

FASES PRESENTES EN ALEACION DE FeZr

M. Granovsky, D. Arias

Departamento Materiales, Gerencia Desarrollo, Comisión Nacional de Energía Atómica, Av. Libertador 8250, 1429, Buenos Aires.

Para la región rica en Fe, en diagrama binario FeZr, hay controversias en la literatura sobre la existencia de las fases $ZrFe_3$ y $ZrFe_{2+x}$ cercanas al $ZrFe_2$.

Se fundieron dos aleaciones ($Zr_{23}Fe_{77}$ y $Zr_{15}Fe_{85}$) en horno de arco, con electrodo de tungsteno, en atmósfera de argón. Se utilizó Zr de pureza 99,95% y Fe de pureza 99,999%.

Se trataron térmicamente muestras a 1050° C durante 192 horas y a 1230° C durante 67 horas en atmósfera de argón.

Las muestras tratadas térmicamente y de fundición fueron analizadas por difracción de rayos X, metalografía y sus composiciones medidas con microsonda electrónica.

Se identificó la presencia de la fase $ZrFe_3$ como una estructura cúbica (fcc) coexistiendo con $ZrFe_3$ y Fe_α . Se estudia la estabilidad de las mismas.

INTRODUCCION

El diagrama Zr-Fe que se muestra en la Fig. 1¹ presenta desde el líquido: una solución sólida terminal bcc (Zr β) donde el Fe tiene una solubilidad máxima de 6,5% at. a 928° C, una solución sólida terminal hcp (Zr α) donde el Fe tiene solubilidad de 0.03% at. a 730° C, cuatro fases intermedias Zr_3Fe , Zr_2Fe , $ZrFe_2$ y $ZrFe_3$ con estructuras del tipo BRe_3 , Al_2Cu , Cu_2Mg y $Mn_{23}Th_6$ respectivamente, una solución sólida terminal de alta temperatura bcc (Fe δ) donde la solubilidad máxima del Zr es 4.5% at. a 1357° C, una solución terminal fcc (Fe γ) con solubilidad máxima de Zr del orden de 0.7% at. a 1337° C y una solución sólida terminal de baja temperatura bcc (Fe α) donde la máxima solubilidad de Zr se estima en 0.1% at. a 925° C.

El $ZrFe_2$ funde congruentemente a $1673 \pm 15^\circ C$ con la composición estequiométrica y su rango de composición se extiende desde 65.7 a 72.3% at. de Fe. Presenta una estructura de Laves del tipo C15. Tiene una temperatura de Curie $T_c = 630 \pm 30 K$ con una variación con la composición de 25 K/% at. Fe. El $ZrFe_3$ es estable desde los 1482° C de la reacción peritética $L + ZrFe_2 \rightarrow ZrFe_3$. Es ferromagnético por debajo de 550 K. Posee una estructura cúbica del tipo $Mn_{23}Th_6$. Esta fase fue detectada por varios autores pero F. Aubertin y col.² no la han observado, posiblemente por ser insuficientes los tiempos de recocido elegidos.

Guseva y otros³ reportan la existencia de una fase intermedia estable con estructura de Laves de tipo C 14 cercana a la composición 77% at. de Fe en un rango de temperatura de 1220° C a 1480° C, siendo el único trabajo en el que fue detectada dicha fase. Además Lysenko y col.⁴, estudiando el sistema Zr_2Fe_3Si hallaron una estructura de Laves del tipo C 14 que podría explicar la encontrada en³ si las muestras se hubiesen contaminado con Si, estabilizando dicha fase.

El objeto de este trabajo es verificar la existencia de las fases intermedias: $ZrFe_3$ y la de Laves del tipo C 14 cercana en composición al 77% at. de Fe.

MATERIALES Y TECNICAS UTILIZADAS

Se fundieron dos aleaciones ($Zr_{23}Fe_{77}$ y $Zr_{15}Fe_{85}$) en horno de arco, con electrodo de tungsteno, en atmósfera de argón. Se utilizó Zr de pureza 99,95% y Fe de pureza 99,999%.

Muestras de cada aleación fueron tratadas térmicamente a 1050° C durante 192 hs. y a 1230° C durante 67 hs., ambos tratamientos se realizaron en atmósfera de argón y protegiendo el material con tantalio para evitar su contaminación con Si.

