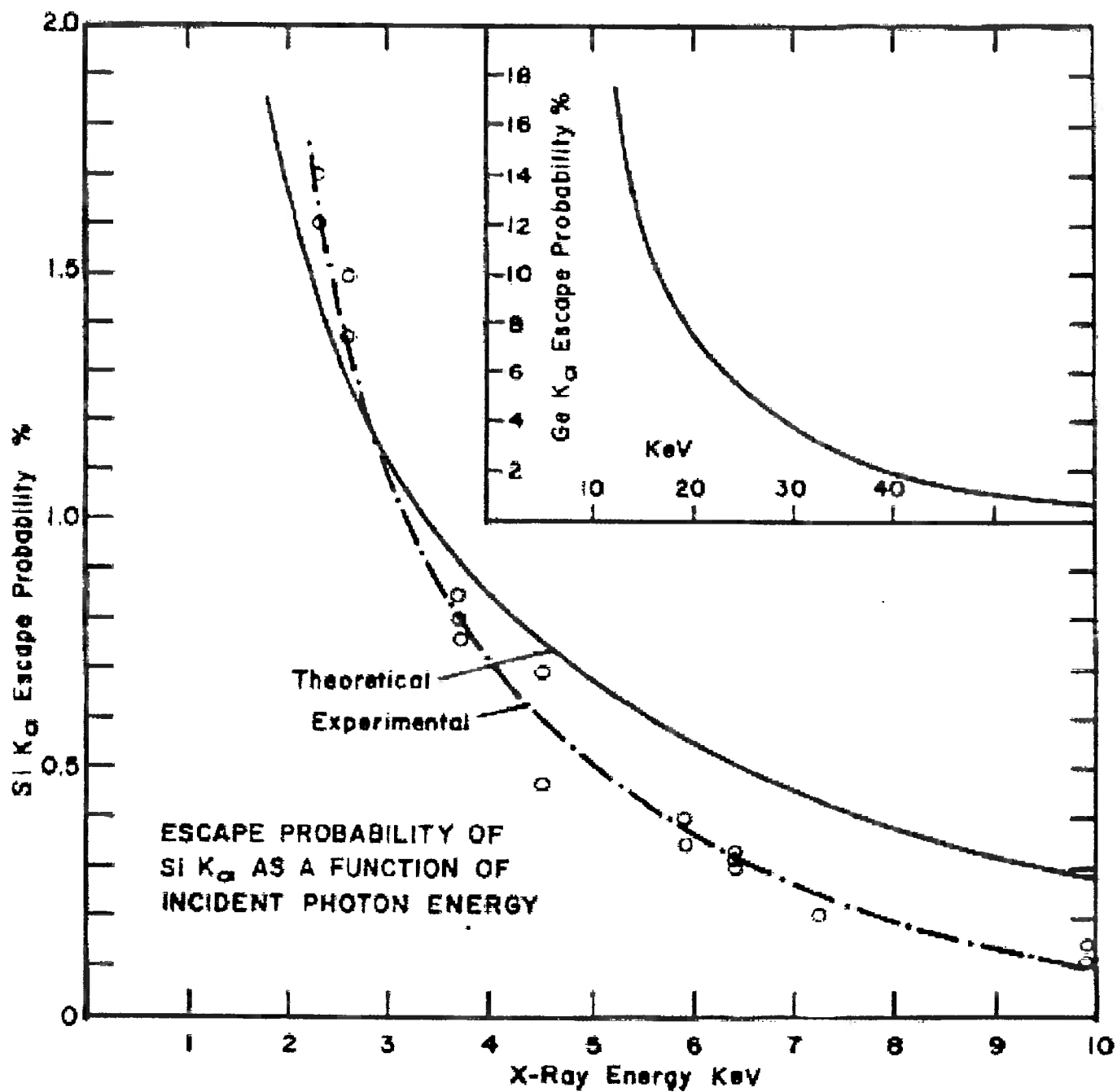


Fig. 6

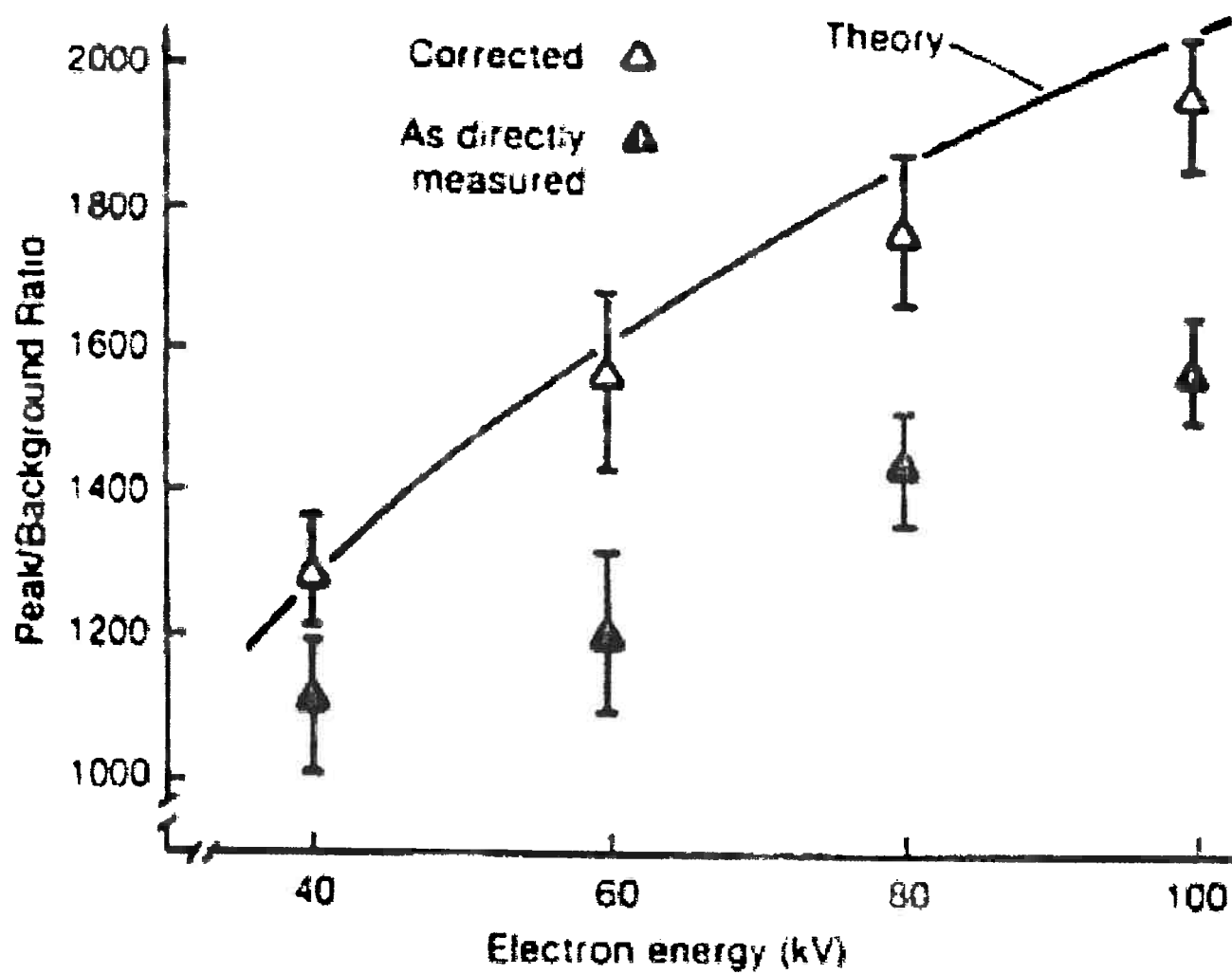


Fig. 7

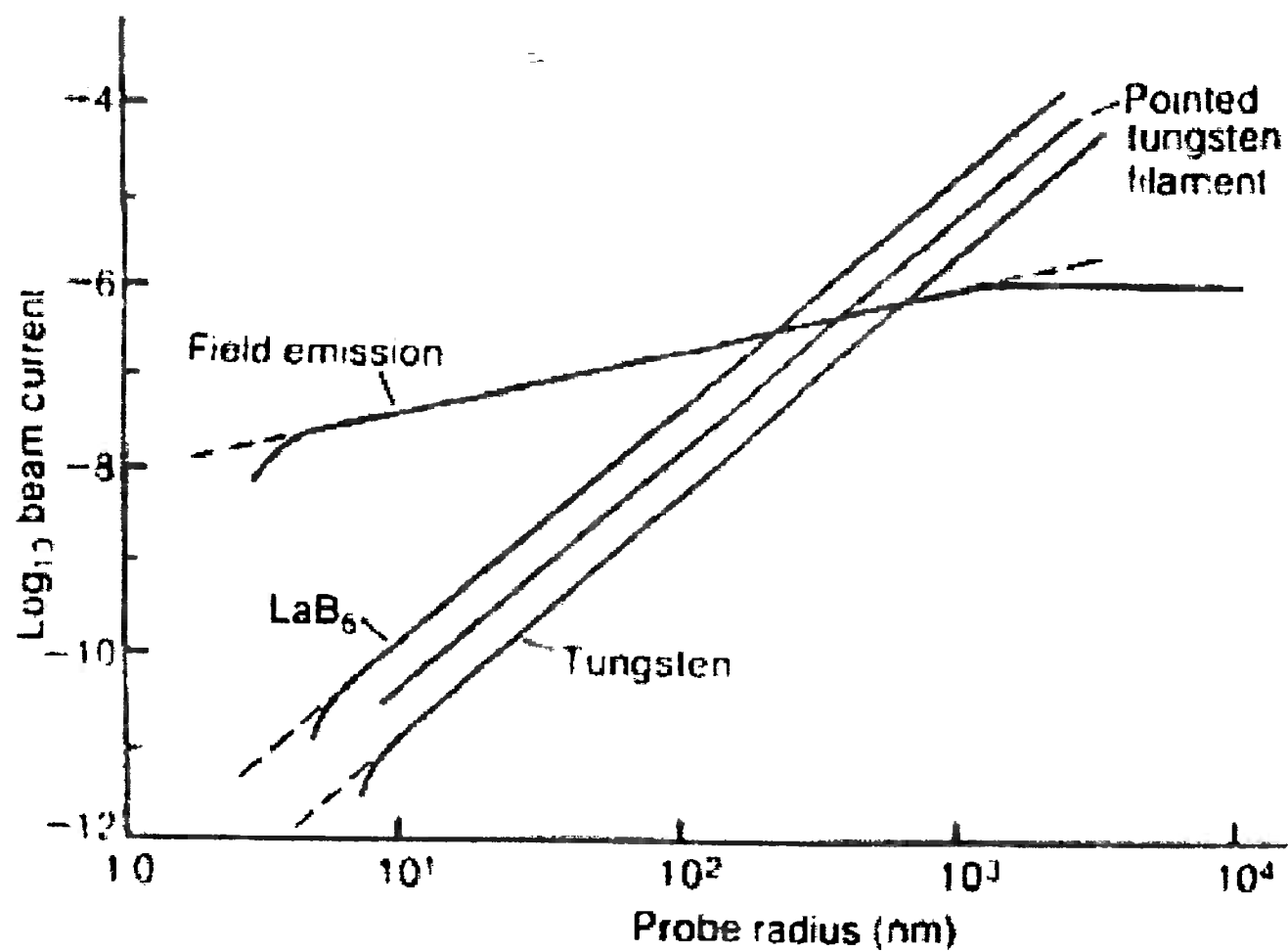


Fig. 8

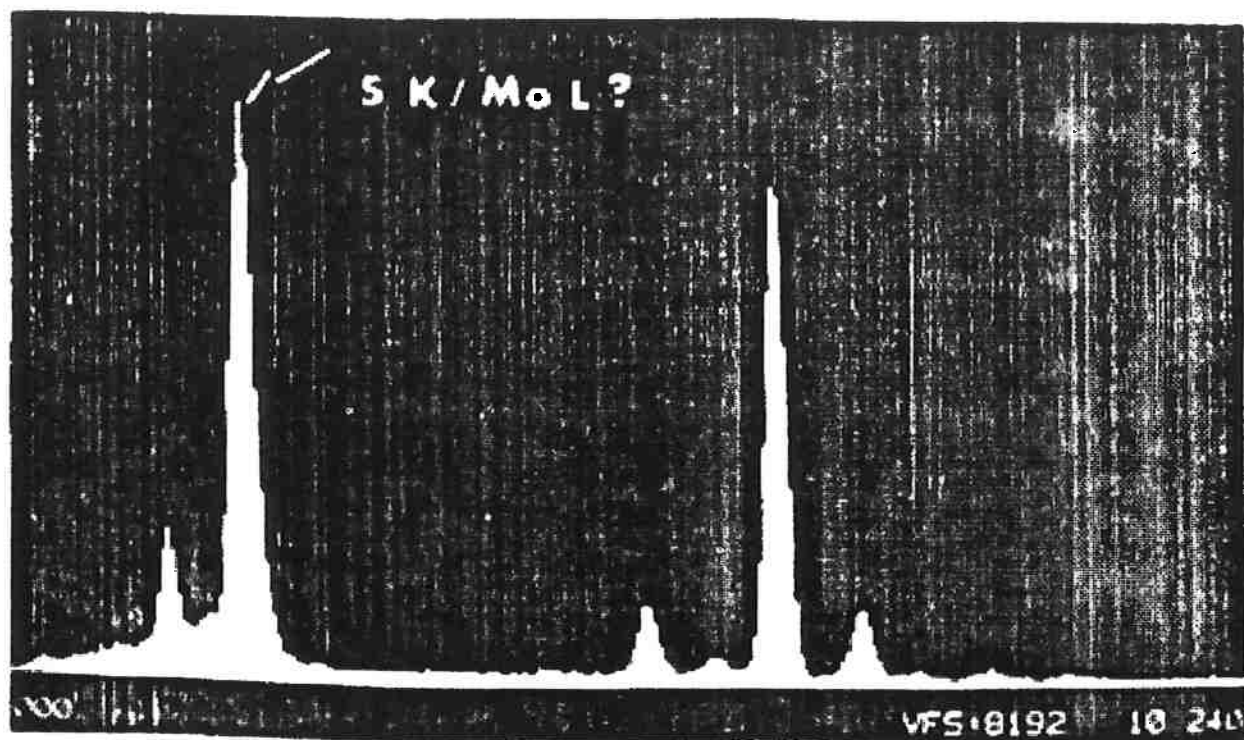


Fig. 9a

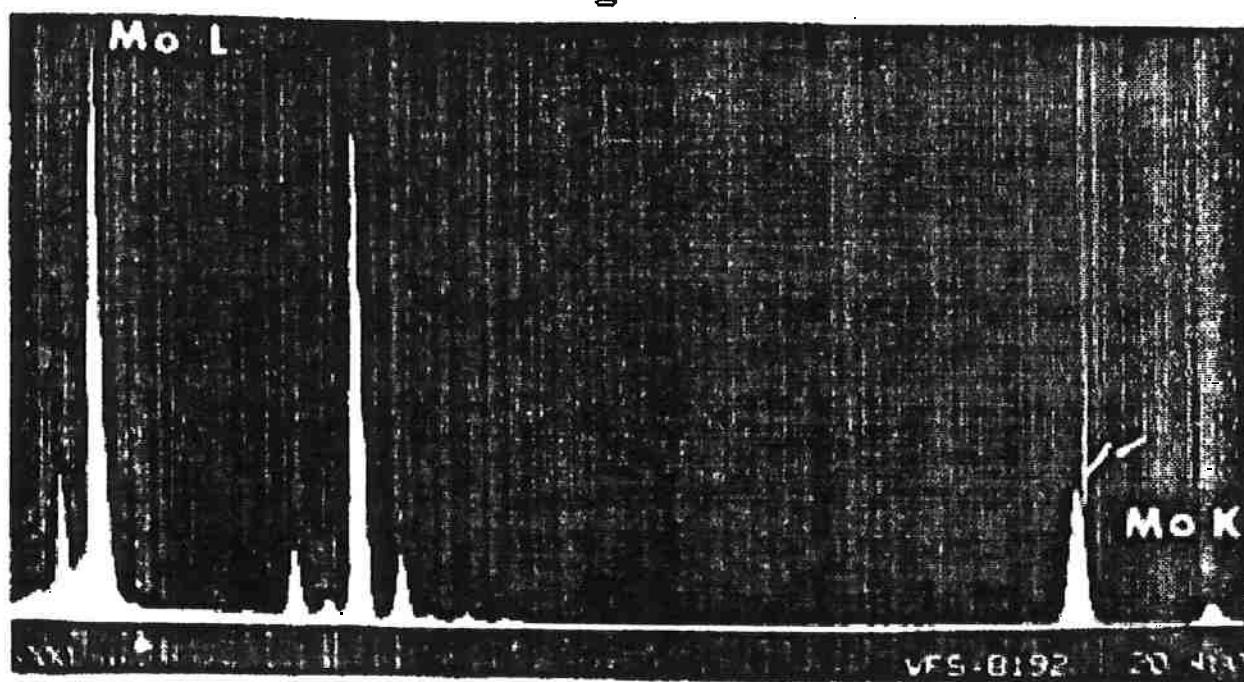


Fig. 9b

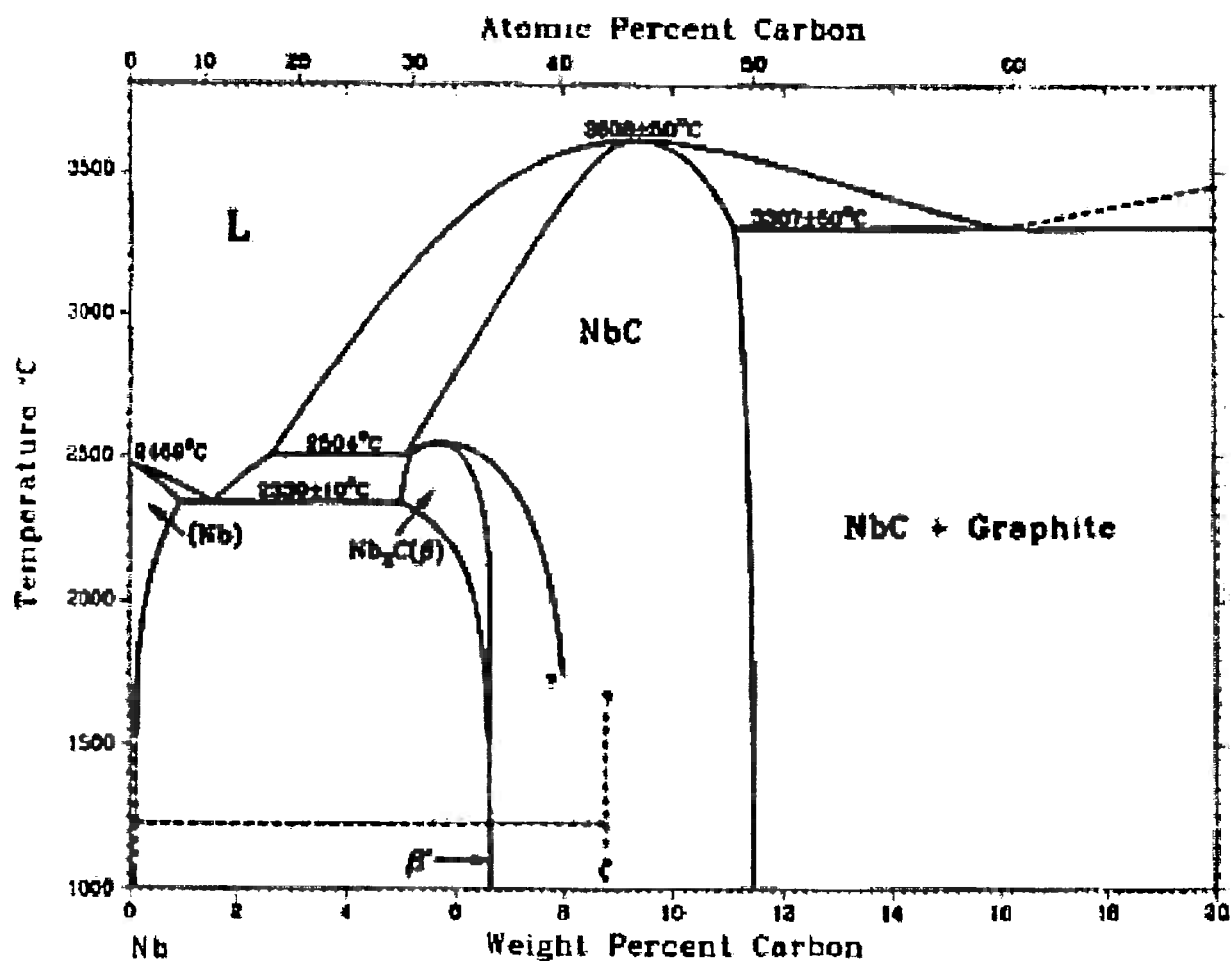


Fig. 10

