

PRODUCCIÓN DE UNA ALEACIÓN NANOESTRUCTURADA FeAl MEDIANTE ALEACIÓN MECÁNICA Y SU CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL

PRODUCTION OF FeAl NANOSTRUCTURED ALLOY BY MECHANICAL ALLOYING AND ITS MICROSTRUCTURAL CHARACTERIZATION

**Roberto. A. Rodríguez-Díaz^{1,2}, Alejandro Sedano², Arturo Molina-Ocampo²,
Jesús Porcayo-Calderón², Jorge Uruchurtu-Chavarín², Manuel Gonzalez-Pérez³**

(1) Universidad Nacional Autónoma de México, Facultad de Química, Circuito Exterior S/N, Cd. Universitaria,
04510, México, D.F. - México

(2) Universidad Autónoma del Estado de Morelos-C.I.I.C.A.P. Av. Universidad 1001, Col. Chamilpa,
62500 Cuernavaca, Mor. - México

(3) Universidad Popular Autónoma del Estado de Puebla, A.C. (Centro Interdisciplinario de Posgrados, Posgrado en
Ingeniería Biomédica), 21 sur No. 1103, Colonia Santiago, C. P. 72160 Puebla, Puebla - México
(e-mail: rdiaz.uaem@gmail.com)

Recibido: 25/09/2012 - Evaluado: 29/11/2012 - Aceptado: 04/07/2013

RESUMEN

En este trabajo se elaboró la aleación Fe₄₀Al mediante la técnica de aleación mecánica (AM) a partir de una mezcla de polvos elementales de Fe y Al, empleando distintos tiempos de molienda. Se caracterizó la evolución en tamaño y morfología de los polvos empleados en el proceso de AM en función del tiempo de molienda mediante la técnica de Microscopía Electrónica de Barrido (MEB). Se empleó la técnica de Difracción de Rayos X (DRX) para caracterizar la evolución de la estructura cristalina de las fases obtenidas en función del tiempo de molienda. La aleación Fe₄₀Al con estructura cristalina desordenada del tipo cúbico centrado en el cuerpo se formó a las 20 h de molienda. El tamaño nano-métrico de grano correspondiente a la aleación desordenada Fe₄₀Al se redujo con el transcurso del tiempo mientras que su parámetro de red se incrementó con el transcurso del tiempo de molienda.

ABSTRACT

In this work, a Fe₄₀Al alloy was produced by the mechanical alloying technique, from a mixture of elemental powders constituted by Fe and Al, using different milling times. The evolution of size and morphology of powders depending on the milling time was characterized by scanning electron microscopy. The X-Ray Diffraction technique was utilized in order to characterize the crystalline structure evolution depending on the milling time. The Fe₄₀Al alloy with a body centered cubic crystal structure was formed at 20 h of milling time. Besides, this alloy acquired a disordered crystal structure with a Nano metric grain size. The Nano metric grain size of disordered Fe₄₀Al alloy was decreased at the same time as the milling time transpired, while its lattice parameter was increased.

Palabras clave: molienda mecánica; aleación FeAl; caracterización micro estructural; microestructura
Keywords: mechanical milling; FeAl Alloy; microstructural characterization; microstructure

INTRODUCCIÓN

Los compuestos intermetálicos del sistema de aleación Fe-Al son cada vez más atractivos como materiales ingenieriles debido a sus excelentes propiedades físicas, químicas y mecánicas, además de que poseen una baja densidad y muy buena resistencia a la corrosión y a la oxidación a temperatura ambiente y a elevada temperatura (Grosdidier *et al.*, 2006; Godlewska *et al.*, 2003). Sin embargo la baja ductilidad a temperatura ambiente de estos materiales y las dificultades asociadas a su producción mediante técnicas convencionales de fundición y colada, limitan sus aplicaciones como material ingenieril (Stoloff, 1998).

La baja plasticidad a temperatura ambiente de estos compuestos intermetálicos se debe a la debilidad inherente de sus límites de grano (Liu & George, 1990), a la presencia de una cantidad relativamente elevada de vacancias (Klein & Baker, 1994), a su ordenamiento de largo alcance (Kupka *et al.*, 2011), y también a la denominada fragilización ambiental inducida por el hidrógeno (Liu *et al.*, 1989).

Previos estudios han mostrado que la ductilidad de los compuestos intermetálicos Fe-Al puede ser incrementada mediante: la remoción del exceso de vacancias (Baker & George, 1996), el incremento de la resistencia a la cohesión de los límites de grano (Fraczkiewicz *et al.*, 1998), el refinamiento de grano (Morris & Morris, 1999), desintegración de granos a través de deformación por explosión y recristalización (Bystrzycki, 2001) y también reduciendo el grado de ordenamiento de largo alcance (Kupka, 2006).

