

## EXTRACCIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE PARTÍCULAS INTERMETÁLICAS DE LA ALEACIÓN COMERCIAL DE ALUMINIO AA3003 (AL-MN) LAMINADA EN FRÍO

S. Y. Paredes-Dugarte<sup>a\*</sup>, H. Granado V<sup>b</sup>., B. Hidalgo-Prada<sup>a</sup>

<sup>a</sup>Laboratorio de Caracterización de Materiales. Instituto de Investigaciones en Biomedicina y Ciencias Aplicadas “Dra. Susan Tai”, Universidad de Oriente. Cumaná-Venezuela

<sup>b</sup>Departamento de Química. Escuela de Ciencias, Universidad de Oriente. Cumaná-Venezuela

\*Autor de correspondencia, e-mail: dupar99@udo.edu.ve, 0293-4521297.

Recibido: Julio 2014. Aprobado: Noviembre 2014.

Publicado: Noviembre 2014.

### RESUMEN

Las partículas intermetálicas de segunda fases influyen en las propiedades mecánicas y en la resistencia a la corrosión de la aleación de aluminio 3003 (Al-Mn) a través de la subestructura formada como resultado de la deformación plástica. A este respecto, un análisis en 3D de estos intermetálicos se considera de importancia para la evaluación precisa del tamaño, morfología y composición química de las partículas. En este trabajo, se aplicaron diferentes métodos de extracción (químico y electroquímico) para la caracterización en 3D de partículas intermetálicas de la aleación comercial de aluminio AA3003 y se evaluaron las ventajas y limitaciones de estos métodos de extracción. De acuerdo con el análisis por microscopía electrónica de barrido (MEB) y espectroscopia por dispersión de energía (EDS), las partículas presentaron diferentes morfologías con tendencia morfológica preferencial según su composición química: tipo bastón para la fase  $\beta$ -Al(FeMn) y globulares e irregulares para la fase  $\alpha$ -Al(FeMn)Si. El reactivo HCl (10% en Metanol) resultó ser el más adecuado para extraer química y electroquímicamente las partículas de la aleación de aluminio AA3003, debido a que se obtuvo un residuo intermetálico bastante limpio y a la buena definición que presentaron las aristas de los intermetálicos de las distintas morfologías encontradas.

**Palabras claves:** aleación de aluminio Al-Mn, partículas intermetálicas, disolución metálica

### EXTRACTION AND CHARACTERIZATION OF INTERMETALLIC PARTICLES OF COLD ROLLED AA3003 (AL-MN) COMMERCIAL ALUMINUM ALLOY

#### ABSTRACT

Intermetallic second phase particles influence the mechanical properties and corrosion resistance of aluminum alloy 3003 (Al-Mn) through the substructure formed as a result of plastic deformation. In this regard, 3D analysis of these intermetallics is considered important for accurate assessment of the size, morphology and chemical composition of the particles. In this work, different extraction methods (chemical and electrochemical) for 3D characterization of intermetallic particles in commercial aluminum alloy AA3003 (Al-Mn) were applied and the advantages and limitations of each extraction methods evaluated. Microstructural analysis by scanning electron microscopy (SEM) and energy dispersive spectroscopy (EDS), showed that particles with different morphologies exhibit preferential morphological trend according to their chemical composition: type rod-particles for  $\beta$ -Al(FeMn) phase and globular, irregular type for  $\alpha$ -Al(FeMn)Si phase. The HCl reagent (10% in methanol) was the most suitable for chemical and electrochemical removal of second phase particles from aluminum alloy AA3003. It resulted in a fairly clean residue as well as good and sharp edge definition of the intermetallics of the various morphologies found.

**Keywords:** Al-Mn aluminum alloy, intermetallic phases, metal dissolution

### INTRODUCCIÓN

La aleación comercial de aluminio AA3003 (Al-Mn) constituye una de las principales aleaciones que se producen en la industria venezolana del aluminio debido a su excelente maleabilidad y capacidad para soldarse,

situándola como una aleación de uso general de amplio rango de aplicaciones. Contiene alrededor de diez elementos aleantes, la mayoría seleccionados en base a sus efectos sobre la microestructura y propiedades físicas

y mecánicas, mientras que otros entran como impurezas como es el caso del Fe y el Si que provienen de la fabricación del aluminio primario vía proceso Bayer y su concentración varía de centésimas a décimas dependiendo de la pureza del aluminio primario y del proceso de preparación de la aleación. En la aleación Al-Mn el porcentaje en peso del elemento mayoritario, Mn, oscila entre 0,25 y 1,25 % que junto con el silicio y el hierro forman fases intermetálicas complejas durante la solidificación, las cuales son generalmente referidas como partículas constituyentes o partículas insolubles de segunda fase [1,2]. Las fases dominantes ternarias y cuaternarias ricas en hierro que se forman durante la solidificación son:  $\beta$ -Al(FeMn) y  $\alpha$ -Al(FeMn)Si con tamaños relativos de varias micras que pueden fácilmente distinguirse bajo el microscopio de luz [3,4]. El primer intermetálico en solidificar es el  $\beta$ -Al<sub>6</sub>(FeMn) seguido de la fase  $\alpha$ -Al<sub>12</sub>(FeMn)<sub>3</sub>Si<sub>2</sub> de acuerdo con el diagrama de fase cuaternario Al-Fe-Mn-Si [5]. En vista que las condiciones de equilibrio son raramente obtenidas durante los procesos usuales de solidificación, la composición de estos intermetálicos puede diferir de los valores de equilibrio [6].

