



Estudio estructural y microestructural de la aleación Al_xFe_{1-x} ($x=0.25$; 0.5 y 0.75) obtenida por molienda mecánica

R. Rocha Cabrera*¹, C.V Landauro¹ y J. Quispe Marcatoma¹

¹Universidad Nacional Mayor de San Marcos, Facultad de Ciencias Físicas, Lima, Perú

Recibido 23 octubre 2019 – Aceptado 01 diciembre 2019

Resumen

Las aleaciones de Fe-Al en las composiciones $Al_{25}Fe_{75}$, $Al_{50}Fe_{50}$ y $Al_{75}Fe_{25}$ fueron sintetizado por la técnica del horno de arco y luego tratando térmicamente ha $600^{\circ}C$. El difractograma de rayos X (DRX) y la espectroscopia Mössbauer (EM) muestran la formación de la solución sólida Fe(Al) rica y pobre en átomos de aluminio. A 10 horas de molienda mecánica se observa la formación de la maghemita $\gamma - Fe_2O_3(Al)$ para las composiciones $Al_{25}Fe_{75}$ y $Al_{50}Fe_{50}$ con átomos de aluminio ocupando algunos sitios de hierro. En el caso de la composición $Al_{75}Fe_{25}$ se observa el intermetalico $Al_{13}Fe_4$, permaneciendo estructuralmente invariante durante el proceso de nanoestructuración.

Palabras clave: Horno de arco, molienda mecánica, espectroscopia Mössbauer, difractograma de rayos X.

Structural and microstructural study of the Al_xFe_{1-x} alloy ($x=0.25$; 0.5 and 0.75) obtained by mechanical grinding

Abstract

Alloys Fe-Al in the compositions $Al_{25}Fe_{75}$, $Al_{50}Fe_{50}$ and $Al_{75}Fe_{25}$ were synthesized by the arc furnace technique and the thermally treating $600^{\circ}C$. X-ray diffractogram (XRD) and Mössbauer spectroscopy (MS) show the formation of the solid solution Fe(Al) rich and poor in aluminium. In the process of mechanical grinding to 10 hours milling maghemite $\gamma - Fe_2O_3(Al)$ for compositions $Al_{25}Fe_{75}$ and $Al_{50}Fe_{50}$ with aluminium atoms occupy some iron sites. In the case of the composition $Al_{75}Fe_{25}$ a single intermetallic $Al_{13}Fe_4$ is observed, remaining structurally invariant for all time nanostructuring.

Keywords: Arc furnace, mechanical grinding, Mössbauer spectroscopy, X-ray diffractogram.

Introducción

Diferentes grupos de investigación han estado estudiando el sistema Fe – Al debido a la gran variedad de aplicaciones [Zeng06]. Caracterizado por su excelente resistencia a la corrosión, baja densidad, apareciendo como un sustituto de acero inoxidable a temperatura ambiente [Rajan15]. Sin embargo, el desarrollo comercial de estos materiales no ha sido muy bueno por su baja ductilidad a temperatura ambiente y baja resistencia mecánica por encima de la temperatura $600^{\circ}C$. Para altas concentraciones de aluminio se forman diferentes tipos de aleaciones intermetálicas tales como $FeAl_2$, $FeAl_3$, $Fe_{13}Al_4$, las cuales tienen un comportamiento paramagnético. A altas concentraciones de hierro se forma el intermetalico Fe_3Al , el cual se caracteriza por tener un comportamiento ferromagnético [Bustos12]. Las propiedades mecánicas y magnéticas presentes en las aleaciones dependen en gran medida de la composición y la técnica de síntesis [Ligia09]

. La molienda mecánica (MM) es caracterizada por lograr una reacción por el choque efectivo entre muestra billas y contenedor. Los defectos cristalinos durante este proceso, como dislocaciones, vacancias e incremento del número de límite de grano es generado durante este proceso [Krasnowski09]. En la composición $Al_{25}Fe_{75}$ para diferentes tratamientos térmicos se observa la formación de solución sólida rica en hierro Fe(Al) con estructura cúbica bcc y grupo espacial $I m -3 m$ con un comportamiento magnético de tipo ferromagnético. En la composición $Al_{50}Fe_{50}$ se observa el intermetálico FeAl con estructura cúbica bcc y el grupo espacial $P m -3 m$ que tiene un comportamiento magnético del tipo paramagnético. Para la composición $Al_{75}Fe_{25}$ se observa el intermetalico $Al_{13}Fe_4$ para todas las temperaturas con estructura monoclinica y grupo espacial del tipo $C12 / m$, presentando un comportamiento magnético del tipo paramagnético [Jaglicic11]. Para el proceso de nanoestructuración a partir de la temperatura de $600^{\circ}C$, para las concentraciones $Al_{25}Fe_{75}$ y $Al_{50}Fe_{50}$,

*ronald.rocha.cabrera@gmail.com

se observa la formación de la maghemita $\gamma - \text{Fe}_2\text{O}_3(\text{Al})$ con estructura del tipo cúbica y grupo espacial P(4132). Donde los átomos de aluminio ocupan algunos sitios de átomos de hierro [Jiraskova13]. Dentro el contexto indicado lineal arriba, el objetivo de este trabajo es sintetizar diferentes concentraciones $\text{Al}_x\text{Fe}_{1-x}$ ($X=0,25; 0,5; 0,75$) y analizar los diferentes tipos de intermetálicos y soluciones sólidas formadas a temperatura de ambiente y 600°C , además de analizar las propiedades por difracción de rayos X (DRX) y espectroscopia Mössbauer (EM) durante el proceso de nanoestructuración.

