

## EFEITO DA MOAGEM SOBRE AS FASES DO COMPÓSITO $Fe_3Al-Fe_3AlC_x$

M. N. Verona <sup>(1)</sup>; D. Setti <sup>(1)</sup>; R. C. Paredes <sup>(2)</sup>

1. UTFPR, Universidade Tecnológica Federal do Paraná – Campus Pato Branco, DAMEC- Departamento Acadêmico de Engenharia Mecânica, Via do Conhecimento, km 01 - CEP 85503-390 – Pato Branco - PR. nalu@utfpr.edu.br.

2. UFPR, DEMEC- Departamento Acadêmico de Engenharia Mecânica.

### RESUMO

*Aluminetos de ferro do tipo  $Fe_3Al$  e  $FeAl$  oferecem resistência a sulfidação e a oxidação a altas temperaturas apresentando-se como materiais adequados para substituir os aços inoxidáveis como revestimentos. No entanto, no processamento para obter aluminetos na forma de pó tem sido relatados alterações nas fases presentes que podem afetar as propriedades finais dos revestimentos. O objetivo deste trabalho é avaliar o efeito sobre as fases do compósito  $Fe_3Al-Fe_3AlC_x$  quando submetido ao processo de moagem. No desenvolvimento deste estudo foram utilizados pós micrométricos ( $23\ \mu m$ ) e nanométricos ( $80\ nm$ ) obtidos por moagem de alta energia. A caracterização foi feita por análise de Difração de Raios x com refinamento Rietveld e Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET). A moagem para dimensões micro e nanométricas causou a redução gradativa da quantidade da fase  $Fe_3AlC_x$  e do parâmetro LRO.*

Palavras-chave: Alumineto de Ferro; Fases B2, D0<sub>3</sub>; Moagem e  $Fe_3AlC_x$ .

### INTRODUÇÃO

Intermetálicos são compostos formados pela ligação entre metais com razão estequiométrica definida os quais formam uma classe ampla de materiais, cujas estruturas cristalinas são distintas daquelas dos seus metais constituintes, com ordenamento a longa distância <sup>(1)</sup>.

O intermetálico  $Fe_3Al$  é ordenado com estrutura cúbica D0<sub>3</sub>. Esta superestrutura contém 8 células cúbicas de corpo centrado formada pelo

entrelaçamento de 4 células de face centrada (CFC). A superestrutura  $D0_3$  é composta por 12 átomos de ferro e 4 átomos de Al, num total de 16 átomos <sup>(2)</sup>. Em ligas binárias Fe-Al a transição entre a fase da estrutura ordenada  $Fe_3Al$  ( $D0_3$ ) para a fase FeAl (B2) ocorre na faixa de 540 °C <sup>(3)</sup>. O FeAl apresenta uma estrutura cúbica de corpo centrado (CCC). A estrutura B2 pode ser vista como 2 células cúbicas primitivas entrelaçadas com átomos de Fe ocupando os vértices da estrutura entrelaçada <sup>(2)</sup>.

Aluminetos de ferro  $Fe_3Al$  e FeAl têm recebido especial atenção devido a suas propriedades a altas temperaturas, tais como resistência a oxidação <sup>(4, 5)</sup>, a carbonetação <sup>(6)</sup> e a sulfidação <sup>(7)</sup>.

Adição de carbono ao  $Fe_3Al$  contribui no aumento da resistência mecânica a alta temperatura e redução da fragilidade ao hidrogênio <sup>(8)</sup>. A adição de carbono proporciona ainda melhoria na resistência ao desgaste <sup>(9)</sup>. Os benefícios fornecidos pela introdução de carbono são devidos a formação do carboneto  $Fe_{4-y}Al_yC_x$  em que  $0.8 < y < 1.2$  e  $0 < x < 1$ , conhecido como fase  $\kappa$  <sup>(10, 11)</sup>, a qual, apresenta estrutura cristalina similar a da Perovskita cúbica com estrutura espacial  $E2_1$  <sup>(12, 13)</sup>.

Revestimentos de  $Fe_3Al-Fe_3AlC_x$  aplicados por Aspersão Térmica em materiais estruturais menos resistentes à oxidação e sulfidação podem ampliar a vida útil desses materiais. Para garantir o desempenho do revestimento é fundamental verificar se o processamento dos pós (moagem) para aspersão térmica terá efeito sobre o ordenamento de longa distância dos intermetálicos. Deste modo, o objetivo deste trabalho é avaliar o efeito do processo de moagem sobre as fases do compósito  $Fe_3Al-Fe_3AlC_x$ .

