INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES
Autarquia associada à Universidade de São Paulo

**Resistência à corrosão das ligas de alumínio AA2050-T84 e AA7050-T7451
soldadas por fricção e mistura**

BÁRBARA VICTORIA GONÇALVES DE VIVEIROS

**Dissertação apresentada como parte dos
requisitos para obtenção do Grau de
Mestre em Ciências na área de Tecnologia
Nuclear – Materiais**

**Orientadora:
Profa. Dra. Isolda Costa**

São Paulo

2020

INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES
Autarquia associada à Universidade de São Paulo

**Resistência à corrosão das ligas de alumínio AA2050-T84 e AA7050-T7451
soldadas por fricção e mistura**

Versão Corrigida

Versão Original disponível no IPEN

BÁRBARA VICTORIA GONÇALVES DE VIVEIROS

**Dissertação apresentada como parte dos
requisitos para obtenção do Grau de
Mestre em Ciências na área de Tecnologia
Nuclear – Materiais**

**Orientadora:
Profa. Dra. Isolda Costa**

São Paulo

2020

Fonte de Financiamento: Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES)
[88882.333427/2019-01]

Autorizo a reprodução e divulgação total ou parcial deste trabalho, para fins de estudo e pesquisa, desde que citada a fonte

Como citar:

VIVEIROS, B. V. G. d. ***Resistência à corrosão das ligas de alumínio AA2050-T84 e AA7050-T7451 soldadas por fricção e mistura***. 2020. 122 p. Dissertação (Mestrado em Tecnologia Nuclear), Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, IPEN-CNEN/SP, São Paulo. Disponível em: (data de consulta no formato: dd/mm/aaaa)

Ficha catalográfica elaborada pelo Sistema de geração automática da Biblioteca IPEN/USP, com os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

Viveiros, Bárbara Victoria Gonçalves de
Resistência à corrosão das ligas de alumínio AA2050-T84 e AA7050-T7451 soldadas por fricção e mistura / Bárbara Victoria Gonçalves de Viveiros; orientadora Isolda Costa. -- São Paulo, 2020.
122 p.

Dissertação (Mestrado) - Programa de Pós-Graduação em Tecnologia Nuclear (Materiais) -- Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, São Paulo, 2020.

1. ligas de alumínio. 2. soldagem por fricção e mistura. 3. resistência à corrosão. 4. técnica de varredura do eletrodo vibratório (SVET). 5. técnica de varredura do eletrodo seletivo de íons (SIET). I. Costa, Isolda, orient. II. Título.

FOLHA DE APROVAÇÃO

Nome: Bárbara Victoria Gonçalves de Viveiros

Título: Resistência à corrosão das ligas de alumínio AA2050-T84 e AA7050-T7451 soldadas por fricção e mistura

Dissertação apresentada ao programa de Pós-Graduação em Tecnologia Nuclear da Universidade de São Paulo para obtenção do grau de Mestre em Ciências.

Data: 14/05/2020

Banca examinadora

Profa. Dra. Isolda Costa

Instituição: Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares – USP

Julgamento: Aprovado

Prof. Dr. Renato

Instituição: Universidade Federal do ABC – UFABC

Julgamento: Aprovado

Prof. Dr. Caio Palumbo de Abreu

Instituição: Faculdade das Américas – FAM

Julgamento: Aprovado

Dedico este trabalho aos meus pais (Luiz Felipe e Ondina), minha irmã (Elizabeth) e toda minha família que, com muito apoio e carinho, não mediram esforços para que eu chegasse até mais essa etapa da minha vida.

Muito obrigada por tudo, sempre.

AGRADECIMENTOS

À Deus por ter me dado vida, sabedoria, saúde e por me abençoar todos os dias. Por me dar a força necessária para continuar sempre, independente dos obstáculos que vão surgindo ao longo do caminho.

À minha orientadora Profa. Dra. Isolda Costa, meu muito obrigada por ter me aceitado a fazer parte do laboratório. Sua disposição, independente da data e horário, para me ajudar. Por todo incentivo, que foram muito fundamentais para realizar esta pesquisa. Agradecerei eternamente por todas as oportunidades, discussões, reflexões e por todo apoio durante toda essa caminhada.

Aos meus familiares, meus queridos pais e irmã, que sempre estiveram do meu lado, suas palavras de apoio e compreensão foram fundamentais para que eu chegasse até aqui.

Ao meu amor, Filipe Arruda Silva, que me acompanhou nesses últimos meses extremamente intensos. Quando tudo estava o caos, quando não sabia mais para onde ir e o que fazer, você veio para me mostrar que a vida pode sim ser mais leve. Por todo amor, compreensão, cuidado e carinho que me fizeram terminar mais um ciclo com muita alegria.

Aos grandes amigos que fiz durante esse período no LABERP, em especial:

Ao mestre Maicon Alencar, muito obrigada por toda ajuda, que desde meus primeiros dias no laboratório sempre me ajudou com toda sua paciência, inclusive por disponibilizar seus finais de semana para realizar ensaios e mais ensaios, além de discussões de resultados, ideias e muitas risadas.

Às meninas, em ordem alfabética, doutorandas Aline Bugarin, Camila Pucci e Larissa Berbel: muito obrigada por tornarem meus dias muito mais alegres, eu agradecerei eternamente pela grande ajuda que tive de vocês em todo esse processo. Muito obrigada pela paciência e grandes conselhos que levarei por toda minha vida.

Ao mestrando Caio, eterno Caio IC, por todas as risadas, ajuda e conversas, tanto dentro como fora do IPEN.

Ao doutorando João Victor Araújo e às doutoras Caruline Machado e Mariana Milagre, muito obrigada por toda ajuda durante minha pesquisa, pela compreensão e paciência sempre, pelos cafés na copa com muita pipoca e piadas.

Ao doutor Uyime Donatus, meu coorientador, que me ajudou e esteve presente durante toda minha pesquisa, sanando sempre minhas dúvidas.

Ao doutor Caio Palumbo de Abreu por fazer parte da minha banca, por todas as sugestões dadas e pelas palavras amigas, de conforto, quando me desesperei para a entrega da pesquisa.

Ao doutor Renato Antunes que aceitou fazer parte da minha banca de defesa de mestrado e também pelas palavras amigas, de conforto.

À minha grande amiga mestranda Tainã Munhoz Freire que sempre me ajudou em questões profissionais e pessoais, desde a época da graduação. Sou grata por todas as vezes em que eu estava “pra baixo” e você me fez ver que a vida era bem mais que aquilo que eu estava vendo.

À CAPES pela concessão da bolsa de estudos durante a realização desta pesquisa.

E por fim a todos que me ajudaram direta ou indiretamente para que esta pesquisa se tornasse possível.

*“Você ganha força, coragem e confiança
através de cada experiência em que você
realmente para e encara o medo de frente”.*

Eleanor Roosevelt

RESUMO

VIVEIROS, Bárbara Victoria Gonçalves. ***Resistência à corrosão das ligas de alumínio AA2050-T84 e AA7050-T7451 soldadas por fricção e mistura***. 2020. Dissertação (Mestrado em Tecnologia Nuclear – Materiais) Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares – IPEN/CNEN. São Paulo.

As ligas de alumínio mais comumente usadas na indústria aeronáutica são as das séries 2XXX e 7XXX, devido às suas boas propriedades mecânicas relacionadas à adição de elementos de liga que levam ao endurecimento. Algumas partes das aeronaves envolvem o uso de ligas de ambas as séries unidas por rebites, uma vez que as ligas de alumínio apresentam baixa soldabilidade. O uso de rebites resulta em um aumento significativo no peso das aeronaves. Uma alternativa ao uso de rebites é soldar as ligas por soldagem por fricção e mistura, FSW. Pelo uso dessa técnica, os materiais não atingem seu ponto de fusão. No entanto, o FSW leva a alterações na microestrutura devido à deformação plástica em altas temperaturas às quais as ligas de alumínio são expostas a esse processo de soldagem. Isso causa alterações na resistência mecânica e na resistência à corrosão dessas ligas. Neste trabalho, a resistência à corrosão das ligas AA2050-T84 e AA7050-T7451 soldadas por FSW foi investigada usando soluções contendo cloreto. A solda produziu zonas com diferentes microestruturas nas duas ligas. Essas zonas são conhecidas como: zona termicamente afetada (ZTA), zona termomecanicamente afetada (ZTMA) e zona de mistura (ZM). Foram estudadas a resistência à corrosão e a microestrutura das ligas como recebidas. A microdureza foi obtida na seção transversal e na superfície superior da solda, e as medidas identificaram diferenças significativas entre as zonas. A caracterização da resistência à corrosão foi realizada por ensaios eletroquímicos, pela técnica de visualização em gel e ensaios de imersão. As técnicas eletroquímicas locais utilizadas neste estudo foram a técnica de varredura do eletrodo vibratório (SVET) e a técnica de varredura do eletrodo seletivo de íons (SIET). Os resultados mostraram que a zona mais ativa eletroquimicamente, na seção transversal das ligas soldadas, foi a ZTMA. Esta zona correspondeu à transição entre as duas ligas. Para a superfície superior das ligas soldadas, a zona mais ativa eletroquimicamente correspondeu à transição entre as zonas ZTMA e ZTA na liga AA7050. A alta atividade eletroquímica nessa última zona foi relacionada à formação de precipitados de endurecimento na ZTA do AA7050, enquanto na seção transversal, a alta atividade foi devida ao acoplamento galvânico entre as duas ligas. No acoplamento galvânico, a liga AA7050 atuou como ânodo e a AA2050, como cátodo. Quando as duas ligas, AA2050 e AA7050, foram expostas separadamente às soluções $0,005 \text{ mol.L}^{-1}$ de NaCl ou 3,5% (massa) de NaCl e testadas por técnicas eletroquímicas localizadas e por ensaios de imersão, a liga AA2050 apresentou maior atividade eletroquímica em comparação com a liga AA7050, devido ao maior teor de precipitados micrométricos na liga AA2050. Esta última liga foi protegida catodicamente quando acoplada à liga AA7050.

Palavras-chave: ligas de alumínio, soldagem por fricção e mistura, resistência à corrosão, técnica de varredura do eletrodo vibratório (SVET), técnica de varredura do eletrodo seletivo de íons (SIET).

ABSTRACT

VIVEIROS, Bárbara Victoria Gonçalves. ***Corrosion resistance in aluminum alloys AA2050-T84 and AA7050-T7451 welded by friction stir welding.*** 2020. Dissertação (Mestrado em Tecnologia Nuclear – Materiais) Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares – IPEN/CNEN. São Paulo.

The most commonly used aluminum alloys in the aeronautic industry are those of the 2XXX and 7XXX series, due to their good mechanical properties related to addition of alloying elements that lead to hardening. Some parts of aircrafts involve the use of alloys of both series joined by rivets since aluminum alloys present low weldability. The use of rivets results in a significant increase in aircrafts' weight. An alternative to the use of rivets is to weld the alloys by friction stir welding, FSW. By the use of this technique, the materials do not reach their melting point. However, FSW leads to microstructure changes due to the plastic deformation at high temperatures to which the aluminum alloys are exposed during this welding process. This causes changes in the mechanical resistance and corrosion resistance of these alloys. In this work the corrosion resistance of the AA2050-T84 and AA7050-T7451 alloys welded by FSW was investigated using chloride solutions. The weld produced different microstructure zones in the two alloys. These zones are known as heat affected zone (ZTA), thermomechanically affected zone (ZTMA) and stir zone (ZM). The corrosion resistance, microstructure and microhardness of the welded alloys, besides the alloys as received, were studied. Microhardness obtained at cross section and at the top surface of the weld, these measurements identified significant differences between the zones. The characterization of the corrosion resistance was carried out by electrochemical tests, agar gel visualization test and immersion tests. Localized electrochemical techniques were also used in this work, specifically scanning vibrating electrode technique (SVET) and scanning ion-selective electrode technique (SIET). The results showed that the most electrochemically active zone at the cross-section of the welded alloys was the ZTMA. This zone corresponded to the transition between the two alloys. For the top surface of the welded alloys, the most electrochemically active zone corresponded to the transition between ZTMA and ZTA zones of the AA7050. The high electrochemical activity of this last zone was related to the formation of hardening precipitates at the ZTA of the AA7050, whereas for the cross-section area, the high activity was due to the galvanic coupling between the two alloys. In the galvanic coupling, the AA7050 alloy acted as anode, and the AA2050, as the cathode. When the two alloys, AA2050 and AA7050, were exposed separately to 0.005 mol.L⁻¹ NaCl or 3.5 (wt%) NaCl solutions and tested by localized electrochemical techniques and by immersion tests, the AA2050 alloy showed higher electrochemical activity compared to the AA7050 alloy due to the higher content of micrometric precipitates in the AA2050 alloy. This last alloy was cathodically protected when coupled to the AA7050 alloy.

Keywords: aluminum alloys, friction stir welding, corrosion resistance, scanning vibrating electrode technique (SVET), scanning ion-selective electrode technique (SIET).

LISTA DE TABELAS

Tabela 3.1 - Classificação das séries de Al e sua utilização.	25
Tabela 4.1 - Composição química das ligas de Al (AA2050 e AA7050) obtidas por espectrometria de emissão óptica com plasma.....	48
Tabela 4.2 - Parâmetros de soldagem FSW utilizados.	49
Tabela 4.3 - Dimensões da ferramenta para soldagem FSW em função da espessura das juntas de topo.....	49

LISTA DE FIGURAS

Figura 3.1 - Principais ligas de Al utilizadas na indústria aeronáutica	27
Figura 3.2 - Ilustração esquemática da soldagem por FSW.....	31
Figura 3.3 - Soldagem por FSW mostrando o lado do avanço e retrocesso do material durante a soldagem.	32
Figura 3.4 - Zonas presentes nas ligas após soldagem por FSW.	33
Figura 3.5 - Diagrama esquemático do mecanismo de corrosão por pite em liga de Al que apresenta Al_3Fe e Cu como partículas precipitadas aflorando na superfície.	36
Figura 3.6 - Diagrama esquemático do mecanismo de corrosão galvânica em um metal.....	37
Figura 3.7 - Esquema de uma célula eletroquímica para uso pelo método de varredura do eletrodo vibratório (SVET) e suas conexões.	44
Figura 3.8 - Esquema de célula eletroquímica e suas conexões utilizados para medidas pela técnica SIET.	46
Figura 5.1 - Micrografias obtidas por MEV das partículas presentes nas ligas (a) AA2050; e (b) AA7050, como recebidas.	55
Figura 5.2 - Micrografia por microscopia eletrônica de transmissão das ligas AA2050 e AA7050.....	56
Figura 5.3 - Evolução da corrosão nas ligas AA2050 e AA7050 em função do tempo de exposição em gel ágar-ágar com cloreto de sódio (3,5% em massa), para as ligas ensaiadas separadamente. Superfície da liga AA2050: (a) imediatamente após exposição ao gel; (b) após 3h; (c) 6h; (d) e (e) 7h de	

ensaio; e da liga AA7050 após (f) exposição ao gel; (g) 3 h; (h) 6 h; (i) e (j) 7 h de ensaio.	58
Figura 5.4 – Micrografias óticas das ligas AA2050 e AA7050 após exposição à solução de 0,005 mol.L ⁻¹ de NaCl por: (a) 2h; (b) 4h; (c) 6h; (d) 7h.....	60
Figura 5.5 – Micrografias ótica e eletrônicas de varredura das ligas (a) AA2050 e (b) AA7050 expostas por 3 dias em solução 3,5% (massa) de NaCl.....	62
Figura 5.6 - Perfilometria ótica e micrografias eletrônicas de varredura das ligas (a)- (b) AA7050 e AA2050 como recebidas, expostas por 3 dias a solução 3,5% (massa) de NaCl.	63
Figura 5.7 - Variação do potencial de circuito aberto das ligas AA2050 e AA7050 em função do tempo de exposição à solução 0,005 mol L ⁻¹ de NaCl.	64
Figura 5.8 - Curvas de polarização anódica das ligas AA2050 e AA7050 obtidas em solução com 0,005 mol.L ⁻¹ de NaCl.	66
Figura 5.9 - Curvas de polarização catódica obtidas após 30 min de exposição a 0,005 mol. L ⁻¹ de NaCl.	67
Figura 5.10 - Mapas de SVET das ligas AA2050 e AA7050 sem solda e expostas separadamente em solução com 0,005 mol.L ⁻¹ de NaCl após 2h, 12h e 24h de exposição.....	69
Figura 5.11 – Micrografias óticas e eletrônicas de varredura da (a) superfície da liga AA2050 após 24h de ensaio; e de amplificação das regiões 1 (b) e 2 (c), da figura (a); (d) superfície da liga AA7050 após 24h de ensaio; e de ampliações das regiões 3 (e) e 4 (f), da figura (d).	70
Figura 5.12 - (a) Mapa de pH local da liga AA2050 em solução 0,005 mol.L ⁻¹ de NaCl após 2h de ensaio; (b) micrografia ótica da liga AA2050 após ensaio; (c)	

mapa de pH local da liga AA7050 em solução 0,005 mol.L⁻¹ de NaCl após 2h de ensaio; (d) micrografia ótica da liga AA7050 após ensaio.71

Figura 5.13 - Mapas de SVET e MO in situ do par galvânico das ligas AA2050 e AA7050 como recebidas e conectadas galvanicamente por anel de cobre após 2h, 12h e 24h de exposição em solução 0,005 mol.L⁻¹ de NaCl. ...73

Figura 5.14 - Micrografias eletrônicas de varredura das duas ligas, AA2050 e AA7050, como recebidas, conectadas eletricamente por anel de cobre. (a) Ligas AA2050 e AA7050; (b) liga AA2050 mostrando “trenching”; (c) liga AA7050 mostrando corrosão intergranular; (d) precipitados micrométricos na liga AA2050 associados a “trenching”; (e) produtos de corrosão precipitados sobre regiões de ataque corrosivo na liga AA7050.75

Figura 5.15 - (a) Variação da densidade de corrente ao longo de duas linhas traçadas e indicadas na Figura 5.13 após 2h; (b) e após 24h de ensaio.76

Figura 5.16 - Região de topo das ligas AA2050 e AA7050 soldadas por FSW e atacadas quimicamente com reagente Weck: (a) MB da liga AA2050; (b) ZTA e ZTMA da liga AA2050, lado de avanço; (c) ZTMA de transição; (d) MB da liga AA7050; (e) ZTMA e ZTA da liga AA7050; (f) maior magnificação da região destacada em (c).....77

Figura 5.17 - Seção transversal das ligas AA2050 e AA7050 soldadas por FSW e atacadas quimicamente em reagente Weck: (a) MB da liga AA2050; (b) ZTA da liga AA2050; (c) ZTMA da liga AA2050, lado de avanço; (d) parte superior da ZM; (e) MB da liga AA7050; (f) ZTA da liga AA7050; (g) ZTMA da liga AA7050; (h) parte inferior da ZM.79

Figura 5.18 - Microdureza das ligas AA2050 e AA7050 soldadas por FSW: Seção da solda (a) topo; (b) transversal, parte de superior; e (c) transversal, parte inferior.....81

Figura 5.19 - Micrografias obtidas por MEV das ligas AA2050 e AA7050 soldadas por FSW: (a) ZTA da liga AA2050; (b) ZTMA da liga AA2050; (c) ZTMA de transição; (d) ZTA da liga AA7050; (e) ZTMA da liga AA7050; (f) ZM. ...	83
Figura 5.20 - Micrografias obtidas por MEV e análises por EDS da (a) ZTA da liga AA2050; (b) ZTA da liga AA7050; (c) ZTMA de transição das ligas AA2050 e AA7050, respectivamente.	85
Figura 5.21 - Evolução do processo de corrosão na seção de topo da solda das ligas AA2050 e AA7050 soldadas por FSW durante exposição a gel ágar-ágar com cloreto de sódio (3,5% em massa). Superfície (a) após 10 min; (b) 30 min; (c) 60 min; (d) e (e) após 90 min de exposição.....	86
Figura 5.22 - Evolução do processo de corrosão das ligas AA2050 e AA7050 soldadas por FSW, seção transversal, durante ensaio de visualização em gel ágar-ágar (3,5% em massa). Superfície (a) após 10 min; (b) 30 min; (c) 60 min; (d) e (e) após 90 min de exposição.....	88
Figura 5.23 – Micrografias ótica e eletrônicas de varredura das ligas AA2050 e AA7050 soldadas, região transversal de solda (a) ZTMA da liga AA7050, (b) transição entre ZM e ZTMA da liga AA7050; (c) ZM; expostas por 3 dias em solução 3,5% (massa) de NaCl.	90
Figura 5.24 - Perfilometria ótica e micrografias eletrônicas de varredura das ligas (a)- (b) soldadas por FSW na região transversal de solda mostrando a ZM, transição entre ZM e ZTMA da liga AA7050 e ZTMA da liga AA7050, expostas por 3 dias a solução 3,5% (massa) de NaCl.	91
Figura 5.25 - Variação do PCA das regiões de solda das ligas AA2050 e AA7050 em função do tempo de exposição à solução com 0,005 mol.L ⁻¹ de NaCl. .	93
Figura 5.26 - Mapas de SVET da região de topo de solda das ligas AA2050 e AA7050 soldadas por FSW após 2h, 12h, 24h de imersão em solução 0,005 mol. L ⁻¹ de NaCl.....	95