Metodología

Las aleaciones Fe-Al en la composición nominal $\text{Al}_{25}\text{Fe}_{75}$, $\text{Al}_{50}\text{Fe}_{50}$ y $\text{Al}_{75}\text{Fe}_{25}$ fueron empastilladas a partir de polvos elementales Al (99,7 %, 44 μm) y Fe (99,5 %, 10 μm) en una prensa hidráulica manual a una presión de 10 kilo pascales durante 5 minutos. Las pastillas se sintetizaron mediante la técnica de horno de arco bajo una atmósfera de argón para tratarse térmicamente a temperaturas de 600°C durante 48 horas respectivamente. Después de que las muestras fueron pulverizadas para una posterior caracterización. La nanoestructuración se realizó para las muestras obtenidas a la temperatura de 600°C , en el equipo SPEX 8000 donde la relación de carga billa fue de 7:1, para evitar que se pegue la muestra en el contenedor y las billas de acero, se vertió tres gotas de etanol cada media hora [Pinto14]. El estudio estructural de muestras obtenidas antes y después del tratamiento

térmico y durante la molienda mecánica se realizó utilizando la técnica y la Difracción de Rayos X (XRD) en un equipo Bruker D8 y con la radiación $\text{K}\alpha_1$ de cobre ($\lambda = 1.5406$) en el rango de 20° a 90° , con un paso de 0.04° y un tiempo de 8 segundos por paso, a temperatura ambiente (RT). El tamaño de grano del programa de cálculo se realizó utilizando la ecuación de Scherrer [Cullity78].

$$\langle D \rangle = \frac{K\lambda}{\beta \cos(\theta)} \quad (1)$$

Donde $\langle D \rangle$ es el tamaño de grano, K es el factor de forma que es aproximadamente igual a 0.9, β es el ancho del pico de difracción, que se calcula mediante la siguiente ecuación:

$$\beta = B - b \quad (2)$$

Donde B es el ancho de línea de la muestra estándar, b es el ancho de línea de Corundum Al_2O_3 que es estándar. La espectroscopia Mössbauer (EM) se realizó con un espectrómetro Mössbauer de transmisión convencional, que funciona con 1,024 canales con módulo de velocidad con una señal sinusoidal. Las medidas se tomaron a temperatura ambiente (RT) y los datos obtenidos se ajustaron con la ayuda del programa NORMOS [Brand95]. La fuente empleada fue de ^{57}Co en una matriz de rodio de 25 mCi, el corrimiento isomérico y la escala de la velocidad fueron calibrados con respecto al $\alpha\text{-Fe}$ a temperatura de ambiente (RT).

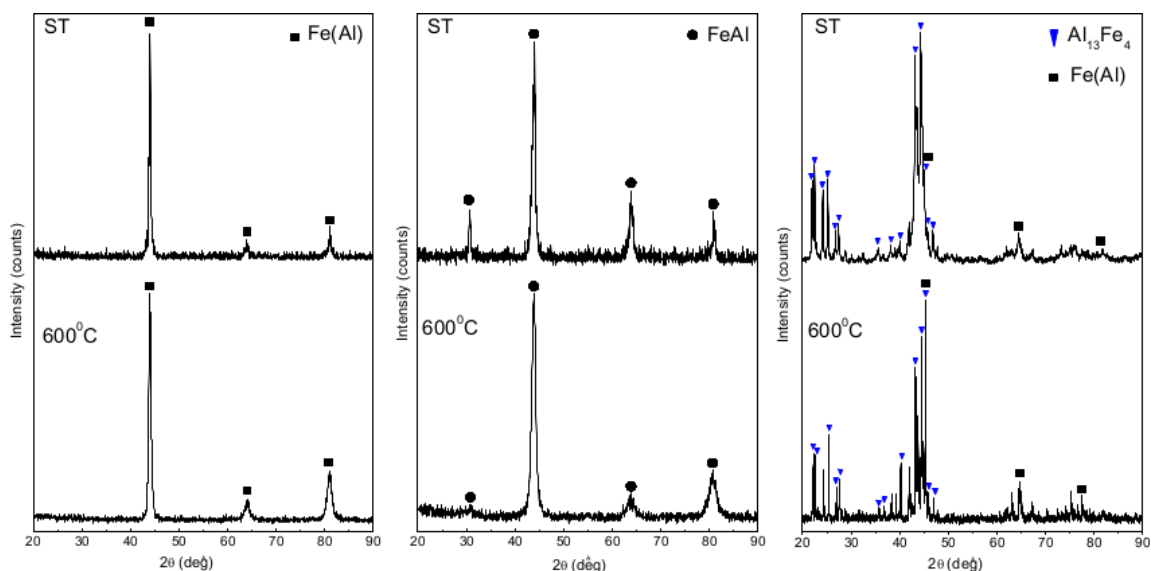


Figura 1: Patrones de difracción de rayos X de las composiciones $\text{Al}_{25}\text{Fe}_{75}$, $\text{Al}_{50}\text{Fe}_{50}$ and $\text{Al}_{75}\text{Fe}_{25}$ tanto a temperatura de ambiente como a 600°C .