## MATERIAIS E MÉTODOS

A composição química do compósito  $Fe_3Al-Fe_3AlC_x$  obtida após o processamento e solidificação é apresentada na Tabela 1.

Tabela 1 – Composição química do material base

Elemento	F	A	C	S	M	P	S	C	C
(% peso.)	8	1	0	0	0	0	0	0	0
	1,813	6,590	,964	,305	,105	,034	,012	,089	,088
(%at.)	6	2	3	0	0	0	0	0	0
	7,28	8,238	,686	,499	,088	,050	,017	,079	,064

O material obtido foi usinado em um centro de usinagem vertical Marca Veker modelo CVK-800 para obtenção de cavacos, os quais foram o ponto de partida para moagem em moinho atritor.

Os cavacos foram reduzidos a dimensão micrométrica ( $-75\mu\text{m} +38\mu\text{m}$ ) em um moinho de bolas tipo *Attritor*, construído na UTFPR - Campus Pato Branco. O moinho foi confeccionado com aço 1020 cementado e temperado, com haste de aço 4340 temperado e revenido e jarro de moagem de  $200\text{ cm}^3$  de capacidade. Utilizou-se 21 gramas de cavaco, relação massa bolas/massa material de 17/1, esferas de 6 mm, rotação de 600 rpm e tempo total de moagem de 45 minutos.

O pó micromético foi submetido a uma moagem de alta energia a seco para obtenção do pó nanométrico. O equipamento utilizado, nesta etapa, foi um moinho de esferas, de alta energia, do tipo ATRITOR, modelo 01-HD da Union Process. O jarro em aço inoxidável AISI 316, com capacidade de  $750\text{ cm}^3$  com sistema de refrigeração por água. As hastes de aço inoxidável com de braços de liga de níquel Colmonoy. Utilizou-se 100 gramas de pó micrométrico, relação massa bolas/massa material de 20/1, esferas de 6,35 mm, rotação de 600 rpm e tempo de moagem de 12 horas.

As imagens dos pós micro e nanométricos foram obtidas por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) com os equipamentos ZEISS EVO MA15 e FEI Quanta 450 FEG com resolução de 1nm. O pó nanométrico também foi avaliado por Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET). A análise foi realizada em um equipamento JEOL JEM 1200 EX-II (CME-UFPR). Na análise das imagens foi utilizado o *software* Image J.

As fases foram determinadas por difração de raios-x em um difratômetro Shimadzu XRD 7000. Os parâmetros de operação foram: tensão de 40 kV, corrente de 30 mA, abertura de 1 mm, alvo de  $\text{Cu K}\alpha = 0,15406\text{ \AA}$ , varredura continua com *step* de  $0,02^\circ$  e velocidade angular de  $0,16^\circ/\text{minuto}$ .

No desenvolvimento do refinamento pelo método de Rietveld utilizou-se o *software* Xpert Plus versão 3.0. Os dados necessários ao refinamento das fases foram obtidos das cartas cristalográficas ICSD - 165164 para o  $\text{FeAl}$  <sup>(14)</sup>, ICSD 607484 para o  $\text{Fe}_3\text{Al}$  <sup>(15)</sup> e ICDS 43853 para o  $\text{Fe}_3\text{AlC}$  <sup>(16)</sup>.

A determinação do parâmetro de *long-range order* (LRO) foi realizada com base na equação (A) <sup>(17)</sup>.

$$\text{LRO} = [ (I_S/I_F)_{\text{Des}} / (I_S/I_F)_{\text{Ord}} ]^{1/2} \quad (\text{A})$$

Em que  $(I_S/I_F)_{\text{Des}}$  e  $(I_S/I_F)_{\text{Ord}}$  é a razão das intensidades de reflexão entre um plano da superestrutura em relação a um plano fundamental no estado desordenado e no estado de referência, respectivamente.

Para o  $\text{Fe}_3\text{Al}$  ( $\text{D0}_3$ ) os planos da superestrutura analisados foram o (111) e (311) e o plano fundamental (220) o material de referência adotado foi o material solidificado.