- Figura 5.27 - Mapas de SVET da região transversal de solda por FSW das ligas AA2050 e AA7050 após 2h, 12h, 24h de imersão em solução com 0,005 mol. L⁻¹ de NaCl.96
- Figura 5.28 - Micrografias da seção transversal das ligas AA2050 e AA7050 soldadas por FSW e expostas por 24h em solução 0,005 mol.L⁻¹ de NaCl: (a) MO da região soldada, mostrando a ZTMA, ZTA e ZM das duas ligas; (b) MEV da ZTMA de transição; (c), (d) e (e) regiões ampliadas de (b).98
- Figura 5.29 - Mapas de SVET da seção transversal da solda por FSW (área reduzida das ligas AA2050 e AA7050) após 2h, 12h, 24h de imersão em solução com 0,005 mol. L⁻¹ de NaCl.100
- Figura 5.30 - Micrografias da seção transversal das ligas AA2050 e AA7050 soldadas por FSW em área reduzida e expostas por 24h em solução 0,005 mol.L⁻¹ de NaCl: (a) MO da região soldada, mostrando a ZTMA e ZM das duas ligas antes da remoção dos produtos de corrosão; (b) MO da região soldada, mostrando a ZTMA e ZM das duas ligas, após remoção dos produtos de corrosão; (c) MEV da ZTMA e ZM; (d), (e) e (f) regiões ampliadas de (c).102
- Figura 5.31 - (a) Mapa de pH local após 2h de exposição da superfície da liga soldada, em seção transversal da solda, em solução com 0,005 mol.L⁻¹ de NaCl; e (b) micrografia ótica da superfície (in situ) após 2h de imersão ao meio mostrando bolhas de gás na interface entre as ligas (região de maior atividade eletroquímica).103

LISTA DE ABREVIATÖES

AA – Aluminum alloy (Liga de alumínio)

CLS – Corrosão localizada severa

Ddp – Diferença de potencial

EDS – Espectroscopia de energia dispersiva

FSW – *Friction stir welding* ou Soldagem por fricção e mistura

ICP-OES – Espectrometria de emissão óptica com plasma

MB – Metal base

MET – Microscopia eletrônica de transmissão

MEV – Microscopia eletrônica de varredura

MO – Microscopia ótica

PCA – Potencial de circuito aberto

SECM – Microscopia eletroquímica de varredura

SIET – Técnica de varredura do eletrodo seletivo de íons

SKPFM – Microscopia de varredura por sonda Kelvin

SVET – Técnica de varredura do eletrodo vibratório

ZM – Zona de mistura

ZTA – Zona termicamente afetada

ZTMA – Zona termomecanicamente afetada

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	21
2	OBJETIVO	23
2.1	Objetivos específicos	23
3	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	24
3.1	Alumínio e suas ligas	24
3.1.1	Ligas de alumínio da série 2XXX	27
3.1.2	Ligas de alumínio da série 7XXX	28
3.1.3	Soldabilidade do alumínio	29
3.2	Soldagem por fricção e mistura (<i>friction stir weld - FSW</i>)	30
3.3	Corrosão em alumínio e ligas de alumínio	33
3.3.1	Corrosão intergranular	34
3.3.2	Corrosão por pite	35
3.3.3	Corrosão galvânica	36
3.4	Corrosão em ligas de alumínio da série 2XXX (Al-Cu-Li)	37
3.5	Corrosão em ligas de alumínio da série 7XXX	39
3.6	Corrosão em ligas de alumínio soldadas por FSW	40
3.7	Técnicas eletroquímicas locais para estudo de corrosão de ligas de alumínio	42
3.7.1	Medidas de corrosão por técnicas eletroquímicas locais	46
4	MATERIAIS E MÉTODOS	48
4.1	Materiais	48
4.2	Métodos	49
4.2.1	Preparação da superfície	49
4.3	Técnicas de caracterização das amostras	50
4.3.1	Ataque químico das chapas de alumínio para revelação microestrutural	50
4.3.2	Medidas de microdureza Vickers	50

4.3.3	Análises por microscopia	50
4.3.4	Ensaio de corrosão	51
4.3.4.1	Teste de visualização em gel ágar-ágar.....	51
4.3.4.2	Testes de imersão em soluções de 0,005 mol.L ⁻¹ NaCl e 3,5% (massa) NaCl	51
4.3.4.3	Arranjo experimental dos ensaios eletroquímicos	51
4.3.4.4	Medidas de potencial de circuito aberto	52
4.3.4.5	Curvas de polarização	52
4.3.4.6	Técnica de varredura do eletrodo vibratório	52
4.3.4.7	Técnica de varredura do eletrodo seletivo de íons	53
4.3.5	Análise de perfilometria	54
5	RESULTADOS E DISCUSSÃO	55
5.1	Caracterização microestrutural para as ligas AA2050 e AA7050 como recebidas.....	55
5.2	Monitoramento da evolução da corrosão nas ligas AA2050 e AA7050 como recebidas	57
5.2.1	Ensaio de visualização em gel ágar-ágar.....	57
5.2.2	Evolução da corrosão na superfície das ligas AA2050 e AA7050 em função do tempo de exposição a solução 0,005 mol.L ⁻¹ de NaCl	60
5.2.3	Evolução da corrosão na superfície das ligas AA2050 e AA7050 em função do tempo de exposição à solução com 3,5% (massa) de NaCl	61
5.2.4	Medidas de potencial de circuito aberto em função do tempo de ensaio ..	64
5.2.5	Curvas de polarização anódica.....	65
5.2.6	Curvas de polarização catódica	67
5.2.7	Técnica de varredura do eletrodo vibratório	68
5.2.8	Técnica de varredura do eletrodo seletivo de íons	71
5.2.9	Técnica de varredura do eletrodo vibratório para as ligas AA2050 e AA7050 como recebidas acopladas a um par galvânico	72

5.3 Caracterização microestrutural para as ligas AA2050 e AA7050 soldadas por FSW	77
5.3.1 Microscopia ótica	77
5.3.2 Microdureza Vickers	80
5.3.3 Microscopia eletrônica de varredura	82
5.4 Monitoramento da evolução da corrosão nas ligas AA2050 e AA7050 soldadas por FSW	85
5.4.1 Ensaios de visualização em gel ágar-ágar	86
5.4.2 Evolução da corrosão na superfície das ligas AA2050 e AA7050 soldadas por FSW, em função do tempo de exposição à solução com 3,5% (massa) de NaCl	89
5.4.3 Medidas de potencial de circuito aberto em função do tempo de ensaio	92
5.4.4 Técnica de varredura do eletrodo vibratório	94
5.4.5 Técnica de varredura do eletrodo seletivo de íons	103
6 CONCLUSÕES	105
7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	107
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	108
APÊNDICE	114

1 INTRODUÇÃO

A indústria aeronáutica demanda elevada relação resistência/peso, e, para atender essa demanda, o alumínio (Al) tem sido utilizado na forma de ligas. A adição de elementos de liga ao Al resulta em microestruturas complexas e diminuição da resistência à corrosão do material (DAVIS, 1993; ABAL, 2019).

As ligas de Al mais utilizadas em estruturas aeronáuticas são as de alta resistência, sendo, portanto, utilizadas ligas das séries 2XXX e 7XXX, sendo que o principal elemento de liga da série 2XXX é o cobre (Cu), enquanto na série 7XXX é o zinco (Zn) (DAVIS, 1993; BALDUCCI et al., 2001; JARIYABOON et al., 2006; ABAL, 2019).

O uso de ligas de baixa densidade no setor aeronáutico reduz o consumo de combustíveis, e a alta resistência mecânica resulta em aumento da durabilidade de peças fabricadas (DURSUN; SOUTIS, 2014). Todavia, as ligas de Al, devido às suas microestruturas complexas, apresentam baixa resistência à corrosão localizada (FERRARI, 2011).

A utilização destas ligas em estruturas das aeronaves requer a junção das partes. Uma vez que o Al e suas ligas possuem baixa soldabilidade, a junção das partes requer a utilização de rebites (KRASNOWSKI et al., 2015; ABREU, 2016; BUGARIN, 2017). No entanto, o uso de rebites aumenta a massa total das aeronaves (DRACUP; ARBEGAST, 2006), o que é uma desvantagem deste método de junção.

No início da década de 90 foi criada a técnica FSW que realiza a junção de materiais no estado sólido e se mostrou uma técnica adequada para materiais que possuem baixa soldabilidade (DRACUP; ARBEGAST, 2006; ALVES, 2010; ABREU, 2016). A soldagem FSW é realizada por meio da fricção e mistura dos materiais em contato, o que causa aumento de temperatura dos materiais pela rotação de ferramenta não consumível, causando deformação plástica no material (BAYAZID et al., 2018). O aumento de temperatura e a deformação mecânica pela rotação da ferramenta causam mudanças microestruturais, como modificação de tamanho de grãos, formação ou solubilização de precipitados e, modificação das propriedades mecânicas e de resistência à corrosão do material. Essas mudanças microestruturais

geram zonas de tamanhos de grãos distintos, sendo classificados como: zona termicamente afetada (ZTA), zona termomecanicamente afetada (ZTMA) e zona de mistura (ZM) (KRASNOWSKI et al., 2015; SIDHAR et al., 2016; BAYAZID et al., 2018)

No caso da soldagem de ligas de Al dissimilares, além da mudança microestrutural ocorre o acoplamento entre as ligas de composição química distinta, o que resulta na tendência à formação de pares galvânicos entre as duas ligas em contato, favorecendo a atividade eletroquímica nestas regiões (JARIYABOON et al., 2006; BUGARIN, 2017).

No sentido de entender o efeito da soldagem por FSW na microestrutura e resistência à corrosão das ligas AA2050-T84 e AA7050-T7451, este estudo foi realizado. As ligas foram investigadas seja na condição como recebida (sem soldagem), ou soldadas pelo processo FSW, acopladas uma a outra para formação de par galvânico.

2 OBJETIVO

Este trabalho tem como objetivo estudar a resistência à corrosão das ligas AA2050-T84 e AA7050-T7451, soldadas ou não soldadas por FSW, através de técnicas eletroquímicas e por ensaios de imersão em meios aquosos contendo íons cloreto e avaliar a ocorrência de acoplamento galvânico entre essas diferentes zonas e entre as ligas.

2.1 Objetivos específicos

Os objetivos específicos deste estudo são:

- Caracterização da microestrutura das ligas de alumínio AA2050-T84 e AA7050-T7451 soldadas por FSW através da observação por microscopia (MO, MEV/EDS e MET/EDS), e por medidas de microdureza.
- Investigação da resistência à corrosão das ligas AA2050-T84 e AA7050-T7451 sem solda e soldadas por ensaios de imersão, visualização em gel e técnicas eletroquímicas globais (curvas de OCP e polarização) e locais (SVET e SIET).
- Investigar o efeito do acoplamento galvânico através do teste de SVET utilizando as ligas AA2050-T84 e AA7050-T7451 sem solda.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 Alumínio e suas ligas

O Al é um dos materiais metálicos mais versáteis em sua utilização e, por este motivo, encontra várias aplicações. A densidade do Al é $2,7 \text{ g.cm}^{-3}$, o que corresponde a aproximadamente um terço da densidade do aço. Devido à sua leveza, é amplamente utilizado nas estruturas aeroespaciais, de veículos aquáticos e/ou terrestres, acarretando na diminuição do consumo de combustíveis. Outras características relevantes que também contribuem para sua aplicabilidade são a resistência ao desgaste e resistência à corrosão (AMERICAN SOCIETY FOR METALS, 1998; ABAL, 2019).

A resistência à corrosão do Al deve-se à presença em sua superfície de uma camada de óxido (Al_2O_3) que protege o substrato metálico de possíveis ataques. Essa camada de óxido é regenerada quando o material sofre defeitos, como possíveis ranhuras (AMERICAN SOCIETY FOR METALS, 1998).

A resistência mecânica do Al puro, todavia, é baixa e para sua utilização industrial, sendo necessárias adições de elementos de liga em sua matriz, gerando então as ligas de Al. Essas ligas são classificadas de acordo com sua composição e tratamentos termomecânicos realizados, possuindo uma ampla variedade de propriedades e aplicações. Algumas ligas de Al apresentam boas características de boa resistência mecânica e à corrosão, relacionadas à sua composição química e microestrutural (VARGEL, 2004; ABREU, 2016) pois são dependentes dos elementos de liga adicionados (PALOMINO, 2007).

As ligas de Al são classificadas em séries, de acordo com sua composição principal, o que resulta em características particulares para sua utilização. Segundo a *ASM International* (1998), as ligas de Al são classificadas em séries de quatro dígitos, como indicado na Tabela 3.1.

Tabela 3.1 - Classificação das séries de Al e sua utilização.

Série	Principal elemento de liga	Utilização
1XXX	99% ou mais de alumínio	Equipamentos químicos, vagões para transporte de materiais gasosos e líquidos, aplicações elétricas e embalagens.
2XXX	Cobre	Indústria aeronáutica.
3XXX	Manganês	Utensílios de cozinha, equipamentos químicos, radiador automotivo e produtos de uso geral.
4XXX	Silício	Arames de solda, pistões de aeronaves forjadas e painéis decorativos em construção civil.
5XXX	Magnésio	Construções civis, estruturas de rodovias, pontes, tanques e aplicações marítimas.
6XXX	Magnésio e silício	Perfis arquitetônicos, componentes automotivos e fios condutores.
7XXX	Zinco	Indústria aeronáutica.
8XXX	Outros elementos (Li, Fe, Sn, Cu, Mg, Ni)	Aplicações aeroespaciais e condutores, varia de acordo com seu principal elemento de liga.

Fonte: *ASM International*, 1998.

A denominação das ligas de Al de acordo com *ASM International* (1998) é composta por quatro dígitos, normalmente compostos por números. O primeiro dígito define a série em que a liga está inserida, e está relacionado com o principal elemento de liga. Esse primeiro dígito varia entre “1 a 8”, de acordo com a Tabela 3.1. O segundo dígito refere-se a variações de elementos de liga em sua composição. O dígito “0” representa a composição original, o “1” se refere à primeira variação na composição, o “2” é relacionado com a segunda variação e, assim por diante, onde varia entre os valores de “1 a 9”.

O terceiro e quarto dígitos são utilizados de diferentes maneiras para a série 1XXX, e para as séries 2XXX a 8XXX. No caso da série 1XXX, esses dois últimos dígitos são relacionados à quantidade mínima em porcentagem de Al depois dos 99%, por exemplo, no caso da liga 1070, a denominação indica que a liga possui 99,70% de Al. Para os casos das ligas de Al das séries 2XXX a 8XXX esses dois últimos

dígitos são dados apenas para diferenciar uma liga da outra (ASM INTERNATIONAL, 1998).

As séries de Al são também divididas entre as que recebem tratamento térmico e as que recebem trabalho a frio. No caso das ligas que foram utilizadas nesse estudo, ligas da série 2XXX e 7XXX, estas recebem tratamento térmico. Ainda de acordo com a *ASM International* (1998), os tratamentos térmicos são representados com nomenclaturas após o nome da liga, separados por hífen. O tratamento térmico utilizado em ambas as ligas deste estudo, foi o tratamento representado como “T”, tratamento utilizado para gerar têmperas estáveis. As ligas utilizadas nesse estudo, AA2050 e AA7050, foram submetidas aos tratamentos térmicos T84 e T7451, respectivamente. No caso do tratamento T84, este envolve trabalho à frio, seguido por envelhecimento artificial e, também indica que a liga sofreu redução de aproximadamente 4% por laminação (CASELATTO, 2016). O envelhecimento artificial utilizado no tratamento térmico T84 é utilizado para otimizar e fornecer equilíbrio às suas propriedades, como tenacidade à fratura e resistência à corrosão sob tensão (CONSTELLIUM, 2020).

O tratamento térmico T7451 segue as recomendações da AMS 2772 que corresponde a solubilização, resfriamento rápido, estiramento de até 2% das dimensões originais e duplo envelhecimento artificial (CASELATTO, 2016). O tratamento T7451 resulta na segunda maior resistência mecânica quando comparado com os demais tratamentos utilizados para a liga AA7050 (MAKEITFROM.COM, 2009).

No setor aeronáutico, as pesquisas visam o avanço tecnológico como redução de peso, durabilidade das peças utilizadas, economia de combustível e redução de reparos, além de diminuição da emissão de gases nocivos à atmosfera (GNEDENKOV et al., 2018). Devido à baixa densidade das ligas de Al, estas são muito utilizadas na indústria aeronáutica em comparação às outras ligas metálicas (JARIYABOON, 2006; GNEDENKOV et al., 2018). As ligas de Al das séries 2XXX e 7XXX, tratadas termicamente, compõem cerca de 70% da estrutura dos aviões (VIANA et al., 2005).

A Figura 3.1 ilustra as principais ligas utilizadas na indústria aeronáutica indicando as aplicações segundo as partes específicas das aeronaves.

Figura 3.1 - Principais ligas de Al utilizadas na indústria aeronáutica

Fuselage Stringers - Longarina de Fuselagem;

Fuselage Skin & Webs - Camada externa de Fuselagem;

Main Frames, Fittings & Structures - Armações e Estrutura;

Hi-temp applications - Aplicações para alta temperatura;

Upper & Lower Wings stringers - Longarinas de asa, parte superior e inferior;

Wings Box & Inner Ribs - Caixa das asas e nervuras internas;

Floor Beams, Seat Tracks - Vigas de piso e locais de assento;

Lower Wings Skin - Camada externa asa inferior;

Upper Wing Skin - Camada externa asa superior;

Wing Spars and Ribs - Longarinas e Nervuras de asas.

Fonte: CONSTELLIUM, 2020.

3.1.1 Ligas de alumínio da série 2XXX

A liga AA2050-T84 pertence à terceira geração das ligas Al-Cu-Li. Esta liga foi desenvolvida em busca de características como baixa densidade, tenacidade, módulo de elasticidade e alta resistência à corrosão. Essa liga é recomendada na utilização de peças que precisam de alta resistência e altos níveis de tenacidade, como partes inferiores de estruturas de asas. Sua resistência, alta tolerância a danos e baixa

densidade em um produto de chapa grossa, resulta na economia de peso (CONSTELLIUM, 2020; HAFLEY et al., 2011).

A menor densidade da liga AA2050 (Al-Cu-Li) quando comparada com as ligas convencionais da série 2XXX ocorre devido à presença de Li em sua composição. Este elemento é adicionado por ser leve (densidade de $0,54 \text{ g.cm}^{-3}$) e possuir alta solubilidade no Al. A adição de cada 1% de Li à liga de Al resulta na redução da densidade da liga em até 3%, e aumenta o módulo de elasticidade em cerca de 6% (LEQUEU et al., 2010; FERRARI, 2011; GUÉRIN et al., 2014; PASCOAL JÚNIOR, 2015; QIN, 2015; SIDHAR, 2016). Segundo a literatura, outras características das ligas Al-Cu-Li são: resistência à tração, tenacidade à fratura, resistência à propagação da trinca por fadiga, além de ótima resistência à corrosão sob tensão (PASCOAL JÚNIOR, 2015).

De acordo com Lequeu et al. (2010) a densidade da liga AA2050 é de $2,70 \text{ g.cm}^{-3}$ devido ao teor de Li adicionado à liga ser de no máximo 1,3% para evitar formação da fase δ' (Al_3Li) que é prejudicial à estabilidade térmica do material. O teor de Cu nesta liga foi ajustado para atingir o nível de resistência requerido e bem abaixo do limite de solubilidade, no qual é de 4,2%, para maximizar o equilíbrio entre resistência/tenacidade. Ainda de acordo com Lequeu et al. (2010), a principal fase de endurecimento dessa liga é a fase T_1 (Al_2CuLi), embora nesta liga também se encontra a fase θ' (Al_2Cu), porém em menor quantidade que a fase T_1 .

3.1.2 Ligas de alumínio da série 7XXX

As ligas da série 7XXX são amplamente utilizadas como camadas externas da fuselagem e asas, longarinas, nervuras, perfis estruturais, reforçadores, entre outros, por suas características de resistência à fadiga e tenacidade à fratura (VIANA et al., 2005).

A liga AA7050 (Al-Zn-Mg-Cu) foi desenvolvida com o objetivo de se obter uma liga com alta resistência mecânica, resistência à corrosão sob tensão e tenacidade, para utilização na força aérea dos Estados Unidos da América (BARTER et al., 1990). Esta liga é termicamente e mecanicamente tratável visando obtenção de elevada

dureza. A composição dessas ligas pode ser alterada para melhoria de propriedades, como a resistência à corrosão (DUMONT et al., 2003; PASCOAL JÚNIOR, 2015).

De acordo com Dumont et al. (2003), a precipitação de intermetálicos em contornos de grãos na liga AA7050 diminui a resistência e a tenacidade dos contornos de grãos. Observaram que após envelhecimento, precipitados intragranulares maiores se formam e diminuem a tenacidade do interior dos grãos.

Liu et al. (2012) detectaram intermetálicos η ($\text{Mg}(\text{Zn}, \text{Cu}, \text{Al})_2$) na liga AA7050 os quais durante o resfriamento lento, após homogeneização da liga, precipitam juntamente com as fases S (Al_2CuMg) e η (MgZn_2). Estudaram também a recristalização lenta da liga, o que levou a maior fração da fase S, sendo então possível observar que com menor taxa de resfriamento ocorre diminuição da resistência do material.

A liga AA7050 apresenta zircônio em sua composição, em substituição ao cromo, com o objetivo de controlar a recristalização da liga e o tamanho dos grãos. Esta liga apresenta relação Cu/Mg superior a 0,8, o que representa reforço adicional durante o segundo envelhecimento que compõe seu tratamento térmico (BARTER et al., 1990).

3.1.3 Soldabilidade do alumínio

Soldabilidade é um termo utilizado para descrever o grau de dificuldade ou facilidade em soldar um metal. No caso do Al, as dificuldades na soldagem podem ser pela presença da camada de óxido de Al, que possui ponto de fusão de 2052 °C, chegando a ser três vezes maior que a temperatura de fusão do Al (660 °C), pela contaminação por hidrogênio, que acaba gerando porosidades na estrutura do Al, e pelo alto coeficiente de expansão térmica o que leva, durante rápida solidificação, ao surgimento de trincas a quente e distorções no material (POTOMATI, 2006; ALVES, 2010).

De acordo com Alves (2010) e Modenesi (2011), as ligas de Al das séries 1XXX e 3XXX apresentam boa soldabilidade. A soldagem destas ligas é normalmente realizada utilizando metal de adição contendo a mesma composição química da liga. Para as ligas de série 2XXX, não é possível realizar a soldagem por fusão devido ao

aparecimento de trincas. Conforme o avanço tecnológico, foram desenvolvidas ligas com novos metais de adição, aperfeiçoando suas propriedades. As ligas da série 4XXX apresentam ótima soldabilidade e uma de suas características é a utilização como metal de adição para soldagem de outras ligas.