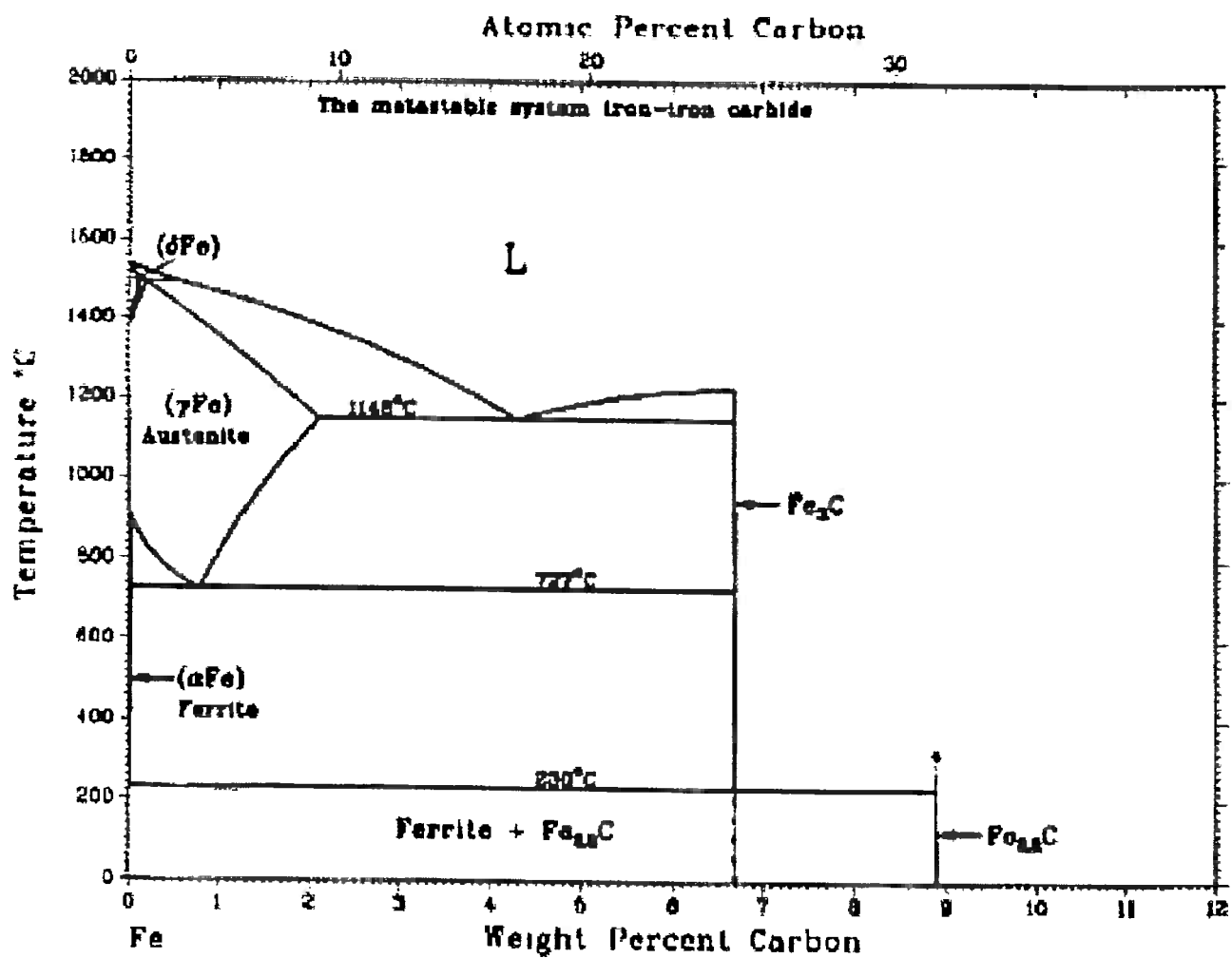


Fig. 11

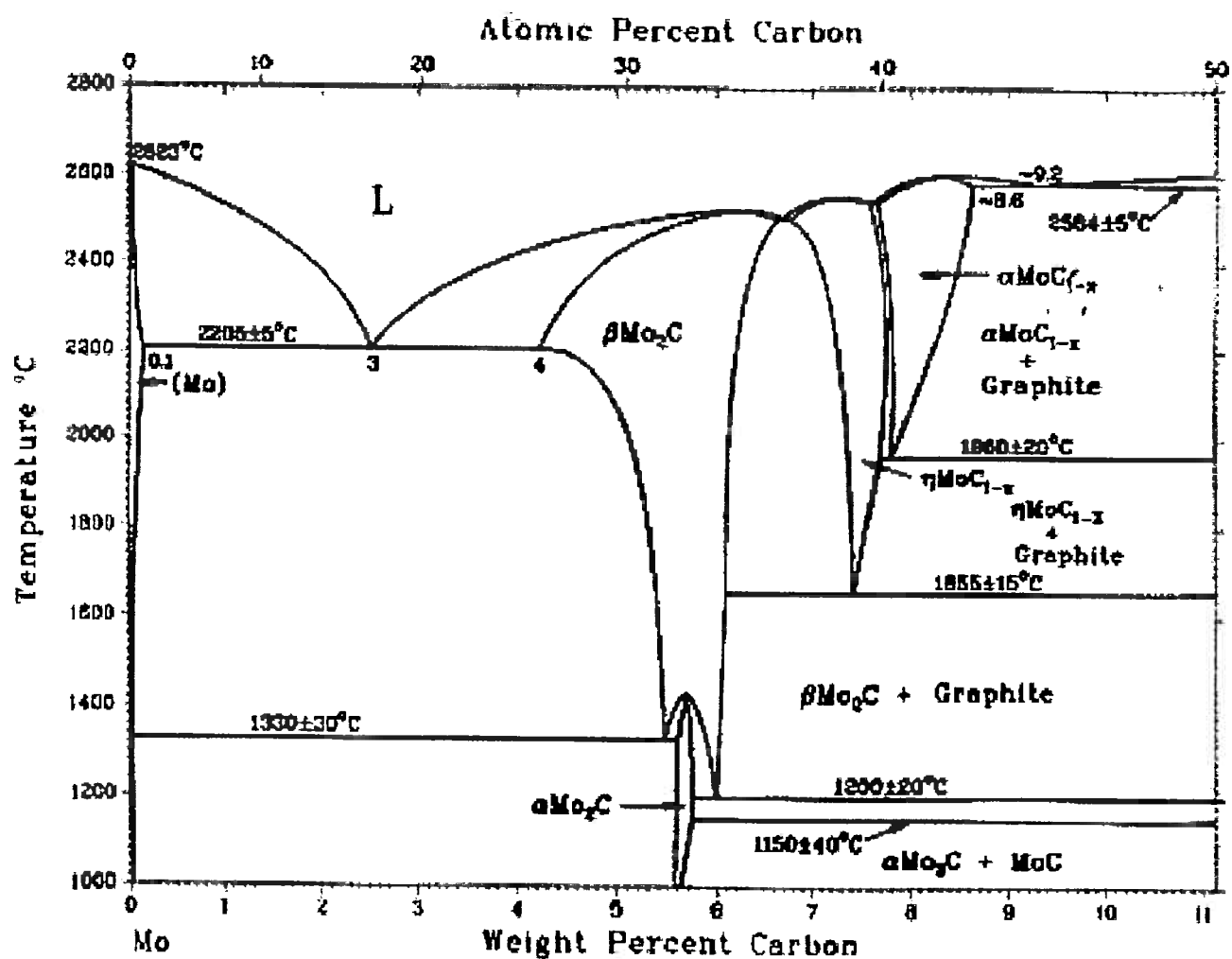


Fig. 12

C-Cr-Fe isothermal section at 1000 °C [88Ray]

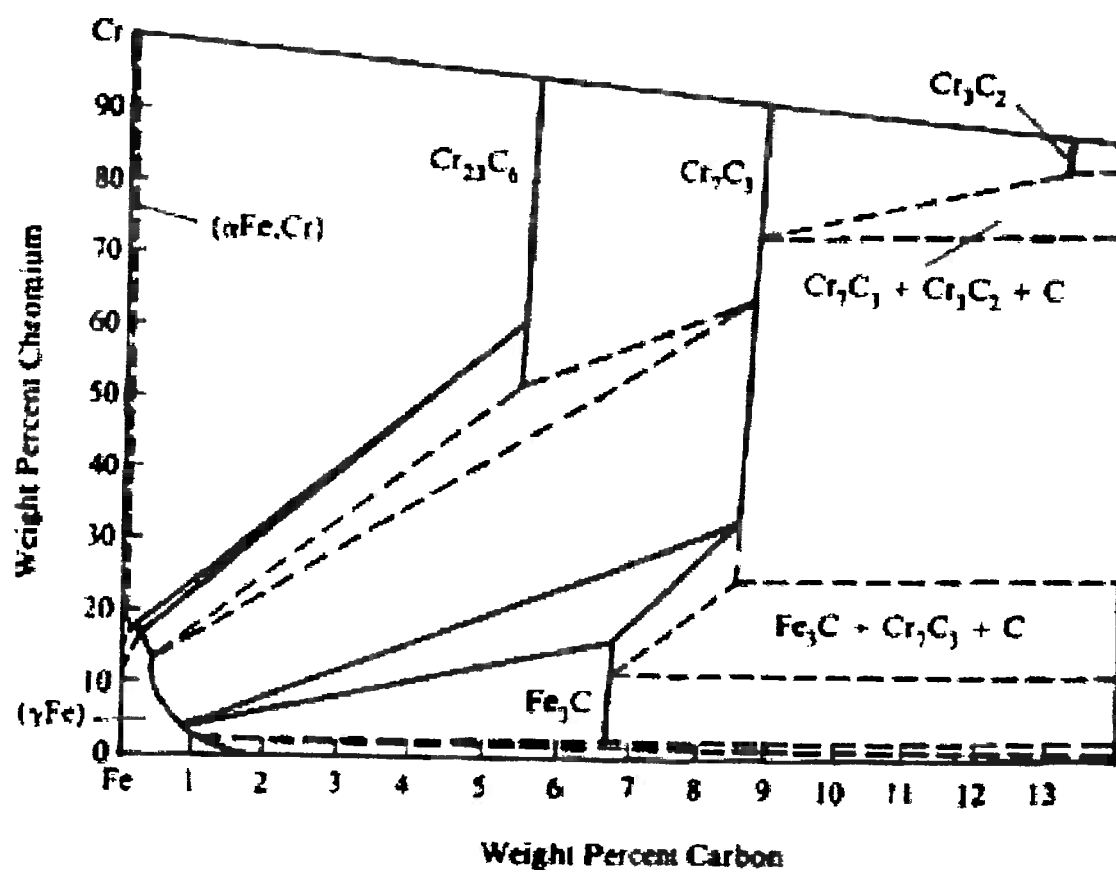


Fig. 13

GRÁFICO 1 - VARIAÇÃO DE TENSÃO (PHA=25%)

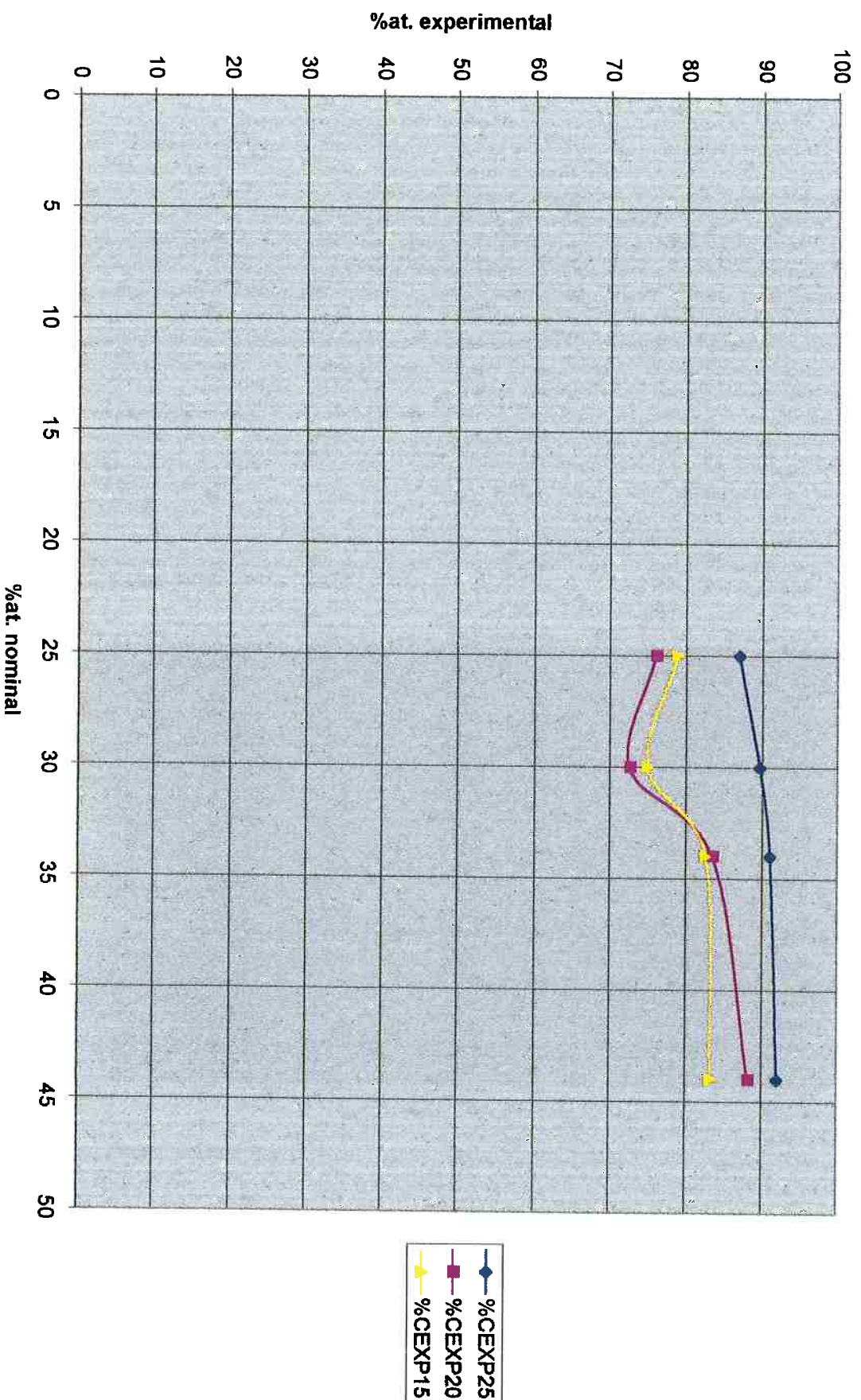


GRÁFICO 2 - VARIAÇÃO DE TENSÃO (PHA=15%)