Resultados y discusión

Difracción de rayos X espectroscopia Mössbauer a temperatura de ambiente y a 600°C

En la Figura 1 se observan los patrones de Difracción de rayos X de las composiciones $\text{Al}_{25}\text{Fe}_{75}$, $\text{Al}_{50}\text{Fe}_{50}$ y $\text{Al}_{75}\text{Fe}_{25}$ tanto para temperatura de ambiente como para 600°C, para la muestra $\text{Al}_{25}\text{Fe}_{75}$, la asimetría de los picos muestra la existencia de celdas cúbicas con diferentes tipos de empaquetamientos atómicos, lo que corresponde a una solución sólida $\text{Fe}(\text{Al})$ rica en hierro. El espectro de Mössbauer correspondiente que se muestra en la Figura 2 muestra un comportamiento magnético del tipo ferromagnético. El ligero cambio del campo hiperfino magnético es debido al reemplazo de los primeros y segundos vecinos de átomos de hierro por aluminio [Stearns72, Alcazar87]. La solución sólida $\text{Fe}(\text{Al})$ también fue obtenida por Kezrane y colaboradores [Kezrane12] al sintetizar polvos elementales durante 8 horas mediante aleación mecánica. En la Figura 1 se muestran los patrones de difracción de rayos X de la composición $\text{Al}_{50}\text{Fe}_{50}$ apreciándose la formación del intermetálico FeAl el cual tiene una estructura cúbica

conocida como B2 y con grupo espacial $Pm\bar{3}m$. El espectro Mössbauer correspondiente, mostrado en la Figura 2, consiste de un singlete paramagnético correspondiente a intermetálico FeAl ; también una solución sólida $\text{Fe}(\text{Al})$ paramagnética rica en aluminio, de un doblete cuadrupolar el cual se debe a la existencia de un átomo de hierro con un solo primer vecino de átomo de hierro; además, de un remanente de Fe ferromagnético.

El intermetálico también ha sido encontrado por Trujillo y colaboradores [Trujillo14] al sintetizar la composición $\text{Fe}_{56.25}\text{Al}_{43.75}$ durante 12 horas mediante aleación mecánica, el cual coexiste con el intermetálico Fe_3Al y un remanente de Fe. Enzo y colaboradores [Enzo96] después de sintetizar la composición $\text{Fe}_{50}\text{Al}_{50}$ durante 8 horas por aleación mecánica obtienen el intermetálico FeAl que coexiste con el intermetálico Al_5Fe_2 que se caracteriza por una estructura ortorrómbica y un grupo espacial tipo $Cmcm$. Brajpuriya y colaboradores [Brajpuriya10] obtuvieron al intermetálico FeAl mediante la síntesis de la composición $\text{Fe}_{(1-x)}\text{Al}_x$ ($x = 0,2; 0,3; 0,4; 0,5$ y $0,6$) por horno de arco y realizarle un tratamiento térmico a 600°C durante 120 horas.

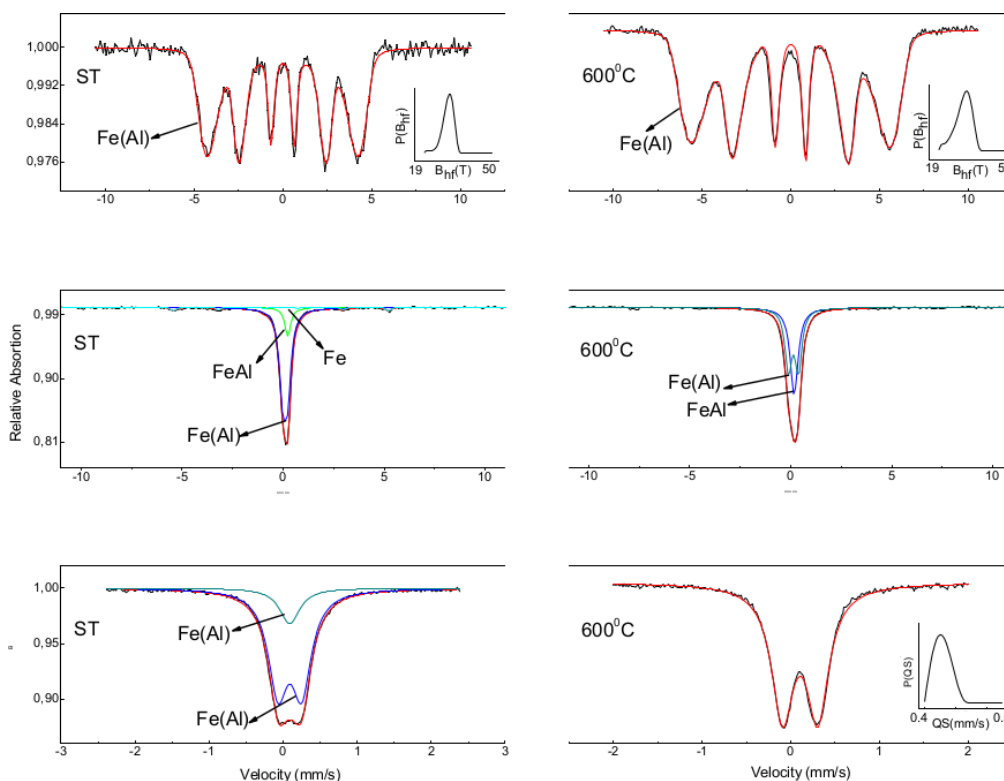


Figura 2: Espectros Mössbauer de las composiciones $\text{Al}_{25}\text{Fe}_{75}$, $\text{Al}_{50}\text{Fe}_{50}$ and $\text{Al}_{75}\text{Fe}_{25}$ tanto a temperatura de ambiente como a 600°C.