La variedad de estructuras cristalinas y morfologías de estas partículas intermetálicas formadas en el material destinado para manufactura es considerada como un serio problema en el proceso de la estabilización y control de sus propiedades [7]. Debido al rol central que juegan estos intermetálicos en las propiedades de la aleación, su caracterización morfológica y química generalmente se realiza sobre la superficie de secciones pulidas del material, que son luego atacadas químicamente con el propósito de revelar y resaltar los intermetálicos de la matriz. Sin embargo, aislando los intermetálicos de la matriz metálica, se puede tener un mejor conocimiento de su formación, estructura y composición. Una variedad de técnicas experimentales se han desarrollado para la extracción de fases secundarias de los aceros, aleaciones base níquel y diferentes aleaciones de aluminio, entre

otros [8-14]. En base a estas consideraciones el propósito de este trabajo consistió en caracterizar por microscopía electrónica de barrido y espectroscopía por dispersión de energía de rayos X las partículas intermetálicas de segunda fase de la aleación comercial de aluminio 3003 laminada en frío, extraídas de la matriz química y electroquímicamente con diferentes soluciones, a fin de establecer el método con el que se obtenga la mayor cantidad de partículas y que no afecte la morfología de los intermetálicos.

## MATERIALES Y MÉTODOS

La aleación comercial de aluminio AA3003 utilizada en este estudio fue suministrada en forma de lámina por la empresa CVG-ALCASA. La composición química de esta aleación se presenta en la Tabla 1.

**Tabla 1.** Composición química, % en peso, de la aleación de aluminio AA3003

Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr
0.20	0.65	0.128	1.042	0.003	0.0007
Ni	Zn	Ti	B	Pb	Al
0.0028	0.0075	0.013	0.0022	0.0033	Balance

### Métodos de extracción

La extracción de las fases intermetálicas de la aleación AA3003 para su posterior análisis fue realizada a través de la disolución de la matriz de aluminio con diferentes reactivos y diferentes métodos: químico y electroquímico. Los reactivos utilizados fueron: HCl (10% en metanol), HCl-HNO<sub>3</sub>-metanol, KI (2% en metanol), mezcla de 60 g de ácido benzoico, 60 ml de cloroformo, 15 g de 8-hidroxiquinoleína y 165 ml de metanol.

Para llevar a cabo las disoluciones con los diferentes reactivos se sumergió un gramo de aleación en cada solución por 24 horas. Después de la disolución, el sobrenadante de la mezcla reactivo-partículas extraídas se decantó y el remanente se sometió a un procedimiento de tres etapas de limpieza con disolventes orgánicos (metanol, acetona y etanol absoluto) y centrifugando en cada lavada con agua destilada. Posteriormente, el

material recolectado se introdujo en una estufa a 60°C por 12 horas.

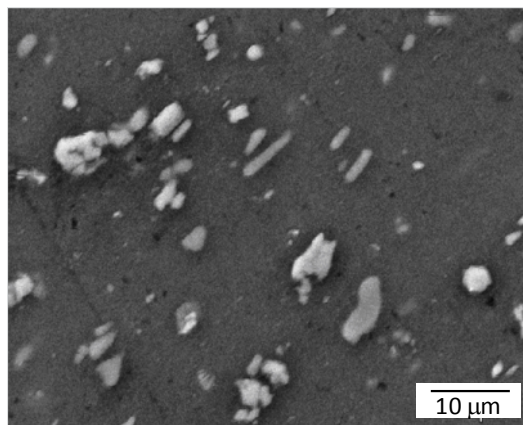
Para la disolución de la aleación con la mezcla de ácidos se sumergieron 300 mg de la aleación en 300 ml de solución y se agitó magnéticamente durante nueve días consecutivos a temperatura ambiente. Al concluir el ensayo al material recolectado se le aplicó el mismo procedimiento de limpieza y secado descrito anteriormente y sugerido por algunos investigadores [12, 15].

El proceso de extracción electroquímica consistió en montar una celda electroquímica constituida de un electrodo de trabajo (aleación de aluminio) y un electrodo auxiliar de grafito conectados a un potenciostato-galvanostato EGxG Princeton Applied Research modelo 363. Se realizaron experimentos con las distintas soluciones mediante control galvanostático, con una densidad de corriente de 150 mA/cm<sup>2</sup>. El material disuelto en cada experiencia fue lavado y secado por el procedimiento antes mencionado.