El aleado mecánico, AM, es uno de los métodos más prometedores que se han desarrollado rápidamente y que se ha empleado para producir materiales nano-cristalinos en una escala industrial (Suryanarana, 2001). En previas investigaciones se observó una mejora notable en algunas de las propiedades mecánicas como resultado de una estructura nano-cristalina obtenida mediante el proceso de aleado mecánico (McFadden *et al.*, 1999; Siegel & Fougere, 1995).

En comparación con la ruta convencional de solidificación, el AM es una técnica no costosa y más simple para producir el material en un estado nano-cristalino o amorfo. Adicionalmente, como el proceso de AM es efectuado en estado sólido, las restricciones impuestas por los diagramas de fases no parecen aplicar a las fases obtenidas por esta técnica (Mhadhbi *et al.*, 2011).

Con el proceso de aleado mecánico (AM) se pueden producir aleaciones con tamaño de grano nano-métrico y con una estructura cristalina desordenada, que son características micro estructurales deseadas para mejorar las propiedades mecánicas y en particular la ductilidad de las aleaciones intermetálicas FeAl. Con el proceso de aleado mecánico se han sintetizado exitosamente sistemas de aleación Fe-Al con diferentes composiciones y se ha mostrado que se han formado distintas fases, dependiendo de las condiciones de molienda (Yelsukov & Dorofeev, 2004; Enayati & Salehi, 2005).

Varios trabajos previos de investigación han reportado la fabricación de la aleación FeAl con tamaño de grano nano-métrico bajo distintas condiciones experimentales (Wu *et al.*, 2011; Mhadhbi *et al.*, 2010; Mhadhbi *et al.*, 2011).

Estudios recientes han demostrado la facilidad de elaborar compuestos intermetálicos Fe-Al con estructura cristalina B2 (que pueden existir en el rango de composición de 35 a 50 % at. de Al) mediante metalurgia de polvos (MP), que involucra los procesos de prensado isostático en caliente (Skoglund *et al.*, 2004), extrusión (Morris & Gunther, 1996), forjado o prensado en caliente (Morris *et al.*, 1999) y moldeo por inyección de polvos.

Los polvos FeAl usados para los procesos de MP fueron generalmente preparados mediante aleación mecánica (AM). El proceso de AM evita los procesos complicados de fusión y solidificación asociados con la atomización de polvos. En adición, la formación de estructuras nano cristalinas es posible en los polvos FeAl molidos mecánicamente, fomentando así una mejoría en ductilidad.

Sin embargo, las microestructuras y propiedades de la aleación elaborada por AM son muy dependientes de las condiciones de la molienda mecánica y las condiciones de MP (Enayati & Salehi, 2005); por lo tanto, se requiere una investigación cada vez más sistematizada para correlacionar las condiciones del procesamiento con la microestructura y propiedades.

Por lo tanto, en el presente trabajo se estudió la influencia de las condiciones del proceso de aleación mecánica, que consisten en molienda a baja energía sobre la síntesis y posterior caracterización micro estructural de la aleación en polvo Fe40Al.

MATERIALES Y MÉTODOS

Polvos elementales de Fe y Al de grado analítico de alta pureza 99.9 % fueron mezclados en una proporción de Fe₆₀Al₄₀ (at. %) e introducidos en un vial de ágata con bolas del mismo material. Este procedimiento se realizó en el interior de una cámara de vacío en donde se alojó el vial y en su interior las bolas de molienda junto con la mezcla de polvos metálicos Fe-Al a moler. Posteriormente se le suministró a la mezcla de polvos un agente de control de proceso constituido por alcohol etílico grado analítico en una cantidad de 0.002 ml/g de muestra a moler. En donde este aditivo se adiciona con el propósito de impedir que se aglomere demasiado el polvo y se pegue a las paredes del molde. Posteriormente se realizó vacío a la cámara que alojaba en su interior tanto los viales de molienda junto con las bolas de ágata y la mezcla de polvos Fe-Al, después se le suministró una atmosfera de nitrógeno a la cámara de vacío para llenar el vial con este gas con el fin de evitar la oxidación de la mezcla durante el proceso de AM, para después proceder a cerrar el vial de ágata con la carga en su interior mediante su tapa. De esta manera el vial con la mezcla de polvos Fe-Al en atmósfera de nitrógeno en su interior se colocaron en el molino planetario para así comenzar el proceso de aleación mecánica. La velocidad del molino planetario se estableció en 300 RPM. Se empleó una relación peso bolas/peso muestra de (8:1) durante distintos periodos de molienda: 20, 30 y 50 h.

La caracterización de los polvos aleados mecánicamente se efectuó mediante difracción de rayos X (DRX) y microscopía electrónica de barrido (MEB).