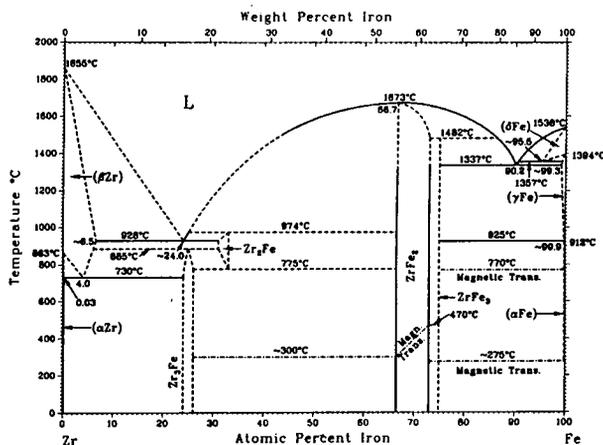


Figura 1: Diagrama de fases Zr-Fe.

Para el análisis de fases, se utilizaron técnicas de difracción de rayos X y metalografías óptica y electrónica de barrido y se midieron las composiciones con microsonda electrónica.

RESULTADOS Y DISCUSION

A partir del análisis de los diagramas de difracción de rayos X, correspondientes a las muestras tratadas térmicamente y de fundición, se identificó la presencia de tres fases de estructuras cúbicas correspondientes a Fe (α), ZrFe₂ y ZrFe₃. Teniendo en cuenta que en equilibrio sólo pueden coexistir dos fases, en este sistema, la presencia de estas tres fases nos indica que las reacciones son muy lentas y requieren tratamientos térmicos más largos y/o mayor temperatura.

TRATAMIENTOS	ALEACIONES	
	Zr ₂₃ Fe ₇₇	Zr ₁₅ Fe ₈₅
TERMICOS		
Fundición	ZrFe ₂ = 7.03 Å ZrFe ₃ = 11.69 Å Fe (α) = 2.86 Å	ZrFe ₂ = 7.02 Å ZrFe ₃ = 11.65 Å Fe (α) = 2.87 Å
1050° C 192 hs	ZrFe ₂ = 7.04 Å ZrFe ₃ = 11.68 Å Fe (α) = 2.87 Å	ZrFe ₂ = 7.04 Å ZrFe ₃ = 11.69 Å Fe (α) = 2.83 Å
1230° C 67 hs	ZrFe ₂ = 7.04 Å ZrFe ₃ = 11.70 Å Fe (α) = 2.87 Å	ZrFe ₂ = 7.04 Å ZrFe ₃ = 11.67 Å Fe (α) = 2.87 Å

Tabla 1: Parámetros de red aproximados de las fases presentes.

METALOGRAFIAS

Las metalografías muestran la evolución de las fases con la temperatura para cada composición. a) Metalografías ópticas.

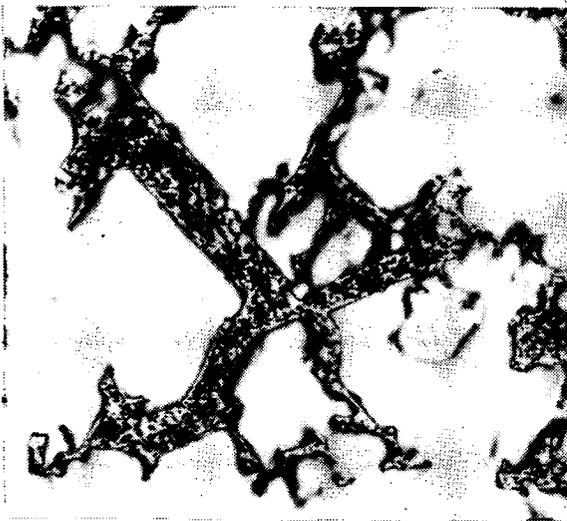


Foto 1: Zr₂₃Fe₇₇ rec. 1050° C. 1000 X.

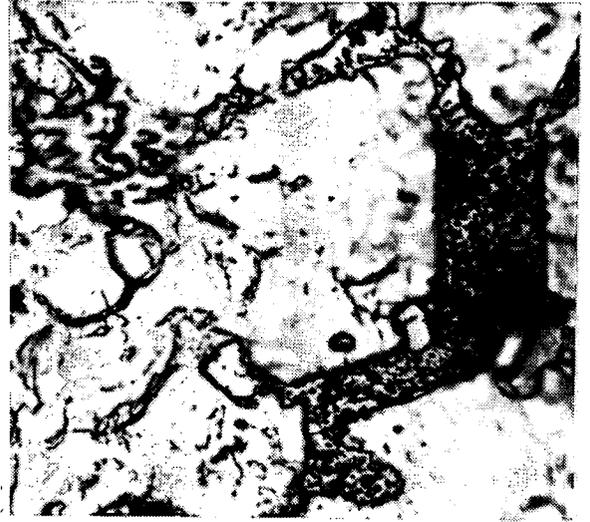


Foto 2: Zr₂₃Fe₇₇ rec. 1230° C. 1000 X.