La caracterización del material recolectado se llevó a cabo por microscopía electrónica de barrido y microanálisis de rayos-X. Para ello se utilizó un equipo MEB Hitachi S-2500 y el espectrómetro de energía dispersiva de rayos-X Thermo Noran acoplado al MEB.

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN

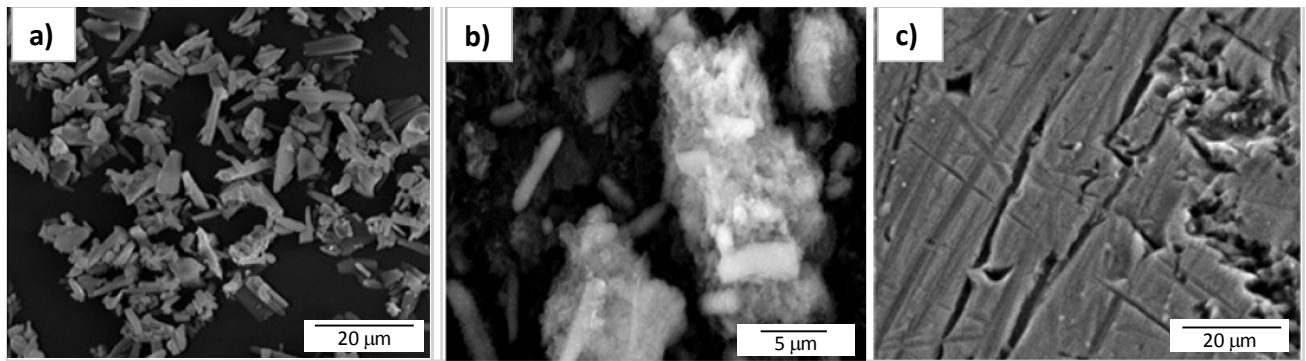
Previo a las disoluciones de la matriz se hizo una inspección por MEB a la superficie de la aleación de aluminio AA3003 en condición de recibida de planta. La micrografía de la Figura 1 muestra la microestructura de la aleación Al-Mn consistente de una alta población de partículas intermetálicas de diferentes morfologías y tamaños inmersas en la matriz. Un alto porcentaje de estos intermetálicos tienden a ordenarse en hileras siguiendo la dirección del laminado, mientras que otros tienden a formar aglomerados. El tamaño y morfología de estas partículas en 2D pocas veces corresponde con el tamaño real de las partículas en 3D.



**Fig. 1.** Microestructura de la aleación comercial de aluminio AA3003.

### *Extracciones químicas*

Las micrografías por MEB mostradas en la Figura 2, corresponden a panorámicas del material obtenido de las disoluciones de la aleación de aluminios AA3003 con los reactivos usados en este estudio. Con el reactivo HCl se pudo extraer una alta población de partículas intermetálicas relativamente libres de contaminantes, mientras que con el HCl-HNO<sub>3</sub>-Metanol el material recolectado además de contener partículas intermetálicas de segunda fase, presenta aglomerados de productos químicos producto de las reacciones entre el reactivo y la aleación de aluminio, como se aprecia en la Figura 2(b). Con la mezcla de ácidos (de 60 g de ácido benzoico, 60 ml de cloroformo, 15 g de 8-hidroxiquinoleína y 165 ml de metanol) no se obtuvo disolución apreciable de la aleación que permitiera recolectar partículas intermetálicas en ninguno de los seis ensayos llevados a cabo, a pesar que el experimento se mantuvo por nueve días consecutivos en constante agitación. Sólo se observaron algunas picaduras de poca profundidad en la superficie de la muestra, Figura 2(c). Esta experiencia fue contraria a estudios realizados en los que se reportan altas disoluciones en aleaciones de aluminio con este tipo de mezcla de ácidos [10,15].