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En la Figura 1 se observan las micrografías electrónicas correspondientes a las partículas en polvo de los elementos Fe y Al sin moler. En la Figura 1 (a) se observan partículas de morfología esférica que corresponden al elemento Al (con tamaño aproximado dentro del rango de 2 a 14.9 micrómetros) con tamaño promedio aproximado de 5.7 μm y en la Figura 1 (b) se observan partículas con morfología irregular con tamaño mayor (con un tamaño aproximado dentro del rango de 127 a 328 μm).

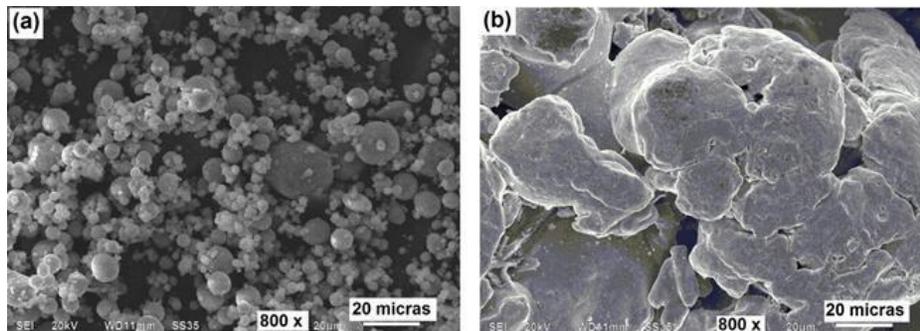


Fig. 1: Micrografías electrónicas de barrido de electrones secundarios de (a) el elemento Al y (b) el elemento Fe, ambas micrografías tomadas a 800 aumentos.

De acuerdo a la Figura 2, en donde se muestran los mapeos químicos de los elementos de la mezcla de polvos Fe-Al sin moler, se determinó que las partículas de forma esférica de menor tamaño corresponden al elemento Al, mientras que las partículas de mayor tamaño y de forma irregular corresponden al Fe. La Figura 2 (c) que muestra el mapeo químico correspondiente al Al, muestra la forma esférica de las partículas. La Figura 2 (d) muestra el mapeo químico correspondiente al elemento Fe, en donde se puede observar un tamaño mayor de partícula que el Al.

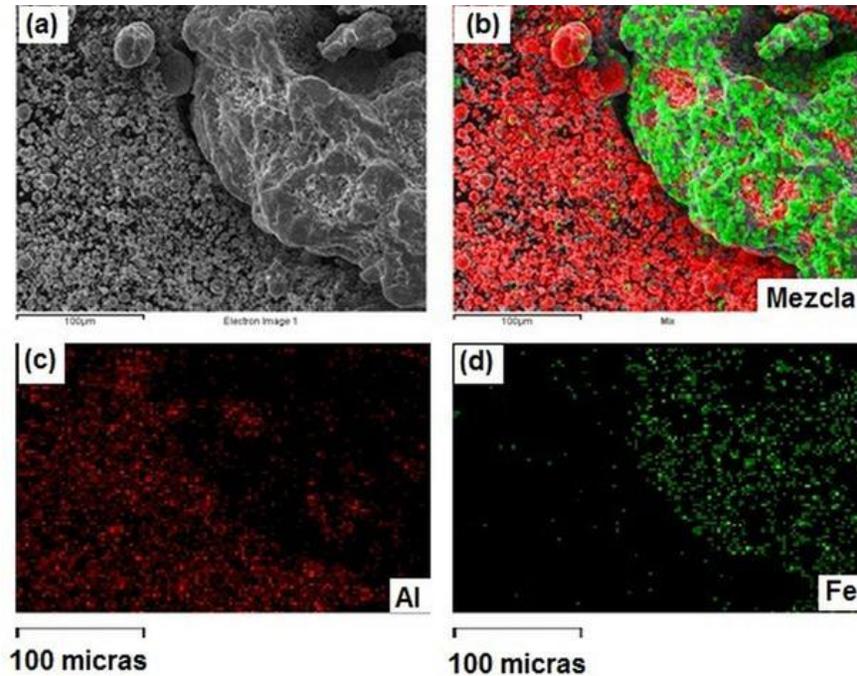


Fig. 2: (a) Micrografía de electrones secundarios de los polvos Fe-Al sin moler, (b) mapeo químico de ambos elementos Fe y Al, (c) mapeo químico del elemento Al de la región mostrada en (a) y (d) Mapeo químico del elemento Fe de la región mostrada en (a).