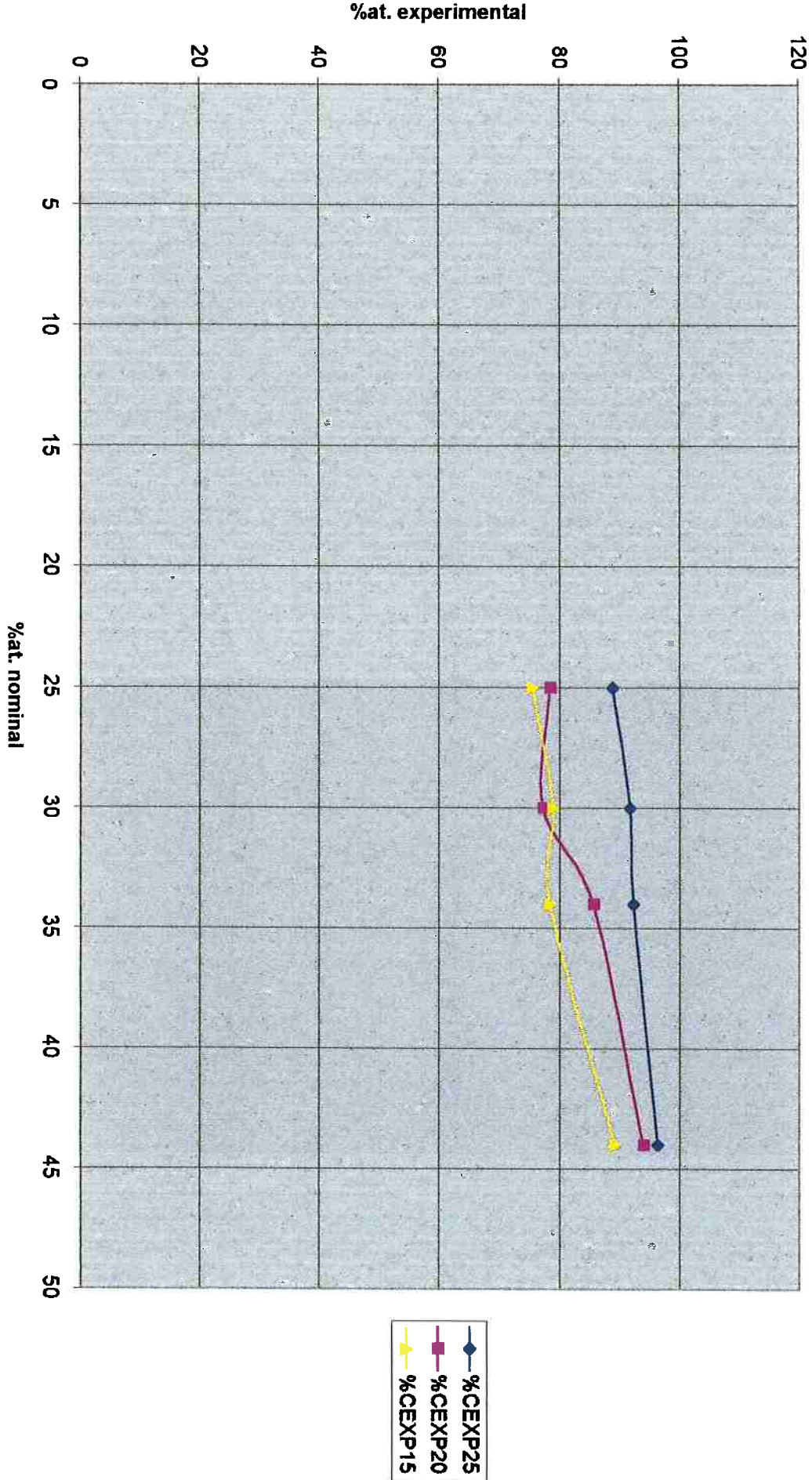


GRÁFICO 4 - VARIAÇÃO DO PHA PARA 20 KV

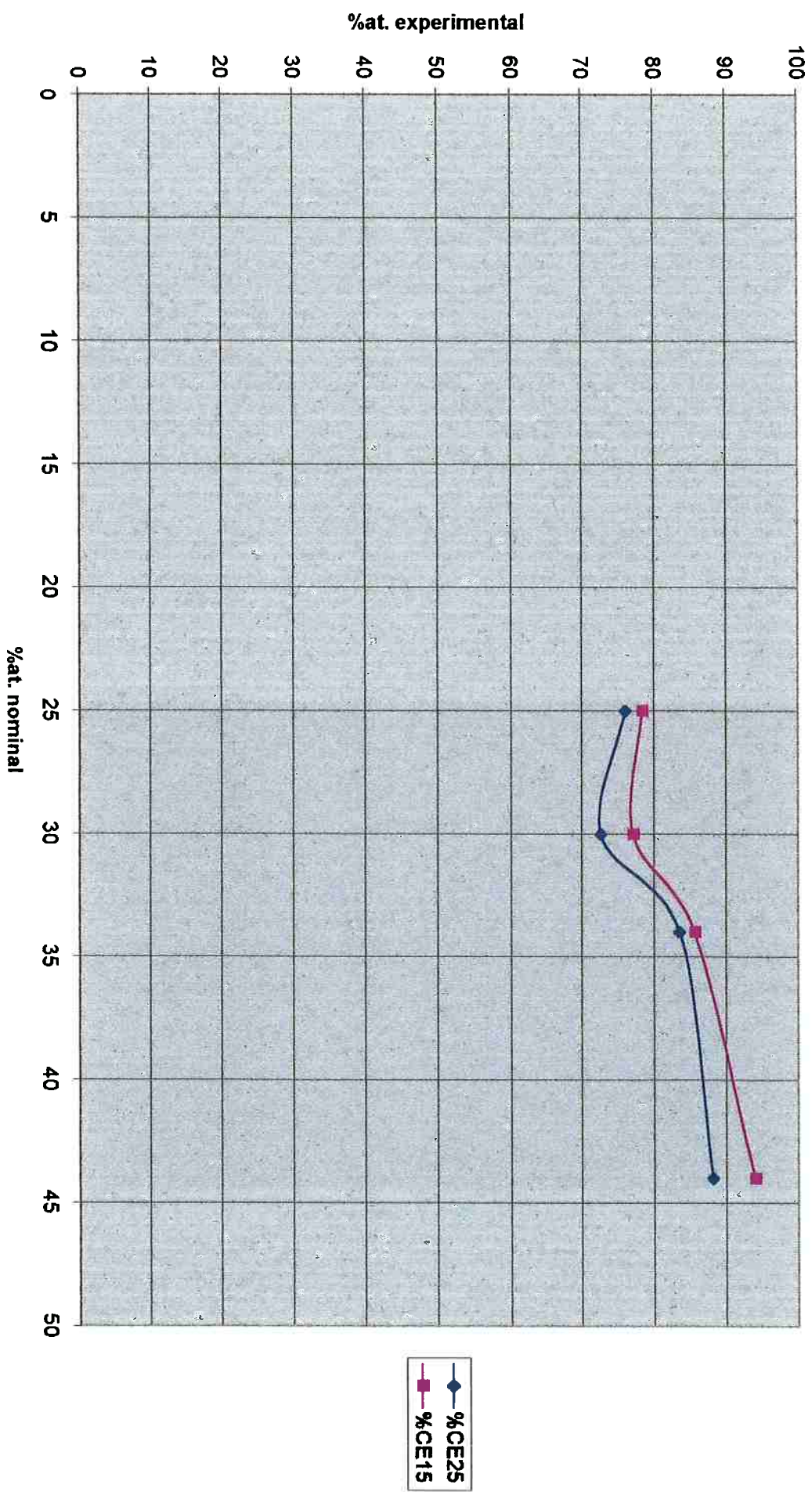


GRÁFICO 5 - VARIAÇÃO DE PHA PARA 15 kV

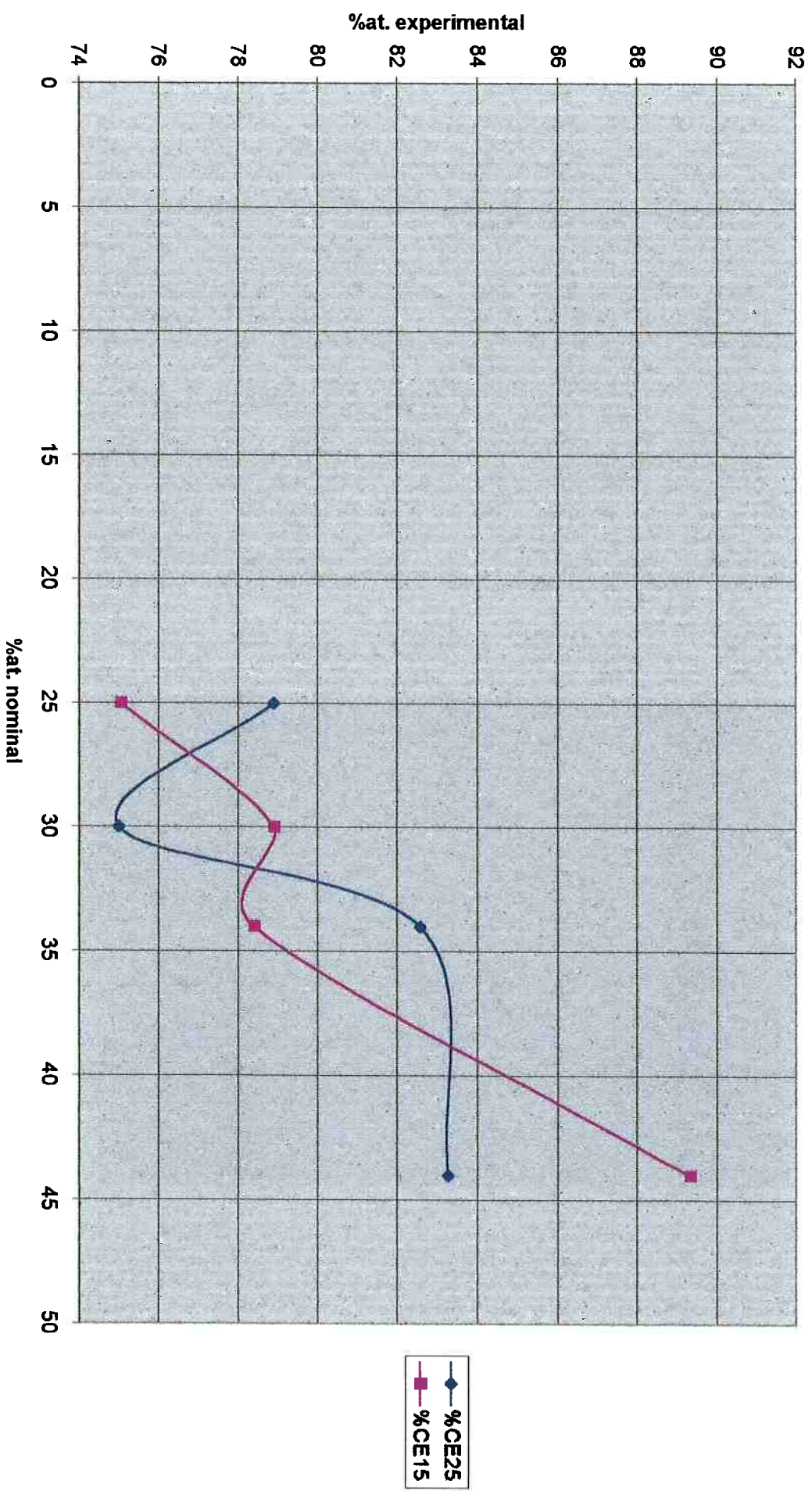
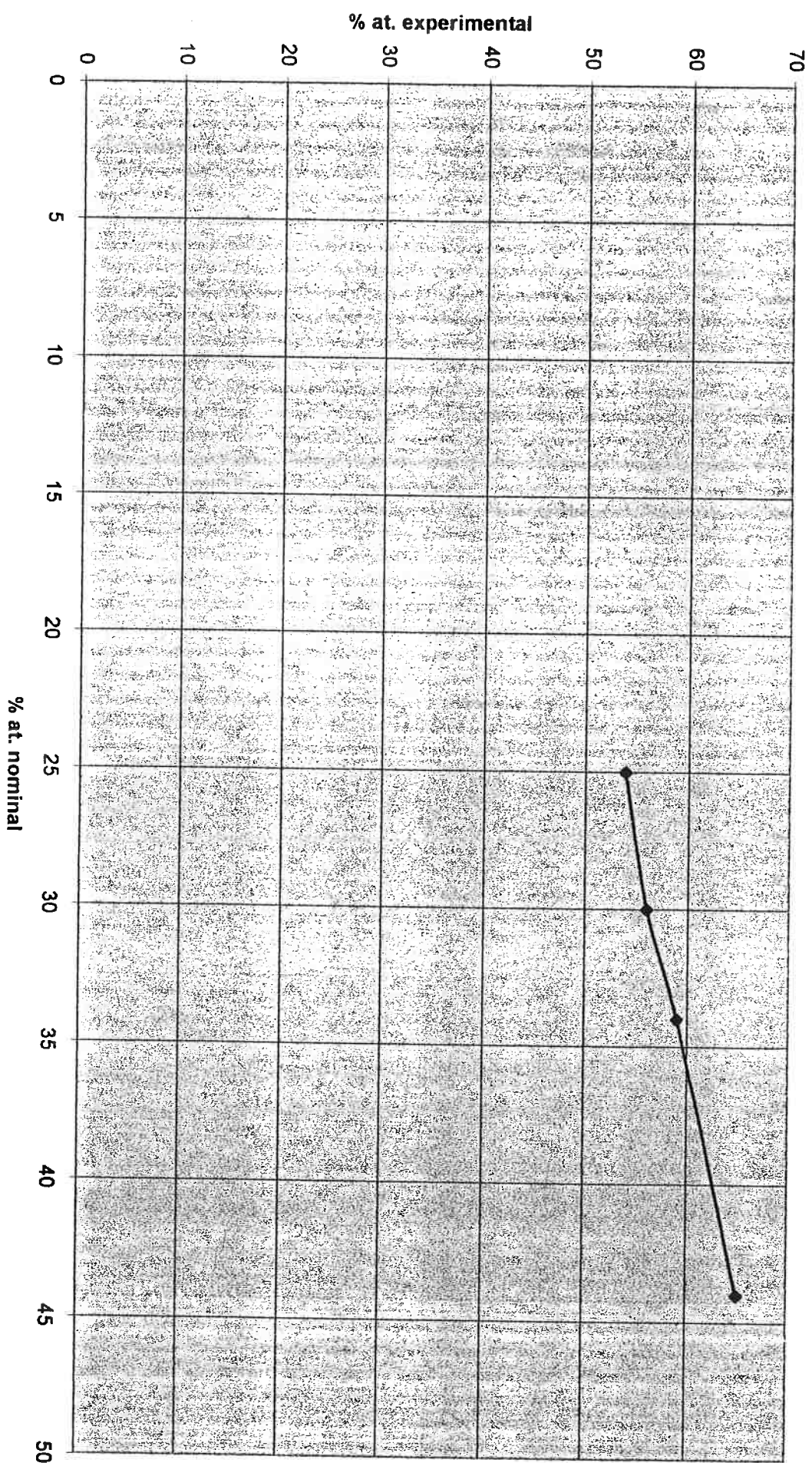


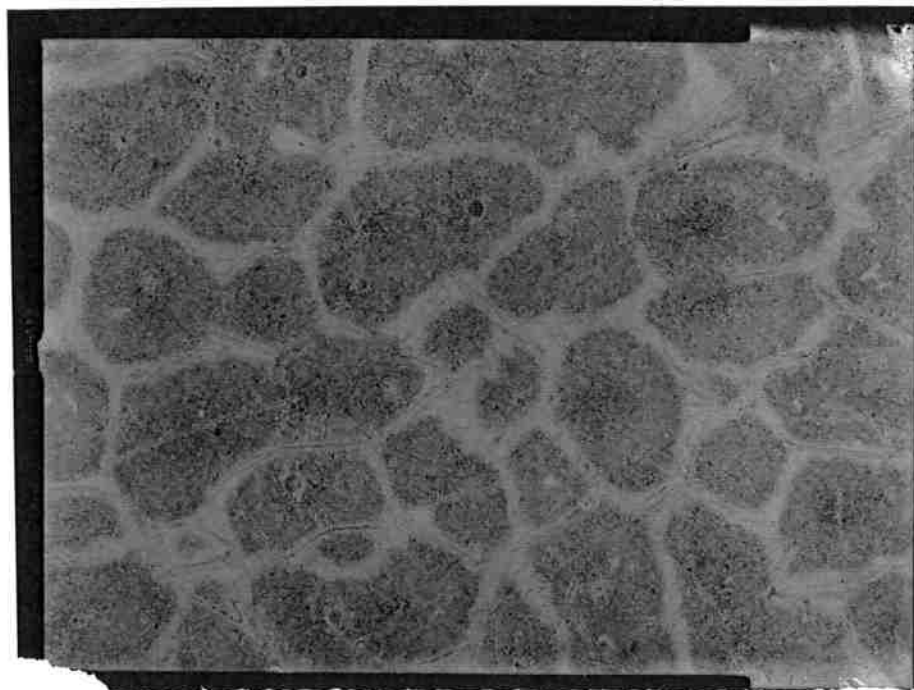
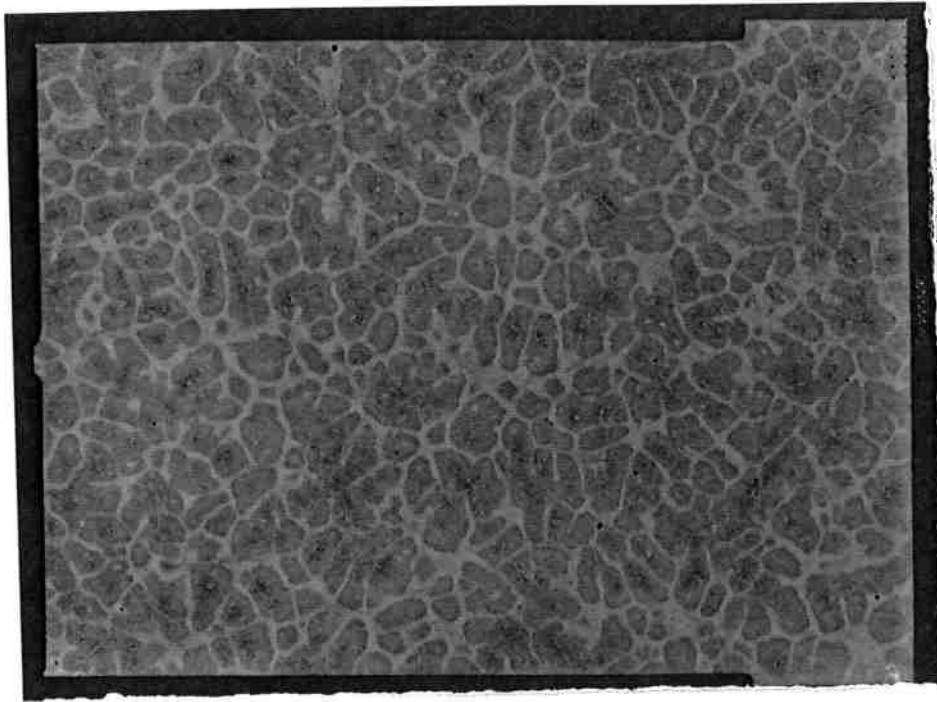
GRÁFICO 6 - CALIBRAÇÃO