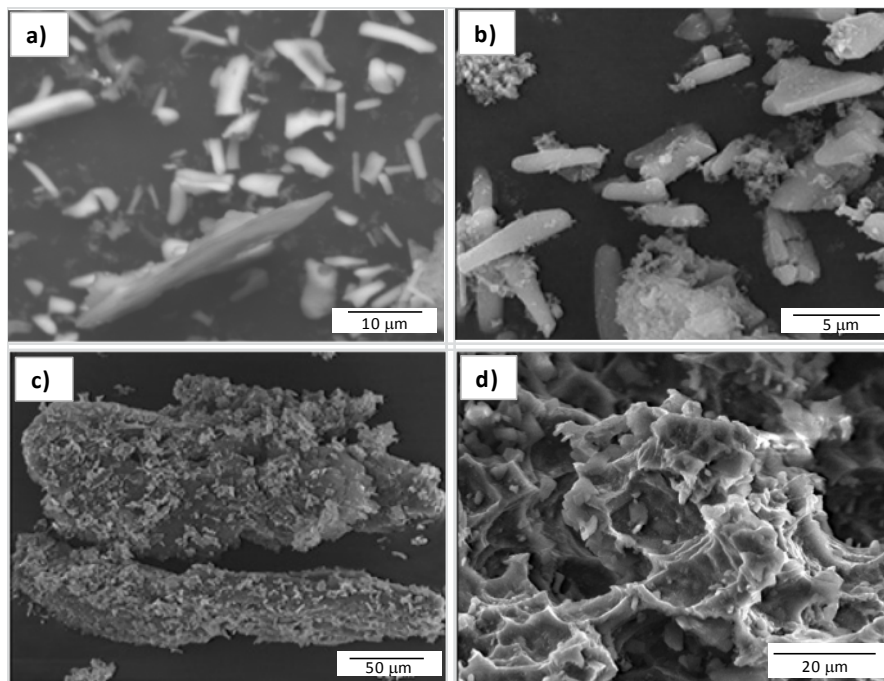


**Fig. 2.** Imágenes típicas del residuo intermetálico obtenido por el método químico con diferentes reactivos: a) HCl (10% en metanol), b) HCl-HNO<sub>3</sub>-metanol y c) apariencia de la superficie de la aleación AA3003 luego de tratada químicamente con la mezcla de ácidos

#### *Extracciones electroquímicas*

Al igual que en la extracción química la aleación de aluminio AA3003 reaccionó con los reactivos HCl y HCl-HNO<sub>3</sub>-Metanol de manera semejante, se extrajeron partículas bien definidas y libres de contaminantes con la solución de HCl y se formaron complejos químicos que cubrieron parcialmente las partículas intermetálicas de segunda fase con el reactivo HCl-HNO<sub>3</sub>-Metanol, Figura 3(a) y 3(b), respectivamente. Con la electrolisis de la

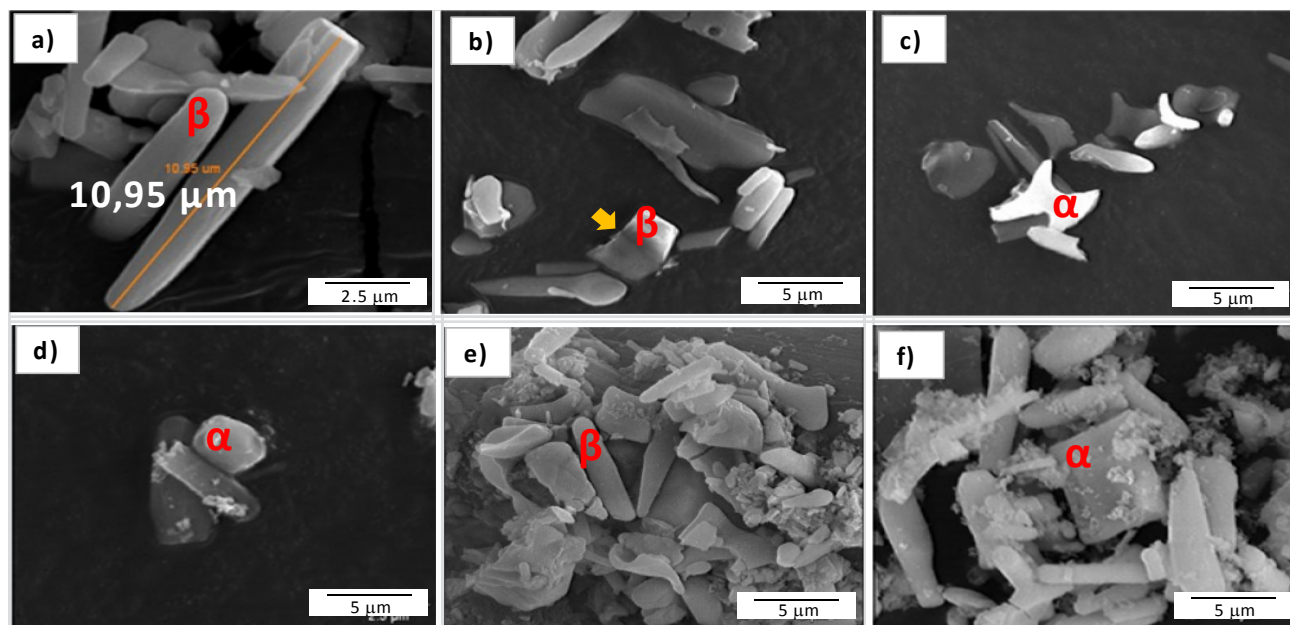
aleación con el reactivo KI se incrementó la formación de productos químicos produciéndose un conglomerado de complejos químicos-partículas intermetálicas, como se observa en la Figura 3 (c), a pesar de ello, se observaron partículas bien definidas. En cuanto a la disolución electroquímica con la mezcla de ácidos hubo poca disolución de la matriz de aluminio (Figura 3(d)), por lo que no se obtuvo suficiente cantidad de material para ser analizado.



**Fig. 3.** Imágenes típicas del residuo intermetálico obtenido por el método electroquímico con diferentes reactivos: a) HCl (10% en metanol), b) HCl-HNO<sub>3</sub>-metanol, c) KI (2% en metanol) y d) apariencia de la superficie de la aleación AA3003 luego del proceso electroquímico usando la mezcla de ácidos como electrolito.

