

TRANSFORMACION EUTECTICA L REVERSIBLE
Zr₆Fe₂₃+Fe() EN EL SISTEMA FeZr

POR

M.S. GRANOVSKY, D.E. ARIAS

Comisión de Energía Atómica
República Argentina

Trabajo a ser presentado en las 17. Jornadas metalúrgicas de la Sociedad Argentina de Metales; 2. Encuentro argentino de cerámicos y refractarios el 13-16 de April de 1993 San Carlos de Bariloche -Argentina-

COMISION NACIONAL DE ENERGIA ATOMICA		NUMERO DE SERIE
TRAMITE DE PUBLICACIONES		0091/93
TITULO Y SUBTITULOS <i>Transformación eutéctica L₆ Zr₆ Fe₂₃ + Fe(8) en el sistema Fe-Zr. (Eutectic transformation L₆ Zr₆ Fe₂₃ + Fe(8) in the Fe-Zr system)</i>		FECHA DE ENVIO ORGANISMO PROMOTOR
AUTORES <i>M. Granovsky - D. Arias</i>		FECHA DE RECEPCION COMISION DE PUBLICACIONES
ORGANISMO PROMOTOR Y DEPENDENCIAS <i>Dto. Cs. Materiales - Gcic Desarrollo Av. Libertador 8250 - 1429 (B.A.) Argentina</i>		TIPO DE PUBLICACION <i>Exposición en JORNADAS SAM</i>
DIRECCION POSTAL Y TELEFONO <i>Av. Libertador 8250 - 1429 (Buenos Aires) - Argentina</i>		NUMERO DE PUBLICACION AREAS RELACIONADAS <i>INIS</i>
PALABRAS CLAVE INIS: <i>Zr phase diagram - Zirconium eutectic transformation</i>		
RESUMEN <i>Se estudió la transformación eutéctica L₆ Zr₆ Fe₂₃ + Fe(8) en el sistema Fe-Zr. - hacer portada - hacer fotocopia</i>		
INFORME DEL ORGANISMO PROMOTOR 1.- ASPECTOS CIENTIFICOS <i>ca</i>		DICTAMEN COMISION PUBLICACIONES CALIFICACION <i>Aprobado</i>
2.1 IMPLICANCIAS TECNOLOGICAS <i>ND</i>		CLASIFICACION <i>NO RESTRINGIDA</i>
2.2 IMPLICANCIAS COMERCIALES <i>ND</i>		FECHA <i>18-3-93</i>
2.3 IMPLICANCIAS LEGALES <i>ND</i>		
2.4 IMPLICANCIAS DE IMAGEN INSTITUCIONAL <i>ND</i>		
FIRMA DEL RESPONSABLE DEL ORGANISMO <i>[Signature]</i> <i>E. Cabot</i>		TRAMITE: A LA GAPCyC-DPTO. INF. TEC. ☐ AL ORGANISMO PROMOTOR ☒

Eutectic transformation $L \rightleftharpoons Zr_6Fe_{23} + Fe(r)$ in the Fe-Zr system

Marta Granovsky and Delia Arias⁶
Dpto. Materiales. Gcia. Desarrollo C.N.E.A.
Av. Libertador 8250 Buenos Aires (1429)
ARGENTINA

The knowledge of the phase diagram of the Fe-Zr system is important because Fe is always present as an impurity in commercial Zr-base nuclear grade alloys.

This diagram has four intermetallic compounds, namely Zr_3Fe , Zr_2Fe , $ZrFe_2$ and Zr_6Fe_{23} . $ZrFe_2$ with a cubic Laves C15 structure melts congruently at 1673°C and Zr_6Fe_{23} with a cubic Th_6Mn_{23} -type structure is a product of the peritectic $ZrFe_2 + L \rightleftharpoons Zr_6Fe_{23}$ reaction at 1482°C.

As a part of our work on the Fe-rich portion of this system, the eutectic transformation $L \rightleftharpoons Zr_6Fe_{23} + Fe(r)$, its temperature and its composition have been studied.

In order to find the eutectic temperature, samples of $Zr_{15}Fe_{85}$ and Zr_4Fe_{96} were thermally treated at temperatures higher and lower than 1337°C, which was reported in the last revision of the diagram (1988). It was observed that samples treated at 1345°C, 1340°C, 1335°C and 1325°C partially melted, while those treated at 1320°C did not.

An eutectic temperature of $(1325 \pm 5)^\circ\text{C}$ could be determined from the results of metallographic, X-ray and microanalysis experiments.

The composition of the eutectic was determined to be (90 ± 1) at % Fe, with the electron microprobe, by automatically averaging results on regions 10 μm long.