ANEXO1

Aumentos: 100 X e 400 X, respectivamente

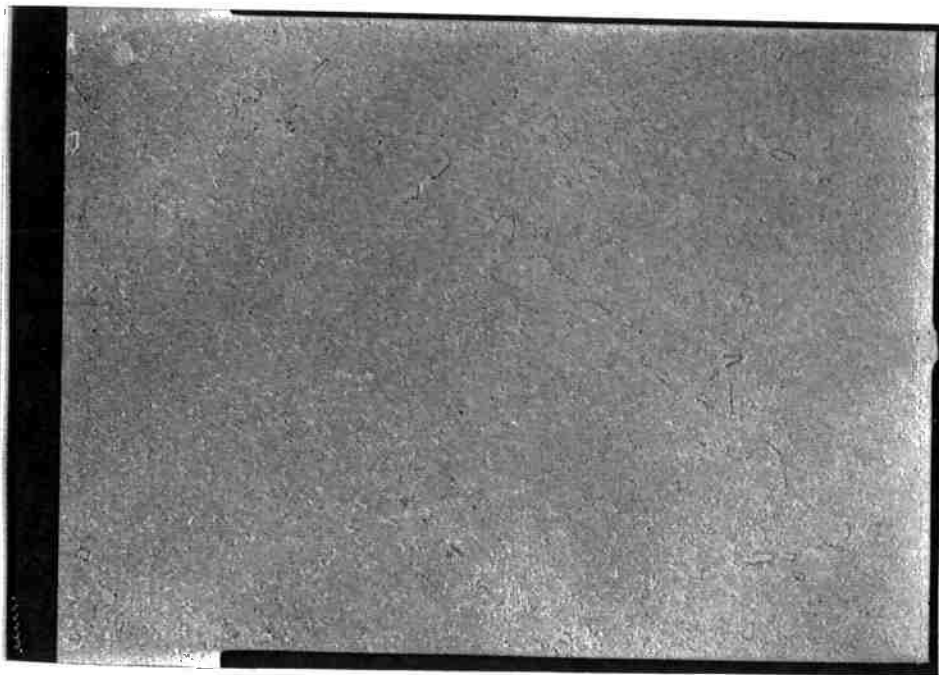
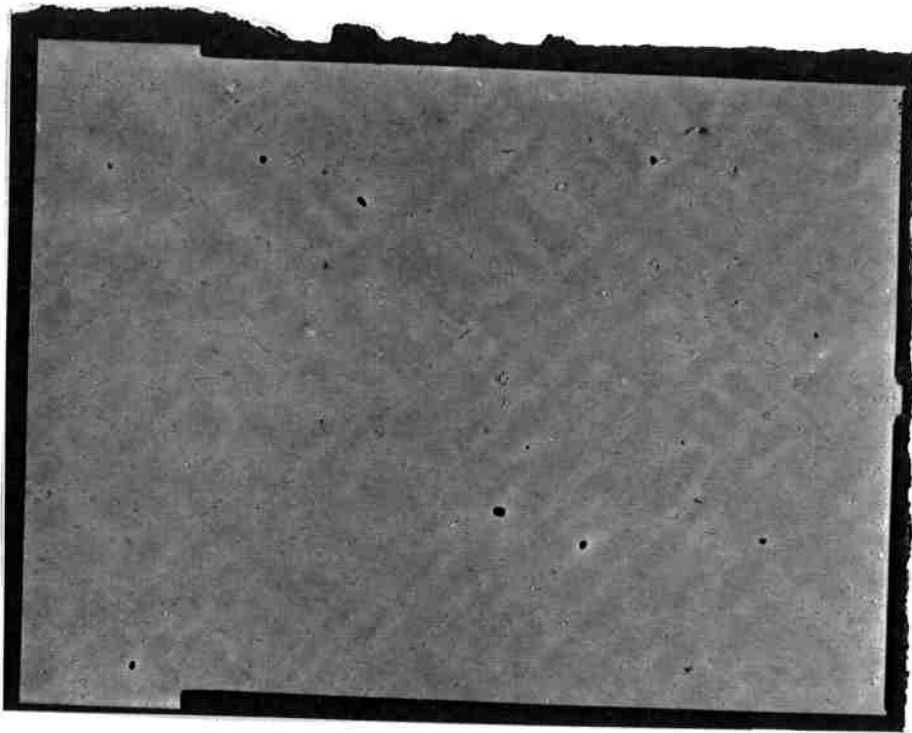
Ataque: Nital



FERRO FUNDIDO BRANCO: CARBONETOS (M_7C_3) EM CONTORNO DE GRÃO EM MATRIZ MARTENSÍTICA. MICROSCOPIA ÓPTICA

mento: 100 e 500 X, respectivamente

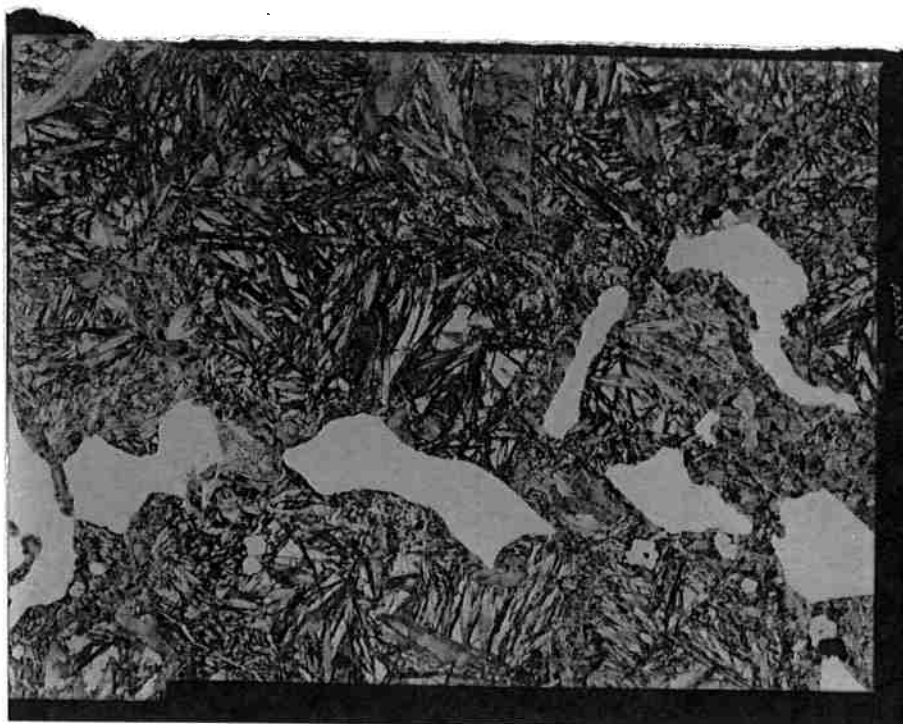
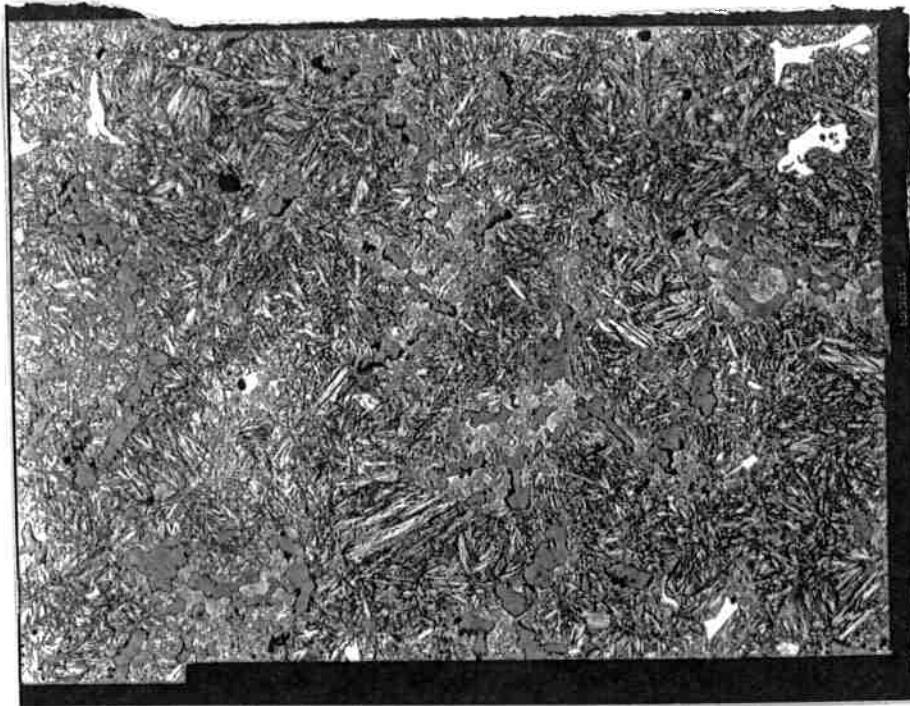
Ataque: Água régia



PERLIGA: MATRIZ GAMA – GAMA' E CARBONETOS PRECIPITADOS-
MICROSCOPIA ÓPTICA

Aumento: 100 e 400 X, respectivamente

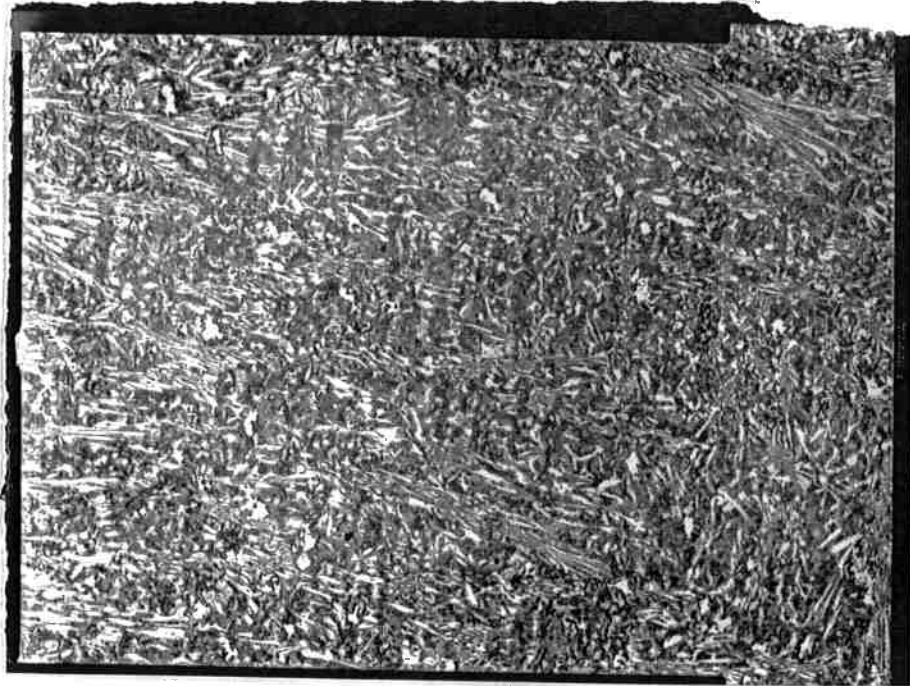
Ataque: Nital



AÇO FERRAMENTA: CARBONETOS (M_2C) EM MATRIZ MARTENSÍTICA.
MICROSCOPIA ÓPTICA.

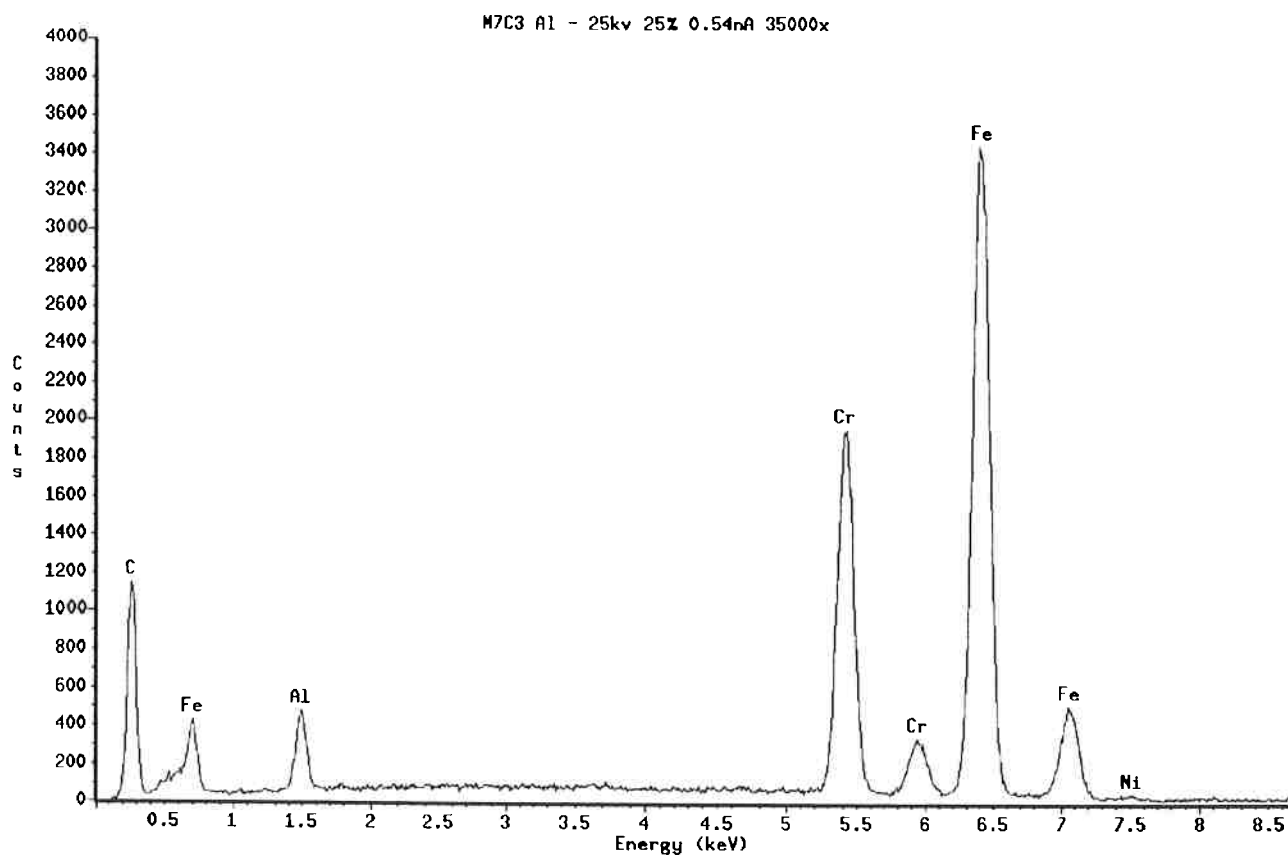
Aumentos: 100 X , 400 X, respectivamente

Ataque: Nital



FERRO FUNDIDO NODULAR: MATRIZ MARTENSÍTICA (FASE ESCURA), AUSTENITA RETIDA (FASE BRANCA) E CARBONETOS (DETERMINADOS POR DIFRATOMETRIA: M_3C). MICROSCOPIA ÓPTICA.

ANEXO2



M7C3 Al - 25kv 25% 0.54nA 35000x

Column : JEOL6300.Pioneer
 Take-off angle : 30
 Acquisition type : eds
 Creation time : 98/09/19 18:43
 Livetime : 201
 Deadtime : 52.35
 Channels : 2048
 Channel width : 10
 Detector type : Silicon/Lithium
 Window type : norvar
 Window thickness : 0.3
 Coating material : Al
 Coating thickness : 0.04
 Contact material : Au
 Contact thickness : 0.02
 Crystal thickness : 3

Accelerating voltage : 25
 Magnification : 35000
 Charge : 201
 Beam current : 0.54
 Beam spot size : 0
 Beam location : 0.0
 Working distance : 17
 Stage X : 0
 Stage Y : 0
 Stage Z : 0
 Stage tilt : 0
 Stage rotation : 0
 Contamination material : none
 Contamination thickness : 0

File name : /usr/home/voyager/spectra/GSA/Padrao2/M7C3Al_25kv_25.eds

Notes:

Sat Sep 19 18:39:14 1998

Livetime : 7.3 Sec.
 Technique: Least Squares Fit

Elements Present:

C (6), Fe(26), Al(13), Cr(24)

Energy	Intensity	Element
0.262	137	C Ka
0.711	82	Fe La1
1.499	170	Al Ka

at Sep 19 19:30:22 1998

7C3 Al - 25kv 25% 0.54nA 35000x

efit _Ni-K' _Ni-K"

efit _C -K" _Al-K"

hi-sqd = 3.28 Livetime = 201.0 Sec.