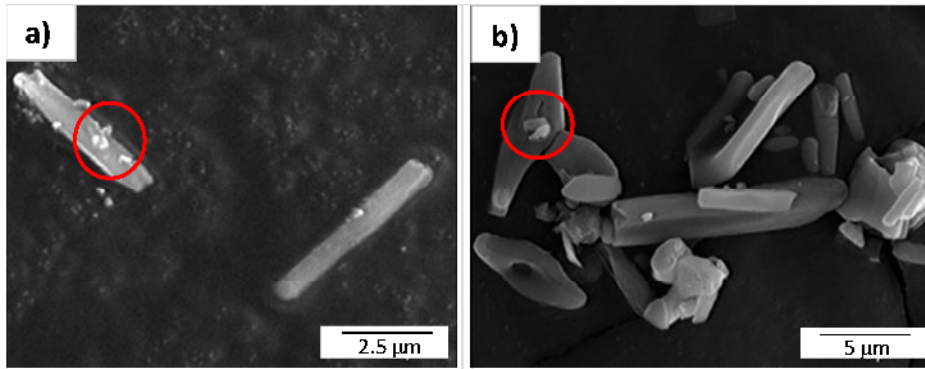
La Figura 4 corresponde a micrografías por MEB tomadas a mayor magnificación en las que se detalla la morfología en 3D de partículas intermetálicas extraídas de la matriz de aluminio química y electroquímicamente. Las partículas obtenidas son de gran tamaño, en el rango de los micrómetros y de morfologías diferentes. En general, se observó una alta población de partículas claramente definidas de morfologías alargadas tipo bastón gruesas y delgadas con tamaños comprendidos entre (5 y 10  $\mu\text{m}$ ), partículas irregulares, globulares, alargadas, cuadradas y rectangulares entre aproximadamente 1 a 5  $\mu\text{m}$  como se aprecia en la Figura 4(a-f), además se observaron pedazos de las partículas alargadas,  $\beta$ , que resultan de fracturas debido al esfuerzo aplicado durante el proceso de laminación, como el que se señala con la flecha en la Figura 4(b). Las diferentes

formas de estos intermetálicos son en parte responsables de los efectos del hierro sobre la capacidad de moldeo y propiedades mecánicas de la aleación, mientras que las partículas que se fracturan a consecuencia de la deformación por trabajo en frío promueven la formación de microgrietas, que a su vez proporcionan vías fáciles a la propagación de macrogrietas ocasionando serios problemas en los subsiguientes pasos del proceso de deformación en frío. También se observaron partículas con tamaños menores a 1  $\mu\text{m}$  inmersas en los complejos químicos así como adosadas a intermetálicos (Figura 5), las cuales pudieran ser pequeños trozos de partículas o restos de partículas debido a la acción agresiva del reactivo con las primeras partículas desalojadas de la matriz de aluminio durante el proceso de extracción [12].



**Fig. 4.** Morfología en 3D de partículas intermetálicas extraídas de la matriz de aluminio por diferentes métodos: a-c) método químico usando el reactivo HCl (10% en Metanol), d) método químico usando HCl-HNO<sub>3</sub>-Metanol, e) método electroquímico usando KI y f) método electroquímico usando HCl-HNO<sub>3</sub>-Metanol.