Transformación eutéctica $L \rightleftharpoons Zr_6Fe_{23} + Fe(\tau)$ en el sistema FeZr

Marta Granovsky y Delia Arias
Dto. Materiales. Gcia. Desarrollo
C.N.E.A.

El conocimiento del diagrama de fases FeZr es relevante debido a que el Fe se encuentra siempre presente como impureza en las aleaciones de base circonio de nivel comercial que se utilizan en la industria nuclear.

Dicho diagrama presenta cuatro intermetálicos: Zr_2Fe , Zr_3Fe , $ZrFe_2$ y Zr_6Fe_{23} . El $ZrFe_2$ con estructura cristalina cúbica de Laves C15 funde congruentemente a $1673^\circ C$ y el Zr_6Fe_{23} con estructura cúbica de tipo Th_6Mn_{23} es producto de la reacción peritética $ZrFe_2 + L \rightleftharpoons Zr_6Fe_{23}$ a $1482^\circ C$.

Como parte del estudio de la zona rica en Fe de este sistema, en el presente trabajo se estudió la transformación eutéctica $L \rightleftharpoons Zr_6Fe_{23} + Fe(\tau)$, su temperatura y su composición.

Materiales y técnicas experimentales utilizadas

A partir de Zr de pureza 99,99 % y Fe de pureza 99,999 %, se fundieron aleaciones de composiciones $Zr_{15}Fe_{85}$ y Zr_4Fe_{96} en un horno de arco con electrodo de tungsteno en atmósfera de argón de alta pureza, perteneciente al Dto. Metales del C.A.B..

Se realizaron los tratamientos térmicos indicados en la Tabla 1, en un horno de Pt. Las muestras fueron previamente desengrasadas con eter caliente, envueltas en hojas de Ta para evitar la contaminación con Si y encapsuladas en tubos de cuarzo bajo atmósfera de argón de alta pureza.

Las técnicas experimentales utilizadas fueron: metalografía óptica y electrónica, microanálisis con microsonda electrónica y difracción de Rayos X usando método de polvos en un difractómetro.

Tabla 1: Tratamientos térmicos

muestra (% at Fe)	temperatura (°C)	tiempo (min.)
85	1345	10
85	1340	10
85 - 96	1335	15
96	1325	5
85 - 96	1320	15

Resultados y discusión

Para la determinación de la temperatura eutéctica, se realizaron tratamientos térmicos a temperaturas mayores y menores que 1337°C, que era la reportada en la última revisión (1988)[1]. Se observó que las muestras tratadas a 1345°C, 1340°C, 1335°C y 1325°C fundieron parcialmente, mientras que las tratadas a 1320°C no fundieron.

En las metalografías se pudo observar que las zonas que habían fundido correspondían al eutéctico, mientras que las zonas de $ZrFe_2$ no fundieron como se muestra en las Figs. 1 y 2. De estos resultados se dedujo que la temperatura eutéctica es $(1325 \pm 5)^\circ C$ en buen acuerdo con [2] y [3] y levemente más baja que [1].

En todas las muestras se identificaron por difracción de Rayos X, tres fases $ZrFe_2$, Zr_6Fe_{23} y Fe(α) lo que indicó que en ningún caso se alcanzó el equilibrio termodinámico.

Las composiciones promedio medidas de cada fases dieron $ZrFe_2$: 73 % at. de Fe, y Zr_6Fe_{23} : 79 % at. de Fe. Los porcentajes promedio de cada fase se muestran en la Tabla 2

Tabla 2: Porcentajes promedio de cada fase en cada muestra

muestra % at Fe-Temp. °C	% $ZrFe_2$	% Zr_6Fe_{23}	% eutéctico	% Fe(a)
85 - 1345	45	30	25	--
85 - 1340	45	30	25	--
85 - 1335	40	36	24	--
85 - 1320	40	15	45	--
96 - 1335	--	--	25	75
96 - 1325	--	--	40	60
96 - 1320	--	--	40	60

Se midió la composición media del eutéctico, promediando en zonas de 10µm (la microsonda electrónica permite hacerlo en forma automática), obteniéndose (90 ± 1) % at. de Fe, en buen acuerdo con lo reportado en la literatura.

Durante los tratamientos térmicos las muestras se contaminaron con Ta. Las mediciones realizadas con microsonda electrónica indicaron que el Ta difundió desde la superficie exterior (Ta puro) hacia el interior (contenido de Ta entre 0.5 y 0.01 % at.), produciéndose un gradiente de concentración del mismo, inverso al gradiente de composición de Zr, lo que sugiere que el Ta reemplaza al Zr en la red cristalina.