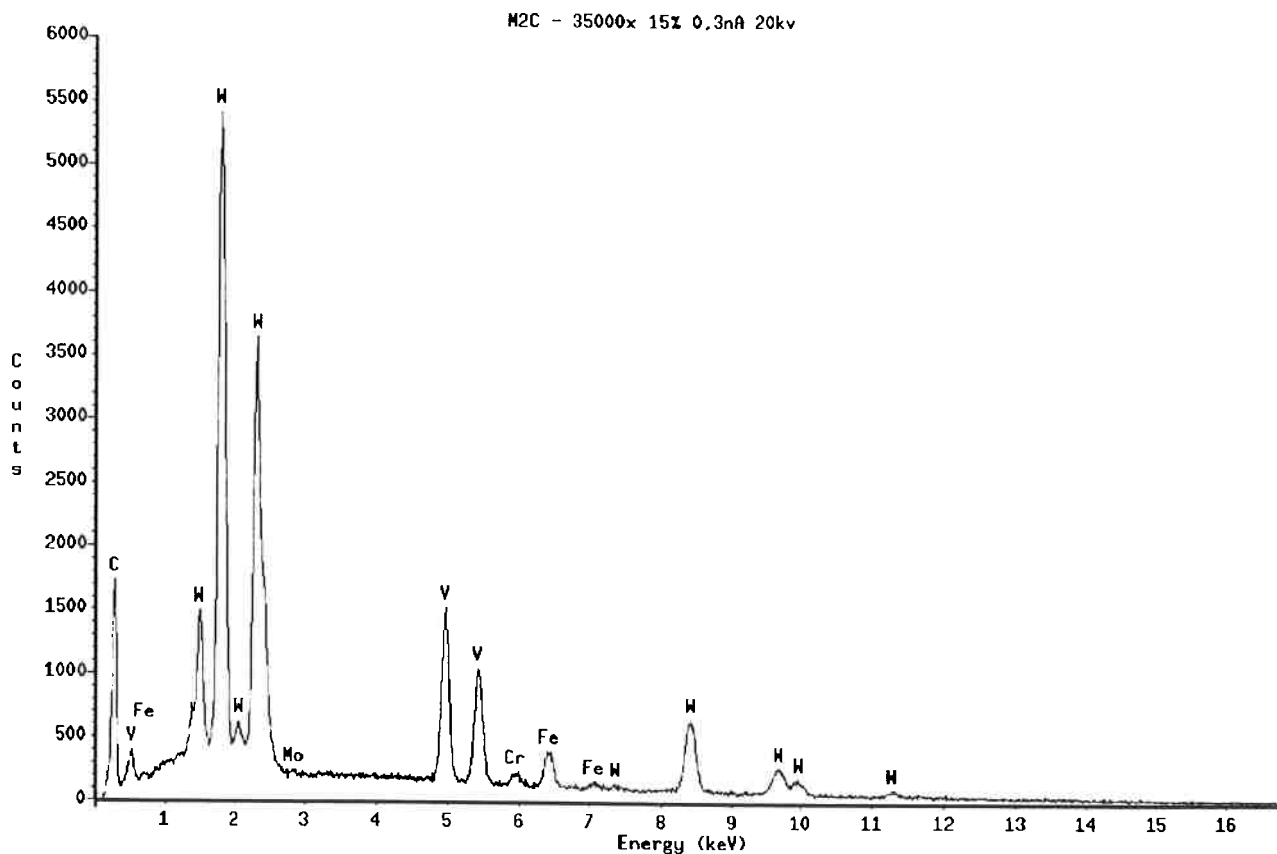
tandardless Analysis

lement	Relative k-ratio	Error (1-Sigma)	Net Counts	Error (1-Sigma)
C -K	0.46732 +/-	0.00379	9489 +/-	77
Fe-L	---	---	3348 +/-	117
Al-K	---	---	4044 +/-	66
Cr-K	0.15663 +/-	0.00149	30246 +/-	287
Fe-K	0.37425 +/-	0.00269	58459 +/-	420
Ni-K	0.00179 +/-	0.00052	221 +/-	64

adjustment Factors	K	L	M
Z-Balance:	0.00000	0.00000	0.00000
Shell:	1.00000	1.00000	1.00000

ROZA Correction Acc.Volt.= 25 kV Take-off Angle=30.00 deg
umber of Iterations = 9

lement	k-ratio (calc.)	ZAF	Atom %	Element Wt %	Wt % Err. (1-Sigma)
C -K	0.2589	2.541	89.77	65.79	+/- 0.53
Cr-K	0.0868	1.046	2.86	9.08	+/- 0.09
Fe-K	0.2074	1.206	7.34	25.01	+/- 0.18
Ni-K	0.0010	1.263	0.04	0.13	+/- 0.04
Total			100.00	100.00	



M2C - 35000x 15% 0.3nA 20kv

Column : JEOL5300,Pioneer
 Take-off angle : 30
 Acquisition type : eds
 Creation time : 98/09/11 20:44
 Livetime : 700
 Deadtime : 136.831
 Channels : 2048
 Channel width : 10
 Detector type : Silicon/Lithium
 Window type : norvar
 Window thickness : 0.3
 Coating material : Al
 Coating thickness : 0.04
 Contact material : Au
 Contact thickness : 0.02
 Crystal thickness : 3

Accelerating voltage : 20
 Magnification : 35000
 Charge : 700
 Beam current : 0.3
 Beam spot size : 0
 Beam location : 0.0
 Working distance : 16
 Stage X : 0
 Stage Y : 0
 Stage Z : 0
 Stage tilt : 0
 Stage rotation : 0
 Contamination material : none
 Contamination thickness : 0

File name :

Notes:

Fri Sep 11 20:33:52 1998

Livetime : 158.0 Sec.

Technique: Least Squares Fit

Elements Present:

C (6), V (23), W (74), Cr(24), Fe(26), Mo(42)

Possible Additional Elements:

Al(13), Yb(70), Re(75)

Energy	Intensity	Element
0.266	1639	C Ka

Fri Sep 11 20:47:02 1998

M2C - 35000x 15% 0,3nA 20kv

Refit _Fe-L' _Fe-L"

Refit _Cr-K" _Fe-K"

Refit _V -K"

Chi-sqd = 34.40 Livetime = 700.0 Sec.

Standardless Analysis

Element	Relative k-ratio	Error (1-Sigma)	Net Counts	Error (1-Sigma)
C -K	0.35114 +/-	0.00440	13565 +/-	170
V -L	---	---	2018 +/-	277
Fe-L	---	---	453 +/-	130
W -M	---	---	74378 +/-	512
Mo-L	0.18979 +/-	0.00207	58142 +/-	635
V -K	0.09686 +/-	0.00091	20429 +/-	191
Cr-K	0.05419 +/-	0.00083	10996 +/-	169
Fe-K	0.03253 +/-	0.00094	5070 +/-	146
W -L	0.27549 +/-	0.00799	16895 +/-	490

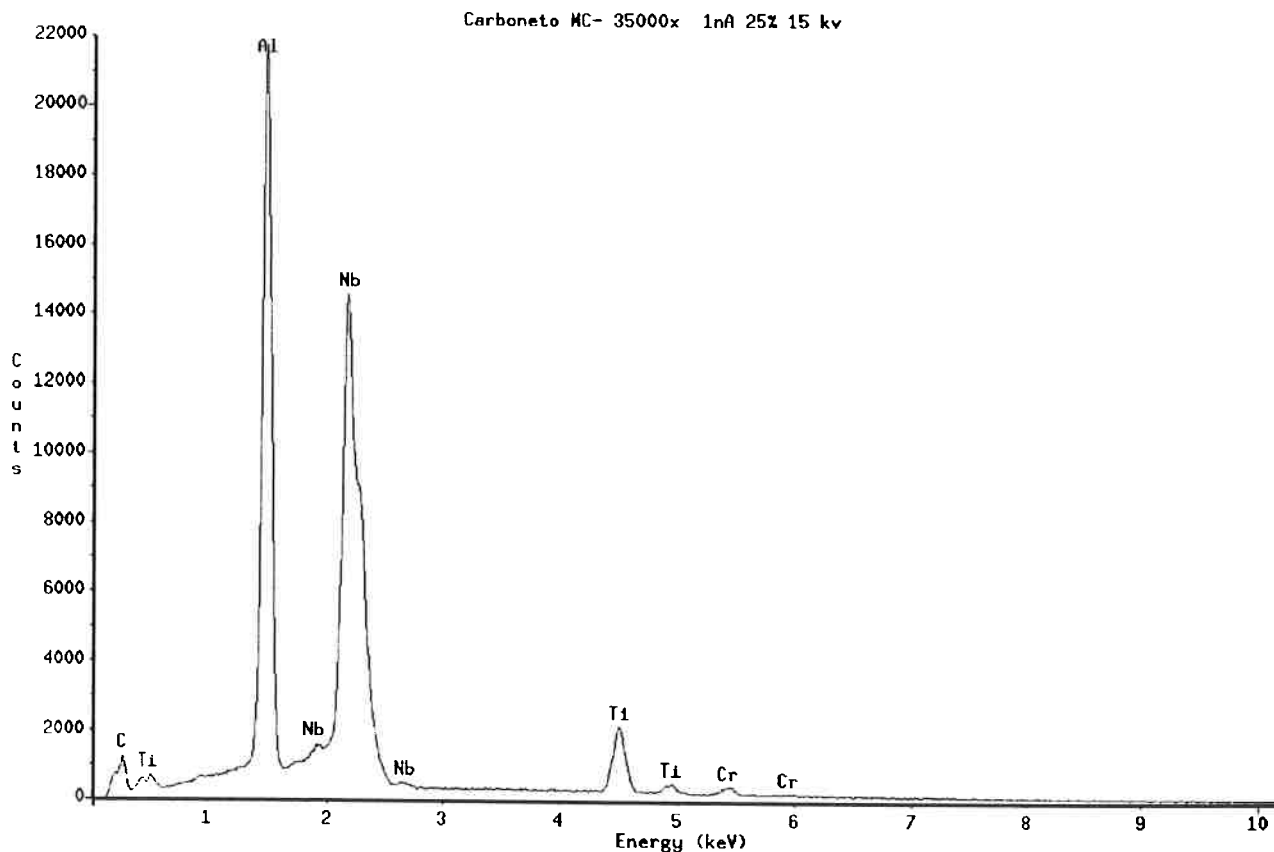
Adjustment Factors

	K	L	M
Z-Balance:	0.00000	0.00000	0.00000
Shell:	1.00000	1.00000	1.00000

PROZA Correction Acc.Volt.= 20 kV Take-off Angle=30.00 deg

Number of Iterations = 11

Element	k-ratio (calc.)	ZAF	Atom %	Element	Wt % Err. (1-Sigma)
C -K	0.1689	3.342	91.27	56.46	+/- 0.71
Mo-L	0.0913	1.489	2.75	13.60	+/- 0.15
V -K	0.0466	1.221	2.17	5.69	+/- 0.05
Cr-K	0.0261	1.170	1.14	3.05	+/- 0.05
Fe-K	0.0156	1.151	0.63	1.80	+/- 0.05
W -L	0.1325	1.464	2.05	19.41	+/- 0.56
Total			100.00	100.00	



```

Carboneto MC- 35000x 1nA 25% 15 kv
Column           : JEOL6300.Pioneer
Take-off angle   : 30
Acquisition type : eds
Creation time    : 98/09/11 18:38
Livetime         : 700
Deadtime         : 214.7
Channels         : 2048
Channel width    : 10
Detector type    : Silicon/Lithium
Window type      : norvar
Window thickness : 0.3
Coating material : Al
Coating thickness : 0.04
Contact material : Au
Contact thickness : 0.02
Crystal thickness : 3

Accelerating voltage : 15
Magnification        : 35000
Charge               : 700
Beam current         : 1
Beam spot size       : 0
Beam location        : 0.0
Working distance     : 16
Stage X              : 0
Stage Y              : 0
Stage Z              : 0
Stage tilt           : 0
Stage rotation       : 0
Contamination material : none
Contamination thickness : 0
  
```

File name :

Notes:

Fri Sep 11 18:23:35 1998

Livetime : 29.1 Sec.
Technique: Least Squares Fit

Elements Present:
C (6), Nb(41), Al(13), Ti(22)
Possible Additional Elements:
Br(35)

Energy	Intensity	Element
0.261	196	C Ka

Fri Sep 11 18:43:26 1998

Carboneto MC- 35000x 1nA 25% 15 kv

Chi-sqd = 72.10 Livetime = 700.0 Sec.

Standardless Analysis

Element	Relative k-ratio	Error (1-Sigma)	Net Counts	Error (1-Sigma)
C -K	0.13631 +/-	0.00357	8176 +/-	214
Ti-L	---	---	3353 +/-	332
Al-K	---	---	200103 +/-	545
Nb-L	0.68882 +/-	0.00393	231941 +/-	1323
Ti-K	0.15087 +/-	0.00191	27193 +/-	345
Cr-K	0.02400 +/-	0.00177	3444 +/-	254

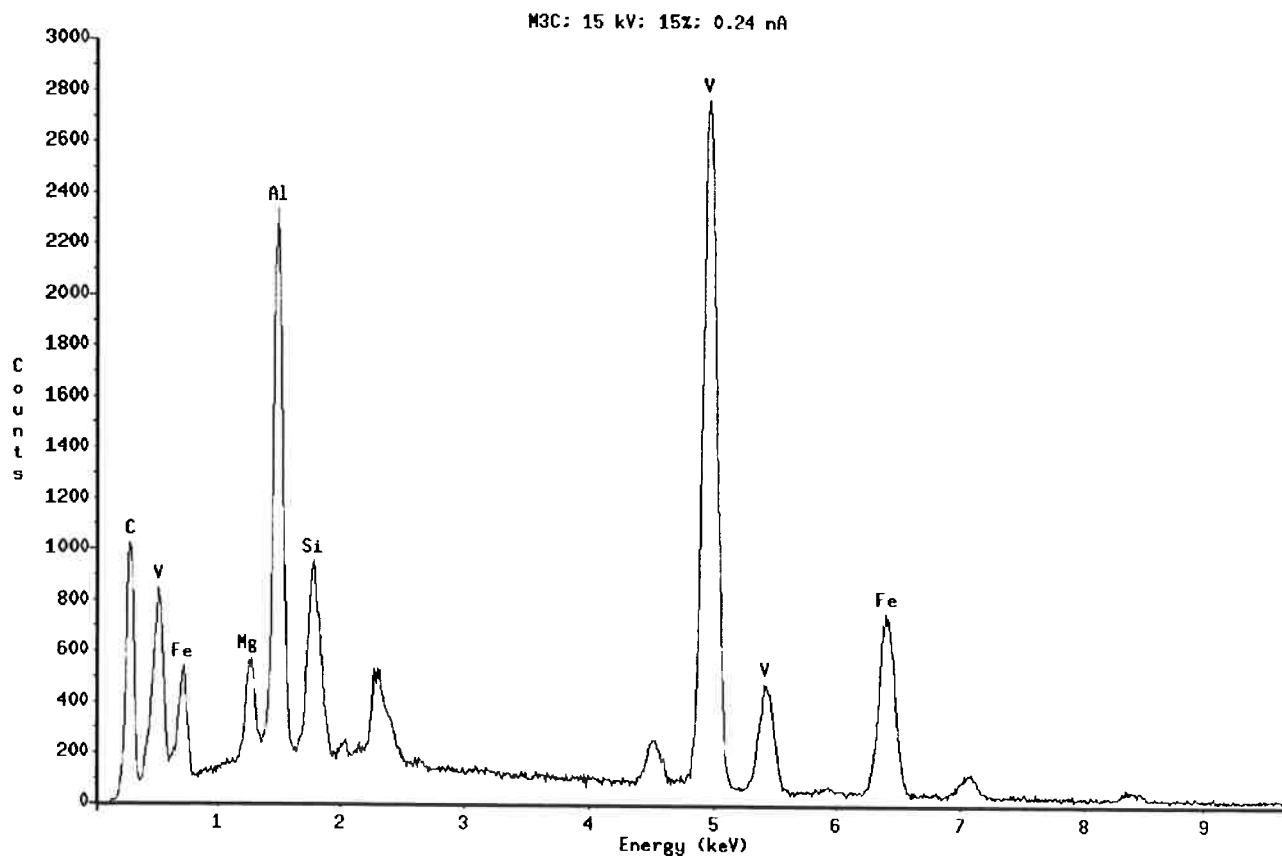
Adjustment Factors

	K	L	M
Z-Balance:	0.00000	0.00000	0.00000
Shell:	1.00000	1.00000	1.00000

PROZA Correction Acc.Volt.= 15 kV Take-off Angle=30.00 deg

Number of Iterations = 7

Element	k-ratio (calc.)	ZAF	Atom %	Element	Wt % Err. (1-Sigma)
C -K	0.0844	4.595	80.46	38.77	+/- 1.01
Nb-L	0.4264	1.140	13.04	48.62	+/- 0.28
Ti-K	0.0934	1.168	5.67	10.90	+/- 0.14
Cr-K	0.0149	1.149	0.82	1.71	+/- 0.13
Total			100.00	100.00	



M3C: 15 kV: 15z: 0.24 nA

Column : JEOL6300,Pioneer
 Take-off angle : 30
 Acquisition type : eds
 Creation time : 98/11/06 5:18
 Livetime : 801
 Deadtime : 105.396
 Channels : 2048
 Channel width : 10
 Detector type : Silicon/Lithium
 Window type : norvar
 Window thickness : 0.3
 Coating material : Al
 Coating thickness : 0.04
 Contact material : Au
 Contact thickness : 0.02
 Crystal thickness : 3