En la Figura 3 se muestra la evolución micro estructural de las partículas de la mezcla de polvos sin moler y molidos con una relación peso bolas/peso muestra de 8:1 en función del tiempo de molienda. La Figura 3 (a) corresponde a la mezcla de polvos inicial sin moler. La Fig. 3 (b) muestra la microestructura de la muestra a las 20 h de molienda, en donde se observa también que las partículas de Al experimentaron una mayor deformación plástica en comparación con el Fe, mientras que a las 30 y 50 h de molienda (ver Figuras 3 (c) y 3 (d)), se observa una disminución significativa en tamaño de partícula.

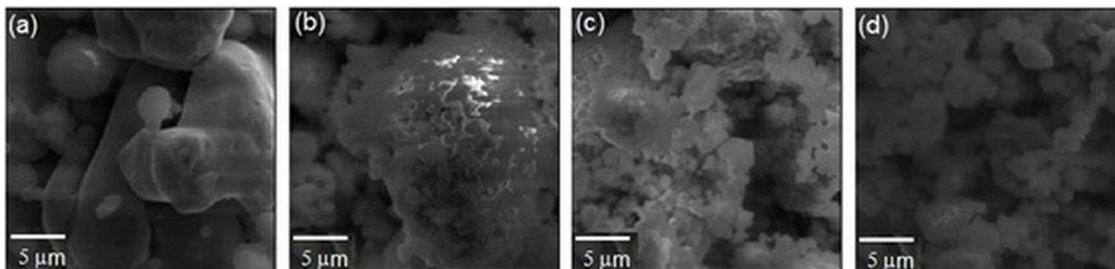


Fig. 3: Evolución micro estructural de la mezcla de polvos de composición Fe-40Al (% atómico) en función del tiempo de molienda. (a) Mezcla de polvos Fe-Al sin moler, (b), (c) y (d) mezcla de polvos molida a 20, 30 y 50 h respectivamente. Se empleó una relación peso bolas /peso muestra de 8:1.

La reducción en tamaño de partícula puede explicarse a continuación en términos del mecanismo del proceso de AM. Durante la molienda de alta energía las partículas de polvo son repetidamente aplanadas, soldadas en frío, fracturadas y re-soldadas. La fuerza de los impactos de las bolas con las partículas, las deforma plásticamente, originando de este modo endurecimiento por trabajo y fractura. Debido a que en las etapas iniciales de molienda mecánica, las partículas son suaves (si se usan las combinaciones de material dúctil-dúctil y frágil-dúctil), su tendencia a soldarse entre sí y formar partículas de mayor tamaño es elevada. Con la subsiguiente deformación inducida por el proceso de molienda, las partículas se endurecen por trabajado mecánico y se fracturan mediante un mecanismo de falla por fatiga y/o por la fragmentación de hojuelas frágiles. Los fragmentos generados por este mecanismo pueden continuar disminuyendo en tamaño en ausencia de fuerzas fuertes que promuevan la aglomeración de partículas (Suryanarayana, 2001).

Song *et al.* (2009), también reportaron una disminución de tamaño de partícula con el transcurso del tiempo de molienda en una aleación Fe48Al (at. %) aleada mecánicamente en un molino planetario a 303 RPM y una relación peso bolas/peso muestra de 10:1.

En la Figura 4 se observa una micrografía de electrones secundarios de la mezcla de polvos molidos durante 50 h, de acuerdo al mapeo químico de elementos mostrado en la Fig. 4 (b), se puede observar como el Fe se encuentra bien distribuido pero con ligeras concentraciones muy probablemente debido a la aglomeración. De acuerdo a la Fig. 4 (a), el Al se observa ya en toda la mezcla pero con muy bajas concentraciones en ciertos espacios, esto no indica que el Al no esté distribuido homogéneamente en la mezcla de polvos de aleación sino que es un efecto óptico debido a la aglomeración de partículas aleadas mecánicamente. Estas observaciones indican que ambos elementos Fe y Al se lograron distribuir de manera homogénea dentro de cada una de las partículas después de haber sido sometida la mezcla de polvos al tiempo de 50 h de molienda, lo cual a su vez indica que bajo estas condiciones ya se había formado la aleación desordenada Fe40Al, denotada como Fe-Al (a) en los patrones de difracción de rayos X mostrados en la Fig. 5.

El proceso mediante el cual se obtuvo una distribución homogénea de ambos elementos Fe y Al dentro de cada una de las partículas y en toda la mezcla de polvos, se puede explicar a continuación también mediante el mecanismo de formación de aleaciones y/o compuestos mediante el AM. Mientras transcurre el proceso de molienda, y después de cierto tiempo, se alcanza un estado de equilibrio cuando se logra un balance entre la rapidez de la soldadura de partículas, que tiende a incrementar el tamaño de partícula promedio, y la rapidez de fractura, que tiende a disminuir el tamaño de partícula promedio. En esta etapa cada partícula contiene sustancialmente todos los ingredientes o elementos iniciales, en la proporción que fueron mezclados y las partículas alcanzan una saturación en dureza debido a la acumulación de energía por deformación (Koch, 1993).