En la Figura 1 el patrón de difracción de rayos X correspondiente a la composición $\text{Al}_{75}\text{Fe}_{25}$ a temperatura ambiente, muestra el intermetálico $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ con estructura monoclinica y grupo espacial C12/m1 con cinco átomos de hierro con entornos similares por lo que el ajuste Mössbauer se realizó con un doblete paramagnético [Burkhardt94]. Además, de una solución sólida $\text{Fe}(\text{Al})$ rica en aluminio con estructura cubica bcc y grupo espacial $\text{Im}\bar{3}m$, cuyo espectro Mössbauer corresponde a un singlete paramagnético. A la temperatura de 600°C el patrón de difracción de rayos X muestra la coexistencia de la solución sólida $\text{Fe}(\text{Al})$ y en intermetálico $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$, el correspondiente espectro Mössbauer consiste de una distribución cuadrupolar correspondiente a las distintas posiciones atómicas de átomos de hierro en el intermetálico $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ y la solución sólida $\text{Fe}(\text{Al})$, cuyo valor de distribución cuadrupolar $\langle\Delta_Q\rangle = 0.397\text{mm/s}$ muy distinto a lo obtenido por Mohamed y colaboradores [Mohammed15] ajustando su espectro Mössbauer con tres dobletes cuadrupolares $\Delta_Q = 0.342, 0.377$ and 0.049mm/s . Además, es diferente al valor obtenido por Ajay y colabo-

radores [Ajay89] el cual ajusta el espectro Mössbauer con dos dobletes cuadrupolares $\Delta_Q = 0.342$ and 0.377mm/s .

Difracción de rayos X y espectroscopia Mössbauer de las muestras nanoestructuradas

En la Figura 3 se muestra el patrón de difracción de rayos X de la composición $\text{Al}_{25}\text{Fe}_{75}$ a partir de 600°C , el ensanchamiento inicial del pico de difracción se relaciona con las estructuras cúbicas con distintas configuraciones atómicas de átomos de hierro y aluminio. Para cinco horas de nanoestructuración los picos de difracción tienen la misma morfología, que la de cero horas, presentando un tamaño de grano de 64.3nm , que puede ser visto en la Figura 5, presentando un incremento del área intersticial [Siegel93, Greneche00, Greneche01], el espectro Mössbauer mostrado en la Figura 3 muestra la formación de un doblete paramagnético a causa que existe mayor cantidad de átomos de aluminio como primer y segundo vecino del átomo resonante.

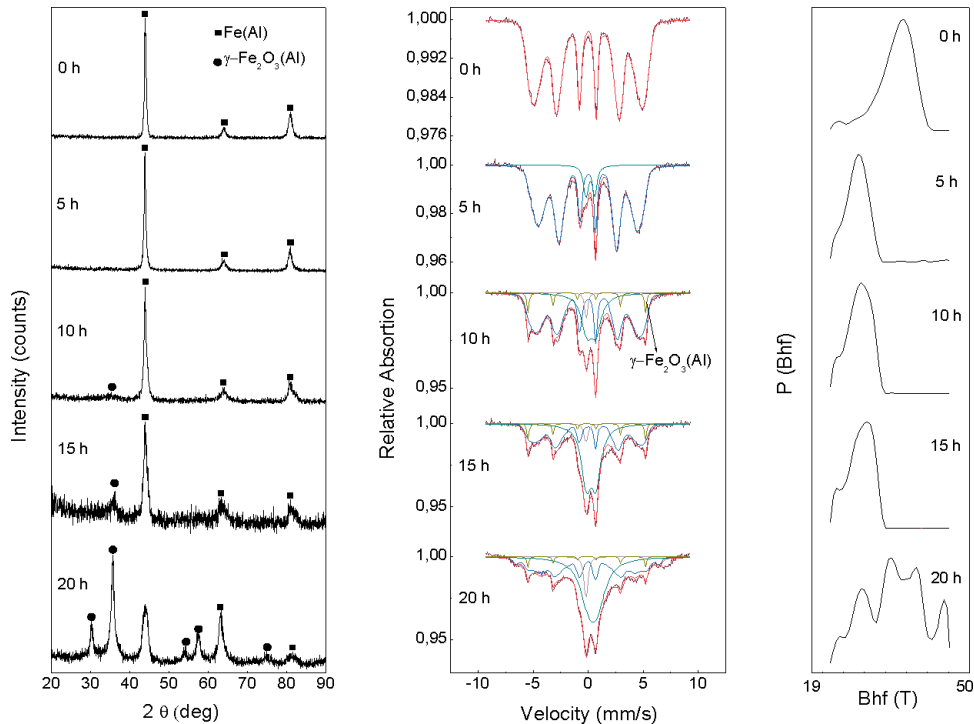


Figura 3: Patrón de difracción de rayos X y espectros Mössbauer de la composición $\text{Al}_{25}\text{Fe}_{75}$ nanoestructurada a partir de la temperatura 600°C .