Para o  $\text{Fe}_3\text{AlC}_x$   $\text{E2}_1$  o plano da estrutura avaliado foi o (311) e plano fundamental foi (200) o material de referência adotado foi o material solidificado.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

A figura 1a mostra a microestrutura do compósito  $\text{Fe}_3\text{Al}-\text{Fe}_3\text{AlC}_x$ . Pode-se observar que a microestrutura é composta por duas fases e pequena quantidade de poros. A fase clara (matriz) é o  $\text{Fe}_3\text{Al}$  e a fase escura (interdendrítica) é o  $\text{Fe}_3\text{AlC}_x$ , as fases foram identificadas por difração de raios-x (Tabela 2). Com base na análise das micrografias determinou-se o valor de 65,54% para o  $\text{Fe}_3\text{Al}$  e 35,46% para o  $\text{Fe}_3\text{AlC}_x$  com 4,30% de desvio padrão.

Devido a dureza associada a alta tenacidade do compósito, a usinagem com fresa para obtenção de cavacos pequenos, para posterior moagem foi o procedimento utilizado. Outros autores utilizaram a mesma rota no processamento de intermetálicos de Fe-Al <sup>(18)</sup>. A figura 1b apresenta os cavacos obtidos após usinagem.

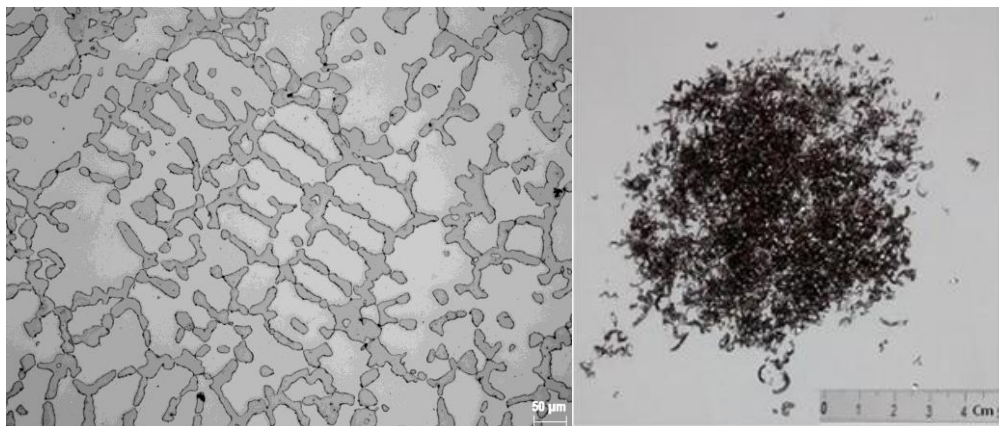


Figura 1a - microestrutura do compósito  $\text{Fe}_3\text{Al}-\text{Fe}_3\text{AlC}_x$  solidificado. 1b – cavacos obtidos da usinagem do compósito

As figuras 2a e 2b mostram a morfologia dos pós micrométrico e nanométrico respectivamente. As partículas do pó micrométrico se apresentam na forma de flocos, achatados, com espessura variando entre 4,8  $\mu\text{m}$  e 25,0  $\mu\text{m}$ . Por meio de análise das imagens, com *software Image J*, determinou-se o diâmetro de Feret médio de 23,32  $\mu\text{m}$  com desvio padrão de 15,09  $\mu\text{m}$ .

As partículas nanométricas (Figura 2b) apresentam-se aglomeradas o que dificulta a medição do tamanho de partículas por meio de tratamento de imagem. Para efetuar a medição, foi feita uma dispersão em etanol para análise por Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET) e auxílio do *software Image J*. As partículas nanométricas apresentam tamanhos variados com diâmetro de Feret médio de 80,02 nm, desvio padrão de 37,9 nm, espessura entre 10 e 14 nm.