As ligas da série 5XXX, segundo Alves (2010) e Modenesi (2011), apresentam grande tendência à formação de trincas durante a soldagem. Esse fenômeno ocorre pela presença de Mg nessas ligas, porque ao fundir a liga, parte desse elemento se perde ao ocorrer a fusão do material. As ligas da série 6XXX apresentam ótima soldabilidade enquanto as ligas da série 7XXX são sensíveis a trincas durante a solidificação, possuindo baixa soldabilidade.

As ligas de alumínio deste estudo, quais sejam as ligas das séries 2XXX e 7XXX, possuem baixa soldabilidade pelos métodos convencionais. Por este motivo, geralmente quando parte/peças destas ligas precisam ser conectadas, são utilizados rebites, o que aumenta significativamente o peso dos materiais. A alternativa para soldagem destas ligas é o processo de soldagem por fricção e mistura, não ocorrendo fusão, evitando problemas em suas microestruturas, como perda de elementos de liga e ausência de trincas (ALVES, 2010).

3.2 Soldagem por fricção e mistura (*friction stir weld - FSW*)

A soldagem por fricção e mistura, ou *Friction Stir Welding* (FSW) foi desenvolvida pelo *The Welding Institute* (TWI) no início dos anos 90 (THOMAS et al., 1991). Esse tipo de soldagem ocorre por duas funções primárias, o atrito e o aquecimento das ligas para produzir a junta (GHETIYA et al., 2016).

A ferramenta utilizada na soldagem FSW consiste em uma ferramenta cilíndrica com um pino rotatório não consumível que é aplicada na região onde deve ocorrer a junção das peças (THOMAS et al., 1991; BUGARIN, 2017; DICK et al., 2017). O pino penetra lentamente na linha da junta produzindo uma zona deformada pela fricção realizada pelo pino (NASCIMENTO, 2007; PAIVA, 2009). Quando o pino contata a superfície do material a ser soldado, ele rapidamente aquece por atrito, causando o amolecimento da liga e diminuindo sua resistência mecânica (GHETIYA, 2016).

À medida que a ferramenta se movimenta pelo material, ela aquece por atrito as bordas das faces da junta, levando o material a um estado plástico antes de ocorrer o processo de soldagem. O calor gerado por atrito produz quantidade significativa de metal plastificado embaixo do pino e ombro. No Al e ligas, essa soldagem comprime a região da junta, quebra o filme de óxido e o mistura, recombinando-o com o material no lado posterior da ferramenta (KRASNOWSKI, 2015; BAYAZID et al., 2018). O funcionamento da soldagem por FSW é ilustrado na Figura 3.2.

Figura 3.2 - Ilustração esquemática da soldagem por FSW.

Fonte: MISHRA; MA, 2005.

O processo de soldagem FSW é um método adequado para a junção de ligas de Al para uso no setor aeronáutico e importante para solução de problemas que resultam do uso de técnicas convencionais de soldagem de ligas de Al. O aquecimento provocado pela rotação e a deformação plástica que ocorre no material sólido gera soldas resistentes e virtualmente livres de defeitos, além de não ocorrer a fusão do metal base (região não afetada pela soldagem) (PAIVA, 2009; QIN et al., 2015; KRASNOWSKI et al., 2015; GHETIYA et al., 2016; BUGARIN, 2017).

O processo FSW apresenta muitas vantagens sobre os tipos de soldagem convencionais, sendo uma delas a baixa temperatura atingida comparada a outros processos. Todavia, resulta em mudanças microestruturais no material, em relação ao metal base. Esse processo de mudança microestrutural ocorre devido à rotação da

ferramenta, onde o estado final da solda apresenta dois lados principais, os quais são denominados de lado de avanço e lado de retrocesso. O lado de avanço é aquele em que o sentido de rotação da ferramenta é o mesmo do da soldagem e o de retrocesso é aquele em que o sentido de rotação da ferramenta se encontra no sentido oposto ao da soldagem (PAIVA, 2009; KRASNOWSKI et al., 2015; BAYAZID et al., 2018). A Figura 3.3 mostra um esquema para identificação dos dois lados da solda.

Figura 3.3 - Soldagem por FSW mostrando o lado do avanço e retrocesso do material durante a soldagem.

Fonte: PAIVA, 2009.

As mudanças microestruturais causadas pela soldagem por FSW afetam as propriedades mecânicas, o tamanho de grãos, a presença, teor e tamanho dos precipitados e, portanto, a resistência à corrosão (MISHRA; MA, 2005; THREADGILL et al., 2009). Zonas com diferentes microestruturas e, portanto, propriedades são formadas. Essas zonas distintas são geralmente identificadas como: metal base (MB) ou região não afetada pela soldagem, zona termicamente afetada (ZTA), zona termomecanicamente afetada (ZTMA) e a zona de mistura (ZM) (PAGLIA; BUCHHEIT, 2008; DONATUS, 2015; ABREU, 2016; BUGARIN, 2017; BAYAZID et al.,

2018). As diferentes zonas nas ligas de Al, após processo FSW, são ilustradas na Figura 3.4 para as ligas usadas neste estudo.

Figura 3.4 - Zonas presentes nas ligas após soldagem por FSW.

Fonte: Autor.

A partir da Figura 3.4, é possível observar que há uma diferença entre as regiões afetadas pela soldagem, sendo que as regiões onde não há interferência do pino correspondem às zonas de MB, ZTA e ZTMA entre as ligas. A região inferior de solda, onde há interferência do pino, é conhecida como ZM, que é a zona onde ocorre recristalização dos grãos (MENG et al., 2019). As ligas de alumínio soldadas por FSW utilizadas neste estudo, são mostradas nos anexos.

3.3 Corrosão em alumínio e ligas de alumínio

As ligas de Al apresentam tendência à corrosão localizada, tais como a corrosão por pite, a intergranular e a galvânica, em presença de soluções de íons agressivos. Isso ocorre porque estes íons tendem a atacar as áreas mais suscetíveis da camada de filme passivo, nucleando o processo de corrosão localizada (WIPF, 1994; RAMANATHAN, 1997).

Existem várias formas de corrosão, sendo classificadas de acordo com sua maneira de manifestação e propagação no metal. Algumas dessas classificações são: uniforme, galvânica, frestas, por pites, intergranular, intragranular, entre outras (GENTIL, 2014; RAMANATHAN, 1997).

3.3.1 Corrosão intergranular

A corrosão intergranular é um tipo de ataque localizado que ocorre nos contornos de grãos, ou regiões adjacentes a eles (GENTIL, 2014). Segundo Ramanathan (1997), a corrosão intergranular segue um caminho estreito, preferencialmente ao longo dos contornos de grãos. Ocorre devido à diferença de potencial eletroquímico entre o contorno e o interior do grão. Esse tipo de corrosão altera as características mecânicas do material, podendo causar, em casos mais extremos, a perda significativa das propriedades mecânicas, embora ocorra somente uma perda de pequeno volume do material (RAMANATHAN, 1997). Como a corrosão intergranular é resultado de pequenas diferenças de composição entre os contornos de grãos e o interior de grãos, os processos mecânicos e tratamentos térmicos são relevantes para seu aparecimento, o que geralmente é causado pela precipitação preferencial nos contornos de grãos (RAMANATHAN, 1997).

Segundo Li et al. (2008), a corrosão intergranular na liga AA7075 (Al-Zn) depende dos tratamentos térmicos a que esta foi submetida. Neste caso, os tratamentos térmicos utilizados foram T6, T73, RRA, T6I6 e HTPP. As propriedades desses tratamentos consistem em: aumento de resistência mecânica, porém há diminuição da resistência à corrosão localizada (T6); aumento da resistência à corrosão, porém há diminuição da resistência mecânica (T73); aumento de resistência mecânica e boa resistência à corrosão sob tensão, porém há limitação em relação ao tamanho da peça (RRA); aumento da resistência mecânica, dureza e tenacidade à fratura (T6I6); e aumento de resistência mecânica, resistência à corrosão intergranular, esfoliação e corrosão sob tensão (HTPP). No estudo de Li et al. (2008) entre esses tipos de tratamentos térmicos estudados, o T6I6, T73 e HTPP apresentaram maiores resistências à corrosão intergranular em relação à T6, devido à distribuição de fase η ser descontínua nos contornos de grãos.

Luo et al. (2016) realizaram ensaios de imersão em solução de 3,5% (massa) de NaCl para a liga AA2A97-T3 que após duas horas de ensaio, apresentou ataques localizados classificados como corrosão por pites seguido de corrosão intergranular. Inicialmente os ataques desenvolveram bolhas de hidrogênio, associados à ataque severo na superfície da liga. As reações de corrosão ocorrem devido a precipitação

de partículas intermetálicas nos contornos de grãos, esse processo mostrou que o Cu oxida menos que o Al e o Li durante o ataque, atuando como cátodo nas reações de redução.

Larsen et al. (2008) estudaram a corrosão intergranular em ligas de Al da série 6XXX. Apesar dessas ligas apresentarem boa resistência à corrosão, estas são susceptíveis à corrosão intergranular. Isso ocorre pela presença de um filme enriquecido em Cu ao longo dos contornos dos grãos, e uma zona adjacente com baixas quantidades de Cu e Si. Tem sido observado que a susceptibilidade à corrosão intergranular nessas ligas é relacionada ao acoplamento microgalvânico entre as zonas passivas e as zonas adjacentes e ativas.

3.3.2 Corrosão por pite

A corrosão por pite ocorre pela remoção localizada da película de óxido da superfície metálica, em soluções agressivas, as quais podem ou não conter íons cloreto em sua composição. Isso ocorre porque a película de óxido na superfície do metal é heterogênea, ou seja, apresentam inclusões, partículas ou danos mecânicos que resultam em diferentes valores de potenciais (WIPF, 1994; FRANKEL, 1998). Esse tipo de corrosão mostra distintivamente as regiões anódicas e catódicas do material, sendo que as menores são as regiões anódicas, e as maiores, as regiões catódicas, que permanecem quase intactas (RAMANATHAN, 1997).

Wipf (1994) estudou o processo de corrosão por pite através de experimentos com Microscopia Eletroquímica de Varredura (SECM) e concluiu que o ataque localizado se dá nas heterogeneidades da película de óxido formado na superfície do Al. A camada de óxido é atacada pelos íons cloreto da solução, causando a corrosão por pite.

Frankel (1998) observou que a intensidade de corrosão por pite é proporcional à concentração de cloretos e de agentes oxidantes em solução. Dessa forma, a presença de agentes oxidantes em um ambiente contendo cloreto é extremamente prejudicial. O pite tem natureza autocatalítica, ou seja, quando um pite cresce, as condições que são desenvolvidas em seu interior promovem ainda mais o seu crescimento (FRANKEL, 1998). Em presença de meios contendo cloretos, dentro do

pite há formação de ácido clorídrico, o que promove a propagação os pites (SOLTIS, 2015). O mecanismo de corrosão por pite é ilustrado na Figura 3.5.

Figura 3.5 - Diagrama esquemático do mecanismo de corrosão por pite em liga de Al que apresenta Al_3Fe e Cu como partículas precipitadas aflorando na superfície.

Fonte: VARGEL et al., 2004.

Como pode ser observado na Figura 3.5, a reação de oxidação do Al gera cátions Al^{3+} dentro da cavidade do pite. O aumento na concentração de íons metálicos no interior do pite causa hidrólise e acidificação da cavidade do pite. No lado externo do pite, a reação de redução de oxigênio produz íons hidroxila; estes reagem com os íons metálicos e formam hidróxido de alumínio ($\text{Al}(\text{OH})_3$) que precipitam na forma de gel (produto de corrosão). O acúmulo de produto de corrosão ajuda a bloquear a entrada de íons cloreto nos pites e dificulta a difusão do meio externo para dentro do pite (FRANKEL, 1998).

3.3.3 Corrosão galvânica

A corrosão galvânica ocorre quando metais dissimilares, em contato elétrico, estão expostos a um mesmo meio corrosivo causando uma diferença de potencial (ddp), maior que 100 mV entre eles (WOLYNEC, 2013). Quando esses metais são acoplados ou conectados, essa ddp gera um fluxo de corrente, permitindo então que o metal com maior potencial se torne o cátodo, e o metal com menor potencial, ânodo (RAMANATHAN, 1997; WOLYNEC, 2013). A Figura 3.6 ilustra os mecanismos básicos que ocorrem durante corrosão galvânica.

Figura 3.6 - Diagrama esquemático do mecanismo de corrosão galvânica em um metal.

Fonte: PANNONI, 2007.

O processo de corrosão galvânica ocorre quando dois materiais metálicos, com potenciais diferentes, entram em contato entre si e com o eletrólito, Figura 3.6. O ataque localizado se dá em uma região próxima ao acoplamento (GENTIL, 2011).

Quanto maior a concentração da solução, maior a intensidade da corrosão galvânica (VARGEL et al., 2004). A água do mar é um eletrólito muito condutor, favorecendo a corrosão galvânica quando comparado com a água destilada.

Nos ensaios realizados por Abreu (2016), que utilizou ligas dissimilares de Al, AA7475 e AA2024, soldadas por FSW, utilizando solução de 0,1 mol.L⁻¹ de Na₂SO₄ + 0,001 mol.L⁻¹ de NaCl foi observado que a liga AA7475 apresentou caráter anódico, em relação à liga AA2024, que atuou como cátodo. O mesmo foi observado no trabalho de Bugarin (2017), com relação às mesmas ligas de Al, soldadas por FSW, em solução de 0,01 mol.L⁻¹ de NaCl.

3.4 Corrosão em ligas de alumínio da série 2XXX (Al-Cu-Li)

O comportamento de corrosão localizada nas ligas Al-Cu-Li está relacionado à distribuição dos precipitados de fase T₁ na matriz da liga (PROTON et al., 2014). De acordo com Proton et al. (2013), o potencial de corrosão dos precipitados de fase T₁

são mais anódicos quando comparados com a matriz. Isso ocorre pelo Li nos precipitados da fase T_1 . Essa diferença de potencial entre os precipitados e a matriz da liga induz à corrosão localizada.

A resistência à corrosão da liga AA2050 foi estudada por ensaios de exposição a soluções de cloreto de sódio. Proton et al. (2013) mostraram que nessa liga os precipitados de fase T_1 possuem potencial de corrosão menor quando comparado com a matriz, causando susceptibilidade à corrosão localizada. Os tratamentos termomecânicos aplicados nas ligas de Al influenciam o comportamento de corrosão por alterar a microestrutura das ligas (PROTON et al., 2014).

Guérin et al. (2016) compararam a susceptibilidade à corrosão da liga AA2050 com os tratamentos T34 e T8. Esse estudo mostrou que as estruturas dos precipitados contribuem para a explicação da susceptibilidade à corrosão da liga. No caso do tratamento T8, os autores observaram que a corrosão presente foi a do tipo intragranular e estava associada à distribuição homogênea de precipitados T_1 nos grãos e contornos de grãos. No caso do tratamento T34, a presença de precipitados de fase T_1 nos contornos de grãos não causou a susceptibilidade da liga à corrosão intergranular.

Yan et al. (2018) estudaram a microestrutura dos precipitados, nos grãos e contornos de grãos da liga AA2050, para o tratamento térmico T351, e, também para a mesma liga com envelhecimento artificial na temperatura de 155 °C. Para a condição T351, a liga se mostrou altamente suscetível à corrosão intergranular. Foi mostrado que após envelhecimento artificial de curta duração (1h), a morfologia de corrosão alterou para corrosão intragranular, porém para envelhecimentos prolongados (> 15h) a liga se tornou novamente suscetível à corrosão intergranular. A explicação para esta observação é que para os envelhecimentos prolongados ocorre a re-sensitização, que consiste no enriquecimento dos elementos de liga (Cu e Mg) nos contornos de grãos.

Ma et al. (2016) mostraram que para a liga AA2099-T83 a corrosão localizada foi relacionada à dissolução de fase T_1 , que precipita preferencialmente nos contornos de grãos/subgrãos, e também nos interiores de grãos.

Guérin et al. (2015) compararam o efeito dos tratamentos térmicos T8 e T34 na resistência à corrosão da liga AA2050 em solução de cloreto. No caso do tratamento

T34, a liga se mostrou suscetível à corrosão intergranular em teste de imersão por 72h, enquanto a liga T8 apresentou susceptibilidade à corrosão intragranular. Esses processos de corrosão foram explicados pela presença de diferença de potencial entre as partículas de precipitados e a matriz do material. Essas partículas, caso sejam catódicas em relação à matriz, ou seja, com potencial eletroquímico mais nobre que a matriz, causam dissolução da matriz ao seu redor. Foi identificado que os precipitados de fase T_1 não estavam presentes nos contornos de grãos da liga com o tratamento térmico T34. Neste caso, a corrosão intergranular foi explicada pela segregação preferencial de elementos de liga, como Cu e Li, nos contornos de grãos. Para a condição T8, a corrosão observada foi principalmente intragranular, mostrando grande quantidade de precipitados de fase T_1 no interior dos grãos.

Viejo et al. (2015) compararam a resistência à corrosão nas condições de tratamento T8, sem e após tratamento a laser, por ensaios de imersão em solução $0,1 \text{ mol.L}^{-1}$ de NaCl. Foi observado que na liga T8 foi formada grande quantidade de produtos de corrosão, principalmente nas regiões próximas aos precipitados intermetálicos, que são catódicos em relação à matriz. Já para as amostras que receberam tratamento a laser com 10, 50 e 100 pulsões, os precipitados foram dissolvidos incompletamente no caso dos pulsos menores, enquanto que para os pulsos maiores ocorreu a dissolução completa dos precipitados, tornando a liga suscetível à corrosão por pites nas regiões afetadas pelo laser.

3.5 Corrosão em ligas de alumínio da série 7XXX

Balducci et al. (2001) observaram resultados semelhantes de resistência à corrosão para diferentes ligas da série 7XXX (AA7010, AA7475 e AA7050), em solução contendo 5% (massa) de NaCl. O pH do meio e a concentração de oxigênio em solução mostraram interferência na taxa de corrosão dessas ligas. Em soluções levemente ácidas (pH 6,0) ou alcalinas (pH 8,5) as ligas apresentaram maior tendência à corrosão por pite. Porém, para as soluções ácidas (pH 3,0) a corrosão se tornou generalizada.

Kilkenny (2015) realizou ensaios de tratamentos térmicos em temperaturas de 477 a 505 °C para a liga AA7050. Concluiu que os tempos de tratamento não causaram grande variação de microestrutura do material, sendo que foram realizados

tratamentos térmicos de uma a seis horas. Já para o processo de corrosão, foi observado através de ensaios de imersão em solução de $0,1 \text{ mol.L}^{-1}$ de NaCl, que a fase S da liga é catódica em relação à matriz e sua presença não resultou em intensificação de corrosão por pite ou corrosão intergranular.

Codaro (2006) estudou a resistência à corrosão das ligas AA7010-T7 (Al-Zn-Mg-Cu-Zr), AA7050-T7 (Al-Zn6-Cu-Mg-Zr) e AA7475-T7 (Al-Zn5,5-Mg-Cu), nas condições do material como recebido, ou com tratamentos térmicos correspondentes a recozimento e envelhecimento. No caso de imersão prolongada em solução de 5% (massa) de NaCl, foi observado que a liga AA7050 apresentou a maior perda de massa em comparação às outras duas ligas, AA7010 e AA7475. Já a liga AA7475 como recebida se mostrou a mais resistente à corrosão entre as testadas. As amostras recozidas mostraram maior perda de massa por apresentarem microestrutura mais heterogênea, devido a uma descontinuidade, aos poros, no filme superficial das ligas. Ainda segundo Codaro (2016), os estudos de corrosão para as ligas 7010-T7 e 7050-T7 foram realizadas em soluções aeradas e deaeradas em pH 3,0. Nesse meio a taxa de corrosão é maior em comparação aos demais meios de pHs mais básicos (até 8,5), mostrando ataque intenso por pites, como também foi observado por Balducci et al. (2001).

3.6 Corrosão em ligas de alumínio soldadas por FSW

Segundo Paglia e Buchheit (2008) as ligas AA7075 soldadas por FSW são suscetíveis à corrosão por apresentarem diferenças microestruturais no material. Os autores observaram através de ensaios de imersão em solução com 3,5% (massa) de NaCl, ataque inicial na ZTMA, passando para a ZTA, que mostrou ser mais afetada pela corrosão, apresentando ataque intergranular.

Meng et al. (2019) estudaram a resistência à corrosão da liga AA2060-T8 soldada por FSW, por ensaios de névoa salina e curvas de polarização em solução 3,5% (massa) de NaCl. Foi observado que os precipitados e as partículas constituintes da liga foram os principais causadores da corrosão por pite. Com relação às zonas afetadas pela solda, foi observado que a fase T_1 foi redissolvida, ocorrendo precipitação da fase θ' , na ZTMA, e diminuição da resistência à corrosão dessa zona, que apresentou corrosão intergranular. Na ZM, os autores observaram que o aumento

de temperatura resultou na redissolução, dos precipitados, aumentando a atividade de Li na matriz, que se tornou a região ativa. Meng et al. (2019) concluíram que a zona de maior tendência à corrosão foi a ZM, seguida pela ZTMA, ZTA e, finalmente, o MB.

Proton et al. (2013) observaram que a liga AA2050 soldada por FSW se mostrou suscetível à corrosão intergranular quando imersa em solução de NaCl. Esse fenômeno ocorreu pelo processo de corrosão na ZM ser heterogêneo, ou seja, apresentar uma diferença de potencial eletroquímico entre a região superior e inferior da ZM indicada pela diferença de tamanho de grãos nessas zonas. Esta diferença resultou em acoplamento galvânico entre as regiões. Quanto maior o tamanho de grão na ZM, maior o potencial determinado por medidas de potencial de circuito aberto (PCA), ou seja, quanto menor o grão, mais catódico o potencial de corrosão.