Además, muestra una ligera variación de campo magnético hiperfino, presentando una variación, pasando de $\langle B_{\text{hf}} \rangle = 28.71\text{T}$ para cero horas a $\langle B_{\text{hf}} \rangle = 27.8\text{T}$. Para diez horas de nanoestructuración, para un ángulo de

$2\theta = 36.0^\circ$ se observa un ligero ensanchamiento del pico de difracción el cual es debido a la fase oxidada formada, el correspondiente espectro Mössbauer consiste de un singlete y doblete, ambos paramagnéticos, un sitio ferromagné-

tico debido a la $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3(\text{Al})$ con un campo magnético hiperfino de $B_{\text{hf}} = 28.86\text{ T}$, con un valor mucho menor al de la maghemita debido a que los átomos de aluminio ocupan las posiciones atómicas de los átomos de hierro. Además de de una distribución ferromagnética hiperfina con un valor de distribución de campo magnético hiperfino $\langle B_{\text{hf}} \rangle = 27.8\text{ T}$ [Chojan98].

Para este tiempo de molienda el tamaño de grano de la solución sólida $\text{Fe}(\text{Al})$ y la maghemita $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3(\text{Al})$ son de 17.5 nm y 25.4 nm respectivamente como es visto en la Figura 5. Para 15 horas de nanoestructuración el in-

cremento de intensidad de pico de difracción es debido al incremento de los granos cristalinos orientados en esa dirección, el correspondiente espectro Mössbauer mantiene el mismo comportamiento magnético que para 10 horas de síntesis. Para 20 horas de nanoestructuración se observa un aumento en la intensidad del pico de difracción correspondiente a la maghemita; también, del aumento de los picos de difracción, en donde la solución sólida $\text{Fe}(\text{Al})$ tiene un tamaño de grano de 6.2 nm la maghemita un tamaño de grano de 13 nm .

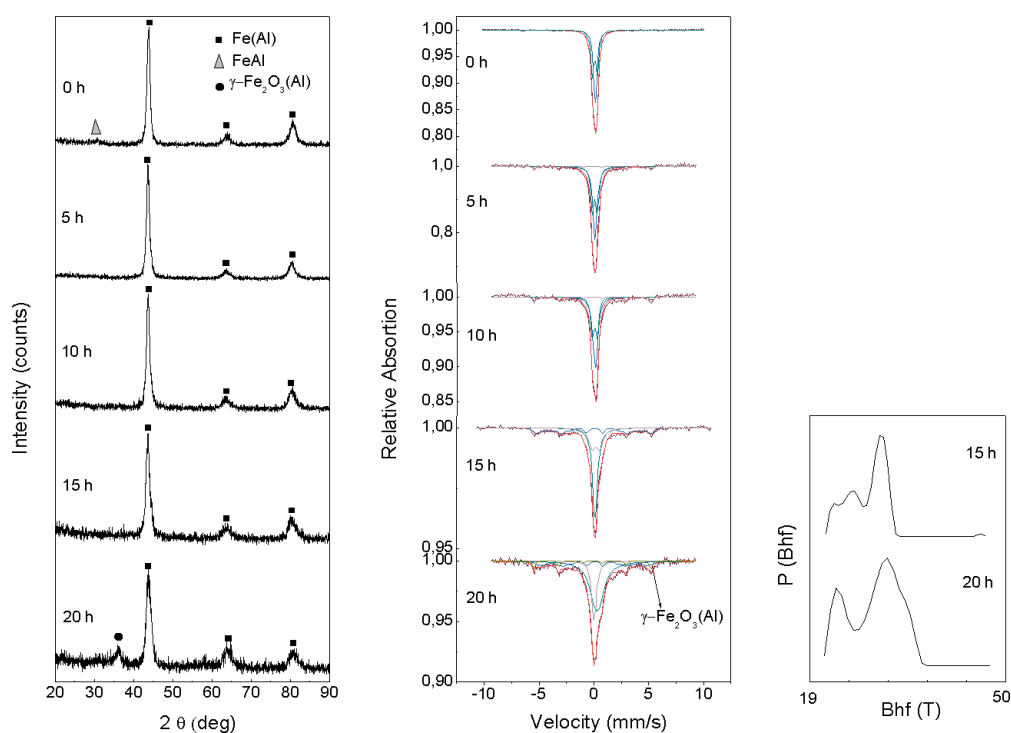


Figura 4: Patrón de difracción de rayos X y espectros Mössbauer de la composición $\text{Al}_{50}\text{Fe}_{50}$ nanoestructurada a partir de la temperatura 600°C .