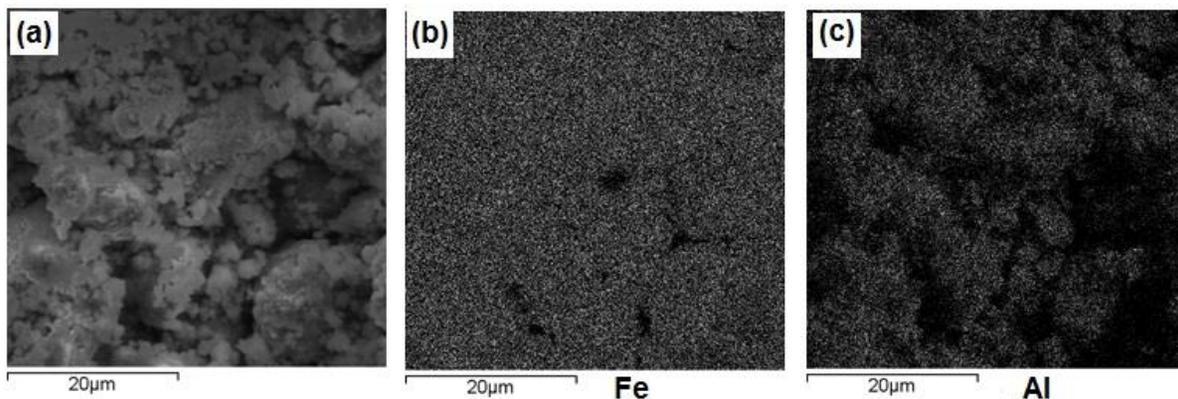


Fig. 4: (a) Micrografía de electrones secundarios de los polvos Fe-Al molidos durante 50 h, (b) mapeo químico del elemento Fe y (c) mapeo químico del elemento Al de la región mostrada en (a).

En la Figura 5 (a) se muestran los patrones de difracción de rayos X para la muestra sin moler, constituida por la mezcla de polvos Fe-Al elementales. Así mismo se ilustra en las Fig. 5 (b), (c) y (d), los perfiles de difracción de rayos X de la muestra molida durante 20, 30 y 50 h, en donde se empleó una relación peso bolas/peso muestra de 8:1. Se puede observar que el pico de difracción correspondiente al Al desapareció desde las 20 h de molienda, lo cual indica que bajo estas condiciones se había formado cabalmente la aleación desordenada Fe₄₀Al denotada en la Figura 5 como Fe-Al(α).

Enayati y Salehi (2005), sometieron a aleación mecánica una mezcla de polvos de composición Fe₅₀Al (% at.), empleando una relación peso bolas/peso muestra de 5.2/1 mediante un molino planetario a una velocidad de 390 rpm. Los autores observaron un progresivo ensanchamiento de los picos de difracción en los patrones de DRX, y la subsecuente formación y desarrollo de la fase Fe₅₀Al con estructura cristalina del tipo B2 después de las 15 h de molienda.

De manera similar, D'Angelo *et al.* (2009), alearon mecánicamente una mezcla de polvos de composición Fe₅₀Al (% at.), empleando viales y bolas de acero inoxidable y una relación peso bolas/peso muestra de 8 / 1 mediante un molino SPEX 8000 de alta energía. Los autores observaron en los patrones de DRX, un ensanchamiento de los picos de difracción y un corrimiento hacia valores bajos de 2 θ . Además registraron que a las 5 h de molienda mecánica, se formó un sistema conformado por la solución sólida α -Fe(Al) que permaneció estable hasta las 50 h de molienda.

Esto indica que la cinética de formación de la aleación desordenada Fe₄₀Al, es muy sensitiva a los parámetros y medio de molienda utilizados en el proceso de AM, así como también a la composición química del sistema de aleación que se pretende sintetizar.

Es importante hacer notar también que en la Figura 5 se observa un ensanchamiento de los picos de difracción en los patrones de DRX con el incremento del tiempo. Este comportamiento está vinculado también a la reducción de tamaño de cristalito (o de grano nano-métrico) de las fases formadas durante el transcurso del AM. El ensanchamiento de los picos de difracción de rayos X con el transcurso del tiempo de molienda en sistemas de aleación Fe-Al, también ha sido reportado en investigaciones previas (D'Angelo *et al.*, 2009; Sasaki *et al.*, 2007) y se ha vinculado con la disminución del tamaño de cristalito (o de grano de tamaño nano-métrico).