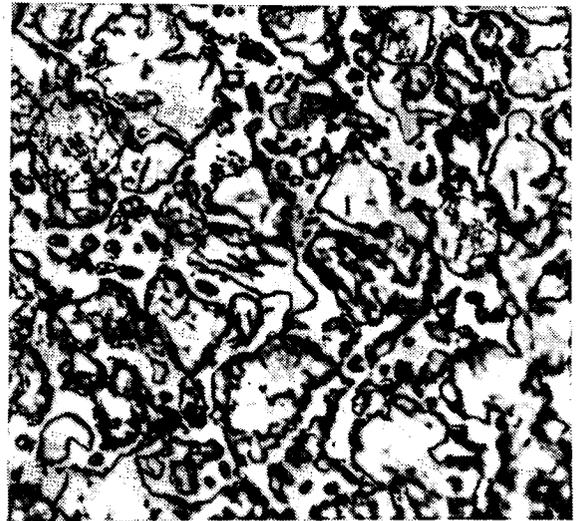


Foto 3: Zr₁₅Fe₈₅ rec. 1050° C. 1000 X.

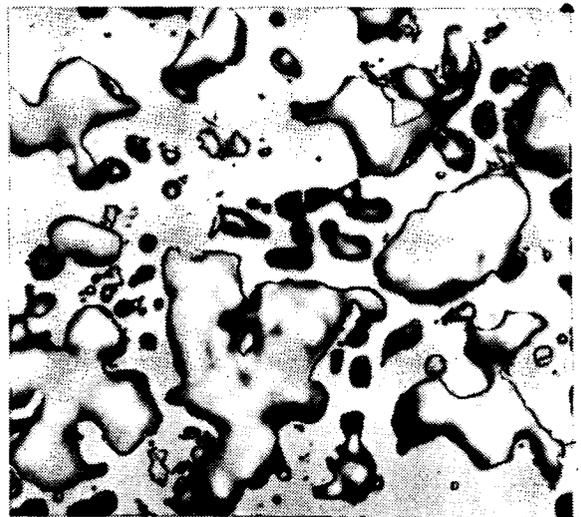


Foto 4: Zr₁₅Fe₈₅ rec. 1230° C 1000 X.

b) Metalografías electrónica de barrido.



Foto 5: $Zr_{15}Fe_{85}$ fundición.



Foto 6: $Zr_{15}Fe_{85}$ rec. 1230° C.



Foto 7: Ampliación Foto 6.

Se midió la composición con microsonda electrónica de las cuatro muestras tratadas térmicamente. La medición es muy compleja ya que, como el sistema se encuentra en evolución, las fases no están bien diferenciadas. Se pudieron encontrar tres grandes grupos de medidas correspondientes al Fe (α), $ZrFe_2$ y $ZrFe_3$, aunque con valores no muy exactos.

CONCLUSIONES

- Con los resultados hasta ahora obtenidos concluimos que la fase $ZrFe_3$ está presente pero deberá ser estudiada su estabilidad.

- La fase de Laves del tipo C 14 que reporta Guseva y col. no está presente.

REFERENCIAS

1. D. Arias, J. Abriata. Bulletin of Alloy Phase Diagrams, vol. 9 (5) 597-604 (1988).
2. F. Aubertin, V. Gonser, S. Campbell, H. Wagner. Z. Metallkd. 76 (4), 237-244 (1985).
3. L. Guseva, T. Malakhova. Metallofiz., 46, 111-113 (1973).
4. L. Lysenko, Z. Ban, E. Gladyshevskii, Ya. Yarmolyuk. Diagram Sostoyaniya. O. S. Ivanov Ed. Mauka, Moscú, 21-25 (1974).

CEILAP
CITEFA - CONICET
ZUFRIATEGUI Y VARELA
1603 - VILLA MARTELLI
REPUBLICA ARGENTINA