Jariyaboon et al. (2006) estudaram a corrosão da região da solda obtida por FSW para as ligas AA2024 e AA7010 em soluções de íons cloreto. Para o ensaio de corrosão, a região que apresentou maior característica anódica foi a ZM das duas ligas, quando comparada com a solda inteira, mostrando corrosão intergranular na ZM. Esse ataque foi mais crítico na região inferior da ZM, devido ao aumento de temperatura e variação microestrutural. A corrosão se mostrou severa nessa região de solda pelo fato de ser uma solda de ligas dissimilares, onde a região de maior tendência anódica fica situada imediatamente ao lado da região de maior tendência catódica, gerando acoplamento galvânico entre as duas ligas. Em trabalhos com soldas dissimilares da série 2XXX e 7XXX, Bugarin (2017) ao analisar a seção transversal também observou ataque corrosivo mais acentuado na região de interface entre as duas ligas, na ZM.

Donatus et al. (2015) avaliaram a susceptibilidade à corrosão de ligas dissimilares, especificamente a AA5083 (Al-Mg-Mn) e AA6082 (Al-Si-Mg-Mn), soldadas por FSW, e observaram que a ZM foi a região com maior tendência a atuar como cátodo em relação às demais zonas da solda. Isso ocorreu pela presença de grãos equiaxiais, nesta zona, ausência de zona livre de precipitados, e, também, pela presença de precipitados anódicos nos contornos de grãos. Quanto ao restante da solda, as regiões com maior tendência anódica foram as ZTAs das duas ligas e a região de transição entre as ligas. O ataque se inicia nas regiões de transição, por acoplamento galvânico, se propagando para a liga 5XXX. Isso ocorre porque a liga

AA5083 possui menor potencial em relação a AA6082, sendo esta última catódica em relação à primeira.

Dhondt et al. (2013) observaram que na liga AA2050 soldada por FSW, as zonas de microestruturas distintas apresentam diferentes potenciais eletroquímicos, e propuseram que o contato entre elas poderia gerar acoplamento galvânico, dependendo da diferença de potencial. Observaram que a liga AA2050 em solução 0,1 mol.L⁻¹ de NaCl apresentou corrosão por pite na ZM, porém após ensaio de tração para a região ao longo da soldagem, na ZM, o ataque mudou para corrosão intergranular.

3.7 Técnicas eletroquímicas locais para estudo de corrosão de ligas de alumínio

Os métodos eletroquímicos convencionais fornecem informações sobre a atividade geral em toda superfície estudada. Entretanto, para identificação das atividades locais é necessária a utilização das técnicas eletroquímicas locais (LAMAKA et al., 2010). Essas técnicas permitem separar as reações anódicas das catódicas sem interferir nos processos que estão ocorrendo na superfície do material (ISAACS; VYAS, 1979).

Essas técnicas utilizam eletrodos que realizam medidas eletroquímicas locais, físicas ou químicas, na superfície estudada. Em análises *in situ*, as medidas são realizadas na interface entre a superfície analisada e o eletrólito. Essas análises ocorrem durante exposição da amostra a meios onde ensaios eletroquímicos são realizados com base na cinética das reações. Algumas técnicas locais utilizadas para esse tipo de medições são: técnica de varredura do eletrodo de referência (SRET), técnica de varredura do eletrodo vibratório (SVET), espectroscopia de impedância localizada (LEIS) e técnica de varredura do eletrodo seletivo de íons (SIET) (OLTRA et al., 2007; LAMAKA et al., 2010).

A SVET foi desenvolvida primeiramente para estudos biológicos com o objetivo de medir correntes extracelulares. Essa técnica foi transferida para estudos de corrosão localizada por Isaacs e Vyas na década de 70 (ISAACS; VYAS, 1979; OLTRA et al., 2007). Inicialmente, apenas a SRET havia sido desenvolvida, onde o potencial e a corrente eram medidos utilizando eletrodos de referência não vibratórios (ISAACS; VYAS, 1979).

As densidades de corrente medidas por SRET podem apresentar ruído, conforme foi observado nas análises de Bastos et al. (2013), se agravando com aumento da condutividade do meio utilizado. Os autores observaram que com um eletrodo vibratório esse ruído se reduz significativamente, aumentando também a sensibilidade da técnica, e a possibilidade de amplificação das medidas. Portanto, as duas técnicas, SRET e SVET, fornecem as correntes iônicas medidas através do potencial em solução e das densidades da corrente local, correspondente às reações anódicas e catódicas envolvidas no processo (BASTOS et al., 2006; BASTOS et al., 2013).

A técnica SVET consiste em um eletrodo que vibra nos eixos x e y, e varre a superfície exposta ao meio, sendo o eletrodo vibratório projetado para medir a queda de potencial gerada pelo fluxo de corrente em volume específico de solução (ŁOSIEWICZ et al, 2015). Esses eletrodos possuem pontas de platina e irídio (Pt-Ir), as quais são mantidas a uma distância definida da superfície da amostra a ser analisada. A SVET gera gráficos a partir das medidas pontuais de campos elétricos, permitindo quantificar eventos de corrosão e eletroquímicos localizados. A vibração bidimensional do eletrodo é realizada através de osciladores de onda senoidal em duas frequências diferentes, uma para cada eixo de vibração (APPLICABLE ELECTRONICS, 2020). Nessas regiões, as correntes anódicas e catódicas podem diminuir com o aumento da distância entre o eletrodo e a superfície analisada, e, também, com o aumento da condutividade do eletrólito (ŁOSIEWICZ et al., 2015).

O esquema da técnica eletroquímica local, SVET, é ilustrado na Figura 3.7.

Figura 3.7 - Esquema de uma célula eletroquímica para uso pelo método de varredura do eletrodo vibratório (SVET) e suas conexões.

Fonte: Autor.

As correntes medidas por SVET são geradas a partir do fluxo ascendente de cátions e ânions (BASTOS et al., 2013). No caso do maior fluxo de cátions que é resultado do processo anódico, a corrente se mostra como corrente positiva nas medidas de densidade de corrente, correspondendo às regiões de cor vermelha nos mapas gerados. Já para o processo catódico (regiões com coloração azul) ocorre o inverso.

A técnica SIET é utilizada como um micro potenciômetro que mede concentrações de íons específicos em uma determinada distância da superfície do eletrodo de trabalho. Essas medições são realizadas *in situ* (LAMAKA et al., 2010; APPLICABLE ELECTRONICS, 2020). Para o caso das medidas de íons locais, essas concentrações são obtidas através da calibração do equipamento, onde é utilizada equação de Nerst:

$$E_i = E_i^0 + \frac{RT}{z_i F} \ln a_i \quad \text{Equação 3.1}$$

Na Equação 3.1, o F é a constante de Faraday, R é a constante universal de gases, T é a temperatura absoluta e E_i é o potencial medido durante a calibração do equipamento.

No caso da técnica conhecida como SIET, o eletrodo utilizado é composto por um capilar de vidro, com uma ponta de 0,1 a 5 μm de diâmetro. Na técnica SIET, ao contrário da SVET, não ocorre a vibração do eletrodo. Seu eletrodo é muito sensível ao manuseio e sua durabilidade de utilização é de cerca de um dia. O eletrodo íon-seletivo é preenchido com uma solução de referência e, em sua ponta é colocada a solução do ionóforo desejado. Essa solução é a que detectará os íons que se pretende analisar durante a medição (LAMAKA et al., 2010). Para a realização dos ensaios de SIET é necessária a calibração do equipamento, pois a quantidade de ionóforo utilizado na ponta do eletrodo varia. Uma vez que a concentração de íons na interface de solução e superfície metálica será medida, uma pequena variação de volume muda significativamente os resultados que serão obtidos.

As medidas de pH local geram informações sobre áreas anódicas e catódicas que podem ser utilizadas, não somente para esclarecimentos sobre os mecanismos de corrosão, mas também na escolha de inibidores de corrosão adequados. Essas medidas são muito úteis pois em geral inibidores atuam em faixas específicas de pH, o que mostra a importância desta técnica nestes estudos (LAMAKA et al., 2008).

Durante a corrosão, as reações de redução do oxigênio presentes na solução resultam no acúmulo de íons OH^- , o que mostra que este fenômeno envolve também interações ácido-base. Esses processos de corrosão mudam as concentrações de íons H^+ , OH^- e íons metálicos no eletrólito (LAMAKA et al., 2010).

O esquema da técnica eletroquímica local, SIET, é ilustrado na Figura 3.8.

Figura 3.8 - Esquema de célula eletroquímica e suas conexões utilizados para medidas pela técnica SIET.

Fonte: Autor.

3.7.1 Medidas de corrosão por técnicas eletroquímicas locais

Moreto et al. (2014) investigaram a corrosão localizada em ligas de Al das séries 2XXX e 7XXX por SVET, utilizando solução $0,05 \text{ mol.L}^{-1}$ de NaCl. Foi observado que de acordo com as densidades de corrente medidas pela superfície das amostras analisadas foi possível identificar as regiões anódicas e catódicas. Foi também observado que é possível acompanhar o avanço e as mudanças de comportamento entre essas regiões, em locais específicos, que ocorrem de acordo com os intermetálicos presentes em cada liga.

O comportamento de pares galvânicos entre as ligas AE44 (liga de Mg), aço e AA6063, foi investigado por Deshpande (2010) utilizando a técnica SVET em solução 1,6% (massa) de NaCl. A técnica permitiu analisar a diferença de densidade de corrente entre diferentes pares galvânicos, sendo que para o par galvânico entre AE44 e aço foram observadas densidades de corrente cinco vezes maiores que para o par galvânico AE44 e AA6063.

Donatus et al. (2015) realizaram ensaios de corrosão com acoplamento galvânico entre a liga AA2024 e aço utilizando SVET em meio com 3,5% (massa) de NaCl. Esses ensaios foram efetuados variando a temperatura da solução. Foi observado que as regiões anódicas e catódicas variaram de acordo com a temperatura utilizada. Primeiramente, em temperaturas de 21 °C a liga AA2024 se mostrou anódica em relação ao aço. Todavia, áreas anódicas começaram a aparecer no aço quando a temperatura atingiu 45 °C. Para temperaturas maiores, cerca de 60 °C, ambos materiais apresentaram a mesma intensidade de corrosão em função do tempo.

Medidas de pH utilizando SIET conduzidas por Lamaka et al. (2008), utilizando a liga de Mg (AZ31B) em solução 0,05 mol.L⁻¹ de NaCl, foi observado que a técnica foi útil para avaliar as reações de corrosão nos micro defeitos que causaram o desenvolvimento de processos catódicos e anódicos. Observaram aumento do pH até 8,5 nas regiões catódicas, pela redução de prótons, tornando a solução alcalina.

Snihirova et al. (2016) realizaram ensaios de corrosão por SVET e SIET para uma liga Al-Cu-Mg em solução com 0,005 mol.L⁻¹ NaCl. Observaram que as reações catódicas foram intensificadas nas regiões enriquecidas em Cu e Mg. Os ensaios SVET permitiram identificar apenas a dissolução de Mg enquanto que o ensaio SIET mostrou a existência de processos catódicos sobre o Mg, mostrando também a dissolução de Al na interface Al-Cu.

Bastos et al. (2010) estudaram a liga AA2024 utilizando a SVET e a micropotenciometria para medidas de pH local a fim de identificar o efeito dos defeitos na superfície da liga, em solução com 0,05 mol.L⁻¹ de NaCl. Observaram que regiões anódicas indicadas por SVET foram atribuídas à dissolução do Al da matriz da liga, e também à dissolução de Mg e Al provenientes dos intermetálicos de fase S presentes. As regiões anódicas e catódicas se mantiveram posicionadas nos mesmos locais durante o ensaio de imersão. Para os ensaios de medida de pH local, apresentaram também características catódicas e anódicas, sendo que as áreas de característica catódica foram diminuindo, já as áreas anódicas se mantiveram estáveis. Observaram que os resultados obtidos por SVET, onde mostrou regiões anódicas, também se mostraram catódicas através do ensaio de medidas de pH local, mostrando então a necessidade da complementação de informações utilizando essas técnicas.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 Materiais

Os materiais utilizados neste estudo foram chapas das ligas de Al, AA2050-T84 e AA7050-T7451, com dimensões de (180 x 300 x 6,5) mm soldadas por FSW no LNNano - CNPEM, Campinas.

Foi realizada análise química das duas ligas, por espectrometria de emissão óptica com plasma (ICP-OES) e os resultados são apresentados na Tabela 4.1, em que os valores medidos são comparados com os valores da composição nominal de cada elemento, de acordo com *The Aluminum Association*.

Tabela 4.1 - Composição química das ligas de Al (AA2050-T84 e AA7050-T7451) obtidas por espectrometria de emissão óptica com plasma.

Elementos	AA2050		AA7050	
	Nominal (%)	Medido (%)	Nominal (%)	Medido (%)
Si	0,08	0,02 - 0,03	0,12	0,08
Fe	0,1	0,04	0,15	0,04
Cu	3,2-3,9	3,46 - 4,00	2,0 - 2,6	2,15
Mn	0,2-0,5	0,30 - 0,35	0,1	0
Mg	0,2-0,6	0,30	1,9 - 2,6	1,53
Zn	0,25	0,01	5,7 - 6,7	6,8
Ti	0,10	0,04	0,06	0,02
Ag	0,20 - 0,70	0,30	0	0
Li	0,70 - 1,30	0,88 - 1,02	0	0
Zr	0,06 - 0,14	0,09 - 0,10	0,08 - 0,15	0,14
Al	Balanço			

Fonte: Autor

Os parâmetros utilizados para a soldagem das ligas de Al AA2050-T84 e AA7050-T7451 são apresentados nas Tabelas 4.2 e 4.3.

Tabela 4.2 - Parâmetros de soldagem FSW utilizados.

Parâmetros de soldagem	Valores
Penetração (mm)	6,48
Ângulo de Inclinação (°)	3
Velocidade de Rotação (rpm)	800
Velocidade Transversal (mm/min)	100
Força axial (kN)	20

Fonte: COSTA et al., 2017

Tabela 4.3 - Dimensões da ferramenta para soldagem FSW em função da espessura das juntas de topo.

Região da ferramenta	Dimensão
Diâmetro do ombro	18,00 mm
Diâmetro do pino	6,00 mm
Comprimento do pino	6,68 mm

Fonte: COSTA et al., 2017

4.2 Métodos

4.2.1 Preparação da superfície

As amostras foram cortadas na seção transversal no sentido da solda. A preparação de amostras para os ensaios eletroquímicos consistiu em embutimento em resina de cura à frio seguido por lixamento com lixas de SiC de várias granulometrias, na sequência, #500, #800, #1200, #2000, #2500, #4000 e, em seguida, polimento com pasta de diamante de 3 μm e 1 μm , e, finalmente, enxágue com água destilada e secagem com jato de ar. As amostras foram utilizadas na seção de topo e seção transversal de solda, bem como os MB individualmente, e em par galvânico, que foi juntada as duas ligas, utilizando conexão de anel de cobre embutido em resina epóxi à frio.

4.3 Técnicas de caracterização das amostras

4.3.1 Ataque químico das chapas de alumínio para revelação microestrutural

A caracterização da microestrutura da região soldada foi realizada após ataque químico utilizando reagente de Weck (solução de 4 g de KMnO_4 , 100 ml de H_2O e 1 g de NaOH) em temperatura ambiente. As amostras foram imersas durante 15 segundos nesta solução para revelação da microestrutura. Após ataque químico, as amostras foram enxaguadas com água destilada e secadas com jato de ar. Após o ataque foi possível observar os contornos de grãos nas diferentes regiões afetadas pelo processo de soldagem.

4.3.2 Medidas de microdureza Vickers

Medidas de microdureza Vickers foram realizadas utilizando microdurômetro modelo *Bueller 5112*, com carga de 300 gf e tempo de indentação de 15 s, localizado no Laboratório de Ensaios Mecânicos do CECTM/IPEN. Foram realizadas 7 medidas para cada região, sendo descartadas a maior e a menor medida. Em seguida foram calculadas a média e o desvio padrão para cada região da solda. As regiões de solda foram divididas entre topo de solda e transversal de solda: parte inferior e parte superior.

4.3.3 Análises por microscopia

A superfície foi analisada por microscopia óptica (MO), utilizando microscópio *Leica* modelo *DMLM* e microscopia eletrônica de varredura (MEV), por meio de microscópio *Tabletop* modelo *TM-3000* com tensão de aceleração de 15 keV, localizado no Laboratório de Microscopia e Microanálise do Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (LMM/IPEN). Para caracterização dos precipitados nanométricos foi utilizada microscopia eletrônica de transmissão (MET) com o auxílio do equipamento JEOL, modelo JEM-2100 operando a 200 kV, equipado com o detector de espectrometria de energia dispersiva (EDS), localizado no Laboratório de Microscopia e Microanálise do Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (LMM/IPEN). As amostras foram lixadas com lixa de SiC (grana #1200) até atingirem espessura média de 100 μm . Em seguida, foram preparados pequenos discos, de aproximadamente 2 mm de diâmetro, por processo de eletroerosão. As amostras

foram lixadas até que os discos atingissem espessuras bem finas (mm) para facilitar o polimento eletrolítico, em seguida as amostras estavam prontas para análise.

4.3.4 Ensaios de corrosão

4.3.4.1 *Teste de visualização em gel ágar-ágar*

O teste de visualização por exposição a gel ágar-ágar das ligas estudadas foi realizado para verificação da susceptibilidade à corrosão. A partir de alterações na coloração do gel de ágar-ágar, devido a mudanças de pH do gel em consequência das reações relacionadas com o processo de corrosão, são identificadas as regiões anódicas e catódicas da superfície da amostra.

A solução utilizada no teste de exposição a gel ágar-ágar consistiu de 3,5% (massa) de NaCl e fenolftaleína. O desenvolvimento da corrosão foi avaliado em função do tempo de exposição ao meio corrosivo das ligas soldadas por 90 minutos, e nas ligas como recebidas, por 7 h.

4.3.4.2 *Testes de imersão em soluções de 0,005 mol.L⁻¹ NaCl e 3,5% (massa) NaCl*

Os ensaios de imersão foram realizados em dois meios distintos, especificamente, solução com 0,005 mol L⁻¹ NaCl e solução com 3,5% (massa) de NaCl. Na solução com menor concentração de cloreto o ensaio foi realizado apenas para as ligas estudadas, AA2050 e AA7050, na condição como recebidas (MB), em ensaio de 7h. Foram também realizadas observações da superfície da amostra em função do tempo de exposição ao meio, interrompendo a exposição das duas ligas no meio corrosivo a cada 2h, registrando as modificações observadas na superfície. A área de exposição ao meio corrosivo das duas ligas estudadas foi de 0,25 cm².

Para a solução com 3,5% (massa) de NaCl, os ensaios foram realizados nas duas ligas como recebidas (MB) e na seção transversal da solda, com área reduzida utilizando apenas a ZTMA de transição e a ZM, durante 3 dias

4.3.4.3 *Arranjo experimental dos ensaios eletroquímicos*

Os ensaios eletroquímicos foram realizados em uma célula eletroquímica de três eletrodos, com eletrodo de referência de Ag/AgCl (3 mol.L⁻¹ KCl), fio de platina

como contra-eletródo, e a liga, com área de exposição de 1 cm², como eletródo de trabalho.

O eletrólito utilizado nos ensaios eletroquímicos consistiu em solução com 0,005 mol·L⁻¹ de NaCl.

4.3.4.4 Medidas de potencial de circuito aberto

Medidas de potencial de circuito aberto (PCA) foram obtidas em função do tempo de imersão das amostras em solução com 0,005 mol·L⁻¹ de NaCl.

4.3.4.5 Curvas de polarização

Curvas de polarização potenciodinâmica, anódica e catódica, foram obtidas em solução com 0,005 mol·L⁻¹ de NaCl e taxa de varredura de 0,1 mV·s⁻¹. A faixa de polarização adotada para as curvas de polarização anódica foi de -0,02 V em relação ao PCA até 1 V em relação ao eletródo de referência (Ag/AgCl (3 mol·L⁻¹ KCl)), e a faixa de polarização catódica foi de -1 V até 0,02 V vs Ag/AgCl (3 mol·L⁻¹ KCl).

4.3.4.6 Técnica de varredura do eletródo vibratório

A técnica de varredura do eletródo vibratório (SVET) foi realizada utilizando o equipamento *Applicable ElectronicsTM*, controlado pelo software *ASET 4.0* do *Automated Scanning Electrode Technique (Science WaresTM)*. Eletrodos de Pt-Ir isolados (*Microprobe, Inc.*) com platina depositada em suas pontas foram usados como eletródo vibratório. O eletródo foi colocado a (100 ± 3) µm acima da superfície, vibrando nos planos perpendicular (Z) e paralelo (X) à superfície da amostra. A amplitude de vibração foi de 19 µm, e as frequências de vibração do eletródo foram de 174 Hz (X) e 73 Hz (Z). O intervalo de tempo entre a aquisição de cada ponto de densidade de corrente foi de 0,5 s. Todos os experimentos foram realizados a (20 ± 2) °C em uma gaiola de Faraday. As amostras usadas como eletródo de trabalho foram embutidas em resina epóxi. Uma fita adesiva e a resina epóxi foram usadas como reservatório para o eletrólito. As superfícies das ligas foram gradualmente polidas (até 1 µm). Os testes foram realizados durante imersão contínua em solução com 0,005 mol·L⁻¹ de NaCl durante 24 h, e os mapeamentos foram obtidos a cada 2 h. A aquisição de imagens e o foco foram realizados logo após adição do meio de

ensaio. Localizado no Laboratório de Eletroquímica e Revestimentos Protetores do Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (LABERP/IPEN)

A amostra usada como eletrodo de trabalho para o ensaio de par galvânico foi necessária junção das duas ligas, AA2050 e AA7050, através de um anel de cobre para o contato elétrico entre as duas ligas. Essa conexão foi realizada antes do embutimento em resina epóxi à frio. Uma fita adesiva e a resina epóxi foram usadas como reservatório para o eletrólito. A superfície da amostra foi gradualmente polida (até 1 μm) e com área delimitada utilizando *beeswax*. O teste foi realizado durante imersão contínua em solução com 0,005 mol.L⁻¹ de NaCl durante 24 h, e os mapeamentos foram obtidos a cada 2 h. A aquisição de imagens e o foco foram realizados logo após adição do meio de ensaio.