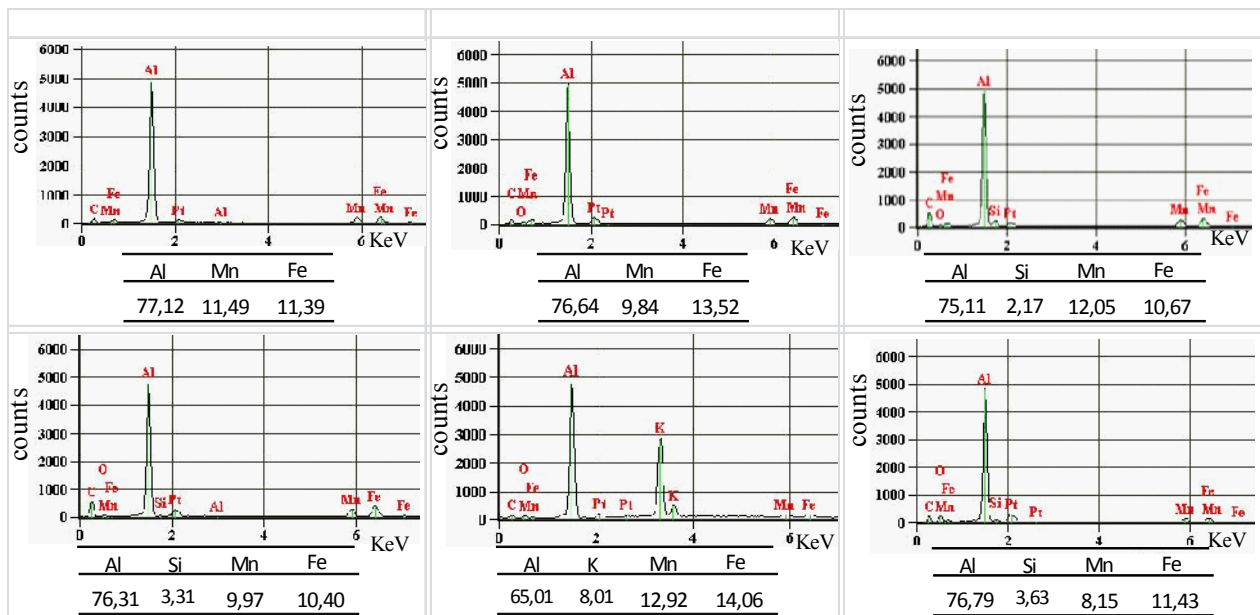




**Fig. 5.** Partículas intermetálicas menores de 1 µm adosadas a las partículas de mayor tamaño extraídas químicamente de la matriz de aluminio usando: a) reactivo HCl-HNO<sub>3</sub>-metanol y b) HCl (10% en metanol).

El análisis puntual realizado por EDS en partículas tomadas al azar corroboró la presencia de las dos fases ricas en hierro presentes en la aleación de aluminio AA3003, la fase  $\alpha$ -AlFeMnSi y la fase  $\beta$ -AlFeMn [5]. De las observaciones realizadas y del análisis puntual por EDS las partículas  $\beta$ -AlFeMn presentan una tendencia de morfología alargada tipo bastón y rectangulares mientras que las partículas  $\alpha$ -AlFeMnSi presentan preferencialmente morfologías con tendencias globulares e irregulares, lo cual está de acuerdo con trabajos recientes en los que utilizando métodos numéricos gaussianos reportan características esféricas y globulares

para la fase  $\alpha$ -AlFeMnSi [16,17]. Por otra parte, de las dos fases presentes en la aleación AA3003, la fase  $\beta$ -AlFeMn tiende a ser más propensa a la fractura y a la formación de microgrietas debido a que presentan menor dureza con respecto a la fase  $\alpha$ -AlFeMnSi [4]. En la Figura 6 se ilustran los espectros de EDS junto con los porcentajes en peso de las partículas  $\alpha$ -AlFeMnSi y  $\beta$ -AlFeMn resaltadas en la Figura 4, la presencia de platino (Pt) en los espectros de EDS se debe al recubrimiento con este material que se realizó como parte del proceso de preparación de muestras para MEB.



**Fig. 6.** Espectros EDS junto con la composición química, en porcentaje en peso, de las partículas  $\alpha$ -AlFeMnSi y  $\beta$ -AlFeMn resaltadas en la Figura 4.

La composición química elemental junto con la relación Mn/Fe de partículas extraídas por los métodos descritos anteriormente se presenta en la Tabla 2 y 3. La relación Mn/Fe es utilizada como método para la identificación del comportamiento catódico e inerte de los compuestos intermetálicos inmersos en la matriz de aluminio en presencia de medio ambiente salino, donde relaciones

Mn/Fe < 1 favorecen la disolución de la matriz que rodea la partícula mientras que intermetálicos con relaciones Mn/Fe > 1 tienden a mantener un comportamiento inerte frente al medio agresivo [18]. Las relaciones Mn/Fe obtenidas en este estudio corroboran la presencia de una alta población de intermetálicos catódicos presentes en el volumen de material.

**Tabla 2.** Composición química, % en peso, y relación Mn/Fe de partículas extraídas químicamente de la aleación de aluminio AA3003

Método de Extracción	$\beta$ -Al(FeMn)				$\alpha$ -Al(FeMn)Si				
	Al	Fe	Mn	Mn/Fe	Al	Fe	Mn	Si	Mn/Fe
	70,74	15,84	13,42	0,85	75,31	12,14	10,90	1,65	0,90
	75,79	14,29	9,92	0,69	74,54	13,53	9,56	2,37	0,71
	74,33	11,71	13,96	1,19	69,57	15,20	13,12	2,12	0,86
	76,64	13,52	9,84	0,73	73,71	14,43	9,48	2,37	0,66
	74,95	15,78	9,27	0,59	73,58	11,70	12,05	2,67	1,03
	78,37	10,41	11,22	1,08	74,34	15,56	7,78	2,31	0,50
	74,37	15,60	10,03	0,64	70,66	13,87	13,27	2,20	0,96
	76,07	10,66	13,28	1,24	74,06	11,98	11,80	2,16	0,98
HCl-HNO <sub>3</sub> - Metanol	74,63	10,62	14,75	1,39	-	-	-	-	-
	77,73	11,38	10,89	0,96	-	-	-	-	-
	74,08	12,51	13,41	1,07	-	-	-	-	-
	74,97	11,96	13,07	1,09	-	-	-	-	-

**Tabla 3.** Composición química, % en peso, y relación Mn/Fe de partículas extraídas electroquímicamente de la aleación de aluminio AA3003