En la Figura 5 para la composición $\text{Al}_{50}\text{Fe}_{50}$ a cero horas el patrón de difracción de rayos X muestra el intermetálico FeAl , el correspondiente espectro Mössbauer está representado por un singlete con alta simetría cúbica, además de la formación de la solución sólida $\text{Fe}(\text{Al})$ caracterizado por un doblete con un valor de desdoblamiento cuadrupolar de 0.55 mm/s . En la Figura 5 a 5 horas de nanoestructuración se observa la transformación de fase del intermetálico FeAl a la solución sólida $\text{Fe}(\text{Al})$. El correspondiente espectro Mössbauer ajustado consiste de dos sitios paramagnéticos correspondiente a un singlete y un doblete, ambos con mayor cantidad de átomos de aluminio como primer y segundos vecinos del átomo de hierro resonante [Greneche01, Chojan98]. Para 15 horas

de nanoestructuración es notable el aumento del ancho de los picos de difracción debido a la reducción del tamaño de grano, cual pasa a un valor de 7.8 nm como se ve en la Figura 5. El correspondiente espectro Mössbauer ajustado para 15 horas consiste de una solución sólida ferromagnética $\text{Fe}(\text{Al})$ rica en hierro con un valor de campo magnético hiperfino $\langle B_{\text{hf}} \rangle = 29.9\text{ T}$. Además, de una solución sólida paramagnética mostrando forma de singlete y doblete. Para 20 horas de nanoestructuración el patrón de difracción de rayos X se observa la formación de otra fase localizada alrededor de $2\theta = 35.0^{\circ}$ el cual es correspondiente a la maghemita $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3(\text{Al})$ con átomos de aluminio reemplazando las posiciones atómicas de los átomos de hierro, el correspondiente espectro Mössbauer

para este tiempo consiste de una distribución magnética hiperfina debido a la solución sólida Fe(Al) ferromagnética, además de la maghemita γ -Fe₂O₃(Al) ferromagnética con un campo magnético hiperfino de $B_{hf} = 29,17$ T y las soluciones sólida paramagnéticas ricas en aluminio presentándose en forma de doblete y singlete.

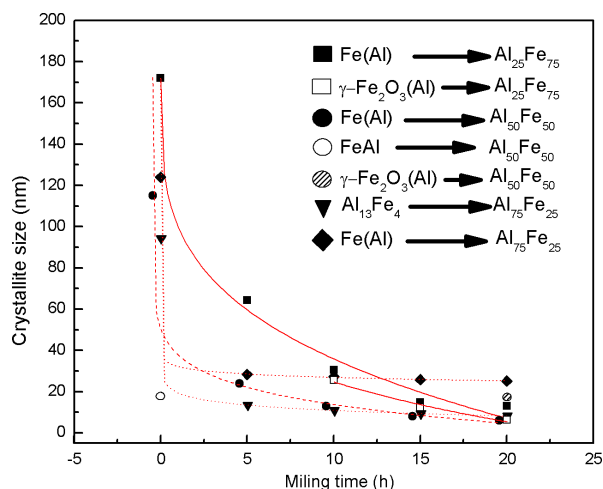


Figura 5: Secuencia de tamaño de grano.

El campo magnético de la maghemita para este tiempo es mucho más bajo a lo obtenido por Diaz y colaboradores [Idczak13] donde la maghemita tiene un valor de campo magnético hiperfino de 49,9 T. El tamaño de grano de la maghemita para este tiempo de molienda mecánica es de 6.4 nm mientras que para la solución sólida es de 5.7 nm tal como se observa en la Figura 5.

En la Figura 6 puede verse la secuencia de nanoestructuración de la aleación Al₇₅Fe₂₅, inicialmente existen dos fases cristalinas una es la intermetálica Al₁₃Fe₄ y la otra es la solución sólida Fe(Al), el correspondiente espectro Mössbauer fue ajustado por una distribución cuadrupolar con un valor de $\langle \Delta_Q \rangle = 0.397$ mm/s, debido a que existe más de cinco posiciones atómicas con distintos entornos de átomos, correspondiente a la estructura monoclinica. Para cinco horas de síntesis las intensidades de los picos de difracción disminuyen notablemente, es notable la presencia de un pico principal alrededor de $2\theta = 43.0^\circ$ con un pequeño lomo alrededor de $2\theta = 42.0^\circ$, por lo que el pico principal tiene una ligera asimetría. El espectro Mössbauer para este tiempo muestra una pequeña asimetría, con una simétrica curva de probabilidad. Para 10 horas de molienda el patrón de difracción muestra las mismas características que a cinco horas. Sin embargo, la asimetría

del espectro Mössbauer y la curva de probabilidad corresponde a la existencia de granos cristalinos donde el átomo de hierro tiene diferentes entornos. El tamaño de grano para este tiempo es de 27.2 nm para el intermetálico Al₁₃Fe₄ y de 27.2 nm para la solución sólida Fe(Al) como se observa en la Figura 4. Para 15 horas de molienda mecánica el aumento de los anchos de los picos de difracción corresponde a la reducción del tamaño de grano e incremento de la zona intersticial, con un comportamiento paramagnético debido a la alta cantidad de átomos de aluminio como primer y segundo vecinos del átomo de hierro resonante [Greneche01, Vencze73]. El correspondiente espectro Mössbauer mostrado en la Figura 6 muestra un doblete simétrico con un valor de distribución de desdoblamiento cuadrupolar de $\langle \Delta_Q \rangle = 0.53$ mm/s y un valor de tamaño de grano de 7.3 nm como es visto en la Figura 4. Para 20 horas de síntesis se observa la misma morfología comparado con 5, 10 y 15 horas. El correspondiente espectro Mössbauer también consiste de un desdoblamiento cuadrupolar.