4.3.4.7 Técnica de varredura do eletrodo seletivo de íons

Ensaio pela técnica de varredura do eletrodo seletivo de íons (SIET) foram realizados utilizando o mesmo equipamento utilizado nos ensaios SVET. O eletrodo utilizado nessa técnica é um capilar com diâmetro externo de 1,5 mm. O equipamento *P-97 Flaming/Brown Micropipette Puller (Sutter Instruments Company)* foi utilizado para moldar a ponta do capilar em forma cônica. O diâmetro dessa ponta foi de 2 μm . Os capilares foram silanizados injetando 200 μL de N,N-dimetiltrimetilsililamina em uma câmara de preparação a 220 °C. A membrana para microeletrodos seletivos de H⁺ foi composta por 25 μL de ionóforo de hidrogênio II - coquetel A, e a solução de referência interna foi composta por um tampão constituído por 0,01 mol.L⁻¹ de KH₂PO₄ em 0,1 mol.L⁻¹ de KCl. Um fio de prata clorado foi inserido no capilar resultando no microeletrodo H⁺-seletivo. Um eletrodo de Ag/AgCl com solução de KCl foi utilizado como eletrodo de referência externa. O microeletrodo seletivo H⁺ foi calibrado usando soluções tampão de acordo com a equação de Nernst. Os microeletrodos mostraram potencial estável e reprodutível na faixa de pH entre 6,9 e 10,6. O declive de Nernst foi de (58 $\pm$ 0,1) mV/pH. O microeletrodo seletivo foi localizado a (50 $\pm$ 3) μm acima da superfície. Todos os ensaios foram realizados em gaiola de Faraday a (20 $\pm$ 2) °C. As amostras usadas como eletrodo de trabalho foram embutidas em resina epóxi e suas superfícies foram gradualmente polidas (até 1 μm). Uma fita adesiva e a resina epóxi foram usadas como reservatório para o eletrólito (solução com 0,005 mol.L⁻¹ de NaCl) com duração de ensaio de 2 h. Localizado no Laboratório de Eletroquímica e

Revestimentos Protetores do Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (LABERP/IPEN)

4.3.5 Análise de perfilometria

Após os ensaios de imersão, foram realizadas análises da superfície do material através da perfilometria óptica utilizando o equipamento ZYGO's ZeGage™. Essa análise estima a profundidade média das regiões corroídas. Localizado no Centro de Lasers e Aplicações do Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (CLA/IPEN)

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Caracterização microestrutural para as ligas AA2050 e AA7050 como recebidas

Na Figura 5.1 são apresentadas micrografias obtidas por MEV das ligas AA2050 e AA7050 sem solda.

Figura 5.1 - Micrografias obtidas por MEV das partículas presentes nas ligas (a) AA2050; e (b) AA7050, como recebidas.

Fonte: Autor.

A Figura 5.1 mostra que em ambas as ligas parte das partículas que as compõem são fragmentadas e a análise semi-quantitativa por EDS de suas composições químicas indica grande variabilidade em suas composições para as ligas AA2050 e AA7050, conforme indicado nos valores médios determinados de composição destes precipitados nas duas ligas, Al ($70,9 \pm 2,5$), Cu ($22,6 \pm 5,2$) e Mn ($7,0 \pm 3,3$), no caso da liga AA2050, e Al ($64,5 \pm 6,0$), Cu ($26,0 \pm 5,5$), Fe ($11,2 \pm 8,5$) e Mg ($10,1 \pm 0,5$) para a liga AA7050. As tabelas com os valores medidos são encontradas no apêndice. Estes resultados mostram que as partículas intermetálicas nas duas ligas, AA2050 e AA7050, apresentam composições distintas e, portanto, pode ocasionar diferenças de comportamento eletroquímico entre os precipitados e às matrizes das duas ligas. As partículas intermetálicas são da ordem de micrômetros e são formadas durante a solidificação das ligas (JACUMASSO, 2014). De acordo com os valores médios obtidos para as partículas, as proporções de Al e Cu para as duas ligas são similares.

A Figura 5.2 mostra micrografias obtidas por microscopia eletrônica de transmissão das ligas AA2050 e AA7050, em que se observam precipitados submicrométricos localizados, dentro dos grãos, no caso da liga AA2050, ou nos contornos de grãos, na liga AA7050. Os precipitados são encontrados na ordem de nanômetros e são formados através do envelhecimento das ligas (JACUMASSO, 2014). A análise semi-quantitativa destes precipitados mostra os principais elementos presentes nos precipitados, indicando que na liga AA2050 estes são ricos em Cu e Mn, enquanto na liga AA7050, estes são ricos em Mg e Zn.

Figura 5.2 - Micrografia por microscopia eletrônica de transmissão das ligas AA2050 e AA7050.

Fonte: Autor

É provável que os precipitados nanométricos na liga AA2050 dentro dos grãos, possuam composição $Al_6(Cu,Mn)$, Figura 5.2 (a), enquanto na liga AA7050 os precipitados nos contornos de grãos correspondem à fase η , $MgZn_2$, Figura 5.2 (b). Nota-se a ausência de precipitados nos contornos de grãos da liga AA2050, Figura 5.2 (a).

5.2 Monitoramento da evolução da corrosão nas ligas AA2050 e AA7050 como recebidas

Os resultados dos ensaios de exposição das ligas como recebidas são apresentadas neste item.

5.2.1 Ensaios de visualização em gel ágar-ágar

A Figura 5.3 mostra a evolução do processo de corrosão durante exposição em gel de ágar-ágar com cloreto de sódio para as duas ligas, AA2050 e AA7050, separadamente, nos tempos correspondentes a 3h, 6h e 7h de exposição.

Figura 5.3 - Evolução da corrosão nas ligas AA2050 e AA7050 em função do tempo de exposição em gel ágar-ágar com cloreto de sódio (3,5% em massa), para as ligas ensaiadas separadamente. Superfície da liga AA2050: (a) imediatamente após exposição ao gel; (b) após 3h; (c) 6h; (d) e (e) 7h de ensaio; e da liga AA7050 após (f) exposição ao gel; (g) 3 h; (h) 6 h; (i) e (j) 7 h de ensaio.

AA2050

AA7050

Os resultados mostram que ambos materiais (MB) são suscetíveis à corrosão e os efeitos desta são revelados desde as primeiras horas de exposição ao meio corrosivo. Logo após a exposição ao meio de ensaio, ambas as ligas mostraram características similares, como pode ser visto nas Figuras 5.3 (a) e (f), para as ligas AA2050 e AA7050, respectivamente. Porém após 3h de ensaio, na liga AA2050 foram observados pontos dispersos de coloração rósea, Figura 5.3 (b), os quais indicam a localização preferencial de áreas catódicas em partes da superfície da liga. No caso da liga AA7050, após 3h de ensaio foi observada coloração rosa intensa sobre a maior parte da superfície exposta, Figura 5.3 (g), o que mostra que a atividade eletroquímica ocorreu de forma generalizada sobre a superfície exposta ao gel. Este resultado não significa que o ataque corrosivo é uniforme sobre a superfície, mas que o ataque localizado ocorreu de forma generalizada sobre a maioria da superfície exposta.

No caso da liga AA2050, a partir das 6h de ensaio, foram observadas bolhas de gás sobre as regiões anódicas, Figuras 5.3 (c), (d) e (e), correspondentes a áreas mais brilhantes, indicando a formação de gás hidrogênio em consequência do ataque corrosivo intenso. Esta característica foi associada aos locais de corrosão localizada severa (CLS). É do centro da região correspondente a CLS que surgem as bolhas de gás relativas a reações catódicas de redução de íons H^+ ocorrendo dentro dos pites, caso que também foi observado por Donatus et al. (2018), surgimento de bolhas de gás hidrogênio para a liga AA2198 em ensaio de visualização em gel apresentando CLS.

A continuidade da atividade eletroquímica na liga AA7050 com o tempo de ensaio, foi indicada pelo aumento na intensidade da coloração rosa na superfície exposta, Figuras 5.3 (g), (h) e (i), sendo observada uma região de ataque predominantemente anódico em uma das bordas da amostra ensaiada. Apesar do ataque intenso em uma das bordas da amostra, também foi observado ataque generalizado que predominou sobre a maior parte da superfície exposta. Isto foi confirmado pela observação da superfície após remoção do gel ágar-ágar, Figura 5.3 (j), que mostrou ataque generalizado sobre a superfície exposta da liga AA7050, com escurecimento da superfície pelo ataque causado ao óxido formado na superfície, ou seja, pelos produtos das reações de corrosão.

5.2.2 Evolução da corrosão na superfície das ligas AA2050 e AA7050 em função do tempo de exposição a solução 0,005 mol.L⁻¹ de NaCl

A Figura 5.4 mostra micrografias ópticas da superfície das ligas AA2050 e AA7050 expostas ao meio corrosivo, após tempos crescentes de exposição em solução de 0,005 mol.L⁻¹ de NaCl até 7h de ensaio.

Figura 5.4 – Micrografias ópticas das ligas AA2050 e AA7050 após exposição à solução de 0,005 mol.L⁻¹ de NaCl por: (a) 2h; (b) 4h; (c) 6h; (d) 7h.

Fonte: Autor.

A exposição das duas ligas à solução com baixas concentração de cloreto mostrou ataque localizado sobre ambas as ligas, na forma de pites associados com partículas micrométricas distribuídas sobre toda a superfície exposta das ligas estudadas, porém com ataques mais homogêneos sobre a liga AA7050 em relação à liga AA2050. No caso da liga AA2050, há largas regiões que indicam proteção catódica, indicada por regiões protegidas que circundam regiões de ataque localizado. Na liga AA7050, há vários pontos de ataque alinhados com maior intensidade de corrosão. A morfologia de ataque apresenta similaridade com a observada pelos ensaios de visualização em gel, em que, para a liga AA2050 são observadas regiões típicas de corrosão localizada severa, CLS. Foi utilizado *beeswax* para a delimitação da área exposta à solução de ensaio, região demarcada em amarelo na Figura 5.4 (d).

5.2.3 Evolução da corrosão na superfície das ligas AA2050 e AA7050 em função do tempo de exposição à solução com 3,5% (massa) de NaCl

A Figura 5.5 mostra regiões de ataque na superfície das ligas AA2050 e AA7050, como recebidas de áreas delimitadas, foram expostas à solução com 3,5% (massa) de NaCl. As imagens foram obtidas utilizando MO e MEV, após a remoção dos produtos de corrosão de sua superfície. Para a liga AA2050, região anódica com uma área reduzida com indicação de maior penetração do ataque corrosivo, Figura 5.5 (a), enquanto para a liga AA7050, o ataque é mais raso, porém mais espalhado na superfície, Figura 5.5 (b).

Figura 5.5 – Micrografias ótica e eletrônicas de varredura das ligas (a) AA2050 e (b) AA7050 expostas por 3 dias em solução 3,5% (massa) de NaCl.

Fonte: Autor.

A Figura 5.6 mostra superfícies atacadas para as ligas testadas, como recebidas, após exposição por 3 dias à solução com 3,5% (massa) de cloreto de sódio, após a remoção dos produtos de corrosão. São mostrados nesta figura resultados de perfilometria ótica, os quais indicam a profundidade do ataque em regiões de ataque localizado intenso.

Figura 5.6 - Perfilometria ótica e micrografias eletrônicas de varredura das ligas (a)-(b) AA7050 e AA2050 como recebidas, expostas por 3 dias a solução 3,5% (massa) de NaCl.

Fonte: Autor.

Os resultados de perfilometria permitiram identificar que a profundidade do ataque foi levemente maior na liga AA2050 em relação à AA7050, profundidades de aproximadamente 25 μm e 20 μm , respectivamente, para as ligas AA2050 e AA7050, confirmando as hipóteses levantadas anteriormente com base nos resultados já

apresentados. Com esse resultado do ensaio de perfilometria foi possível identificar que a área de ataque da liga AA7050 é mais ampla e espalhada pela superfície, como foi observado nos ensaios de visualização em gel e ensaio de imersão com menores concentrações de NaCl, e para a liga AA2050 as indicações de picos na Figura 5.6 (a) mostra que para essa liga ocorre ataque em suas partículas. Através desse ensaio foi identificado que as morfologias de ataque para as duas ligas são diferentes.

5.2.4 Medidas de potencial de circuito aberto em função do tempo de ensaio

Medidas de potencial de circuito aberto (PCA) das duas ligas obtidas durante 7h de exposição à solução de $0,005 \text{ mol.L}^{-1}$ de NaCl são mostradas na Figura 5.7.

Figura 5.7 - Variação do potencial de circuito aberto das ligas AA2050 e AA7050 em função do tempo de exposição à solução $0,005 \text{ mol L}^{-1}$ de NaCl.

Fonte: Autor.

As medidas de PCA mostram potenciais mais nobres para a liga AA2050 em relação à liga AA7050 durante todo o período de ensaio. A variação do potencial com o tempo de ensaio é significativamente diferente para as duas ligas. No caso da liga

AA2050, logo após exposição ao meio, há aumento de potencial o qual é seguido por grande queda de potencial devido ao ataque ao óxido superficial. Após a queda de potencial inicial, há relativa estabilização até cerca de 8000s de ensaio, quando o potencial passa a oscilar, apresentando períodos de aumento de potencial seguidos por diminuição deste, até o término do ensaio. No caso da liga AA7050 o aumento do potencial nos momentos iniciais de imersão pode ser explicado pela remoção preferencial de Mg da liga, pelo ataque às partículas ricas neste elemento, devido à alta atividade eletroquímica destas. São observadas oscilações de potencial desde o início da exposição ao meio, com altas frequências e baixas amplitudes, dando à curva um aspecto de serrilhado. Este comportamento é típico de materiais com alta atividade eletroquímica, ou seja, com alta suscetibilidade ao ataque localizado. Estes resultados estão de acordo a observação da superfície após exposição ao meio corrosivo e com o ensaio de visualização em gel das ligas isoladas que, no caso da liga AA7050, mostraram o rápido aparecimento da cor rósea no gel sobre a superfície exposta e a rápida intensificação desta cor rósea durante o período de exposição ao meio.

A diferença de potencial entre as duas ligas, inicialmente da ordem de 150 mV, diminui com o tempo de ensaio devido ao ataque corrosivo nas duas ligas, e passa ser da ordem de 70 mV a 80 mV durante a maior parte do ensaio. Estes resultados mostram que no acoplamento galvânico destas duas ligas, a liga AA2050 deve atuar como cátodo enquanto a AA7050 atuará como ânodo.

5.2.5 Curvas de polarização anódica

A Figura 5.8 mostra curvas de polarização anódica para as duas ligas, AA2050 e AA7050, após 30 min de imersão em solução $0,005 \text{ mol.L}^{-1}$ de NaCl.

Figura 5.8 - Curvas de polarização anódica das ligas AA2050 e AA7050 obtidas em solução com 0,005 mol.L⁻¹ de NaCl.

Fonte: Autor.

As curvas de polarização mostram reações anódicas despolarizadas com indicação que no potencial de corrosão já ocorre ataque localizado nas duas ligas, o que é confirmado pela observação da superfície da liga, não sendo observada região passiva em nenhuma das ligas ensaiadas na solução de ensaio. Este resultado mostra que o potencial de corrosão está acima do potencial de pite da liga. Os potenciais de corrosão tenderam a ser mais nobres no caso da liga AA2050 em relação à AA7050, o que é explicado pela presença do Cu como principal elemento de liga na AA2050, enquanto na liga AA7050 o Zn é o principal elemento de liga. As densidades de corrente, levemente maiores para a liga AA7050 em relação à liga AA2050 são explicadas pela maior atividade eletroquímica na primeira em relação à última, sobre a maioria da superfície exposta, o que foi sugerido na Figura 5.3.

5.2.6 Curvas de polarização catódica

A Figura 5.9 mostra curvas de polarização catódica para as ligas AA2050 e AA7050 após 30 min de imersão em solução 0,005 mol.L⁻¹ de NaCl.

Figura 5.9 - Curvas de polarização catódica obtidas após 30 min de exposição a 0,005 mol. L⁻¹ de NaCl.

Fonte: Autor.

As curvas de polarização catódica mostram reações catódicas controladas por difusão para ambas as ligas, particularmente evidente na liga AA7050, desde potenciais próximos ao potencial de corrosão. Comparando as curvas de polarização anódica e catódica, é possível observar que o processo de corrosão é controlado por difusão na liga AA7050, e embora se observe controle catódico do processo de corrosão na liga AA2050, este se apresenta controle misto em potenciais próximos ao potencial de corrosão, por ativação e por difusão. O controle difusional para a liga AA7050 é observado para sobretensões elevadas, especificamente, para potenciais inferiores a -0,8 V.

Apesar das pequenas diferenças observadas nas curvas de polarização das duas ligas testadas isoladamente, foi observado que estes ensaios não permitem fazer uma diferenciação clara entre o comportamento eletroquímico das duas ligas. Esta observação é causada pelo fato de as técnicas eletroquímicas globais considerarem uma média dos resultados de corrente sobre toda a superfície testadas, enquanto que as correntes de corrosão relacionadas com a exposição das duas ligas ao meio corrosivo são correntes locais associadas com a corrosão localizada típica nessas ligas. Estes resultados mostram a necessidade do uso de técnicas eletroquímicas locais.

5.2.7 Técnica de varredura do eletrodo vibratório

Resultados de ensaios por SVET das duas ligas como recebidas, testadas separadamente em solução $0,005 \text{ mol.L}^{-1}$ de NaCl por tempos de 2h, 12h e 24h são mostrados na Figura 5.10 e Figura 5.11. As densidades de corrente relacionadas com a liga AA2050 foram entre 4 e 4,5 vezes superiores às da liga AA7050, o que mostra maior intensidade da corrosão localizada na liga AA2050 quando testada isoladamente. Esta observação é corroborada pela presença de bolhas de hidrogênio observadas sobre a liga AA2050 após apenas 10 minutos de exposição ao meio de ensaio, o que significa que a reação de redução de íons hidrogênio ocorre dentro das cavidades abertas pelo ataque corrosivo. É observado também que o tipo de ataque corrosivo nas duas ligas foi diferente, enquanto na liga AA7050 ocorreu propagação da corrosão via contornos de grãos, ou seja, intergranularmente, devido à presença dos precipitados endurecedores que abrem caminho para a corrosão intergranular, favorecidas pelo acoplamento galvânico, Figura 5.11 (f), na liga AA2050 ocorreu corrosão localizada severa (CLS) e consumo de alguns grãos, o que mostra ataque também no interior dos grãos, Figura 5.11 (c).

Figura 5.10 - Mapas de SVET das ligas AA2050 e AA7050 sem solda e expostas separadamente em solução com $0,005 \text{ mol.L}^{-1}$ de NaCl após 2h, 12h e 24h de exposição.

Fonte: Autor.

Figura 5.11 – Micrografias óticas e eletrônicas de varredura da (a) superfície da liga AA2050 após 24h de ensaio; e de amplificação das regiões 1 (b) e 2 (c), da figura (a); (d) superfície da liga AA7050 após 24h de ensaio; e de ampliações das regiões 3 (e) e 4 (f), da figura (d).

Fonte: Autor.

Na Figura 5.10 pode também ser notado que a densidade de corrente em algumas regiões de CLS aumentou continuamente, enquanto em outras, a densidade de corrente diminuiu com o tempo, o que se propõe à deposição de produtos de

corrosão sobre algumas destas regiões anódicas dificultando as medidas de corrente localizadas sobre estas áreas.

Com relação à corrosão localizada, associada às partículas micrométricas, foi observada formação de cavidades (*trenching*) na matriz da liga AA2050 que circunda algumas destas partículas, Figura 5.11 (b), enquanto que na liga AA7050, Figura 5.11 (e), estas cavidades não foram evidentes, mas a formação de produtos de corrosão em torno destas partículas foi observada. Esta diferença de ataque corrosivo relacionado com as partículas micrométricas nas duas ligas estudadas, deve-se às diferenças de composição química destas partículas nas duas ligas e, conseqüentemente, à diferença de potencial entre as partículas e a matriz nas duas ligas.

5.2.8 Técnica de varredura do eletrodo seletivo de íons

A Figura 5.12 mostra resultados do ensaio de SIET para as duas ligas, AA2050 e AA7050, testadas isoladamente.

Figura 5.12 - (a) Mapa de pH local da liga AA2050 em solução 0,005 mol.L⁻¹ de NaCl após 2h de ensaio; (b) micrografia ótica da liga AA2050 após ensaio; (c) mapa de pH local da liga AA7050 em solução 0,005 mol.L⁻¹ de NaCl após 2h de ensaio; (d) micrografia ótica da liga AA7050 após ensaio.

Fonte: Autor.

Os resultados de SIET apoiam os resultados mostrados anteriormente obtidos por outras técnicas em que a corrosão na liga AA2050 foi preferencialmente localizada em áreas de CLS, conforme indicado na Figura 5.12 (a) pelas áreas com coloração vermelha. Já para a liga AA7050, Figura 5.12 (c), foram identificadas várias áreas com comportamento anódico, resultando em acidificação local, mostrando que o ataque localizado foi distribuído sobre a superfície exposta ao meio corrosivo, conforme é comprovado na Figura 5.12 (d). Este resultado corrobora a observação do ensaio de visualização em gel de ágar-ágar que mostraram o resultado de um ataque generalizado sobre a superfície da amostra. Entre as regiões anódicas e catódicas foi observada grande variação de pH, desde 3,5 nas áreas anódicas, até 6,7 para as catódicas. No caso da liga AA2050, as áreas associadas a pH ácidos (cerca de 3,5) foram restritas a poucos locais, correspondente a locais de CLS. As áreas vizinhas às de CLS apresentaram pH inferiores aos das áreas mais distantes, mostrando que há geração de íons H^+ dentro dos pites de CLS, conforme sugerido, parte dos quais difundem para fora do pite afetando o pH local, enquanto internamente ao pite ocorre redução de parte destes íons dando origem a bolhas de hidrogênio.