Método de Extracción	$\beta$ -Al(FeMn)				$\alpha$ -Al(FeMn)Si				
	Al	Fe	Mn	Mn/Fe	Al	Fe	Mn	Si	Mn/Fe
	73,53	14,68	11,79	0,80	75,02	15,73	6,45	2,81	0,41
	77,06	15,56	7,39	0,47	72,05	16,16	10,16	1,63	0,63
HCl (10% metanol)	75,20	12,63	12,17	0,96	74,69	11,60	11,18	2,53	0,96
	71,24	17,97	10,79	0,60	71,95	11,83	12,97	3,24	1,10
	75,77	15,07	9,16	0,61	70,90	16,41	9,85	2,84	0,60
	75,17	14,50	10,34	0,71	79,09	12,39	4,60	3,92	0,37
	74,23	15,31	10,45	0,68	72,93	11,82	9,39	5,86	0,79
	72,84	13,05	14,11	1,08	74,31	14,70	9,34	1,66	0,64
HCl-HNO <sub>3</sub> - Metanol	63,99	16,44	19,58	1,19	68,26	13,96	11,00	6,78	0,79
	74,12	14,65	11,23	0,77	68,73	12,39	11,82	7,07	0,95
	74,59	10,37	15,04	1,45	69,51	15,11	13,85	1,52	0,92
	73,43	14,95	11,62	0,78	74,44	7,41	15,99	2,17	2,16
	52,46	26,13	21,41	0,82	74,39	10,01	13,69	1,91	1,37
	65,01	14,06	12,92	0,92	75,06	9,41	12,44	3,09	1,32
KI (2% Metanol)	44,23	4,31	4,25	0,99	74,50	9,41	9,84	2,00	1,04
	57,82	22,41	18,94	0,84	57,39	21,72	15,70	2,64	0,72
	74,21	14,52	10,45	0,72	53,07	18,84	16,14	1,48	0,86
	28,72	34,84	26,29	0,75	67,19	13,60	12,57	3,70	0,92

En la Tabla 4, se presentan los valores promedios de la cantidad de muestra utilizada y del porcentaje del residuo recolectado según el método utilizado. Los valores en la última columna representan un aproximado del porcentaje de partículas intermetálicas, tomando en

cuenta que las partículas más pequeñas pudieran haberse perdido en los ciclos de centrifugación/decantación durante el proceso de limpieza y secado del material recolectado.

**Tabla 4.** Comparación del porcentaje de residuo intermetálico recolectado por los diferentes métodos de extracción

Método	Reactivo	Promedio de la cantidad de muestra utilizada (g)	Promedio del residuo recolectado (g)	Porcentaje del residuo recolectado (%)
Químico	HCl	0,999	0,723	72,35
	HCl-HNO <sub>3</sub>	0,998	0,301	30,20
Electroquímico	HCl	0,481	0,245	51,25
	HCl-HNO <sub>3</sub>	0,449	0,287	63,85
	KI	0,456	0,220	48,20

De los métodos químicos, la disolución con el reactivo HCl resultó ser la más eficiente, debido al alto porcentaje de residuo recolectado (72,35%), a la buena apariencia de las partículas extraídas y a la buena definición de las aristas de las distintas morfologías encontradas. A su vez el residuo intermetálico resultó bastante limpio en comparación con el residuo intermetálico recolectado con el reactivo HCl-HNO<sub>3</sub>-Metanol que estuvo acompañado de productos colaterales, además de un bajo porcentaje de residuo recolectado (30,20%).

En cuanto a las extracciones electroquímicas, el electrolito HCl-HNO<sub>3</sub>-Metanol produjo la mayor disolución de la matriz (63,85%) y al igual que con el método químico con este reactivo se formaron productos colaterales. Con el reactivo KI el volumen del aglomerado fue mayor además de la poca disolución de la matriz (48,20%). La difícil remoción de los complejos químicos obstaculizó en cierta manera la observación y definición de los intermetálicos. Las características del residuo recolectado de la electrolisis del material con el reactivo HCl fueron muy similares a las obtenidas con este reactivo en ausencia de corriente. Aunque el porcentaje del residuo recolectado fue menor (51,25%) en comparación con el obtenido con el método químico (72,35%). Este reactivo resultó ser bastante idóneo para la extracción e identificación de las partículas

intermetálicas presentes en la aleación comercial de aluminio 3003.

## CONCLUSIONES

De acuerdo con los resultados obtenidos, tanto el método químico como el electroquímico permitieron extraer partículas intermetálicas ( $\alpha$  y  $\beta$ ) de la aleación comercial de aluminio AA3003 (Al-Mn). El reactivo HCl (10% en metanol) resultó ser el más adecuado para extraer química y electroquímicamente las partículas intermetálicas de la aleación estudiada debido a que permitió obtener intermetálicos de distintas morfologías con buena definición de las aristas. Ambos métodos pueden ser aplicados con éxito para una investigación precisa en 3D de la morfología, tamaño y composición de las partículas de segunda fase presentes en la AA3003.