Accelerating voltage : 15
 Magnification : 35000
 Charge : 801
 Beam current : 0.24
 Beam spot size : 0
 Beam location : 0.0
 Working distance : 15
 Stage X : 0
 Stage Y : 0
 Stage Z : 0
 Stage tilt : 0
 Stage rotation : 0
 Contamination material : none
 Contamination thickness: 0

File name :

Notes:

Fri Nov 6 05:03:42 1998

Livetime : 9.2 Sec.
 Technique: Least Squares Fit

Elements Present:

C (6), V (23), Fe(26), Mg(12), Al(13),
 Si(14)

Possible Additional Elements:

Sr(38)

Energy Intensity Element

ri Nov 6 05:21:02 1998

3C; 15 kV; 15%; 0.24 nA

hi-sqd = 16.74 Livetime = 801.0 Sec.

tandardless Analysis

lement	Relative k-ratio	Error (1-Sigma)	Net Counts	Error (1-Sigma)
C -K	0.25328 +/-	0.00425	7929 +/-	133
V -L	---	---	7448 +/-	308
Fe-L	---	---	4172 +/-	201
Mg-K	---	---	3490 +/-	196
Al-K	---	---	19238 +/-	317
Si-K	---	---	7428 +/-	276
V -K	0.51706 +/-	0.00386	42008 +/-	314
Fe-K	0.22966 +/-	0.00450	11896 +/-	233

djustment Factors	K	L	M
Z-Balance:	0.00000	0.00000	0.00000
Shell:	1.00000	1.00000	1.00000

ROZA Correction Acc.Volt.= 15 kV Take-off Angle=30.00 deg
umber of Iterations = 5

lement	k-ratio (calc.)	ZAF	Atom %	Element Wt %	Wt % Err. (1-Sigma)
C -K	0.1739	2.379	75.50	41.38	+/- 0.69
V -K	0.3551	1.123	17.16	39.89	+/- 0.30
Fe-K	0.1577	1.187	7.35	18.72	+/- 0.37
Total			100.00	100.00	

ANEXO3

35-0787 Wavelength= 1.5405981

α -Mo ₂ C	d Å	Int	h	k	l
Molybdenum Carbide	2.60824	20	1	0	0
	2.36727	25	0	0	2
	2.28550	100	1	0	1
	1.75330	20	1	0	2
	1.50593	17	1	1	0
Rad.: CuK α 1 λ : 1.5405 Filter: Graph Mono. d-sp: Diffractometer	1.35027	17	1	0	3
Cut off: Int.: Diffract. 1/lcor.:	1.30447	2	2	0	0
Ref: Natl. Bur. Stand. (U.S.) Monogr. 25. 21. 95 (1984)	1.27046	15	1	1	2
	1.25800	10	2	0	1
	1.18400	3	0	0	4
	1.14232	3	2	0	2
Sys.: Hexagonal S.G.: P6 ₃ /mmc (194)	1.07793	2	1	0	4
a: 3.0124(4) b: c: 4.7352(7) A: C: 1.5719	1.00561	3	2	0	3

α : β : γ : Z: 1 mp:

Ref: Ibid.

Dx: 9.098 Dm: SS/FOM: F₁₃=79(.0127, 13)

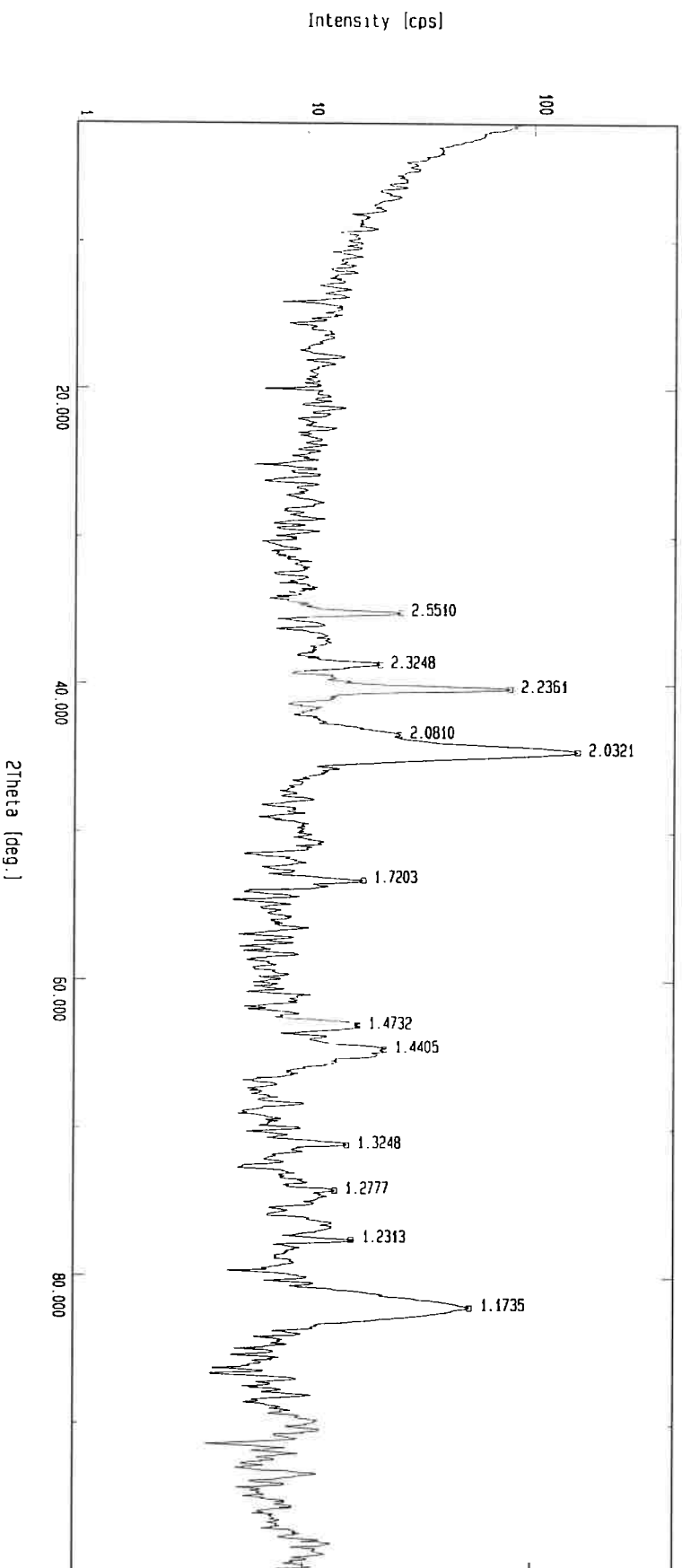
Color: Black

Peak height intensity. The mean temperature of data collection was 23.6 C. The sample was obtained from CERAC, Incorporated, Milwaukee, Wisconsin, USA. It contained a small percent of MoC. CAS #: 12069-89-5. Spectrographic analysis (wt.%, CERAC, Incorporated): Fe, Ni, Si 0.1-0.2; Al, As, Cr, Cu, Mg, Mn, Ti 0.05-0.1; V 0.01-0.1; Sn 0.001; Ag, Cd 0.0005-0.005. Dx for Mo₂C 0.97. $\sigma(I_{\text{obs}}) = \pm 2$. Fe₂N type. Silicon used as an internal stand. PSC: hP3. To replace 11-680. Mwt: 203.89. Volume[CD]: 37.21.

Peak search

Sample	: M2C	[Smoothing	: mode : Automatic Savitzky-Golay's	Points	: 9
File	: LCFM - 1246.0157	[B.G. elimination	:		
Comment	: LPPMM/DIMET	[Ka2 elimination	:		
Date	: 15-Oct-98 14:26	[Peak search	:		
Operator	: RINI				

Typical width : 0.13
Minimum height : 50.000



Peak search

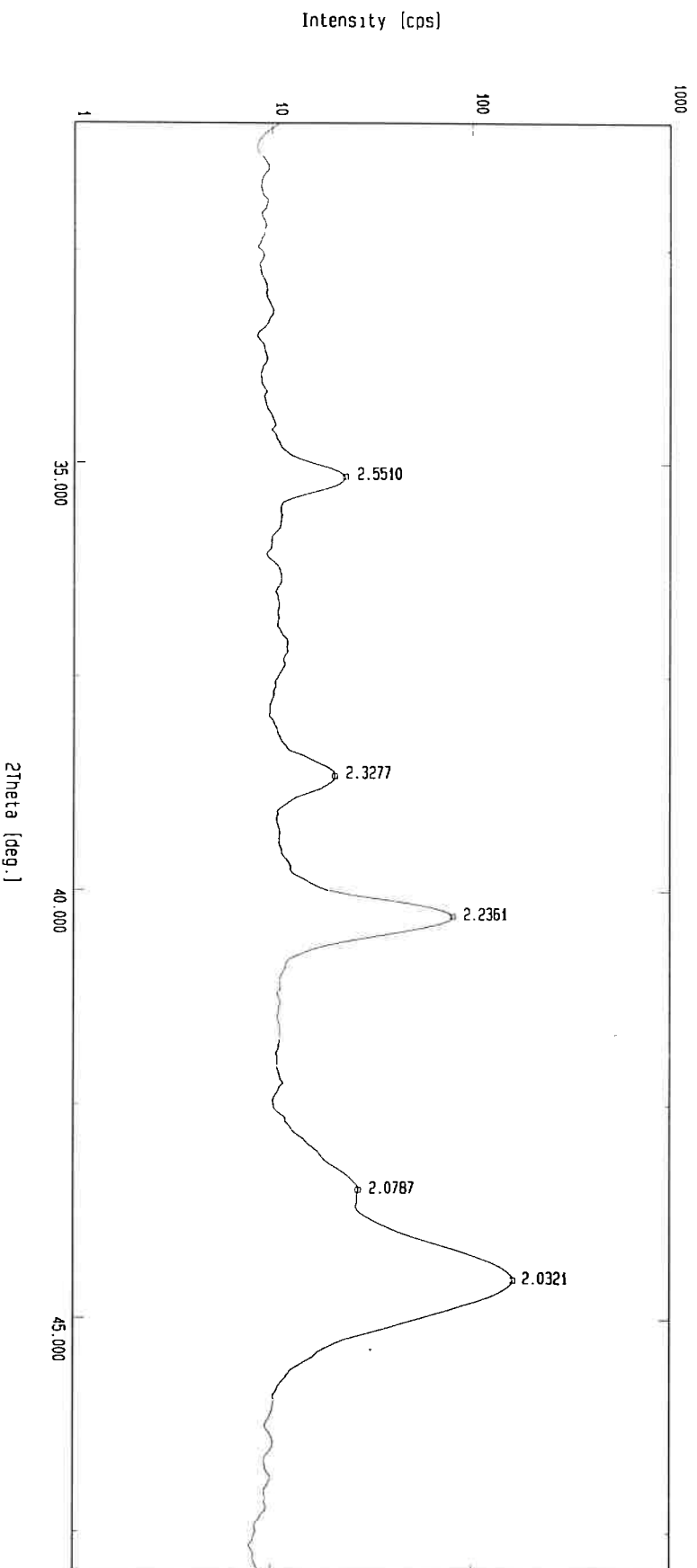
Sample : M2C File : LCFM - 1246.0157 Comment : LMPMM/DIMET
Date : 15-Oct-98 14:26 Operator : RINT

Peak No.	2Theta	FWHM	d-value	Intensity	I/Io	Peak No.	2Theta	FWHM	d-value	Intensity	I/Io
1	35.150	xxxxx	2.5510	26	17						
2	38.700	xxxxx	2.3248	21	14						
3	40.300	0.294	2.2361	80	52						
4	43.450	xxxxx	2.0810	26	17						
5	44.550	0.412	2.0321	153	100						
6	53.200	xxxxx	1.7203	18	12						
7	63.050	xxxxx	1.4732	17	11						
8	64.650	xxxxx	1.4405	23	15						
9	71.100	xxxxx	1.3248	16	10						
10	74.150	xxxxx	1.2777	14	9						
11	77.450	xxxxx	1.2313	16	11						
12	82.050	xxxxx	1.1735	54	35						

Peak search

Sample	: M2C	[Smoothing	] mode : Automatic Savitzky-Golay's Points	: 9
File	: LCFM - 1246.0156	[B.G. elimination	]	
Comment	: LPPMM/DIMET	[K _α 2 elimination	]	
Date	: 13-Oct-98 22:33	[Peak search	]	
Detector	: RINT			

Typical width : 0.13
Minimum height : 50.000



Peak search

Sample : M2C File : LCFM - 1246.0156 Comment : LMPMM/DIMET
Date : 13-Oct-98 22:33 Operator : RINT

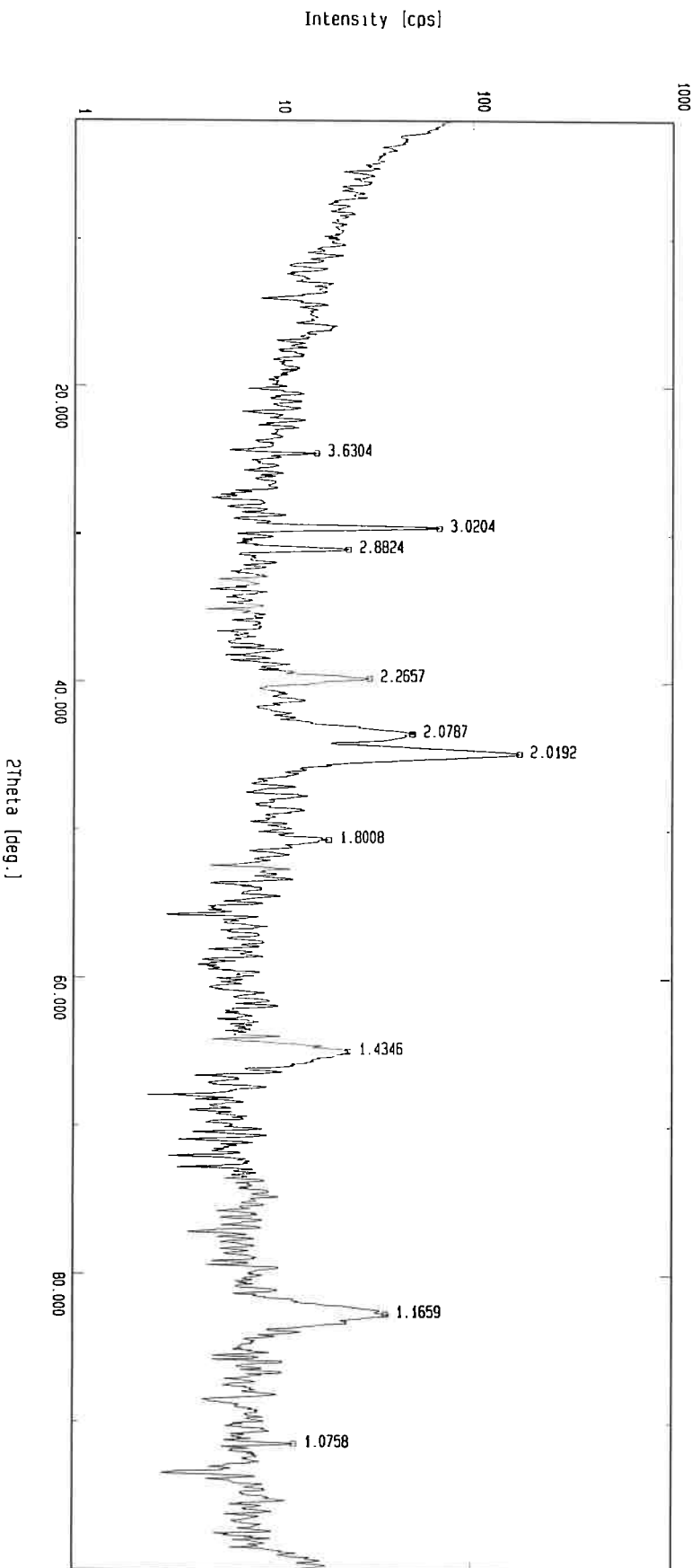
Peak No.	2Theta	FWHM	d-value	Intensity	I/Io	Peak No.	2Theta	FWHM	d-value	Intensity	I/Io
1	35.150	*****	2.5510	24	15						
2	38.650	*****	2.3277	21	13						
3	40.300	0.294	2.2361	80	50						
4	43.500	*****	2.0787	27	17						
5	44.550	0.588	2.0321	161	100						

06-0670		Wavelength= 1.9373				
Fe3C		d Å	Int	h	k	l
Iron Carbide		2.38000	40	1	0	0
		2.16900	60	0	0	2
		2.08500	100	1	0	1
		1.60700	60	1	0	2
		1.37700	60	1	1	0
Rad.: FeKα	λ: 1.9373	Filter: Beta	d-sp: 71.62			
Cut off:	Int.: Estimation		I/Icor.:			
Ref: Hofer et al., J. Am. Chem. Soc., 71, 189 (1949)						
Sys.: Hexagonal		S.G.:				
a: 2.754	b:	c: 4.349	A:	C: 1.5792		
α:	β:	γ:	Z:	mp:		
Ref: Ibid.						
Dx:	Dm:	SS/FOM: F 7=8(.083, 11)				
CAS #: 12169-32-3. This hexagonal form decomposes above 300° to Hagg (chi) carbide which decomposes in one hour at 550° to cementite and free carbon. May be subcell of ε carbide a=4.767, c=4.349. Deleted by 36-1249. Mwt: 179.55. Volume[CD]: 28.57.						