Conclusiones

La técnica de molienda mecánica va a influenciar fuertemente en las propiedades estructurales y microestructurales para las composiciones Al₂₅Fe₇₅, Al₅₀Fe₅₀ y Al₇₅Fe₂₅. Para la composición Al₂₅Fe₇₅ se observa la formación de una fase ferromagnética Fe(Al), solución sólida rica en hierro. Además, se observa la maghemita con un bajo campo magnético hiperfino, debido a que los átomos de aluminio reemplazan algunas posiciones de átomos de hierro en sus primeros y segundos vecinos. Para la concentración Al₅₀Fe₅₀ se aprecia la formación de la maghemita con un campo magnético hiperfino bajo. La formación de algunos granos paramagnéticos, siendo su respuesta Mössbauer un singlete. Además, el paramagnetismo también observado en el espectro Mössbauer en forma de doblete. Para la última concentración Al₇₅Fe₂₅, se observa el intermetálico Al₁₃Fe₄ con un comportamiento magnético del tipo paramagnética.

Agradecimientos

Los autores agradecen al Vicerectorado de Investigación y Posgrado de la Universidad Nacional Mayor de San Marcos por el apoyo financiero a través del proyecto CONCON No. 141301011 (Proyecto 2014).

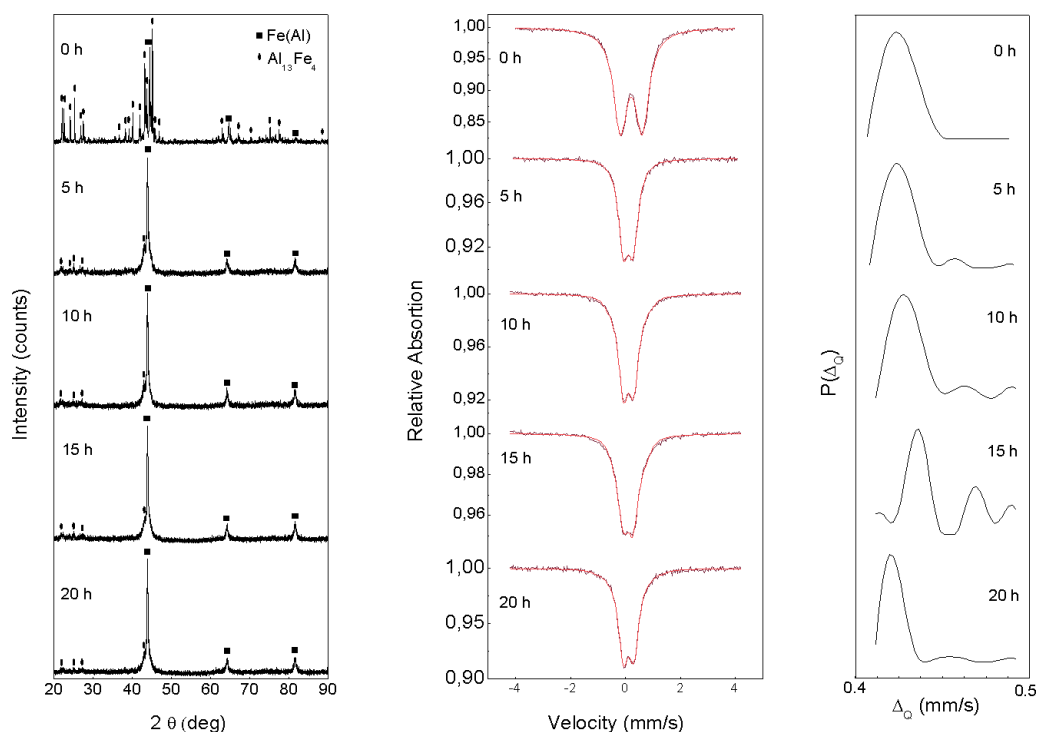


Figura 6: Patrón de difracción de rayos X y espectros Mössbauer de la composición $\text{Al}_{25}\text{Fe}_{75}$ nanoestructurada a partir de la temperatura 600°C .

Referencias

- [Ajay89] Gupta, A. and Jayaraj, M.E. (1989). Mössbauer study of the Al – Fe decagonal phase, *Phys. Rev.* **39**, 12 .
- [Alcazar87] Pérez Alcázar, G.A. and Galvao da Silva, E. (1987). Mössbauer effect study of magnetic properties of $\text{Fe}_{1-q}\text{Al}_q$, $0 \ll q \ll 0.5$, alloys in the disordered phase, *J. Phys. F: Met. Phys.* **17**, 2323-2335.
- [Brajpuriya10] Brajpuriya, R., Jani, P., Sharma, Kaimal, S., Shripathi T., Lakshmi, N., Venugoplalan, K. and Brajpuriya, R. (2010). Correlation between microstructure, magnetic and electronic properties of $\text{Fe}_{1-x}\text{Al}_x$ ($0.2 \ll x \ll 0.6$) alloys produced by arc melting, *Applied Surface Science* **257**, 10-16 .
- [Brand95] Brand, R. (1995). Normos Mössbauer Fitting Program, User's Guide (Wissenschaftlich Elektronik GmbH, Starnberg).
- [Burkhardt94] Grin, J., Burkhardt, U., Grin Yu, Ellner, M. and Peters, K. (1994). Refinement of the $\text{Fe}_4\text{Al}_{13}$ Structure and Its Relationship to the Quasihomological Homeotypical Structures, *Acta Crystallogr.* **50** (3), 479-487.
- [Bustos12] Bustos, H., Oyola, D., Rojas, Y., Perez Alcázar, G., Gonzales, J. and Margineda, D. (2012). Evidence of dipolar magnetic field in mechanically alloyed $\text{Fe}_{50}\text{Al}_{50}$ samples, *Journal of Alloys and Compounds.* **536S**, 377-380.
- [Cardillini98] Cardillini, F., Contini, V., Grupta, R., Mazzone, G., Perin, A., Principi, G. (1998). Microstructural evolution of Al/Fe powder mixtures during high-energy ball milling, *J. Mater. Sci* **33**, 2519-2517.
- [Chojan98] Chojan, J. (1998). Interactions between impurity atoms of 3d transition metals dissolved in iron, *Journal of Alloys and Compounds.* **264**, 50-53.
- [Cullity78] Cullity, B. (1978). Elements of X-ray Diffraction, Addison-Wesley, Massachusetts, pp 284.
- [Enzo96] Enzo, S., Frattini, R., Grupta, R., Macri, P., Principi, G., Schiffini, L. and Scipione, G. (1996). X-ray powder diffraction and Mössbauer study of nanocrystalline Fe–Al prepared by mechanical alloying *Acta Metallurgica* **44**, 3105-3113.
- [Greneche00] Greneche, J. and Slawska-Waniewská, A. (2000). About the interfacial zone in nanocrystalline