Los reactivos: HCl-HNO<sub>3</sub>-metanol, KI (2% en metanol), mezcla de 60 g de ácido benzoico, 60 ml de cloroformo, 15 g de 8-hidroxiquinoleína y 165 ml de metanol, promovieron la formación de complejos químicos, de difícil remoción, que se adosaban o envolvían los intermetálicos, mientras que con el reactivo 8-hidroxiquinoleína no se obtuvo una disolución adecuada de la matriz que permitiera recolectar suficiente residuo intermetálico.



## REFERENCIAS

- [1] Orsetti P.L., (1997) “*Caracterización de aleaciones de aluminio de ALCASA. Revisión de la literatura*” Centro de Investigación y Desarrollo CVG VENALUM. Puerto Ordaz-Venezuela, pp.1-97
- [2] Starke E., Sander T. (1986) “*Aluminium alloys their physical and mechanical properties*” Volume III. Eds EMAS, pp. 1575-1599
- [3] Barlock J.G., Mondolfo L.F. (1975) “Structure of some aluminium-iron-magnesium-manganese-silicon alloys” *Z. Metallkunde* 66(10):605-611.
- [4] Alexander D.T., Greer A. L. (2002) “Solid-state intermetallic phase transformation in 3XXX aluminium alloys” *Acta Materialia* 50:2571-2583.
- [5] Aksenov A.A., Eskin D.G., Belov N.A. (2005) “*Multicomponent phase diagrams: Applications for commercial aluminum alloys*” Amsterdam, Elsevier, pp. 1-46.
- [6] Bray J.W. (1985) “*ASM Handbook . Properties and Selection: Nonferrous alloy and special purpose materials*” Tenth Edition, Vol. 2. Ohio, American Society for Metals, pp. 20-60.
- [7] Małgorzata A.G., Grażyna J.S. (2003) “Processes of the formation of the Fe (Mn)-bearing intermetallic phases in the Al-Fe-(Mn)-Si alloys” *Advances in Materials Science* 4(2):81-90.
- [8] Suazo M.C., Karasev A. (2010) “Extracción electrolítica aplicada a la observación de inclusiones en acero inoxidable” *Iberomet XI, X Conamet/Sam* 1-8.
- [9] Inoue R., Kimura R., Ueda S., Suito H. (2013) “Applicability of Nonaqueous Electrolytes for Electrolytic Extraction of Inclusion Particles Containing Zr, Ti, and Ce” *ISIJ International* 53(11): 1906-1912
- [10] Hodson P., Parker B. (1981) “The composition of insoluble intermetallic phases in aluminium alloy 6010” *Journal of Materials Science* 16:1343-1348.
- [11] Simensen C.J., Fartum P., Andersen A. (1984) “Analysis of intermetallic particles in aluminium by dissolution of the sample in butanol” *Fresenius’ Zeitschrift für analytische Chemie* 319:286-292.
- [12] Gupta A., Marrois P., Lloyd D. (1996) “Review of the techniques for the extraction of second-phase particle from aluminum alloys” *Elsevier Science Inc, Materials Science* 37:61-80.
- [13] Cocks F.H., Shepard M.L., Chilton H.G. (1977) “An electrochemical method for the extraction of precipitates from age-hardenable aluminium alloys” *Journal of Materials Science* 12:494-496.
- [14] Mrówka-Nowotnik G., Sieniawski J., Nowotnik A. (2010) “The chemical phenol extraction of intermetallic particles from casting AlSi<sub>5</sub>Cu<sub>1</sub>Mg alloy” *Journal of Microscopy* 237(3):407-410.
- [15] Honda F., Hirokawa K. (1972) “Isolation of the intermetallic compounds Al<sub>2</sub>Cu, Al<sub>12</sub>Mg<sub>17</sub>, Al<sub>3</sub>Fe, Al<sub>9</sub>Co<sub>2</sub> and Al<sub>3</sub>Ni in binary aluminium alloys by application of an organic solvent” *Z. Anal. Chem.* 262:170-179.
- [16] Kuijpers N., Kool W., Koenis P., Nilsen K., Todd I., Van der Zwaag S. (2003) “Assessment of different techniques for quantification of  $\alpha$ -Al(FeMn)Si and  $\beta$ -AlFeSi intermetallics in AA6xxx alloys” *Materials Characterization* 49:409-420.
- [17] Kuijpers N., Tirel J., Hanlon D. Kool W., Koenis P., Nilsen K., Todd I., Van der Zwaag S. (2002) “Quantification of the evolution of the 3D intermetallic structure in a 6065 aluminium alloy during a homogenization treatment” *Materials Characterization* 48(5):379-392.
- [18] Paredes S., Hidalgo B., Ávila R., Briceño M., (2007) “Estudio de la corrosión por picadura de la aleación comercial de aluminio AA3003 en medio ambiente salino” *Revista Técnica de Ingeniería. Universidad del Zulia* 30:168-177.