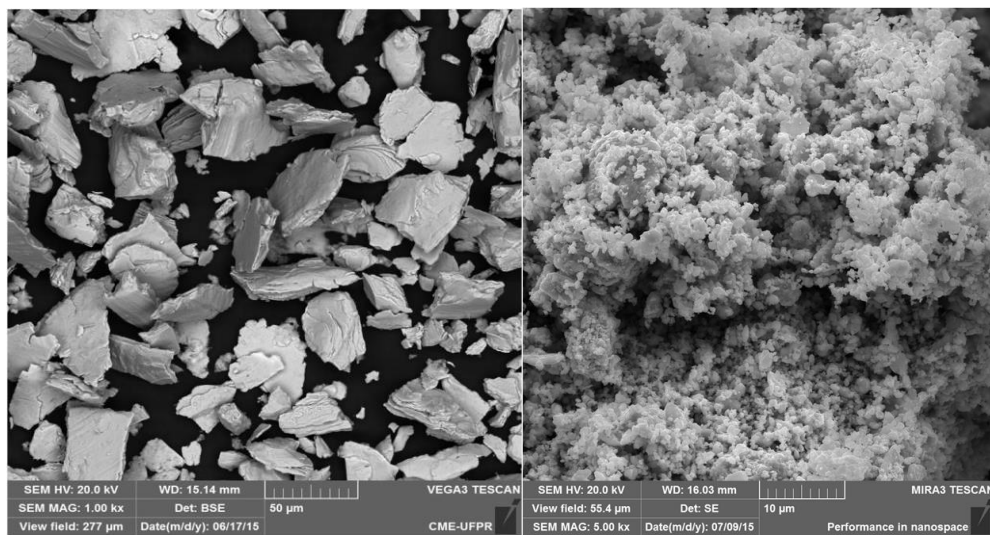


Figura 2a –MEV do pó micrométrico. 2b - MEV - FEG do pó nanométrico

Os difratogramas para os pós micro e nanométricos são apresentados na Figura 3 e os resultados do refinamento pelo método Rietveld e pela análise do parâmetro LRO são apresentados na Tabela 2.

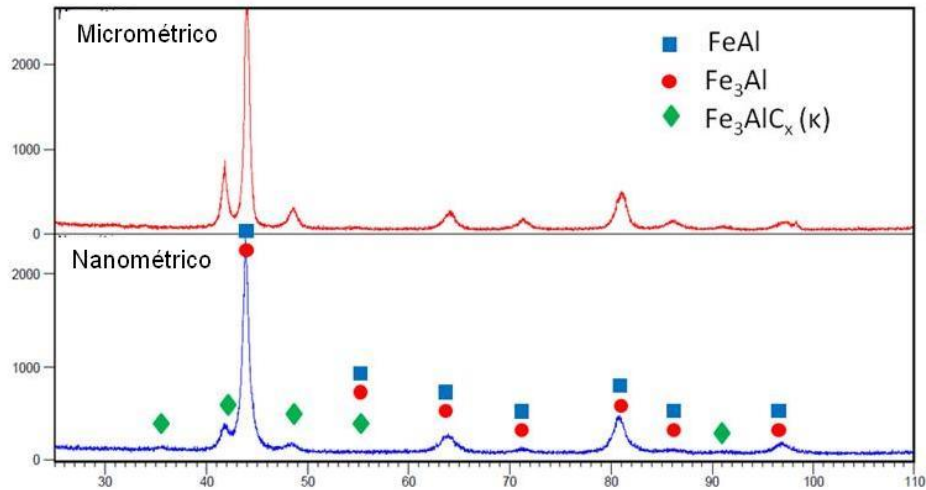


Figura 3– Difratoigramas para os pós micro e nano do compósito  $\text{Fe}_3\text{Al}-\text{Fe}_3\text{AlC}_x$

Os difratogramas dos pós micrométricos e nanométricos e os resultados obtidos com o refinamento de Rietveld indicaram a presença da fase B2 ( $\text{FeAl}$ ) além das fases  $\text{Fe}_3\text{Al}$  e  $\text{Fe}_3\text{AlC}_x$ . Como os picos da fase  $\text{FeAl}$  coincidem com os picos da fase  $\text{Fe}_3\text{Al}$  em ligas com a presença de ambas as fases, determinar a quantidade de cada uma delas a partir de difratogramas de raios-X se torna muito difícil <sup>(19)</sup>. A transformação  $\text{B2} \rightarrow \text{DO}_3$  é uma transição de fase de segunda ordem, deste modo, um campo com as duas fases não pode existir em um diagrama Fe-Al binário. Outro fator que dificulta a coexistência das fases  $\text{B2} + \text{DO}_3$  é a velocidade extremamente elevada desta transformação <sup>(20)</sup>.