Peak search

Sample	: M3C	[Smoothing	: mode : Automatic Savitzkey-Golay's Points	: 7
File	: LCFM - 1244.0157	[B.G. elimination	:	
Comment	: LMPKM/DIMET	[k _{az} elimination	:	
Date	: 15-Oct-98 12:46	[Peak search	:	
Operator	: RINT			

Typical width : 0.13
Minimum height : 50.000



Peak search

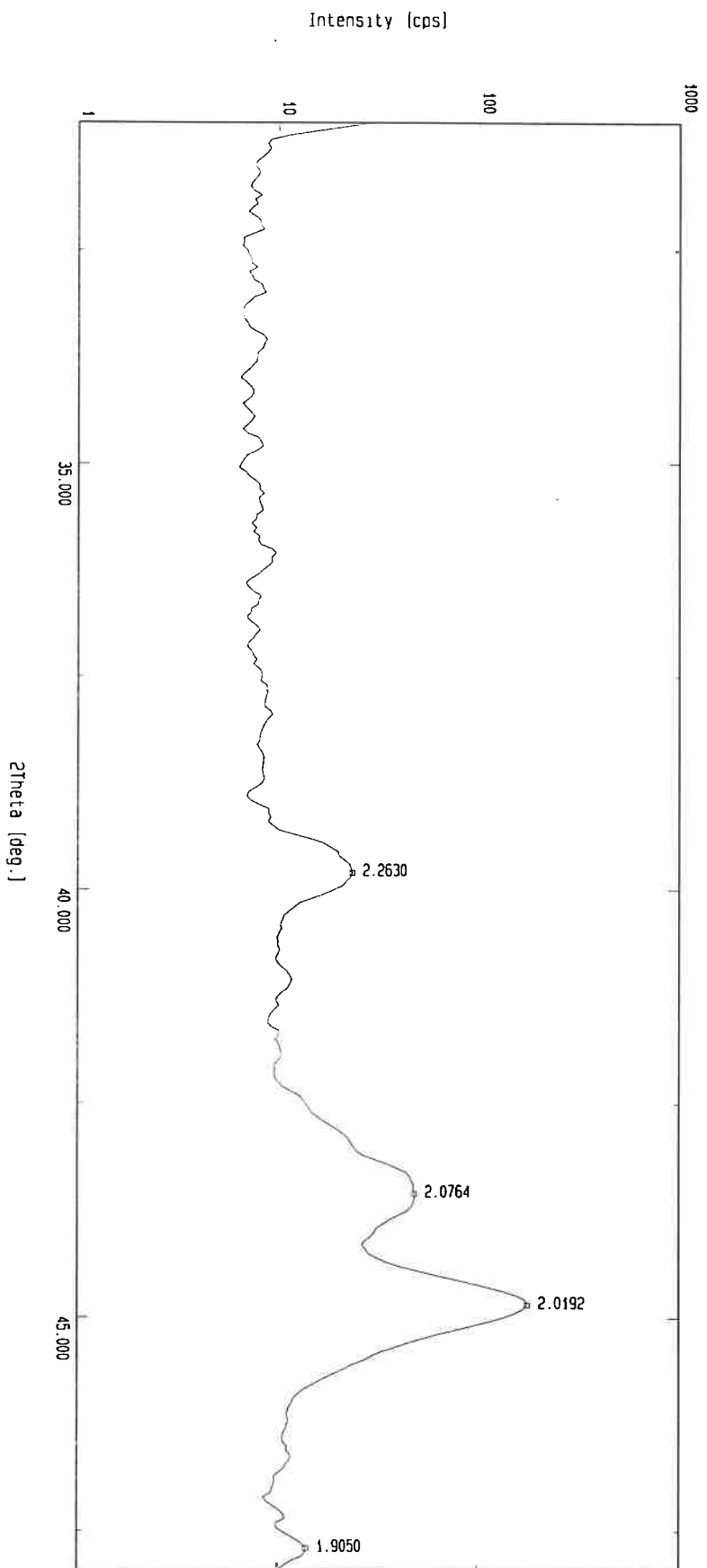
Sample : M3C File : LCFM - 1244.0157 Comment : LMPM/DIMET
Date : 15-Oct-98 12:46 Operator : RINT

Peak No.	2Theta	FWHM	d-value	Intensity	I/Io	Peak No.	2Theta	FWHM	d-value	Intensity	I/Io
1	24.500	xxxx	3.6304	16	9						
2	29.550	0.235	3.0204	68	39						
3	31.000	xxxx	2.8824	24	14						
4	39.750	xxxx	2.2657	30	18						
5	43.500	xxxx	2.0787	50	29						
6	44.850	0.294	2.0192	173	100						
7	50.650	xxxx	1.8008	19	11						
8	64.950	xxxx	1.4346	24	14						
9	82.700	xxxx	1.1659	37	21						
10	91.450	xxxx	1.0758	13	7						

Peak search

Sample	: M3C	[Smoothing	] mode : Automatic Savitzky-Golay's Points	: 7
File	: LCFM - 1244.0156	[8.6. elimination	]	
Comment	: LMPM/DIMET			
Date	: 13-Oct-98 19:39	[k2 elimination	]	
Operator	: RINT	[peak search	]	

Typical width : 0.13
Minimum height : 50.000



Peak search

Sample : M3C File : LCFM - 1244.0156 Comment : LMPMM/DIMET
Date : 13-Oct-98 19:39 Operator : RINT

Peak No.	2Theta	FWHM	d-value	Intensity	I/Io	Peak No.	2Theta	FWHM	d-value	Intensity	I/Io
1	39.800	*****	2.2630	23	13						
2	43.550	*****	2.0764	48	27						
3	44.850	0.412	2.0192	178	100						
4	47.700	*****	1.9050	14	8						

NbC	d Å	Int	h	k	l
Niobium Carbide	2.58000	100	1	1	1
	2.23000	80	2	0	0
	1.58000	50	2	2	0
	1.34800	65	3	1	1
	1.29000	14	2	2	2
	1.11700	10	4	0	0
	1.02500	25	3	3	1
	.999400	30	4	2	0
	.912400	25	4	2	2
	.860300	25	5	1	1
	.790200	12	4	4	0

Rad.: CuKα λ: 1.5418 Filter: Ni Beta.M d-sp:

Cut off: Int.: Diffract. 1/|cor.:

Ref: Amendola, A., Polytechnic Institute of Brooklyn, Brooklyn, New York, USA, ICDD Grant-in-Aid. (1958)

Sys.: Cubic S.G.: Fm3m (225)

a: 4.4702 b: c: A: C:

α: β: γ: Z: 4 mp:

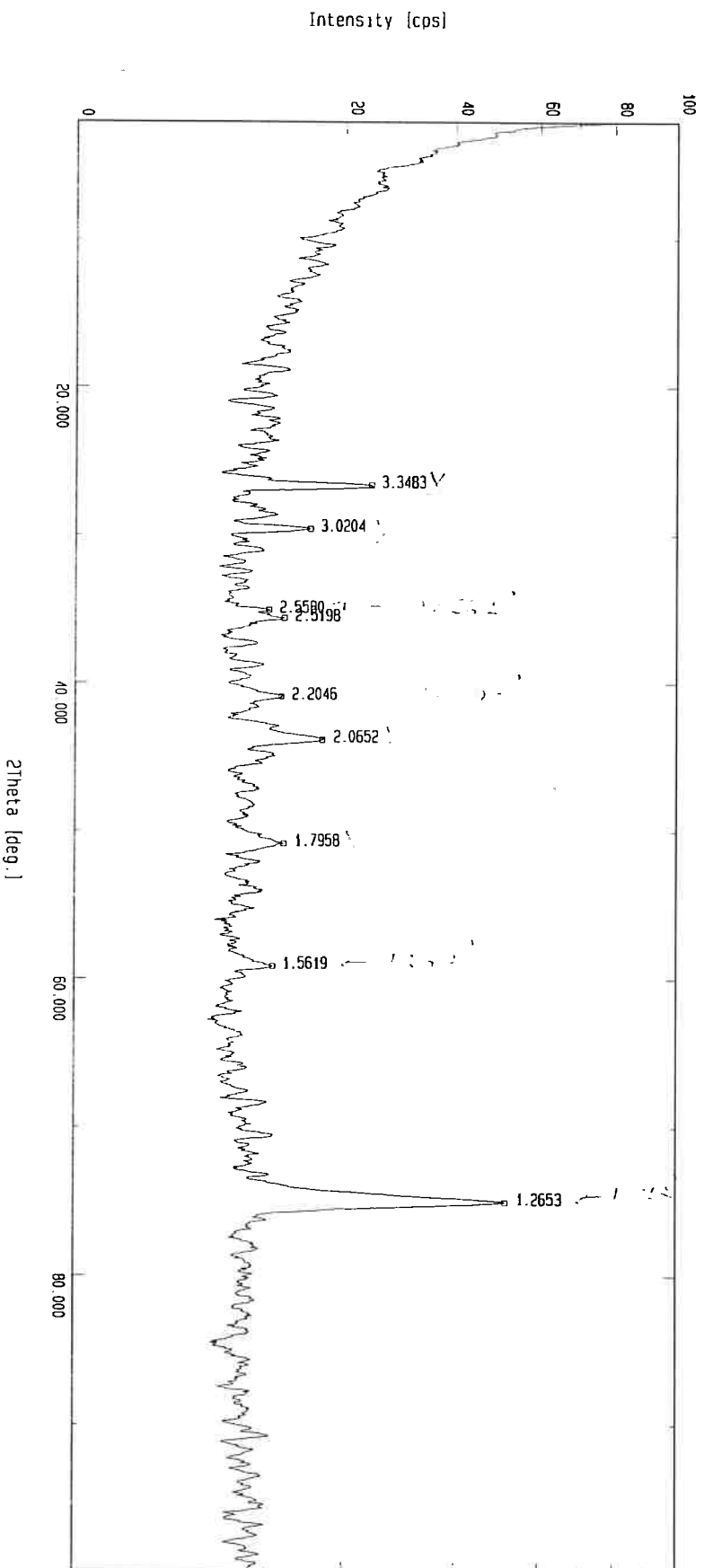
Ref: Ibid.

Dx: 7.801 Dm: SS/FOM: F₁₁=32(.032, 11)

CAS #: 12069-94-2. λ=1.5405 used for resolved peaks. Cl Na type. PSC: cF8. To replace 5-658. Deleted by 38-1364. Mwt: 104.92. Volume[CD]: 89.33.

Peak search

Sample	: MC	[Smoothing	mode : Savitzky-Golay's	Points	: 15
File	: LCFM - 1243.0157	[B.G. elimination			
Comment	: LPPM/DIMET	[K ₂ elimination			
Date	: 15-Oct-98 11:56	[Peak search			
Operator	: RINT				
				Typical width	: 0.17
				Minimum height	: 31.507



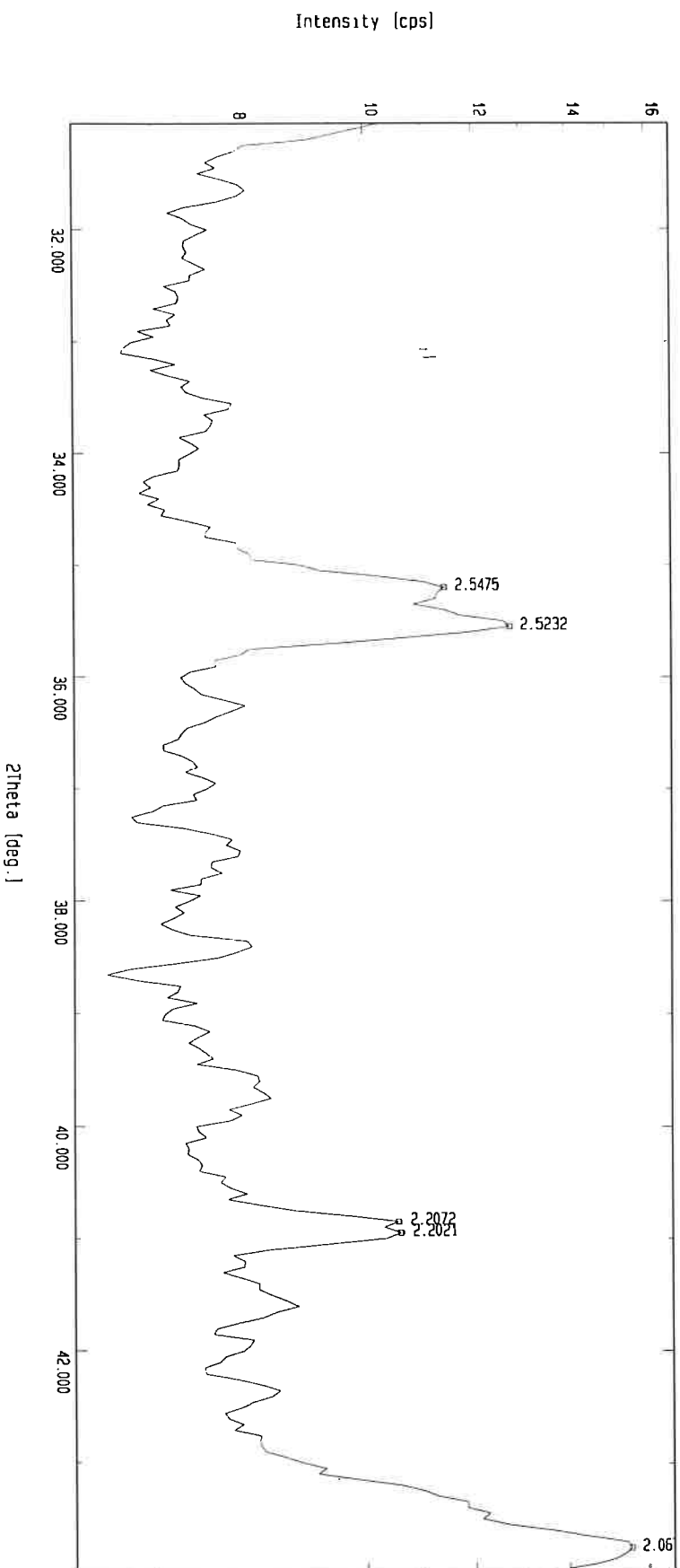
Peak search

Sample : MC File : LCFM - 1243.0157 Comment : LMPKM/DIMET
Date : 15-Oct-98 11:56 Operator : RINT

Peak No.	2Theta	FWHM	d-value	Intensity	I/Io	Peak No.	2Theta	FWHM	d-value	Intensity	I/Io
1	26.600	*****	3.3483	24	46						
2	29.550	*****	3.0204	15	29						
3	35.050	*****	2.5580	10	20						
4	35.600	*****	2.5198	12	23						
5	40.900	*****	2.2046	12	23						
6	43.800	*****	2.0652	17	33						
7	50.800	*****	1.7958	12	23						
8	59.100	*****	1.5619	11	21						
9	75.000	*****	1.2653	52	100						

Peak search

Sample	: MC	[Smoothing	] mode : Automatic Savitzky-Golay's Points	: 11
File	: LCFM - 1243.0156	[B.G. elimination	]	
Comment	: LMPMM/DIMET	[K _α 2 elimination	]	
Date	: 13-Oct-98 18:12	[Peak search	]	
Operator	: RINT			
		Typical width	: 0.13	
		Minimum height	: 50.000	



Peak search

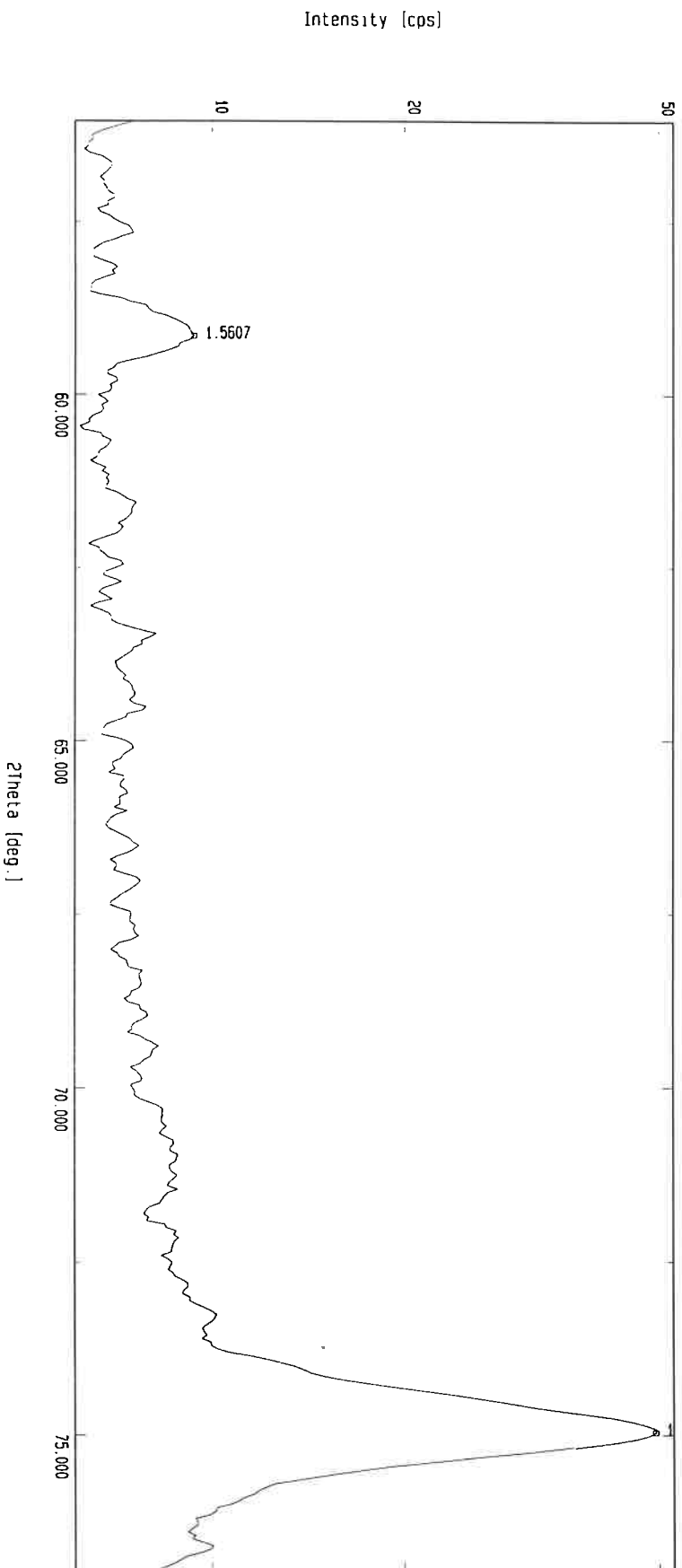
Sample : MC File : LCFM - 1243.0156 Comment : LMPHM/DIMET
Date : 13-Oct-98 18:12 Operator : RINT