5.2.9 Técnica de varredura do eletrodo vibratório para as ligas AA2050 e AA7050 como recebidas acopladas a um par galvânico

Resultados de SVET a forma de mapas das duas ligas, AA2050 e AA7050, na condição como recebidas e conectadas galvanicamente por anel de cobre para contato elétrico entre as duas ligas, são mostrados na Figura 5.13.

Figura 5.13 - Mapas de SVET e MO *in situ* do par galvânico das ligas AA2050 e AA7050 como recebidas e conectadas galvanicamente por anel de cobre após 2h, 12h e 24h de exposição em solução 0,005 mol.L⁻¹ de NaCl.

Fonte: Autor.

De acordo com os ensaios de acoplamento galvânico das duas ligas sem as modificações causadas na microestrutura pelo processo de soldagem, nas duas primeiras horas de teste, ocorreu a corrosão localizada na liga AA7050, inicialmente em uma região específica (região “1”), com consequente formação de bolhas de hidrogênio na região indicada na liga AA7050, indicando que há penetração do ataque

corrosivo resultando na formação de hidrogênio gasoso dentro da cavidade formada, indicada na área quadrada mostrada na micrografia ótica. A região catódica foi associada à liga AA7050, nas áreas vizinhas às de ataque localizado. Com o tempo há intensificação do ataque na região anódica com correspondente aumento nas áreas catódicas correspondentes. Entre 12h e 24h de ensaio, uma nova área de ataque localizado se desenvolveu (próximo à região “2”) e as áreas catódicas ficaram localizadas na liga AA2050. Vale lembrar que a diferença de potencial entre as duas ligas como recebida foi da ordem de 70 a 80 mV mostrando que esta diferença de potencial, mesmo sendo menor que 100 mV (WOLYNEC, 2013), é suficiente para causar acoplamento galvânico entre os dois materiais. É possível observar também que em algumas regiões de ataque localizado relacionados com as partículas micrométricas na liga AA7050, especificamente na interface entre as duas ligas, não são identificadas nos mapas de SVET como áreas anódicas, sendo observados apenas os efeitos das áreas catódicas na proximidade destas áreas que nas micrografias óticas aparecem como áreas claras brilhantes. Estes resultados sugerem que nas áreas de comportamento claramente anódico, a penetração da corrosão deve ter sido profunda devido a um ataque intenso.

Imagens obtidas por MEV das áreas expostas ao meio corrosivo, após o ensaio de imersão (Figura 5.14), mostram grande quantidade de produtos de corrosão precipitados na interface entre as duas ligas, ataque corrosivo na liga AA7050, e manchas da superfície nas áreas vizinhas aos precipitados presentes na liga AA2050. Este ataque na liga AA2050 está associado às partículas intermetálicas micrométricas com formação de cavidades (*trenching*) no entorno desta partícula, Figuras 5.14 (b) e (d), mostrando que é causado por partículas catódicas em relação à matriz, o que é devido às partículas enriquecidas em Cu. No caso da liga AA7050, o ataque corrosivo é do tipo intergranular, Figura 5.14 (c), com produtos de corrosão em grandes volumes depositados sobre algumas destas regiões de ataque corrosivo. O manchamento observado associado à liga AA2050 resulta da produção de íons hidroxila em consequência da reação catódica de redução do oxigênio favorecida sobre as partículas ricas em Cu.

Figura 5.14 - Micrografias eletrônicas de varredura das duas ligas, AA2050 e AA7050, como recebidas, conectadas eletricamente por anel de cobre. (a) Ligas AA2050 e AA7050; (b) liga AA2050 mostrando “trenching”; (c) liga AA7050 mostrando corrosão intergranular; (d) precipitados micrométricos na liga AA2050 associados a “trenching”; (e) produtos de corrosão precipitados sobre regiões de ataque corrosivo na liga AA7050.

Fonte: Autor.

A densidade de corrente ao longo das linhas 1 e 2 dos mapas de SVET foi analisada para 2h e 24h de ensaio para obter mais informações sobre a forma de corrosão galvânica nessas ligas, como mostra a Figura 5.15.

Figura 5.15 - (a) Variação da densidade de corrente ao longo de duas linhas traçadas e indicadas na Figura 5.13 após 2h; (b) e após 24h de ensaio.

Fonte: Autor.

No estágio inicial de imersão, Figura 5.15 (a), valores anódicos máximos foram obtidos apenas ao longo da linha 1, que atravessa uma região de corrosão intensa na liga AA7050, identificando um pico de corrente anódica na região do ataque localizado. Com relação à linha 2, escolhida para atravessar uma região onde não há corrosão local intensa, nenhum valor de corrente anódica foi registrado. Para 24h de ensaio, Figura 5.15 (b), o perfil da linha 1 indica leve diminuição de densidade de corrente no pico em relação à 24h, pela precipitação de produtos de corrosão, e, na linha 2, indicação de um aumento de densidade de corrente na região próxima à área de ataque intenso, com indicação de um pico suave. Esses resultados mostraram que a corrente galvânica foi principalmente fornecida por locais de intensa corrosão localizadas os quais não estavam necessariamente no limite galvânico entre as ligas. As menores densidades de corrente associadas com o tipo de acoplamento galvânico entre os MB das duas ligas, são explicadas pela razão de área entre cátodo e ânodo ser de aproximadamente 1:1, enquanto esta relação é significativamente maior nos demais casos estudados, particularmente nas ligas testadas isoladamente em que a

áreas anódicas ou catódicas, dependendo da liga, serem representadas pelas partículas micrométricas precipitadas.

5.3 Caracterização microestrutural para as ligas AA2050 e AA7050 soldadas por FSW

5.3.1 Microscopia ótica

Na Figura 5.16 estão apresentadas as imagens por MO das amostras das ligas AA2050 e AA7050 na região de topo das ligas soldadas por FSW.

Figura 5.16 - Região de topo das ligas AA2050 e AA7050 soldadas por FSW e atacadas quimicamente com reagente Weck: (a) MB da liga AA2050; (b) ZTA e ZTMA da liga AA2050, lado de avanço; (c) ZTMA de transição; (d) MB da liga AA7050; (e) ZTMA e ZTA da liga AA7050; (f) maior magnificação da região destacada em (c).

Fonte: Autor.

Após ataque químico foram identificadas três zonas distintas, de acordo com os tamanhos de grãos. No MB das duas ligas, tem-se os maiores grãos entre as várias zonas, para as duas ligas, AA2050 e AA7050, Figuras 5.16 (a) e (d), respectivamente. Conforme se aproxima da região afetada pelo processo de soldagem há diminuição do tamanho de grão. A região afetada termicamente (ZTA), região próxima em relação à ZTMA de transição, tem-se grãos não deformados plasticamente, quando observados em macro escala. A literatura (THREADGILL, 2007) tem observado efeitos similares na estrutura de grãos de ZTA de materiais soldados por FSW, com essa estrutura se mantendo similar à do MB (BAYAZID et al., 2018), como pode ser observado nas Figuras 5.16 (b) e (e), as quais mostram a interface entre a ZTA e a

ZTMA da solda. Na ZTMA foi identificado o efeito da deformação mecânica durante a soldagem e, essa região é encontrada ao lado da ZTA para os lados de avanço e retrocesso da soldagem (THREADGILL, 2007). A ZTMA mostra grãos menores com relação à ZTA e ao MB, o que ocorre pela deformação das estruturas, sendo observados tamanhos de grãos decrescentes de acordo com o aumento de temperatura e diminuição da distância do centro de solda, conforme tem sido observado também por trabalhos da literatura (HE et al., 2014). Para a região central de solda, tem-se a transição entre a ZTMA das ligas AA2050 e AA7050, mostrando que não há formação de grãos recristalizados nessa região de solda, Figura 5.16 (c) e (f).

Na Figura 5.17 estão apresentadas as imagens por MO da seção transversal da solda das ligas AA2050 e AA7050.

Figura 5.17 - Seção transversal das ligas AA2050 e AA7050 soldadas por FSW e atacadas quimicamente em reagente Weck: (a) MB da liga AA2050; (b) ZTA da liga AA2050; (c) ZTMA da liga AA2050, lado de avanço; (d) parte superior da ZM; (e) MB da liga AA7050; (f) ZTA da liga AA7050; (g) ZTMA da liga AA7050; (h) parte inferior da ZM.

Fonte: Autor.

As micrografias da seção transversal da solda mostram diferenças microestruturais com relação à região de topo de solda. As regiões dessa seção são identificadas como MB, Figura 5.17 (a) e (e), ZTA, Figura 5.17 (b) e (f), para as ligas AA2050 e AA7050, respectivamente. Quando se compara as duas zonas são observados grãos alongados sem modificações entre a MB e a ZTA quanto à morfologia dos grãos. A ZTMA das ligas AA2050 e AA7050, Figura 5.17 (c) e (g), respectivamente, apresenta grãos menores em relação aos da ZTA das duas ligas. A ZM corresponde à região que é exposta às mais altas temperaturas e deformações severas. Por apresentar grande deformação microestrutural e temperaturas elevadas, o processo de soldagem resulta na recristalização do material, Figura 5.17 (d) e (h), o que explica os menores tamanhos de grãos presentes nesta zona. A literatura tem descrito esta região como uma região onde ocorre recristalização (BAYAZID et al., 2018). Proton et al. (2013) observaram também a presença de tamanhos de grãos diferentes para a ZM, sendo a região superior com grãos maiores, como a Figura 5.17 (d) e região inferior com grãos menores, como a Figura 5.17 (h).

5.3.2 Microdureza Vickers

Os resultados de microdureza relativas à região de topo e de seção transversal da solda, mostrando todas as zonas, afetadas ou não pela soldagem FSW, são mostrados na Figura 5.18 (a) seção de topo, e (b) e (c) seções transversais da solda obtida por FSW.

Figura 5.18 - Microdureza das ligas AA2050 e AA7050 soldadas por FSW: Seção da solda (a) topo; (b) transversal, parte de superior; e (c) transversal, parte inferior.

Fonte: Autor.

A microdureza varia ao longo das diversas zonas das duas ligas, de acordo com as diferentes microestruturas resultantes dos tratamentos térmicos e/ou mecânico. Na região de topo da liga e na região superior transversal da solda, Figuras 5.18 (a) e (b), as regiões de menor microdureza estão localizadas na ZTA da liga AA2050, com valores entre 110 HV e 120 HV. Já a ZTA da liga AA7050 apresenta valores de microdureza pouco superiores, entre 130 HV e 135 HV. Por sua vez, os maiores valores de microdureza para a seção de topo e a seção transversal, parte

superior, foram associados à ZTMA da liga AA7050, ou ZTMA de transição das duas ligas, com valores de aproximadamente 170 HV. As maiores durezas relacionadas com a ZTMA de transição são explicadas pela precipitação de partículas durante o aquecimento, bem como aos grãos deformados plasticamente, durante o processo de soldagem. A diminuição de dureza observada na ZTA das duas ligas, indicam a dissolução de fases endurecedoras em ambas as ligas devido a efeitos térmicos nesta zona, caso que também foi observado por Caselatto (2016) de queda de dureza na ZTA e aumento de dureza na região central da solda.

O perfil de microdureza da seção transversal da solda referente à parte inferior da solda, Figura 5.18 (c), mostra as menores durezas associadas à ZM, com microdurezas Vickers de cerca de 100 HV. Nesta zona ocorre recristalização de grãos e, portanto, não seria esperado diminuição de dureza, mas seu aumento. Esta diminuição de dureza, portanto, deve ser relacionada com a dissolução de precipitados endurecedores nesta zona, com exceção da parte inferior da seção transversal da solda, em que a ZTMA de ambas as ligas apresenta durezas inferiores à ZTA. Neste caso, a maior temperatura atingida nesta zona, pode ter resultado em reprecipitação de partículas, além do efeito de aumento da dureza pela recristalização dos grãos nesta zona. Nesta região da seção transversal, há evidente tendência a diminuição da microdureza na liga AA2050 desde o MB até a ZM, enquanto para a liga AA7050, esta diminuição de dureza não é tão evidente, ocorrendo pouca variação de dureza entre o MB e a ZTMA, mas há uma diminuição brusca de dureza entre a ZTMA e a ZM. Estes resultados mostram que a microestrutura da liga AA2050 é mais sensível aos efeitos térmicos e termomecânicos da solda FSW do que a liga AA7050, para as condições de soldagem adotadas neste estudo.

5.3.3 Microscopia eletrônica de varredura

Na Figura 5.19 são mostradas imagens de microscopia eletrônica de varredura da seção transversal da solda.

Figura 5.19 - Micrografias obtidas por MEV das ligas AA2050 e AA7050 soldadas por FSW: (a) ZTA da liga AA2050; (b) ZTMA da liga AA2050; (c) ZTMA de transição; (d) ZTA da liga AA7050; (e) ZTMA da liga AA7050; (f) ZM.

Fonte: Autor.

Na ZTA da liga AA2050, as partículas micrométricas com tamanhos variados estão alinhadas seguindo a direção de laminação da chapa, Figura 5.19 (a). Na ZTMA da liga AA2050, Figura 5.19 (b) são observadas partículas micrométricas mais esparsas e com distribuição mais homogênea em relação à ZTA. Na ZTMA de transição entre as ligas AA2050 e AA7050, Figura 5.19 (c), é notada grande concentração de partículas nas duas ligas, sejam aglomeradas, principalmente na

ZTMA da liga AA7050, ou isoladas. Algumas partículas apresentam-se muito ativas indicando que o ataque relacionado a estas partículas, teve início durante a preparação metalográfica da superfície da liga. Na ZTA da liga AA7050 mostra grande quantidade de partículas, algumas das quais foram removidas da superfície devido à sua alta atividade, durante a preparação. As partículas se encontram alinhadas na direção de laminação, apresentam tamanhos variados, Figura 5.19 (d). A ZTMA da liga AA7050, Figura 5.19 (e), mostra aglomeração de partículas que foram quebradas pelo efeito de movimentação da ferramenta causando também o arraste das mesmas. Essa aglomeração de partículas fragmentadas, e arrastadas na ZTMA da liga AA7050, pela ferramenta de soldagem, resulta em condições de alta atividade eletroquímica nas vizinhanças. Os pontos escuros na ZTA e ZTMA da liga AA7050 (indicados por setas), devem-se à dissolução dos precipitados mais ativos ou arrancamento de partículas durante processo de preparação da superfície, como observado também por Bugarin em seu trabalho (2017). Na ZM é observada distribuição uniforme e homogênea de partículas sobre toda a superfície, A Figura 5.19 (f), ou seja, a distribuição de partículas de precipitados é mais homogênea na ZM quando comparada com as demais regiões afetadas termicamente ou termomecanicamente pela soldagem.

Na Figura 5.20 são apresentadas micrografias por MEV e análises por EDS da ZTA e ZTMA de transição das ligas na seção transversal da solda.

A análise por EDS das partículas presentes nas duas ligas mostrou que estas partículas na liga AA2050 são enriquecidas em Cu e Fe, Figura 5.20 (a), portanto, catódicas em relação à matriz, mas no caso da liga AA7050, Figura 5.20 (b), nos locais correspondentes a pontos pretos, enriquecimento em Zn e Mg, sugestivos da presença de precipitados ricos nestes elementos, em que deve ter ocorrido dissolução preferencial destes elementos nos precipitados, mas estas partículas não são completamente dissolvidas e parte delas permanece na superfície como resíduos remanescentes. A alta atividade eletroquímica destes precipitados devido à presença de Mg em sua composição é mostrada pelo ataque que ocorreu durante a preparação da superfície. Alguns precipitados na liga AA7050 são também enriquecidos em Cu e Fe, isto é, catódicos em relação à matriz. Alguns precipitados micrométricos na liga AA7050 mostraram-se enriquecidos em Cu e Fe, e, outros em Mg, mostrando pelo menos dois tipos diversos de precipitados nesta liga. A análise na ZTMA de transição

entre as ligas AA2050 e AA7050, Figura 5.20 (c), mostrou o enriquecimento em Zn e Mg desta última liga em relação à primeira, indicando que esta é anódica em relação à primeira.

Figura 5.20 - Micrografias obtidas por MEV e análises por EDS da (a) ZTA da liga AA2050; (b) ZTA da liga AA7050; (c) ZTMA de transição das ligas AA2050 e AA7050, respectivamente.

Fonte: Autor.

5.4 Monitoramento da evolução da corrosão nas ligas AA2050 e AA7050 soldadas por FSW

Os resultados dos ensaios de exposição das ligas soldadas são apresentados neste item.

5.4.1 Ensaios de visualização em gel ágar-ágar

A Figura 5.21 mostra a evolução da corrosão na seção de topo de solda das ligas AA2050 e AA7050 durante 90 min de exposição a gel ágar-ágar com cloreto de sódio.

Figura 5.21 - Evolução do processo de corrosão na seção de topo da solda das ligas AA2050 e AA7050 soldadas por FSW durante exposição a gel ágar-ágar com cloreto de sódio (3,5% em massa). Superfície (a) após 10 min; (b) 30 min; (c) 60 min; (d) e (e) após 90 min de exposição.

Fonte: Autor.

A mudança de coloração do gel com indicador de fenolftaleína mostra a mudança de pH, que começou a ficar definida após 10 min de ensaio, Figura 5.21 (a). No caso da região de topo de solda, as áreas de maior atividade eletroquímica na liga AA7050 estão localizadas na ZTA e também na região entre a ZTMA e ZTA. As áreas anódicas e catódicas, regiões de cor branca e rosa, respectivamente, se tornam crescentemente melhor definidas ao longo do tempo de ensaio, onde a área anódica acaba preferencial se localizando na ZTA da liga AA7050, como mostra a Figura 5.21.

A liga AA7050 apresenta comportamento anódico em relação à liga AA2050 ao longo do ensaio, o que é identificado pelo aumento nas áreas com coloração branca característica de pH ácido no ágar-ágar utilizado como meio corrosivo.

Já para as regiões de coloração rósea, típica de pHs básicos, estão situadas entre as regiões MB, ZTA e ZTMA da AA2050. A ZTMA da AA7050 também apresenta esse mesmo comportamento catódico. Os pontos mais claros nas regiões anódicas são bolhas que foram se desenvolvendo e evoluindo ao longo do ensaio, como mostra a Figura 5.21 (d), caso que também foi observado por Abreu (2016), que ao realizar ensaio de visualização de gel ágar-ágar em ligas de alumínio AA2024 e AA7475 soldadas por FSW, observou que houve evolução de gás hidrogênio também na interface entre ZTMA e ZTA da liga da série 7XXX. A Figura 5.21 (e) mostra que as regiões com maiores intensidades anódicas, após a remoção do gel, são identificadas com manchas escuras. Portanto, a liga AA2050 foi protegida catodicamente pela presença da liga AA7050.

O crescente aumento do pH do meio com o prosseguimento do processo de corrosão torna a coloração rosa do gel muito intensa o que dificulta a identificação do efeito da ZTMA, ou região de transição entre as ligas AA2050 e AA7050, no processo de corrosão. As áreas catódicas de maior atividade, indicadas pela maior intensidade da cor rosa, estão concentradas na ZTMA da liga AA2050, próximo à ZTMA da liga AA7050, Figura 5.21.

A Figura 5.22 mostra a evolução do processo de corrosão através da mudança de pH na seção transversal da solda das ligas AA2050 e AA7050 durante 90 min de exposição. Observa-se desde os minutos iniciais de ensaio que as áreas de maior atividade eletroquímica estão localizadas na interface entre as ligas AA7050 e AA2050, nas quais são observados produtos de corrosão brancos precipitados, típicos de ligas de Al, observado já nos primeiros 10 min de ensaio, Figura 5.22 (a), especificamente na ZTMA de transição entre as duas ligas.

As áreas anódicas e catódicas também se tornam mais definidas ao longo do tempo de ensaio, como mostra a Figura 5.22. A região de maior atividade anódica fica localizada na ZTMA de transição, na interface entre as duas ligas, causando um acoplamento galvânico entre as zonas afetadas pela soldagem, apresentando coloração transparente. As áreas catódicas, estão situadas entre as regiões MB e ZTA

das duas ligas, AA2050 e AA7050 e, a ZTMA da liga AA2050. A Figura 5.22 (e) mostra que as regiões com maiores intensidades anódicas, após a remoção do gel, são identificadas com manchas escuras. Portanto, a liga AA2050 foi protegida catodicamente pela presença da liga AA7050.

Figura 5.22 - Evolução do processo de corrosão das ligas AA2050 e AA7050 soldadas por FSW, seção transversal, durante ensaio de visualização em gel ágar-ágar (3,5% em massa). Superfície (a) após 10 min; (b) 30 min; (c) 60 min; (d) e (e) após 90 min de exposição.

Fonte: Autor.

5.4.2 Evolução da corrosão na superfície das ligas AA2050 e AA7050 soldadas por FSW, em função do tempo de exposição à solução com 3,5% (massa) de NaCl

A Figura 5.23 mostra regiões de ataque na superfície das ligas AA2050 e AA7050 soldadas por FSW de área delimitada, foi exposto à solução com 3,5% (massa) de NaCl. As imagens foram obtidas utilizando MO e MEV, após a remoção dos produtos de corrosão de sua superfície. A região transversal de solda, onde apenas estão presentes a ZTMA da liga AA7050 e a ZM, nota-se que a região com mais áreas atacadas corresponde à ZTMA, com grande concentração de pontos de ataque (regiões anódicas), bem distribuídas sobre a superfície exposta, Figura 5.23 (a). Na região de interface entre as duas zonas, nota-se que o ataque é localizado na liga AA7050, enquanto a ZM aparentemente foi protegida catodicamente, Figura 5.23 (b), o que indica acoplamento galvânico entre as duas regiões. Na ZM, as regiões correspondentes a pontos de ataque são mais esparsas do que na ZTMA, Figura 5.23 (c). Este resultado pode ser explicado pela quebra de precipitados endurecedores na ZTMA e seu espalhamento pela superfície devido à movimentação da ferramenta de soldagem.