Uma possível explicação para o aparecimento da fase B2 no pó micrométrico pode ser elaborada a partir dos resultados relatados no trabalho de Ma *et al* (2008) <sup>(20)</sup>, onde, estes autores relataram a coexistência das fases B2 e  $\text{DO}_3$  para zona termicamente afetada (ZTA) de uma junta soldada de  $\text{Fe}_3\text{Al}$  com Aço inox Cr25-Ni13. As condições observadas para a coexistência das B2 e  $\text{DO}_3$  no trabalho destes autores ZTA de uma junta soldada (até  $700^\circ\text{C}$ ), com alta densidade de discordâncias, são similares as condições que se pode obter com a moagem de alta energia em moinho Attritor. O aquecimento promovido pelo atrito associada a baixa condutividade do  $\text{Fe}_3\text{Al}$  <sup>(20)</sup> podem produzir pontos localizados com temperatura acima dos  $540^\circ\text{C}$  que a temperatura de transição  $\text{DO}_3 \rightarrow \text{B2}$ , juntamente com alta densidade de discordâncias promovidas pela deformação plástica resultante da moagem podem ser as causas para a detecção da fase B2 após a moagem micrométrica. Estudos adicionais serão desenvolvidos para verificar esta suposição.

Em relação ao desaparecimento da fase B2 no pó nanométrico o efeito do desordenamento causado pela moagem de alta energia na superestrutura B2 tem sido relatada por diferentes autores <sup>(15, 18)</sup>. No trabalho de Gialanella (1995) <sup>(21)</sup> com pó intermetálico FeAl (B2) como única fase a análise de difração de raios-X revelou que após a moagem ocorreu uma diminuição progressiva da intensidade dos picos da superestrutura B2; após 8 horas de moagem o pó estava completamente desordenado nas condições experimentais adotadas no estudo. Como o tempo para a moagem a pó nanométrico foi de 12 horas, estabeleceu condições adequadas ao completo desordenamento da estrutura B2.

Tabela 2 – Quantidade das fases, índices do refinamento pelo método Rietveld e parâmetro LRO

Condição	Fase	Quantidade (%)	LRO	Índices do Refinamento		
				R <sub>wp</sub>	R <sub>esp</sub>	GOF
Pó Micro	Fe <sub>3</sub> Al	65,3	**	15,38	8,79	1,75
	Fe <sub>3</sub> AlC <sub>x</sub>	27,7	0,734			
	FeAl	7	**			
Pó Nano	Fe <sub>3</sub> Al	86,9	**	15,63	9,09	1,72
	Fe <sub>3</sub> AlC <sub>x</sub>	12,8	0,588			
	FeAl	0,3	**			

R<sub>wp</sub> = índice ponderado; R<sub>esp</sub> = índice esperado; GOF = *goodness-of-fit*

Com relação aos valores dos índices R<sub>wp</sub>, R<sub>esp</sub> e GOF apresentados na Tabela 2, temos que, valores obtidos para o índice R<sub>wp</sub> encontram-se dentro do aceitável para difração de raios-x (10% a 20%) e o valor de GOF encontra-se no limite do aceitável (1,7) em função da complexidade do sistema em estudo de acordo com a literatura, pode-se considerar a qualidade dos refinamentos como aceitável <sup>(22)</sup>.

Os parâmetros LRO não puderam ser convenientemente avaliados para as fases B2 e D03. Para a fase B2 no material solidificado esta fase não foi identificada, deste modo não existe a referência para comparação. Outro fator é que um dos principais planos utilizados na identificação da superestrutura B2 (100) coincide com o plano (200) do Fe<sub>3</sub>Al, o que inviabiliza a sua utilização. Em relação ao Fe<sub>3</sub>Al (D0<sub>3</sub>) os planos (111) e (311) mostraram intensidades muito baixas, e como apenas os planos com soma dos índices de Miller (hkl) ímpar é que são

exclusivos da superestrutura D03 <sup>(23)</sup>, não foi possível realizar avaliação do parâmetro LRO.