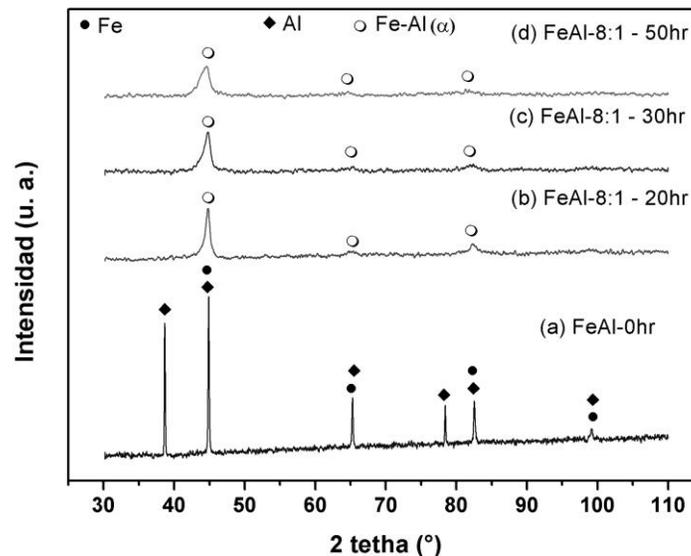


Fig. 5: Patrones de difracción de rayos X de la mezcla de polvos Fe₄₀Al sujeta a distintos tiempos de molienda en donde se empleó una relación peso bolas / peso muestra de 8:1, (a) mezcla sin moler, (b) 20 h de molienda, (c) 30 h de molienda y 50 h de molienda (d).

La Figura 6 (a) muestra la variación del tamaño de cristalito, obtenida a partir de los picos de difracción Fe-Al (α) correspondiente a la aleación Fe₄₀Al desordenada a medida que transcurría el tiempo de molienda. La tendencia observada en la condición de molienda (8:1), muestra una reducción del tamaño de cristalito (o grano) a medida que el tiempo transcurría. Además se observa que el tamaño de cristalito alcanzó un tamaño más o menos estable después de las 20 h de molienda para el caso de emplear la relación peso bolas/peso muestra de 8:1.

Wolski *et al.* (1996), sometieron a distintos tiempos de molienda mecánica una mezcla de polvos de composición Fe₄₀Al (at. %) a 200 RPM empleando un molino planetario y una relación peso bolas/peso muestra de 50:1. Los autores reportaron también una disminución del tamaño de cristalito a medida que el tiempo transcurría. Este comportamiento lo relacionaron a la textura morfológica (microestructura de sándwich, obtenida mediante el AM) y al mecanismo asociado a la fundición local del aluminio.

La Figura 6 (b) muestra la variación del parámetro de red obtenido a partir de los picos de difracción correspondientes a la aleación desordenada Fe₄₀Al (denotada como Fe-Al(α)) en los patrones de difracción de rayos x a medida que transcurría el tiempo de molienda. La tendencia observada en el caso de la condición de molienda (8:1), muestra un incremento del parámetro de red de 2.886 a 2.894 Å con el transcurso del tiempo.

Krasnowski y Kulik (2009), sometieron a aleación mecánica una mezcla de polvos Fe₅₀Al (at. %) en un molino de alta energía SPEX 8000 con una relación peso bolas/peso muestra de 8:1. Los autores también reportaron un incremento de parámetro de red con el transcurso del tiempo. Este comportamiento se puede deber a dos efectos combinados. En primer caso, se puede explicar en términos del mecanismo de formación de una solución sólida, en donde el incremento del parámetro de red de la fase Fe₄₀Al, se debe a la solución de átomos de Al en la red cristalina del Fe. En segundo caso, el incremento del parámetro de red se puede explicar en términos de un proceso de ordenamiento de la estructura cristalina, en donde el parámetro de red cambia desde valores bajos propios de una solución sólida desordenada Fe-Al(α) (de composición Fe₄₀Al) hacia valores más altos propios de la aleación ordenada Fe₄₀Al, con estructura cúbica tipo B2. Es importante remarcar de la Figura 6 (b), que el parámetro de red (2.894) obtenido bajo 50 h de molienda y una relación 8:1 se aproxima muy estrechamente al parámetro reticular incluido en la base de datos internacional de difracción de rayos X (2.896 Å) correspondiente a la aleación Fe₄₀Al con estructura cristalina cúbica tipo B2.