Figura 5.23 – Micrografias ótica e eletrônicas de varredura das ligas AA2050 e AA7050 soldadas, região transversal de solda (a) ZTMA da liga AA7050, (b) transição entre ZM e ZTMA da liga AA7050; (c) ZM; expostas por 3 dias em solução 3,5% (massa) de NaCl.

Fonte: Autor.

A Figura 5.24 mostra superfícies atacadas para as ligas testadas soldadas, após exposição por 3 dias à solução com 3,5% (massa) de cloreto de sódio, após a remoção dos produtos de corrosão. São mostrados nesta figura resultados de perfilometria ótica, os quais indicam a profundidade do ataque em regiões de ataque

localizado intenso das zonas das ligas soldadas, especificamente a ZM, ZTMA e a ZTMA de transição com a ZM.

Figura 5.24 - Perfilometria ótica e micrografias eletrônicas de varredura das ligas (a)-(b) soldadas por FSW na região transversal de solda mostrando a ZM, transição entre ZM e ZTMA da liga AA7050 e ZTMA da liga AA7050, expostas por 3 dias a solução 3,5% (massa) de NaCl.

Fonte: Autor.

Os resultados de perfilometria permitiram identificar que a área de menor profundidade de ataque é a ZM, enquanto a região de transição entre ZM e ZTMA, com valores intermediários de ataque associados à ZTMA da liga AA7050. Estes resultados mostram que o acoplamento entre as zonas vizinhas de microestruturas diferentes resulta em profundidade de penetração de corrosão inferiores aos relacionados ao acoplamento entre a matriz e os precipitados micrométricos, quando comparando as ligas de MB (Figura 5.6).

5.4.3 Medidas de potencial de circuito aberto em função do tempo de ensaio

A Figura 5.25 mostra as variações dos potenciais de circuito aberto das várias zonas que resultam da soldagem por FSW nas duas ligas, observando que estas medidas foram obtidas para a região de topo da solda, durante 7h de exposição em solução $0,005 \text{ mol.L}^{-1}$ de NaCl.

Os dados referentes às ligas como recebidas (MB) são também apresentados na Figura 5.25 com objetivo de identificar o efeito da soldagem no comportamento eletroquímico das zonas afetadas pela soldagem. No caso da liga AA7050, os efeitos da soldagem na ZTA e ZTMA foram o de diminuição do potencial em relação ao MB em praticamente todo o período de ensaio, com a ZTMA nesta liga apresentando os menores potenciais entre as várias zonas desta liga. Apesar dos menores potenciais associados à ZTA e ZTMA em relação ao MB da liga AA7050, é notado que as oscilações de potencial nestas zonas diminuem em frequência e amplitude, o que sugere a dissolução de parte dos precipitados nanométricos ricos em Mg na liga, com o enriquecimento em Mg da matriz, embora possa ocorrer reprecipitação localizada deste tipo de precipitados nos contornos de grãos desta liga.

Figura 5.25 - Variação do PCA das regiões de solda das ligas AA2050 e AA7050 em função do tempo de exposição à solução com $0,005 \text{ mol.L}^{-1}$ de NaCl.

Fonte: Autor.

As diferenças de potencial entre as interfaces das zonas de solda foram identificadas através do PCA, onde para a liga AA2050, no MB e ZTA, os valores de ddp foram identificados de 20 mV a 75 mV, nesse caso, há menor intensidade de acoplamento entre as zonas vizinhas, o mesmo ocorre para as zonas ZTA e ZTMA da mesma liga, e também para a ZTMA e ZM, onde a ddp dessas zonas foi de até 75 mV, mostrando também um valor baixo para eventuais processos de corrosão. Já para a ZTMA da liga AA7050 e a ZM apresentaram ddp de até 150 mV, que nesse caso, como o valor é alto, tende a ocorrer acoplamento de zonas vizinhas. Para as demais regiões ZTMA e ZTA, ZTA e MB da liga AA7050, a ddp para essas regiões foram de até 75 mV, isso mostra que a ocorrência de acoplamento entre essas regiões é de menor intensidade. No processo de soldagem também há transição entre as ZTMAs das duas ligas, que nesse caso, a ddp entre elas está entre 85 mV e 180 mV, isso mostra que essa região é a que ocorre maior intensidade de ataque eletroquímico,

apresentando acoplamento de zonas vizinhas e acoplamento galvânico entre as ligas dissimilares.

No caso das duas ligas, foi possível observar que o potencial da ZM foi maior para o MB das duas ligas, esse fenômeno é explicado pela deformação plástica e recristalização dos grãos através do processo de soldagem, que resulta em uma região de microestrutura homogênea (QIN et al., 2015). O potencial das regiões dadas como ZTMA das duas ligas, se encontram com valores menores quando comparadas com a ZTA e MB das mesmas ligas. Com relação à liga AA2050, o efeito da soldagem na ZTA e ZTMA foi o oposto da liga AA7050 com enobrecimento do potencial nas duas zonas, durante todo o período de ensaio para a ZTA e até cerca de 10000s na ZTMA, quanto esta última zona passa a apresentar potenciais menores que o MB. A explicação para este comportamento na liga AA2050 se dá também pela dissolução de precipitados nanométricos e ricos em Cu o que resulta do aumento do teor de Cu em solução sólida na matriz. A tendência à diminuição do potencial continua a partir de 2500s de ensaio para a ZTMA, que pode ser explicada pela alta atividade eletroquímica desta zona na liga AA2050 causada pela fragmentação das partículas micrométricas e arraste das mesmas nesta zona, conforme ilustrado na Figura 5.19 (b) e (c), levando à quebra do filme passivo na superfície e baixa tendência à reforma do filme passivo nas regiões em que a quebra ocorreu, ou seja, propagação da corrosão localizada.

5.4.4 Técnica de varredura do eletrodo vibratório

Mapas de SVET representativos da região de topo de solda, em que a ZTMA de transição entre as duas ligas é a região central de investigação, são mostrados na Figura 5.26 para os tempos de exposição ao meio de ensaio correspondentes a 2h, 12h e 24h de imersão.

É evidente na Figura 5.26 que a zona de maior atividade é a zona de transição entre ZTMA da liga AA7050 e a ZTA desta liga, com vários pontos anódicos (áreas em vermelho e amarelo) sendo observados em desenvolvimento com o tempo de ensaio enquanto os efeitos das reações catódicas (áreas em azul) são observados nas zonas circunvizinhas às anódicas, principalmente na ZTA da liga AA7050. São também observadas áreas em azul indicativas das reações catódicas na ZTMA de

transição entre as duas ligas, provavelmente por efeito do acoplamento galvânico, com a ZTMA da liga AA2050 atuando como cátodo e cujos efeitos são intensificados com o tempo e indicados pelo espalhamento das áreas com coloração azul. O número de regiões com maiores densidades de corrente anódicas, da ordem de $160 \mu\text{A}\cdot\text{cm}^{-2}$ aumenta com o tempo de ensaio. Todavia, em algumas regiões anódicas é indicada diminuição da corrente com o tempo de ensaio, porém esta se deve à formação de produtos de corrosão precipitados sobre estas áreas com o tempo de exposição ao meio.

Figura 5.26 - Mapas de SVET da região de topo de solda das ligas AA2050 e AA7050 soldadas por FSW após 2h, 12h, 24h de imersão em solução $0,005 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ de NaCl.

Fonte: Autor.

A Figura 5.27 apresenta mapas de SVET da região de seção transversal da solda para os tempos de exposição ao meio de ensaio correspondentes a 2h, 12h e 24h de imersão. Estes mapas mostram que as áreas predominantemente ativas anodicamente correspondem à zona de transição entre as ligas AA2050 e AA7050 (ZTMA de transição), confirmando o que foi observado através do ensaio de PCA (Figura 5.25). Nesta área, foram observadas as regiões anódicas, e, em sua

vizinhança, comportamento predominantemente catódico (regiões azuis), seja na ZM ou na ZTMA da liga AA2050, devido ao efeito de acoplamento galvânico. A área com as maiores densidades de corrente anódicas, segundo os mapas de SVET, diminuíram com o tempo de ensaio, possivelmente pela precipitação de produtos de corrosão sobre grande proporção destas áreas anódicas, e, após 24h, a região anódica com altas densidades de corrente correspondia a uma pequena área na ZTMA de transição.

Figura 5.27 - Mapas de SVET da região transversal de solda por FSW das ligas AA2050 e AA7050 após 2h, 12h, 24h de imersão em solução com $0,005 \text{ mol. L}^{-1}$ de NaCl.

Fonte: Autor.

Vale ressaltar que os valores de densidade de corrente observados na seção transversal da solda, Figura 5.27, são inferiores aos associados à seção de topo da solda, Figura 5.26, o que é provavelmente relacionado à maior razão entre área catódica e área anódica no caso da seção de topo em relação à seção transversal.

As micrografias correspondentes à amostra após o ensaio de SVET, são mostrados na Figura 5.28, para 24h de ensaio.

Figura 5.28 - Micrografias da seção transversal das ligas AA2050 e AA7050 soldadas por FSW e expostas por 24h em solução 0,005 mol.L⁻¹ de NaCl: (a) MO da região soldada, mostrando a ZTMA, ZTA e ZM das duas ligas; (b) MEV da ZTMA de transição; (c), (d) e (e) regiões ampliadas de (b).

Fonte: Autor.

A Figura 5.28 mostra que a região mais atacada pela corrosão correspondeu à ZTMA de transição com as áreas anódicas se localizando do lado da liga AA7050, e as regiões vizinhas na liga AA2050 sendo protegidas catodicamente. Uma observação mais detalhada das regiões anódicas na liga AA7050 mostra propagação do ataque

via corrosão intergranular, devido à presença dos precipitados nanométricos na liga AA7050, como observado na Figura 5.2 (b). Sobre algumas destas regiões atacadas são notados produtos de corrosão depositados confirmando a hipótese que a diminuição da corrente indicada pelos resultados obtidos por SVET em algumas áreas anódicas ocorre pela precipitação de produtos de corrosão. As regiões indicadas pelos números 1, 2 e 3, na Figura 5.28 (b), mostram que estas foram as regiões relacionadas com as maiores densidades de corrente anódicas. As regiões protegidas catodicamente em torno das áreas anódicas, indicadas nas áreas claras evidentes nas Figuras 5.28 (d) e (e), estão associadas com as regiões de maior densidade de corrente anódica. As regiões da ZTMA de transição entre a liga AA2050 (ZTMA) que fazem interface com a liga AA7050 (ZTMA), são protegidas catodicamente, e sobre a interface entre as ligas são notados produtos de corrosão. O acoplamento galvânico tem, portanto, efeito no comportamento eletroquímico desta região de ataque preferencial. Vale ressaltar que no acoplamento galvânico, parte da corrente anódica gerada na liga AA7050 é consumida na liga AA2050, além daquela consumida na região vizinha aos pontos anódicos, como ilustrado nas Figuras 5.28 (d) e (e), o que explica as menores correntes anódicas observadas na Figura 5.26 em relação à Figura 5.27.

Foi realizada análise por SVET da região transversal da solda, especificamente na zona de interface entre as duas ligas deste estudo. As zonas da interface correspondem à ZTMA de transição das duas ligas. Além da ZTMA, nesta interface está presente também a ZM. A região de serrilhado corresponde à interface entre as zonas vizinhas, o que mostra que a área de contato entre essas duas zonas é elevada e nesta região tem-se efeito de acoplamento galvânico, como observado através do ensaio de PCA (Figura 5.25). Os mapas de SVET para a ZTMA de transição são mostrados na Figura 5.29 para exposição na solução $0,005 \text{ mol.L}^{-1}$ de NaCl durante 24h de ensaio.

Figura 5.29 - Mapas de SVET da seção transversal da solda por FSW (área reduzida das ligas AA2050 e AA7050) após 2h, 12h, 24h de imersão em solução com $0,005 \text{ mol. L}^{-1}$ de NaCl.

Fonte: Autor.

Os mapas mostram claramente que a região da interface entre as ligas é a região de maior atividade eletroquímica, com vários pontos indicativos de áreas anódicas, todos localizados na liga AA7050, enquanto as catódicas se concentram do lado da liga AA2050. As densidades de corrente anódicas nas primeiras horas de ensaio são da ordem de $20 \mu\text{A}.\text{cm}^{-2}$, mas esta aumenta com o tempo e, após 24h, as densidades nas regiões de maior corrente chegam a $100 \mu\text{A}.\text{cm}^{-2}$ mostrando que o processo corrosivo continua ao longo do tempo de exposição ao meio. Esses resultados mostram o efeito do acoplamento galvânico, ao indicar a maior atividade eletroquímica na região de contato entre as duas ligas, isso mostra que as ligas são mais ativas quando soldadas. A superfície exposta ao meio corrosivo é mostrada nas micrografias obtidas por MO e MEV são mostradas na Figura 5.30, antes e após remoção dos produtos de corrosão, que resultaram de 24h de exposição ao meio ensaio

Figura 5.30 - Micrografias da seção transversal das ligas AA2050 e AA7050 soldadas por FSW em área reduzida e expostas por 24h em solução 0,005 mol.L⁻¹ de NaCl: (a) MO da região soldada, mostrando a ZTMA e ZM das duas ligas antes da remoção dos produtos de corrosão; (b) MO da região soldada, mostrando a ZTMA e ZM das duas ligas, após remoção dos produtos de corrosão; (c) MEV da ZTMA e ZM; (d), (e) e (f) regiões ampliadas de (c).

Fonte: Autor.

Após o ensaio de imersão foi possível observar vários pontos de corrosão intensa na ZTMA da liga AA7050 indicando propagação da corrosão intergranular

devido aos precipitados presentes na liga AA7050. As micrografias mostram penetração da corrosão via contornos de grãos e produtos de corrosão depositados cobrindo alguns pites que só são identificados após remoção destes produtos, Figura 5.30 (a) - (f). Estes resultados confirmam os anteriores sobre a importância do acoplamento galvânico na intensificação da corrosão na região da ZTMA de transição em que as duas ligas entram em contato.

5.4.5 Técnica de varredura do eletrodo seletivo de íons

A Figura 5.31 mostra o resultado do ensaio de SIET após 2h de exposição à solução 0,005 mol.L⁻¹ de NaCl.

Figura 5.31 - (a) Mapa de pH local após 2h de exposição da superfície da liga soldada, em seção transversal da solda, em solução com 0,005 mol.L⁻¹ de NaCl; e (b) micrografia ótica da superfície (*in situ*) após 2h de imersão ao meio mostrando bolhas de gás na interface entre as ligas (região de maior atividade eletroquímica).

Fonte: Autor.

O pH na região mais suscetível à corrosão atingiu valores em torno de 3,5; enquanto na região catódica na parte da liga AA2050 imediatamente vizinha à liga AA7050, os valores de pH atingiram valores de 7,1 mostrando grande diferença de pH na ZTMA de transição. As áreas catódicas estão relacionadas à liga AA2050, conforme esperado. A região predominantemente anódica (cor vermelha) na Figura 5.31 (a) corresponde à ZTMA na liga AA7050. Os baixos valores de pH são corroborados pela evolução de bolhas de hidrogênio nas áreas mais ativas desta liga, mas também indicam que reações catódicas (redução de íons de hidrogênio com formação de bolhas de gás) ocorrem próximo às regiões anódicas na liga AA7050, e

provavelmente, dentro das aberturas no material causadas pela penetração da corrosão através do material. A Figura 5.31 (b) mostra uma micrografia ótica da região anódica com a presença de bolhas de hidrogênio (setas apontam para as bolhas).

6 CONCLUSÕES

Os resultados deste estudo mostraram que a soldagem por fricção e mistura (FSW) de duas ligas dissimilares, AA2050 e AA7050, afetou a microestrutura das ligas e suas atividades eletroquímicas. Os resultados também mostraram que há uma diferença microestrutural entre as regiões de topo e a seção transversal da solda. Na seção transversal da solda, as zonas afetadas pela solda (ZTMA, ZTA e ZM) e as não afetadas (MB) são observadas, enquanto na seção de topo da solda, são identificadas apenas como MB, ZTA e ZTMA de transição, não sendo identificada a ZM.

Os ensaios de exposição das ligas AA2050 e AA7050 a solução com baixa concentração de íons Cl^- mostraram que ambas as ligas são suscetíveis à corrosão localizada. Enquanto os ensaios em solução com maior concentração de íons Cl^- mostraram ataque generalizado na superfície da liga AA7050, e localizado na forma de pite na liga AA2050. Na liga AA2050, o ataque corrosivo ocorreu preferencialmente como corrosão localizada severa (CLS) e a severidade deste ataque foi corroborada pelas altas densidades de corrente locais medidos por ensaio de SVET. Nesta liga, AA2050, a propagação da corrosão ocorreu intragranularmente o que foi corroborado pela presença de precipitados nanométricos no interior dos grãos, enquanto na liga AA7050, a corrosão localizada se propagou intergranularmente, devido à presença de precipitados, particularmente a fase η (MgZn_2), anódica em relação à matriz, nos contornos de grãos desta liga.

Os resultados dos testes de visualização em gel de ágar com as ligas testadas nas condições como recebidas e isoladas uma da outra permitiram observar corrosão localizada severa na liga AA2050 e ataque generalizado na liga AA7050. Os testes de visualização em gel de ágar para as ligas soldadas mostraram que a zona mais ativa eletroquimicamente, na seção transversal das ligas soldadas, foi a ZTMA. Esta zona correspondeu à transição entre as duas ligas. Para a superfície de topo das ligas soldadas, a zona mais ativa eletroquimicamente correspondeu à ZTMA e à transição entre as zonas ZTMA e ZTA na liga AA7050. A alta atividade eletroquímica nessa última zona foi relacionada à formação de precipitados na ZTA da AA7050, enquanto a seção transversal, a alta atividade foi devida ao acoplamento galvânico entre as duas ligas. No acoplamento galvânico, a liga AA7050 atuou como ânodo e a AA2050, como cátodo.

Quando as duas ligas, AA2050 e AA7050 foram expostas separadamente às soluções $0,005 \text{ mol.L}^{-1}$ de NaCl ou 3,5% (massa) de NaCl e testadas por técnicas eletroquímicas localizadas e por ensaios de imersão, a liga AA2050 apresentou maior atividade eletroquímica em comparação com a liga AA7050, devido ao maior teor de precipitados micrométricos na liga AA2050. Esta última liga foi protegida catodicamente quando acoplada à liga AA7050.

Os resultados dos ensaios eletroquímicos locais de amostras soldadas por FSW das duas ligas, AA2050 e AA7050, mostraram que a liga AA2050 atua como cátodo quando acoplada galvânicamente à liga AA7050. Na zona de maior atividade eletroquímica das ligas soldadas, a ZTMA de transição entre as ligas, foi observado o surgimento de bolhas de hidrogênio, a intensificação do ataque corrosivo na liga AA7050 e a localização das reações catódicas na liga AA2050 confirmando o efeito significativo do acoplamento galvânico entre as duas ligas.

7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Utilização da técnica SKPFM para identificação da diferença de potencial entre os precipitados das ligas e sua matriz.
- Investigar por técnicas eletroquímicas locais se há acoplamento galvânico entre as diferentes zonas de uma mesma liga em consequência da FSW.
- Realizar tratamentos térmicos nas ligas soldadas para estudar o efeito destes na resistência à corrosão das zonas soldadas.
- Investigar os locais de dissolução de íons de Zn, Li e Mg das ligas soldadas através do uso da técnica SIET.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ABREU, C. P. **Caracterização da reatividade das ligas alumínio AA2024-T3 e AA7475-T651 soldadas por fricção (FSW)**. 2016. Tese (Doutorado em Tecnologia Nuclear) Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, São Paulo.
- ALVES, E. P. **Junções de materiais dissimilares utilizando o processo de soldagem por fricção rotativa**. 2010. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Tecnologia Espaciais/Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores) Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais – INPE, São José dos Campos.
- AMERICAN SOCIETY FOR METALS. Metals Handbook. 10. ed. Ohio: ASM International, 1998.
- APPLICABLE ELECTRONICS. **AE**. 2020. Disponível em: <<http://www.applicableelectronics.com>>. Acesso em: 8 abr. 2020.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DO ALUMÍNIO. **ABAL**. 2019. Disponível em: <<http://www.abal.org.br>>. Acesso em: 11 mar. 2020.
- BALDUCCI, I.; PEREIRA, M.; DUTRA, C.; CODARO, E.; NAKAZATO, R. Estudo da corrosão de ligas 7XXX-T7 em meio salino. **Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales**, v. 21, n. 1, p. 25-29, 2001.
- BARTER, S. A.; ATHINIOTIS, N.; LAMBRIANIDIS, L. Examination of the microstructure of 7050 aluminium alloy samples. **Aircraft Materials Technical Memorandum**, v. 403, 1990.
- BASTOS, A. C.; FERREIRA, M. G.; SIMÕES, A. M. Corrosion inhibition by chromate and phosphate extracts for iron substrates studied by EIS and SVET. **Corrosion Science**, v. 48, n. 6, p. 1500 - 1512, 2006.
- BASTOS, A. C.; KARAVAI, O. V.; ZHELUDKEVICH, M. L.; YASAKAU, K. A.; FERREIRA, M. G. S. Localised Measurements of pH and Dissolved Oxygen as Complements to SVET in the Investigation of Corrosion at Defects in Coated Aluminum Alloy. **Electroanalysis**, v. 22, n. 17-18, p. 2009-2016, 2010.
- BASTOS, A. C.; DIAS, S. A. S.; DIAMANTINO, T. C.; FERREIRA, M. G. S. Uma introdução à técnica SVET. **Corrosão e Protecção de Materiais**, v. 32, n. 2, p. 50-57, 2013.
- BAYAZID, S. M.; HEDDAD, M. M.; CAYIROGLU, I. A review on friction stir welding, parameters, microstructure, mechanical properties, post weld heat treatment and defects. **Materials Science & Engineering International Journal**, v. 2, n. 4, p. 116-126, 2018.
- BUGARIN, A. **Estudo da resistência à corrosão das ligas de alumínio 2024-T3 e 7475-T651 soldadas por fricção e mistura (FSW)**. 2017. Dissertação (Mestrado em Tecnologia Nuclear) – Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, São Paulo.