Los resultados de la Tabla 2 corresponden a las medidas realizadas en las zonas de las probetas que no presentaban Ta (lejos de los bordes).

En las metalografías se observó que entre la zona de Ta puro adherido a la muestra y esta última se formó una zona intermedia de $ZrFeTa$. El porcentaje de la misma así como el de la envoltura que no pudo despegarse no es significativo ya que no fue detectada, con difracción de Rayos X, ninguna fase involucrando Ta ni cambios significativos en los parámetros de red de las fases presentes.

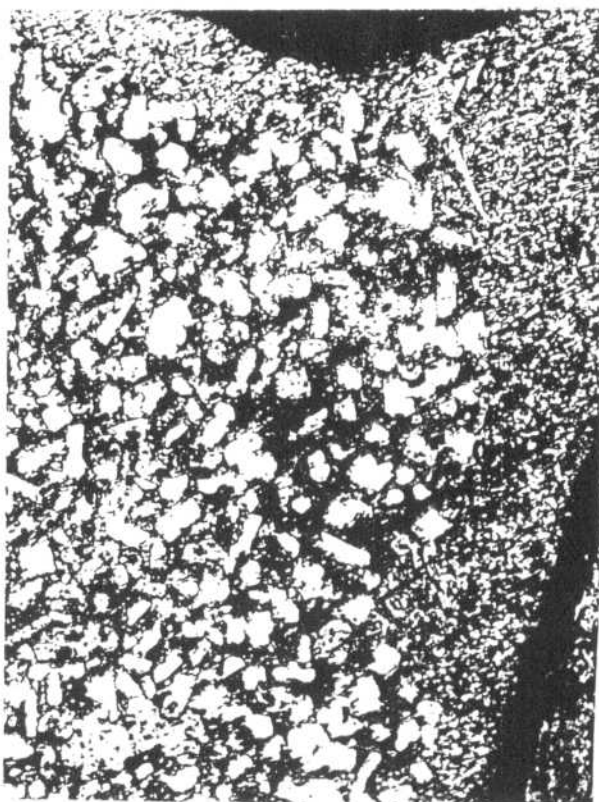


Fig. 1 Metalografía óptica
85 % at. Fe - 1345°C

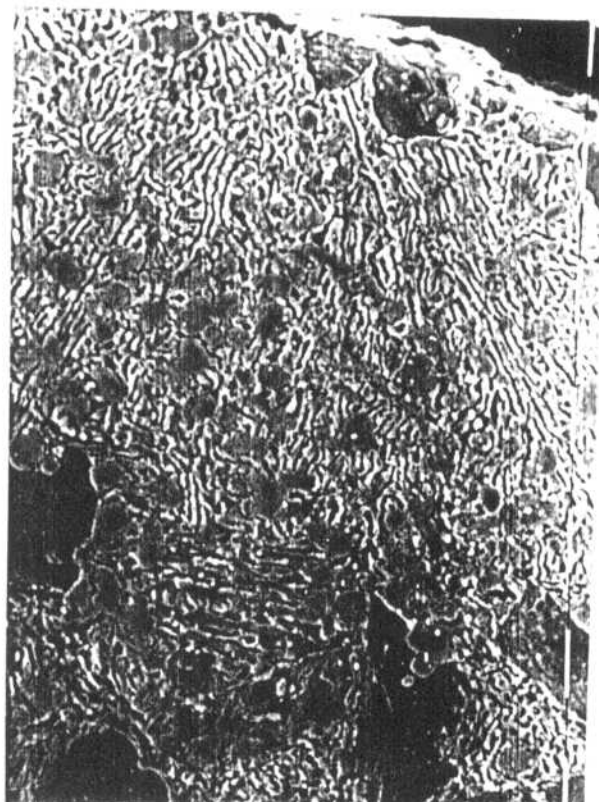


Fig. 2 Metalografía electrónica
85 % at. Fe - 1345°C

Conclusiones

1. La temperatura eutéctica de la reacción $L \rightleftharpoons \text{Zr}_6\text{Fe}_{23} + \text{Fe}(\tau)$, se estimó en $(1325 \pm 5)^\circ\text{C}$.
2. La composición promedio del eutéctico se estimó en 90 % at. de Fe.

Referencias

- [1] D. Arias, J. Abriata. Bulletin of Alloy Phase Diagrams. 9 (5) 597- 604 (1988)
- [2] V. N. Svechnikov, V.M. Pan, A. Ts. Spektor. Russ. J. Inorg.Chem. 8 (9) 1106-1109 (1963)
- [3] Z. M. Alekseeva, N. V. Korotkova. Russ. Metall. 4 197-203 (1989)