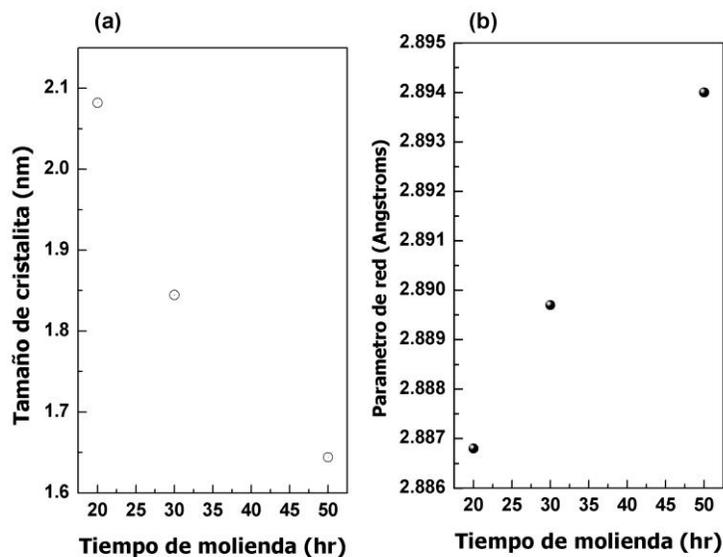


Fig. 6: (a) Variación del tamaño de cristalito y (b) parámetro de red de la aleación desordenada Fe₄₀Al con el transcurso del tiempo de molienda. En donde se empleó la razón peso bolas / peso muestra de 8:1.

La tendencia del parámetro de red observada en el presente trabajo también se ha reportado en investigaciones previas. Haghghi *et al.* (2010), sometieron a molienda mecánica una mezcla de polvos de composición inicial de Fe₅₀Al (% at.) en un molino planetario a 300 rpm, y emplearon una relación peso bolas / peso muestra de 50:1 y bolas de acero inoxidable endurecidas. Los autores reportaron un incremento en parámetro de red de la fase Fe(Al) a medida que el tiempo de molienda transcurría, y vincularon esta tendencia con la solución de átomos de Al en la red cristalina de Fe.

CONCLUSIONES

El tamaño de partícula partiendo de la mezcla inicial de polvos sin moler, se redujo significativamente durante el transcurso de la molienda.

Bajo las condiciones de molienda establecidas en el presente trabajo, se había formado cabalmente la aleación desordenada Fe₄₀Al denotada a las 20 h de molienda.

El tamaño de cristalito o de grano nano – métrico correspondiente a las fases obtenidas en el proceso de AM se redujo a medida que el tiempo transcurría cuando se empleó la relación peso bolas/peso muestra de (8:1).

El parámetro de red correspondiente a la estructura cristalina cúbica tipo B2 correspondiente a la aleación desordenada Fe₄₀Al aumentó con el incremento de tiempo de molienda cuando se empleó una relación de 8:1. Este efecto se deriva de que el parámetro de red cambia desde valores bajos propios de una solución sólida desordenada Fe-Al(α) de composición Fe₄₀Al hacia valores más altos propios de la aleación ordenada Fe₄₀Al con estructura cúbica tipo B2.

AGRADECIMIENTOS

Se agradece al Instituto de Investigaciones Eléctricas y al Instituto de Investigaciones en Materiales-UNAM por el apoyo brindado en la caracterización micro estructural de las muestras obtenidas en el presente trabajo.

REFERENCIAS

1. Baker, I. & George, E.P. (1996). Aluminides: processing properties and the mechanical properties of FeAl: Proceedings of the international symposium on nickel and iron aluminides, British Library document (pp. 145-155). 7-9 October 1996. Cincinnati, Ohio – USA.
2. Bystrzycki, J. (2001). Processing of B2 intermetallics for grain boundary engineering. In: Proceedings of 8th international conference on composites engineering. Spain, Santa Cruse de Tenerife; p. 28-34.
3. D'Angelo, L., D'Onofrio, L. & Gonzalez, G. (2009). Nanophase intermetallic obtained by sintering after mechanical alloying. *Journal of Alloys and Compounds*, 483, 154-158.
4. Enayati, M.H. & Salehi, M. (2005). Formation Mechanism of Fe₃Al and FeAl intermetallic compounds during Mechanical Alloying. *J. of Mat. Sci.*, 40 (15), 3933-3938.
5. Fraczkiewicz, A., Gay, A.S. & Biscondi, M. (1998). On the boron effect in FeAl (B2) intermetallic alloys. *Materials Science and Engineering: A*, 258 (1), 108-114.
6. Godlewska, E., Szczepanik, S., Mania, R., Krawiarz, J. & Kozinski, S. (2003). FeAl materials from intermetallic powders. *Intermetallics*, 11 (4), 307-312.
7. Grosdidier, T., Ji, G., Bernard, F., Gaffet, E., Munir, Z.A. & Launois, S. (2006). Synthesis of bulk FeAl nanostructured materials by HVOF spray forming and Spark Plasma Sintering. *Intermetallics*, 14 (10), 1208-1213.