Peak No.	2Theta	FWHM	d-value	Intensity	I/Io	Peak No.	2Theta	FWHM	d-value	Intensity	I/Io
1	35.200	*****	2.5475	11	74						
2	35.550	*****	2.5232	13	82						
3	40.850	*****	2.2072	11	68						
4	40.950	*****	2.2021	11	68						
5	43.750	*****	2.0674	16	100						

Peak search

Sample	: MC	[Smoothing	] mode : Automatic Savitzky-Golay's Points	: 11
File	: LCFM - 1243.0156	[B.G. elimination	]	
Comment	: LPPMM/DIMET			
Date	: 13-Oct-98 18:12	[Kaz elimination	]	
Operator	: RINT	[Peak search	]	

Typical width : 0.13
Minimum height : 50.000



Peak search

Sample : MC File : LCFM - 1243.0156 Comment : LMPMM/DIMET
Date : 13-Oct-98 18:12 Operator : RINT

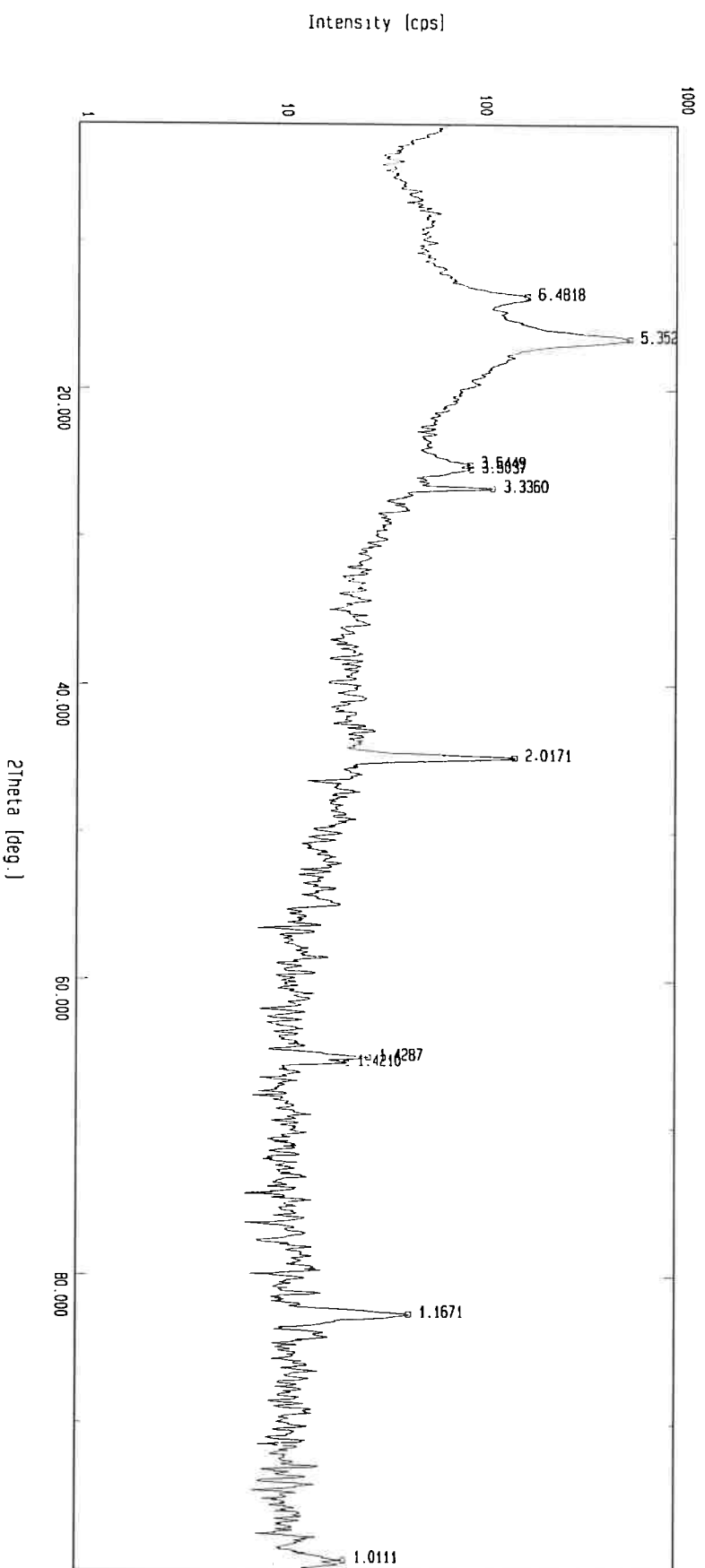
Peak No.	2theta	FWHM	d-value	Intensity	I/Io	Peak No.	2theta	FWHM	d-value	Intensity	I/Io
1	59.150	*****	1.5607	9	19						
2	74.950	*****	1.2660	49	100						

11-0550					Wavelength= 2.2909									
Cr7C3					d Å	Int	h	k	l	d Å	Int	h	k	l
Chromium Carbide					2.68000	20	3	1	1	1.17400	70			
					2.35000	20	3	2	1	1.17000	100	10	0	1
					2.28000	70	4	1	1					
					2.22000	50	1	0	2					
					2.14000	50	5	0	1					
Rad.: CrKa λ: 2.2909 Filter:					2.12000	70	2	0	2					
d-sp:					2.04000	100	4	2	1					
Cut off:					2.02000	50	6	0	0					
Int.: Estimation I/Icor.:					1.96000	70	5	1	1					
Ref: Westbrook, J., Research Laboratory, General Electric Company, Schenectady, New York, USA, Private Communication					1.90000	50	2	2	2					
					1.84000	60	6	0	1					
					1.81000	70	4	0	2					
					1.78000	50	5	2	1					
					1.75000	70	4	4	0					
Sys.: Hexagonal S.G.: P31c (159)					1.71000	60	6	1	1					
a: 13.98 b:					1.62000	60	3	3	2					
c: 4.523 A:					1.51000	50	7	1	1					
C: 0.3235					1.43500	70	8	0	1					
α:					1.35000	80	4	0	3					
β:					1.33000	50	6	4	1					
γ:					1.32000	30	8	2	0					
Z: 8 mp:					1.29000	30	9	0	1					
Ref: Westgren, Jernkontorets Ann., 119, 231 (1935)					1.28000	60	5	0	3					
					1.27000	30	9	1	0					
					1.26000	70	4	2	3					
					1.24000	20	5	1	3					
					1.22700	60								
Dx: 6.941 Dm: 6.900 SS/FOM: F30=2(.152,111)					1.21500	60								
Work initiated by Andre Amy, J., Department of Chemistry, University of Michigan, Ann Arbor, Michigan, USA. CAS #: 12075-40-0. Sample prepared in a multiple hearth Button furnace; water cooled copper crucible; argon atmosphere; arc rotated electromagnetically for uniform melting; annealed at a high temperature for about 8 hours. X-ray diffraction pattern is free of carbide impurities. Metallographic studies showed contamination only by a very small volume fraction of inclusions, probably oxides (not detected in the X-ray pattern). C3 Cr7 type. PSC: hP80. Mwt: 400.00. Volume[CD]: 765.55.					1.21000	80	7	4	1					
					1.19400	50	9	2	0					
					1.18800	100	5	5	2					

Peak search

Sample	: M7C3	[Smoothing	] mode : Automatic Savitzky-Golay's points	: 7
File	: LCFM - 1245.0157	[B.G. elimination	]	
Comment	: LPPM/DIMET			
Date	: 15-Oct-98 13:36	[K α 2 elimination	]	
Operator	: RINT	[Peak search	]	

Typical width : 0.13
Minimum height : 50.000



Peak search

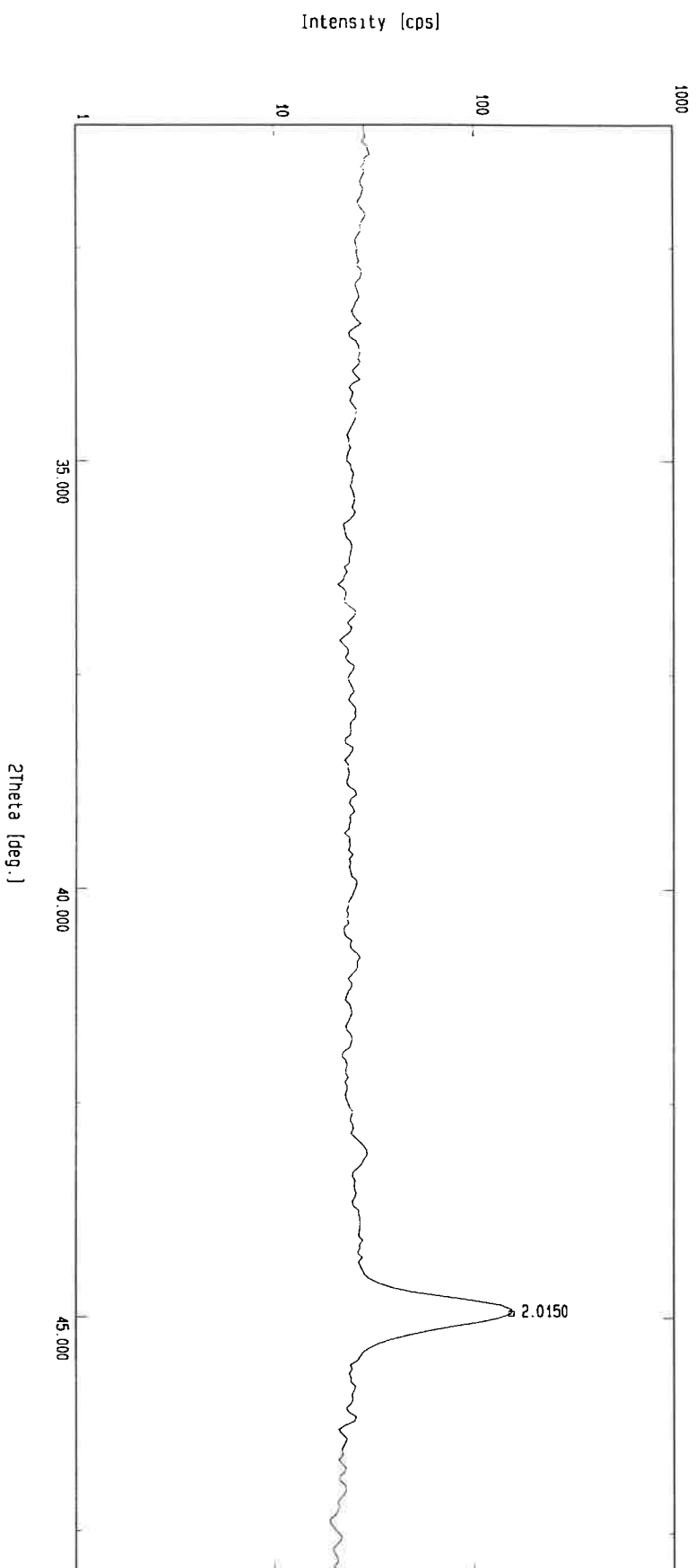
Sample : M7C3 File : LCFM - 1245.0157 Comment : LMPMM/DIMET
Date : 15-Oct-98 13:36 Operator : RINT

Peak No.	2theta	FWHM	d-value	Intensity	I/Io	Peak No.	2theta	FWHM	d-value	Intensity	I/Io
1	13.650	*****	6.4818	183	32						
2	16.550	*****	5.3520	578	100						
3	25.100	*****	3.5449	95	16						
4	25.400	*****	3.5037	96	17						
5	26.700	*****	3.3360	123	21						
6	44.900	*****	2.0171	160	28						
7	65.250	*****	1.4287	29	5						
8	65.650	*****	1.4210	23	4						
9	82.600	*****	1.1671	47	8						
10	99.250	*****	1.0111	22	4						

Peak search

Sample	: M7C3	[Smoothing	] mode : Automatic Savitzky-Golay's Points	: 5
File	: LCFM - 1245.0156	[B.G. elimination	]	
Comment	: LPPM/DIMET			
Date	: 13-Oct-98 21:06	[K α 2 elimination	]	
Operator	: RINT	[Peak search	]	

Typical width	: 0.13
Minimum height	: 50.000

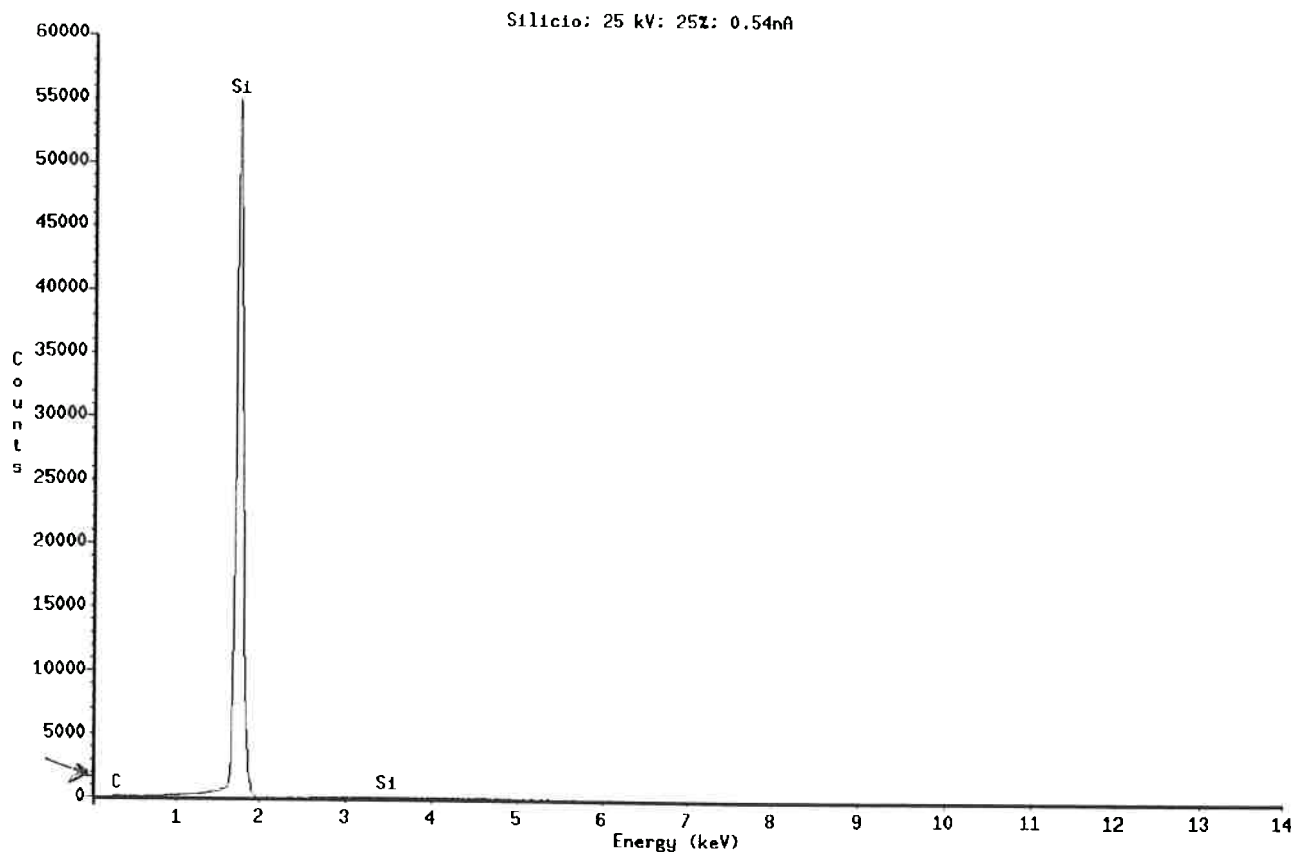


Peak search

Sample : M7C3 File : LCFM - 1245.0156 Comment : LMPMM/DIMET
Date : 13-Oct-98 21:06 Operator : RINT

Peak No.	2Theta	FWHM	d-value	Intensity	I/Io	Peak No.	2Theta	FWHM	d-value	Intensity	I/Io
1	44.950	****	2.0150	154	100						

ANEXO4



Silicio: 25 kV: 25%: 0.54nA

Column : JEOL6300,Pioneer
 Take-off angle : 30
 Acquisition type : eds
 Creation time : 98/11/13 3:32
 Livetime : 400
 Deadtime : 161.607
 Channels : 2048
 Channel width : 10
 Detector type : Silicon/Lithium
 Window type : norvar
 Window thickness : 0.3
 Coating material : Al
 Coating thickness : 0.04
 Contact material : Au
 Contact thickness : 0.02
 Crystal thickness : 3

Accelerating voltage : 25
 Magnification : 35000
 Charge : 400
 Beam current : 0.54
 Beam spot size : 0
 Beam location : 0.0
 Working distance : 14
 Stage X : 0
 Stage Y : 0
 Stage Z : 0
 Stage tilt : 0
 Stage rotation : 0
 Contamination material : none
 Contamination thickness: 0

File name :

Notes:

Fri Nov 13 03:23:16 1998

Livetime : 29.0 Sec.
 Technique: Least Squares Fit

Elements Present:
 Si(14)

Energy	Intensity	Element
1.749	54402	Si Ka
8.047	50	unidentified