A fase  $\kappa$ ,  $\text{Fe}_3\text{AlC}_x$ , sofreu um efeito progressivo de redução da quantidade com 27,70% para o pó micrométrico e 12,80% para o pó nanométrico. O parâmetro ordenamento desta fase medido, pelo LRO, também apresentou redução significativa, o que poderia indicar a perda da estrutura E2<sub>1</sub>. Uma das possíveis explicações para a redução do LRO é a perda do carbono e a transformação em  $\text{Fe}_3\text{Al}$  com estrutura L12, Besson e Legris (2008)<sup>(24)</sup>, que estudaram o diagrama Fe-Al-C por meio de cálculos termodinâmicos, relataram que o carbono estabiliza a fase  $\text{Fe}_3\text{Al}$  com estrutura L12, e que esta tende a formar uma solução sólida com a fase  $\kappa$ . Estudos complementares necessitam ser realizados para determinar o mecanismo e o resultado do desordenamento da fase  $\text{Fe}_3\text{AlC}_x$ .

## CONCLUSÕES

Os resultados obtidos a partir da caracterização com análise de difração de raios x com refinamento pelo método Rietveld e análise do parâmetro LRO, utilizados para avaliar os efeitos da moagem sobre fases do compósito,  $\text{Fe}_3\text{Al}-\text{Fe}_3\text{AlC}_x$ , permitem ressaltar os seguintes pontos conclusivos:

Foi observada para presença da fase B2 correspondente ao intermetálico FeAl no pó micrométrico.

A moagem para dimensões nanométricas praticamente eliminou a fase B2 presente.

A moagem a dimensões micro e nanométricas causou a redução gradativa da fase  $\text{Fe}_3\text{AlC}_x$  e o parâmetro LRO apresentou a mesma tendência de redução.

## REFERÊNCIAS

(1) SAUTHOFF, G. **Intermetallics**. Weinheim: VCH, 1995. p. 1.

(2) CINCA, N., LIMA, C. R. C., GUILMANY, J. M. An overview of intermetallics research and application: Status of thermal spray coatings. **Journal of Materials Research and Technology**, v. 2, n. 1, p. 75-86, 2013.



- (3) FORTNUM, R. T.; MIKKOLA, D. E. Effects of Molybdenum, Titanium and Silicon Additions on the D03 ↔ B2 Transition Temperature for Alloys near Fe<sub>3</sub>Al. **Materials Science and Engineering**, v.91, p. 223-231, 1987.
- (4) STOLOFF, N. S. Iron aluminides: present status and future prospects. **Materials Science and Engineering A**, v. 258, p. 1-14, 1998.
- (5) HALFA, H. Oxidation Behavior of Fe<sub>3</sub>Al-5Cr- (0, 0.5, 1.5) Ti Alloys at Temperature Ranges from 800 °C to 1200 °C, **Journal of Minerals & Materials Characterization & Engineering**, v. 9, p. 775 – 786, 2010.
- (6) DEEVI, S. C., SIKKA, V. K. Nickel and iron aluminides: an overview on properties, processing, and applications. **Intermetallics**, v. 4, p. 357-375, 1996.
- (7) SZCZUCKA-LASOTA, B., FORMANEK, B., HERNAS, A., Growth of corrosion products on thermally sprayed coating with FeAl intermetallic phases in aggressive environments. 13th international scientific conference on achievements in mechanical and materials engineering. COMMENT - Worldwide Congress on Materials and Manufacturing Engineering and Technology. Poland, 2006.
- (8) RAO, V. S. Fe<sub>3</sub>Al-Fe<sub>3</sub>AlC Intermetallics for High Temperature Applications: An Assessment. **Journal of Materials Science**, v. 39, p. 4193–4198, 2004.
- (9) ZHU, S.M.; SHIBATA, K.; GUAN, X.S.; IWASAKI, K. Effect of Carbon Addition on with increasing carbon content. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 33A, p. 1292–1295, 2002.
- (10) BALIGIDAD, R.G.; PRAKASH, U.; KRISHNA, A. R. Thermal stability and elevated temperature mechanical properties of electro slag remelted Fe- 16wt.%Al-- (0.14-0.5)wt.%C intermetallic alloys. **Materials Science and Engineering A**, v. 230, p. 188-193, 1997.
- (11) A. SCHNEIDER, A.; FALAT, L.; SAUTHOFF, G.; FROMMEYER, G. Microstructures and mechanical properties of Fe<sub>3</sub>Al-based Fe–Al–C alloys. **Intermetallics**, v. 13, p. 1322-1331, 2005.
- (12) ANDRYUSHCHENKO, V. A.; GAVRILYUK, V. G.; NADUTOV, V. M. Atomic and magnetic ordering in the κ-phase of Fe-Al-C alloys. **The Physics of Metals and Metallography**, v.60, p. 50-55, 1985.
- (13) CONNÉTABLE, D.; MAUGIS, P. First principle calculations of the κ-Fe<sub>3</sub>AlC perovskite and iron–aluminium intermetallics. **Intermetallics**, v. 16, p. 345-352, 2008.
- (14) STEIN, F. VOGEL, S. ERMANN, H., PALM, M. Determination of the crystal structure of the epsilon phase in the Fe-Al system by high temperature neutrons diffractions. **Intermetallic**, 2010.