8. Haghighi E., Janghorban K. & Izadi S. (2010). Structural evolution of Fe-50at.%Al powders during mechanical alloying and subsequent annealing processes. *Journal of Alloys and Compounds*, 495, 260-264.
9. Krasnowski, M. & Kulik, T. (2009). Nanocrystalline and amorphous Al-Fe alloys containing 60–85% of Al synthesised by mechanical alloying and phase transformations induced by heating of milling products. *Materials Chemistry and Physics*, 116 (2), 631-637.
10. Klein, O. & Baker, I. (1994). Effects of boron and grain size on the strain-rate sensitivity of Fe45Al. *Scripta Metallurgica et Materialia*, 30 (7), 863-868.
11. Koch, C.C. (1993). The synthesis and structure of nanocrystalline materials produced by mechanical attrition: A review. *Nanostructured Mater.*, 2 (2), 109-129.
12. Kupka, M., Stepień, K. & Kulak, K. (2011). Effect of hydrogen on room-temperature plasticity of B2 iron aluminides. *Corros. Science*, 53, 1209-1213.
13. Kupka, M. (2006). High temperature strengthening of the FeAl intermetallic phase based alloy. *Intermetallics*, 14 (2), 149-155.
14. Liu, C.T. & George, E.P. (1990). Environmental embrittlement in boron-free and boron-doped FeAl (40 at %Al) alloys. *Scripta Metall Mater.*, 24 (7), 1285-1290.
15. Liu, C.T., Lee, E.H. & McKamey, C.G. (1989). An environmental effect as major cause for room-temperature embrittlement in FeAl. *Scripta Metall.*, 23 (6), 875- 880.
16. McFadden, S.X., Mishra, R.S., Valiev, R.Z., Zhilyaev, A.P. & Mukherjee, A.K. (1999). Low-temperature superplasticity in nanostructured nickel and metal alloys. *Nature*, 398, 684-686.
17. Mhadhbi, M., Khitouni, M., Escoda, L. & Suñol, J.J. (2010). X-ray studies of structure defects in nanostructured FeAl alloy. *Mater. Letters*, 64, 1802-1805.
18. Mhadhbi, M., Khitouni, M., Escoda, L., Sunol, J.J. & Dammak, M. (2011). Microstructure evolution and mechanical properties of nanocrystalline FeAl obtained by mechanical alloying and cold consolidation. *J. Alloys Compounds*, 509, 3293-3298.
19. Morris, D.G. & Gunther, S. (1996). Strength and ductility of Fe40Al alloy prepared by mechanical alloying. *Materials Science and Engineering: A*, 208 (1), 7-19.
20. Morris, M.A., Dodge, A. & Morris, D.G. (1999). Structure, strength and toughness of nanocrystalline FeAl. *Nanostructured Materials*, 11 (7), 873-855.
21. Morris D.G. & Morris, M.A. (1999). Pinning of dislocations and the origin of the stress anomaly in FeAl alloys, *Intermetallics*, 7(9), 1059-1068.
22. Sasaki T.T., Mukai T. & Hono K. (2007). A high-strength bulk nanocrystalline Al-Fe alloy processed by mechanical alloying and spark plasma sintering. *Scripta Materialia*, 57, 189-192.
23. Siegel, R.W. & Fougere G.E. (1995). Mechanical properties of nanophase metals. *Nanostruct. Materials*, 6, 205–216.
24. Skoglund, H., Wedel, M.K. & Karlsson, B. (2004). Processing of fine-grained mechanically alloyed FeAl. *Intermetallics*, 12 (7), 977-983.

25. Song, H., Wu, Y., Tang, C.A., Yuan, S., Gong, Q. & Liang, J. (2009). Microstructure and mechanical properties of FeAl intermetallics prepared by mechanical alloying and hot-pressing. *Tsinghua Science & Technology*, 14 (3), 300-306.
26. Stoloff, N.S. (1998). Iron Aluminides: Present Status and Future Prospects. *Materials Science and Engineering A*, 258, 1-14.
27. Suryanarayana, C. (2001). Mechanical alloying and milling. *Progress in Materials Science*, 46, 1-184.
28. Wolski, K., Caerb, G., Delcroixb, P., Fillit, R., Thevenota, F. & Cozea, J. (1996). Influence of milling conditions on the FeAl intermetallic formation by mechanical alloying. *Materials Science and Engineering A*, 207, 97-104.
29. Wu, H., Baker, I., Liu, Y., Wu, X. & Cheng, J. (2011). Magnetically-triggered heating of Fe-Al powders. *Intermetallics*, 19, 1517-1525.
30. Yelsukov, E.P. & Dorofeev, G.A. (2004). Mechanical alloying in binary Fe-M (M=C,B,Al,Si,Ge,Sn). *Journal of Materials Science.*, 39, 5071-5079.