- alloys. *Journal of Magnetism and Magnetic Material*, **215**, 264-267.
- [Greneche01] Greneche, J. (2001). Local structural order in disordered systems investigated by Mössbauer spectrometry, *Journal of Non-Crystalline Solids*. **287**, 37-44.
- [Idczak13] Idczak, R., Konieczny, R. and Chojcan, J. (2013). Estudio Mössbauer de un nanocompósito preparado a partir de ciclodextrina y magnetita, *Solid State Communications*. **159**, 22-25.
- [Jaglicic11] Jaglicic, Z., Vrtnik, S., Feuerbacher, M. and Dolinsek, J. (2011). Magnetic properties of FeAl_2 and Fe_2Al_5 , *Physical Review B*. **83**, 224427.
- [Jiraskova13] Jiraskova, Y., Bursik, J., Cizek, J. and Jančík, D. (2013). Solid-state reactions during mechanical milling of Fe/Al under nitrogen atmosphere, *Journal of Alloys and Compounds*. **568**, 106-111.
- [Kezrane12] Kezrane, M., Guittoum, A., Boukherroub, N., Lamrane, S. and Sahraoui, T. (2012). Mössbauer and X-ray diffraction studies of nanostructured $\text{Fe}_{70}\text{Al}_{30}$ powders elaborated by mechanical alloying. *J. of alloys and compounds*, **536**, 304-307.
- [Krasnowski09] Krasnowski, M. and 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, *Mater. Chem. Phys.* **116**, 631-637.
- [Ligia09] Ligia, E., Zamora, G., Pérez Alcazar, G., Vélez, J., Betaneur, J., Marco, J. Romero, A., Martínez, F., Palomares, and Gonzáles, J. (2009). Disorder effect on the magnetic behavior of mechanically alloyed $\text{Fe}_{1-x}\text{Al}_x$ ($0.2 \ll x \ll 0.4$) *Physical Review B*. **79**, 094418.
- [Mohammed15] Mohammed A., Nejadstari, F., Zbiniw, M., Janusz, S. and Przewoznik (2015). Mössbauer spectroscopy and magnetic study of $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$, *Journal of alloys and compounds*. **619**, 839-845.
- [Pinto14] Pinto, M., Pillaca, M., Landauro, C., Quispe-Marcatoma, J., Rojas-Ayala, C., Peña Rodríguez, V. and Baggio-Saitovitch, E. (2014). Formation of nanostructured $w - \text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ crystalline phase by the ball milling technique, *Hyperfine Interactions* **224**, 83-88.
- [Rajan15] Rajan, S., Shukla, R., Kumar, A., Vyas, A., Khan, S. and Brajpuriya, R. (2015). Mössbauer and magnetization studies of mechanically milled nanocrystalline $\text{Fe}_{1-x}\text{Al}_x$ alloys, *Can. J. Phys.* **93**, 1-7.
- [Siegel93] Siegel, R. (1993). Characterization of nanoparticles and nanophase materials, *material science division, Argonne National Laboratory*. **3**, 1-18.
- [Stearns72] Stearns, M. (1972). Model for the Origin of Ferromagnetism in Fe: Average-Moment Internal-Field Variations in FeSi and FeAl Alloys, *Phys. Rev B*. **6**, 9.
- [Trujillo14] Trujillo Hernández, J., Tabares, J. and Pérez Alcázar, G. (2014). Heat treatment influence on the structural and magnetic properties of the intermetallic $\text{Fe}_{56.25}\text{Al}_{43.75}$ alloy prepared by mechanical alloying and arc-melted *Journal of Physics*. **480**, 012020.
- [Vencze73] Vencze, I. and Campbell, A. (1973). Mössbauer measurements in iron base alloys with transition metals, *J. Phys. Metal Phys.*, **3**, 647-663.
- [Zeng06] Zeng, Q. and Baker, I. (2006). Magnetic properties and thermal ordering of mechanically alloyed $\text{Fe} - 40\text{at}\% \text{Al}$, *Intermetallics*. **14**, 396-405.