CASELATTO, A. L. **Caracterização microestrutural de ligas de alumínio dissimilares soldadas por fricção e mistura (FSW)**. 2016. Monografia (Graduação em Engenharia de Materiais e Manufatura) – Universidade de São Paulo, São Carlos.

CODARO, E. N. **Estudo da corrosão em ligas de alumínio utilizadas na indústria aeronáutica**. 2006. Tese de livre-docência. UNESP, Guaratinguetá.

CONSTELLIUM. **Aerospace**. 2020. Disponível em: <www.constellium.com>. Acesso em: 27 mar 2020.

COSTA, I.; MELO, H. G.; FUGIVARA, C. S.; BOSE FILHO, W. W.; MARTINS, C. R.; FERRARI, J.; MAGNANI, M.; RUCHERT, C. O. F. T. **Estudo da corrosão localizada e caracterização da resistência à corrosão associada à fadiga de ligas de alumínio de elevada resistência mecânica soldadas por fricção (FSW)**. Universidade de São Paulo: Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, nov. 2017. (FAPESP 2013/13235-6).

DAVIS, J. R. Aluminium and aluminium alloys. Materials park, Ohio: ASM International, 1993.

DESHPANDE, K. B. Experimental investigation of galvanic corrosion: Comparison between SVET and immersion techniques. **Corrosion Science**, v. 52, p. 2819-2826, 2010.

DHONDT, M.; AUBERT, I.; SAINTIER, N.; OLIVE, J. Characterization of intergranular stress corrosion cracking behavior of a FSW Al-Cu-Li 2050 nugget. In: Congrès Français de Mécanique, 21^{ème}, August 26-30, 2013, Bordeaux. **Proceedings**. Talence, France.

DICK, P. A.; KNORNSCHILD, G. H.; DICK, L. F. P. Anodising and corrosion resistance of AA7050 friction stir welds. **Corrosion Science**, v. 114, p. 28-36. 2017.

DONATUS, U.; THOMPSON, G. E.; ZHOU, X.; WANG, J.; CASELL, A.; BEAMISH, K. Corrosion susceptibility of dissimilar friction stir welds of AA5083 and AA6082 alloys. **Material Characterization**, v. 107, p. 85-97, 2015.

DONATUS, U.; THOMPSON, G. E.; LIU, H.; ZHOU, X.; LIU, Z. Understanding the galvanic interactions between AA2024T3 and mild steel using the scanning vibrating electrode. **Materials Chemistry and Physics**, v. 161, p. 228-236, 2015.

DONATUS, U.; TERADA, M.; OSPINA, C. R.; QUEIROZ, F. M.; BUGARIN, A. F. S.; COSTA, I. On the AA2198-T851 alloy microstructure and its correlation with localized corrosion behaviour. **Corrosion Science**, v. 131, p. 300 - 309, 2018.

DRACUP, B. J.; ARBEGAST, W. J. **Friction stir welding as a rivet replacement technology**. US. 6,986,452 B2, 2006.

DUMONT, D.; DESCHAMPS, A.; BRECHET, Y. On the relationship between microstructure, strength and toughness in AA7050 aluminum alloy. **Materials Science & Engineering A**, v. 356, p. 326-336, 2003.

DURSUN, T.; SOUTIS, C. Recent developments in advanced aircraft aluminium alloys. **Materials & Design**, v. 56, p. 862–871, 2014.

FERRARI, J. **Estudo da corrosão localizada da liga de alumínio 7475-T761 por espectroscopia de impedância eletroquímica global e local em meio de sulfato de sódio**. 2011. Tese (Doutorado em Engenharia Química) Escola Politécnica da Universidade de São Paulo e Université Pierre et Marie Curie, São Paulo.

FRANKEL, G. S. Pitting Corrosion of Metals A Review of the Critical Factors. **Journal of the Electrochemical Society**, v. 145, p. 2186-2198, 1998.

GENTIL, V. **Corrosão**. 6.ed. Rio de Janeiro: LTC, 2014. Cap. 1, Corrosão. p. 1-7.

GHETIYA, N.; PATEL, K.; KAVAR, A. Multi-objective Optimization of FSW Process Parameters of Aluminium Alloy Using Taguchi-Based Grey Relational Analysis. **Trans Indian Inst Met**, v. 69, n. 4, p. 917-923, 2016.

GNEDENKOV, A. S.; SINEBRYUKHOV, S. L.; MASHTALYAR, D. V.; VYALIY, I. E.; EGORKIN, V. S.; GNEDENKOV, S. V. Corrosion of the welded aluminium alloy in 0.5 M NaCl solution. Part 1: Specificity of Development. **Materials**, v. 11, n. 10, p. 1-17, 2018.

GUÉRIN, M.; ANDRIEU, E.; ODEMER, G.; ALEXIS, J.; BLANC, C. Effect of varying conditions of exposure to an aggressive medium on the corrosion behavior of the 2050 Al – Cu – Li alloy. **Corrosion Science**, v. 85, p. 455-470, 2014.

GUÉRIN, M.; ALEXIS, J.; ANDRIEU, E.; BLANC, C.; ODEMER, G. Corrosion-fatigue lifetime of aluminium-copper-lithium alloy 2050 in chloride solution. **Materials and Design**, v. 87, p. 681-692, 2015.

GUÉRIN, M.; ALEXIS, J.; ANDRIEU, E.; LAFFONT, L.; LEFEBVRE, W.; ODEMER, G.; BLANC, C. Identification of the metallurgical parameters explaining the corrosion susceptibility in a 2050 aluminium alloy. **Corrosion Science**, v. 102, p. 291-300, 2016.

HAFLEY, R. A.; DOMACK, M. S.; HALES, S. J.; SHENOY, R. N. Evaluation of aluminum alloy 2050-T84 microstructure and mechanical properties at ambient and cryogenic temperatures. **National Aeronautics and Space Administration**, 2011.

HE, X.; GU, F.; BALL, A. A review of numerical analysis of friction stir welding. **Progress in Materials Science**, v. 65, p. 1-66, 2014.

ISAACS, H. S.; VYAS, B. **Scanning Reference Electrode Techniques in Localised Corrosion**. Brookhaven National Lab., Upton, NY (USA), 1979.

JACUMASSO, S. C. **Caracterização microestrutural das partículas de segunda fase de uma liga de alumínio AA7050 nas condições T7451, T6 e T614-65**. 2014. Dissertação (Mestrado em Caracterização de Materiais) – Universidade Estadual de Ponta Grossa, Paraná.

JARIYABOON, M.; DAVENPORT, A.; AMBAT, R.; CONNOLLY, B.; WILLIAMS, S.; PRICE, D. Corrosion of a dissimilar friction stir weld joining aluminium alloys AA2024 and AA7010. **Corrosion Engineering and Science Technology**, v. 41, n. 2, p. 135-142, 2006.

KILKENNY, T. **An investigation of incipient melting during solution heat treatment of 7050 aluminum forgings and its effect on corrosion properties**.

2015. Senior Project (Bachelor of Science In Materials Engineering) - California Polytechnic State University, San Luis Obispo.

KRASNOWSKI, K.; HAMILTON, C.; DYMEK, S. Influence of the tool shape and weld configuration on microstructure and mechanical properties of the Al 6082 alloy FSW joints. **Archives of civil and mechanical engineering**, v. 15, p. 133-141, 2014.

LAMAKA, S. V.; KARAVAIA, O. V.; BASTOSA, A. C.; ZHELUDKEVISH, M. L.; FERREIRA, M. G. S. Monitoring local spatial distribution of Mg^{2+} , pH and ionic currents. **Electrochemistry Communications**, v. 10, p. 259-262, 2008.

LAMAKA, S. V.; SOUTO, R. M.; FERREIRA, M. G. S. In-situ visualization of local corrosion by scanning ion-selective electrode technique (SIET). **Microscopy: Science, Technology, Applications and Education**, v. 3, n. 4, p. 2162-2173, 2010.

LARSEN, M. H., WALMSLEY, J. C.; LUNDER, O.; MATHIESEN, R. H.; NISANCIOGLU, K. Intergranular Corrosion of Copper-Containing AA6xxx AlMgSi Aluminum Alloys. **Journal of The Electrochemical Society**, v. 155, n. 11, p.550-556, 2008.

LEQUEU, P.; SMITH, K. P.; DANIELLOU, A. Aluminum-Copper-Lithium alloy 2050 developed for medium to thick plate. **Journal of materials engineering and performance**, v. 19, n. 6, p. 841-847, 2010.

LI, J. F.; PENG, Z. W.; LI, C. X.; JIA, Z. Q.; CHEN, W. J.; ZHENG, Z. Q. Mechanical properties, corrosion behaviors and microstructures of 7075 aluminium alloy with various aging treatments. **Science Direct**. v. 18, n. 4, p. 755-762, 2008.

LIU, S. D.; YUAN, Y. B.; LI, C. B.; YOU, J. H.; ZHANG, X. M. Influence of cooling rate after homogenization on microstructure and mechanical properties of aluminum alloy 7050. **Metals and Materials International**, v. 18, n. 4, p. 679-683, 2012.

ŁOSIEWICZ, B.; POPCZYK, M.; SZKLAESKA, M.; SMOŁKA, A.; OSAK, P.; BUDNIOK, A. Use of Scanning Vibrating Electrode Technique to Localized Corrosion Evaluation. **Solid State Phenomena**, v. 228, p. 353-368, 2015.

LUO, C.; ALBU, S. P.; ZHOU, X.; SUN, Z.; ZHANG, X.; TANG, Z.; THOMPSON, G. E. Continuous and Discontinuous Localized Corrosion of a 2xxx Aluminium-copperlithium Alloy in Sodium Chloride Solution. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 658, p. 61-70, 2016.

MA, Y.; ZHOU, X.; LIAO, Y.; WU, H.; WANG, Z.; HUANG, W. Localized corrosion in AA2099-T83 aluminium-lithium alloy: the role of grain orientation. **Corrosion Science**, v. 107, p. 41-48, 2016.

MENG, Q.; LIU, Y.; KANG, J.; FU, R. D.; GUO, X. Y.; LI, Y. J. Effect of precipitate evolution on corrosion behavior of friction stir welded joints of AA2060-T8 alloy. **Transactions of Nonferrous Metals Society of China**, v. 29, p. 701-709, 2019.

MISHRA R. S.; MA, Z. Y. Friction stir welding and processing. **Materials Science and Engeneering**, v. 50, p. 1-78, 2005.

MODENESI, P. J. **Soldabilidade de algumas ligas metálicas**. Universidade Federal de Minas Gerais. 2011.

MORETO, J. A.; MARINO, C. E. B.; BOSE FILHO, W. W.; ROCHA, L. A.; FERNANDES, J. C. S. SVET, SKP and EIS study of the corrosion behaviour of high strength Al and Al-Li alloys used in aircraft fabrication. **Corrosion Science**, v. 84, p. 30-41, 2014.

NASCIMENTO, F. **Processamento por Fricção Linear Caracterização e análise de ligas de alumínio processadas AA5083-O e AA7022-T6**. 2007. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) Instituto Superior Técnico Universidade Técnica de Lisboa.

OLTRA, R.; MAURICE, V.; AKID, R.; MARCUS, P. Local probe techniques for corrosion research. **European Federation of Corrosion Publications**, n. 45, 2007.

PAGLIA, C. S.; BUCHHEIT, R. G. A look in the corrosion of aluminum alloy friction stir welds. **Scripta Materialia**, v. 58, p. 383-387, 2008.

PAIVA, F. **Caracterização de junta soldada por atrito linear com mistura (FSW) da liga Al-Mg-Si AA6063**. 2009. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais) Universidade de São Paulo. São Paulo.

PALOMINO, L. E. M. **Caracterização microestrutural e eletroquímica de revestimentos ambientalmente amigáveis aplicados sobre a liga de Al 2024-T3**. 2007. Tese (Doutorado em Engenharia Química) Universidade de São Paulo, São Paulo.

PANNONI, F. D. Princípios da Proteção de Estruturas Metálicas em Situação de Corrosão e Incêndio. **Coletânea do uso do aço**. 4.ed. Perfis Gerdau Açominas, 2007.

PASCOAL JÚNIOR, F. A. **Análise microestrutural, tenacidade à fratura e vida em fadiga das ligas AA7050-T7451 e AA2050-T84 (Al-Li)**. 2015. Tese (Doutorado em Materiais) Universidade de São Paulo. São Carlos.

POTOMATI, F. **Avaliação da qualidade final das juntas dissimilares de ligas de alumínio 2024-6056 e 7075-6056 soldadas por FSW – friction stir welding**. 2006. Dissertação (mestrado) – Universidade Federal de São Carlos, São Carlos.

PROTON, V.; ALEXIS, J.; ANDRIEU, E.; DELFOSSE, J.; LAFONT, M. C.; BLANC, C. Characterization and understanding of the corrosion behaviour of the nugget in a 2050 aluminium alloy friction stir welding joint. **Corrosion Science**, v. 73, p. 130-142, 2013.

PROTON, V.; ALEXIS, J.; ANDRIEU, E.; DELFOSSE, J.; DESCHAMPS, A.; DE GEUSER, F.; LAFONT, M. C.; BLANC, C. The influence of artificial ageing on the corrosion behaviour of a 2050 aluminium-copper-lithium alloy. **Corrosion Science**, v. 80, p. 494-502, 2014.

QIN, H.; ZHANG, H.; SUN, D.; ZHUANG Q. Corrosion behavior of the friction-stir-welded joints of 2A14-T6 aluminum alloy. **International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials**, v. 22, n. 6, p. 627 - 638, 2015.

QIN, H.; ZHANG, H.; WU, H. The evolution of precipitation and microstructure in friction stir welded 2195-T8 Al-Li alloy. **Materials Science & Engineering A**, v. 626, p. 322-329, 2015.

RAMANATHAN, L. V. **Corrosão e Seu Controle**. 1. ed. São Paulo: Hemu, 1997.

SIDHAR, H.; MISHRA, R. S. Aging kinetics of friction stir welded Al-Cu-Li-Mg-Ag and Al-Cu-Li-Mg alloys. **Materials and Design**, v. 110, p. 60-71, 2016.

SNIHIROVA, D.; TARYBA, M.; LAMAKA, S. V.; MONTEMOR, M. F. Corrosion inhibition synergies on a model Al-Cu-Mg sample studied by localized scanning electrochemical techniques. **Corrosion Science**, v. 112, p. 408-417, 2016.

SOLTIS, J. Passivity breakdown, pit initiation and propagation of pits in metallic materials - review. **Corrosion Science**, v. 90, p. 5-22, 2015.

THREADGILL, P. L. Terminology in friction stir welding. **Science and Technology of Welding and Joining**, v. 12, n. 4, p. 357-360, 2007.

THREADGILL, P. L.; LEONARD, A. J.; SHERCLIFF, H. R.; WITHERS, P. J. Friction stir welding of aluminum alloys. **International Materials Reviews**, v. 54, n. 2, p. 49-93, 2009.

THE ALUMINUM ASSOCIATION. **The Aluminum Association**. 2017. Disponível em: <<http://www.aluminum.org/>>. Acesso em: 25 mar 2020.

THE WELDING INSTITUTE. THOMAS, W. M.; NICHOLAS, E. D.; NEEDHAM, J. C.; MURCH, M. G.; TEMPLE-SMITH, P.; DAWES, C. J. **Friction stir butt welding**. UK. PCT/BG92/02203, 1991.

VARGEL, C.; JACQUES, M.; SCHMIDT, M. **Corrosion of Aluminium**. Elsevier Science, France, 2004. Cap. B.1, B.2, Introduction to the Corrosion of Aluminium, Types of Corrosion on Aluminium. p. 81-146.

VIANA, T. G.; GODEFROID, L. B.; BARROSO, E. K. L.; AL-RUBAIE, K. S. Caracterização do fechamento de trinca de fadiga numa liga Al7475 pré deformada e com shot peening. **Revista Matéria**, v. 10, p. 454-462, 2005.

VIEJO, F.; COY, A. E.; GARCIA-GARCIA, F. J.; LIU, Z.; SKELDON, P.; THOMPSON, G. E. Relationship between microstructure and corrosion performance of AA2050-T8 aluminium alloy after excimer laser surface melting. **Corrosion Science**, v. 52, p. 2179-2187, 2010.

WIPF, D. O. Initiation and study of localized corrosion by scanning electrochemical microscopy. **Elsevier**, v. 93, p. 251-261, 1994.

WOLYNEC, S. **Técnicas eletroquímicas em corrosão**. 1. ed. São Paulo: Edusp, 2013.

YAN, Y.; PEGUET, L.; GHARBI, O.; DESCHAMPS, A.; HUTCHINSON, C. R.; KAIRY, S. K.; BIRBILIS, N. On the corrosion, eletrochemistry and microstructure of Al-Cu-Li alloy AA2050 as a function of ageing. **Materialia**, v. 0, p. 1-12, 2018.

APÊNDICE

Apêndice 1 – Ligas de Al soldadas por FSW e suas respectivas regiões afetadas pelo processo de soldagem.

Fonte: Autor.

Apêndice 2 – Micrografias eletrônicas de varredura dos precipitados das ligas (a) AA2050; (b) AA7050, (c) região ampliada dos precipitados da liga AA2050; (d) região ampliada dos precipitados da liga AA7050.

Fonte: Autor.

Apêndice 3 – Análise dos precipitados liga AA2050 como recebida por MEV/EDS.

Espectro	Al (%)	Cu (%)	Mn (%)	Ag (%)
1	70,1	22,5	7,4	-
2	73,8	12,1	13,7	-
3	72,6	27,4	-	-
4	75,7	11,3	13,0	-
5	68,9	22,1	9,0	-
6	70,3	24,6	5,1	-
7	72,7	22,9	4,4	-
8	70,6	26,9	2,5	-
11	68,4	25,3	6,4	-
12	66,7	28,8	4,4	-
13	66,5	29,0	4,5	-
14	72,1	22,8	5,1	-
15	72,0	21,4	6,6	-
17	72,3	22,0	5,7	-
18	70,5	19,2	10,3	-
Média (desvio padrão)	70,9 (2,5)	22,6 (5,2)	7,0 (3,3)	-
Matriz	96 (0,6)	3,0 (0,5)	0,3 (0,01)	0,8 (0,06)
Comp. da liga AA2050	Balanço	3,2–3,9	0,2–0,5	0,20-0,70

Fonte: Autor.

Apêndice 4 – Análise dos precipitados da liga AA7050 como recebida por MEV/EDS.

Espectro	Al (%)	Cu (%)	Fe (%)	Mg (%)	Zn (%)
1	62,8	25,3	11,9	-	-
2	64,9	22,9	12,2	-	-
3	64,1	24,3	11,6	-	-
4	66,0	22,8	11,2	-	-
5	68,6	20,7	10,7	-	-
6	64,9	24,6	10,4	-	-
7	63,5	36,5	-	-	-
8	57,1	33,2	-	9,6	-
9	55,0	34,4	-	10,7	-
10	56,7	33,3	-	10,1	-
12	68,7	20,6	10,6	-	-
13	80,1	19,9	-	-	-
14	68,0	22,4	9,6	-	-
15	63,3	24,9	11,8	-	-
16	63,6	24,4	12,1	-	-
Média (desvio padrão)	64,5 (6,0)	26,0 (5,5)	11,2 (8,5)	10,1 (0,5)	-
Matriz	91,6	-	-	-	8,4
Comp. da liga AA7050	Balanço	2,0-2,6	0,15	1,9-2,6	5,7-6,7

Fonte: Autor.

Apêndice 5 – Mapas de SVET para a liga AA2050 em solução de 0,005 mol.L⁻¹ de NaCl.

Fonte: Autor.

Apêndice 6 – Mapas de SVET para a liga AA7050 em solução de 0,005 mol.L⁻¹ de NaCl.

Fonte: Autor.

Apêndice 7 – Mapas de SVET para o ensaio do par galvânico com as duas ligas AA2050 e AA7050 em solução de $0,005 \text{ mol.L}^{-1}$ de NaCl.

Fonte: Autor.

Apêndice 8 – Observação da superfície (a) durante ensaio de visualização em gel ágar-ágar em solução de 3,5% (massa) de NaCl para a região transversal da solda; micrografias eletrônicas de varredura da região (b) ZTA da liga AA2050; (c) ZTMA da liga AA2050; (d) ZTMA de transição das ligas; (e) ZTA da liga AA7050; (f) ZTMA da liga AA7050.

Fonte: Autor.

Apêndice 9 – Observação da superfície (a) ensaio de visualização em gel ágar-ágar em solução de 3,5% (massa) de NaCl para a região de topo de solda; micrografias eletrônicas de varredura da região (b) ZTA da liga AA2050; (c) ZTMA da liga AA2050; (d) ZTMA de transição das ligas; (e) ZTA da liga AA7050; (f) amplificação da figura (g).

Fonte: Autor.

Apêndice 10 – Mapas de SVET para região de topo da solda das ligas AA2050 e AA7050 em solução de 0,005 mol.L⁻¹ de NaCl.

Fonte: Autor.

Apêndice 11 – Mapas de SVET para região transversal da solda das ligas AA2050 e AA7050 em solução de 0,005 mol.L⁻¹ de NaCl.

Fonte: Autor.

Apendice 12 – Mapas de SVET para a região transversal de solda de área reduzida das duas ligas AA2050 e AA7050 em solução de 0,005 mol.L⁻¹ de NaCl.

Fonte: Autor.

INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES
Diretoria de Pesquisa, Desenvolvimento e Ensino
Av. Prof. Lineu Prestes, 2242 – Cidade Universitária CEP: 05508-000
Fone/Fax(0XX11) 3133-8908
SÃO PAULO – São Paulo – Brasil
<http://www.ipen.br>

O IPEN é uma Autarquia vinculada à Secretaria de Desenvolvimento, associada à Universidade de São Paulo e gerida técnica e administrativamente pela Comissão Nacional de Energia Nuclear, órgão do Ministério da Ciência, Tecnologia, Inovações e Comunicações.