- (15) BUSCHOW, K., VAN ENGER, P., JONGEBREUR, R. Magneto optical of properties of metallic ferromagnetic materials. **Journal of magnetism and magnetic materials**, 1983.
- (16) PALATINIK, L. TANANKO, I. BOBRA, Y. On the nature of the epsilon phase in Iron Aluminide Carbon alloys. **Kristalografya**, 1964.
- (17) BAKKER, H.; ZHOU, G. F.; YANG, H. Mechanically driven disorder and phase transformations in alloys. **Progress in Materials Science**, v. 39, p. 159-241, 1995.
- (18) VARIN, R.A.; BYSTRZYCKI, J.; CALKA, A. Characterization of Nanocrystalline Fe-45at% Al Intermetallic Powders by Controlled Ball Milling and the Influence of Annealing. **Intermetallics**, v. 7, p. 917-930, 1999.
- (19) LEGARRA, E.; APIÑANIZ, E.; PLAZAOLA, F. Magnetic study of the influence of Si/Al substitution in ordered Fe<sub>75</sub>Al<sub>25</sub>, Fe<sub>70</sub>Al<sub>30</sub> and Fe<sub>60</sub>Al<sub>40</sub>. **Intermetallics**, v. 18, p. 1288-1292, 2010.
- (20) MA, H. ; LI, Y. ; GERASIMOV, S.A.; WANG, J.; SUN, X. Investigation of transformation models of B2→D0<sub>3</sub> ordered structures for Fe<sub>3</sub>Al intermetallic under welding condition. **Materials Letters**, v. 62, p. 1953-1956, 2008.
- (21) GIALANELLA, S. FeAl alloy disordered by ball-milling. **Intermetallics**, v. 3, p. 73-76, 1995.
- (22) GIACOVAZZO, C.; MONACO, H. L.; VITERBO, D. ; SCORDARI, F. ; GILLI, G.; ZANOTTI, G.; CATTI, M. **Fundamentals of Crystallography.**, Oxford: Science Publications, 1992, p. 109-140.
- (23) KIM, S. M.; MORRIS, D. G. Long range order and vacancy properties in Al-rich Fe<sub>3</sub>Al and Fe<sub>3</sub>Al(Cr) alloys. **Acta Materialia**, v. 46, p.2587-2602, 1998.
- (24) BESSON, R.; LEGRIS, A. Atomic-scale study of low-temperature equilibria in iron-rich Al-C-Fe. **Physical Review B**, v. 78, p.14204-14204-11, 2008.

## EFFECT OF MILLING OVER THE PHASES OF COMPOSITE Fe<sub>3</sub>Al-Fe<sub>3</sub>AlC<sub>x</sub>

### ABSTRACT

Fe<sub>3</sub>Al and FeAl iron aluminides have oxidation resistance at high temperatures and sulfidation presenting as suitable materials to replace stainless steels. However, powder processing of aluminides have been reported changes in these phases may affect the final properties of the coatings. The objective of this paper is to assess the effect of the milling process on the phases of Fe<sub>3</sub>Al-Fe<sub>3</sub>AlC<sub>x</sub> composite. For this

study were used micrometric powders (23  $\mu\text{m}$ ) and nanoscale powders (80 nm) obtained by high energy milling. The characterization was done by diffraction analysis of X-rays with Rietveld refinement and Scanning Electron Microscopy (SEM) and Transmission Electron Microscopy (TEM). The milling micro and nanometric caused the gradual reduction of the amount of  $\text{Fe}_3\text{AlC}_x$  phase and LRO parameter.

*Keywords: Iron aluminides; Milling; Phases B2, D0<sub>3</sub> e Fe<sub>3</sub>AlC<sub>x</sub>.*