



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

**Estudo da corrosão localizada da liga de alumínio 2198-T8 soldada por
fricção e mistura**

CARULINE DE SOUZA CARVALHO MACHADO

**Tese apresentada como parte dos
requisitos para obtenção do Grau de
Doutor em Ciências na Área
de Tecnologia Nuclear - Materiais**

Orientadora:

Profa. Dra. Isolda Costa

São Paulo

2019

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

**Estudo da corrosão localizada da liga de alumínio 2198-T8 soldada por
fricção e mistura**

Versão Corrigida

Versão Original disponível no IPEN

CARULINE DE SOUZA CARVALHO MACHADO

**Tese apresentada como parte dos
requisitos para obtenção do Grau de
Doutor em Ciências na Área
de Tecnologia Nuclear - Materiais**

Orientadora:

Profa. Dra. Isolda Costa

São Paulo
2019

Fonte de Financiamento: CAPES-PROEX (88882.333459/2019-01), FAPESP (Proc. 2013/13235-6), CAPES-COFECUB (806-14 e 99999.000400/2016-05)

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

Como citar:

MACHADO, C. d. S. C. ***Estudo da corrosão localizada da liga de alumínio 2198-T8 soldada por fricção e mistura***. 2019. 160 p. Tese (Doutorado 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)

Machado, Caruline de Souza Carvalho
Estudo da corrosão localizada da liga de alumínio 2198-T8
soldada por fricção e mistura / Caruline de Souza Carvalho
Machado; orientadora Isolda Costa. -- São Paulo, 2019.
160 p.

Tese (Doutorado) - Programa de Pós-Graduação em Tecnologia
Nuclear (Materiais) -- Instituto de Pesquisas Energéticas e
Nucleares, São Paulo, 2019.

1. Liga Al-Cu-Li. 2. Soldagem. 3. Corrosão localizada. I.
Costa, Isolda, orient. II. Título.

FOLHA DE APROVAÇÃO

Autor: Caruline de Souza Carvalho Machado

Título: Estudo da corrosão localizada da liga de alumínio 2198-T8 soldada por fricção e mistura

Tese apresentada ao programa de Pós-Graduação em Tecnologia Nuclear da Universidade de São Paulo para obtenção do título de Doutor em Ciências.

Data: 19/12/2019

Banca Examinadora

Prof. Dra.: Isolda Costa

Instituição: Instituto de Pesquisa Energéticas e Nucleares – IPEN

Julgamento: Aprovado

Dra.: Zebhour Panossian

Instituição: Instituto de Pesquisas Tecnológicas – IPT

Julgamento: Aprovado

Prof. Dra.: Vanessa de Freitas Cunha Lins

Instituição: Universidade Federal de Minas Gerais – UFMG

Julgamento: Aprovado

Prof. Dr.: Caio Palumbo de Abreu

Instituição: Sociedade Educacional das Américas

Julgamento: Aprovado

AGRADECIMENTOS

À Deus, por sua infinita bondade e misericórdia durante toda a minha vida, por me permitir chegar até aqui e realizar em minha vida muito além do que eu poderia imaginar.

À minha orientadora Dra. Isolda Costa, a qual sou imensamente grata pela oportunidade de ter sido aluna. Obrigada por partilhar seu conhecimento, amizade e cuidado durante todo este trabalho. Sem dúvidas, um exemplo de profissionalismo e dedicação que inspira diariamente aos que convivem com ela. Agradeço também por todas as vezes que me hospedou em sua residência e estendo meus agradecimentos a toda sua família (Dr. Jesualdo L. Rossi, Alexandre, Helena, Dona Dilza) e a Vânia.

À minha família, presente de Deus para mim. Agradeço todos os dias a Deus por tê-los comigo. Por todo amor e cuidado, pelo incentivo durante este trabalho, pelo apoio nos momentos difíceis. Gratidão aos meus pais Arlindo e Glória por me darem condições de estudar, a minha irmã Poliana pela amizade e preocupação comigo e a minha tia Ivanilse. AMO VOCÊS!

À Dra. Mariana X. Milagre, que ao longo desses 14 anos tem compartilhado, além da vida acadêmica, importantes mudanças e momentos na minha vida. Agradeço a Deus pela sua amizade. Gratidão também pelas contribuições técnicas ao longo deste trabalho.

Aos amigos que fiz durante esta jornada: mestre João Victor S. Araujo, doutorando Rafael E. Klumpp e Dra. Rejane M. P. da Silva. Pelos momentos na copa e fora dela que, como eu sempre digo “são esses momentos que levaremos...”. Vocês tornaram essa caminhada mais prazerosa, especialmente neste final. Agradeço também ao João Victor e sua família por me receberem em momentos de confraternização.

Ao Dr. Uyime Donatus por contribuir no meu desenvolvimento acadêmico e pelo seu bom-humor contagiante. *Thanks for everything man, forever!* Ao Dr. Caio P. Abreu e ao mestre Marcelo de Oliveira pelos momentos compartilhados dentro e fora do IPEN. Embora tenha sido um curto período de convivência no laboratório, serão sempre lembrados por mim com muito carinho. Agradeço ainda a Dra. Fernanda M. Queiroz que, mesmo longe, me ajudou com palavras de incentivo em alguns momentos difíceis dessa caminhada.

Aos demais colegas do grupo: Luzinete, Aline, Bárbara, Larissa, Caio, Lílian, Victor A., Marcelo, Eloá, Maurílio, Larissa A., Luís, Chico, Giuseppe, Marília, Maicon e Camila. Juntos compartilhamos das alegrias e preocupações da vida acadêmica. Torço para que todos colham os frutos de anos dedicados à pesquisa.

Agradeço a Dra. Nadine Pébère por me receber durante o doutorado sanduíche e me permitir expandir as fronteiras do conhecimento. A Dra. Emilie Leblon e Dra. Sophie Regner pelo suporte e tempo dispensados a mim durante meu período em Toulouse. Aos amigos Laura Villareal, Giorgios Gakis e Andreas Gavrielides do INP e aos demais de Toulouse que passaram pela minha vida durante este período no exterior. *Merci beacoup!*

Aos meus irmãos em Cristo da PIB Alecrim e da IBR Rio Pequeno, que me sustentaram em oração durante este trabalho. Eterna gratidão a vocês.

Aos meus amigos: Rosália C. de Lima, Tadeu B. Pereira, Daniela A. T. de Souza e Filipe Soares. Obrigada por se fazerem presentes quando as coisas não faziam muito sentido... A todos os amigos que SP me deu, em especial: Ana Carolina, Ana Lúcia, Anna Laura, Suellen, Daniela e Amanda.

Aos meus familiares que em diversos momentos me ajudaram e trouxeram aconchego ao meu coração: Alaíde, Simone, Lu, Valter, Lúcia, Rodrigo, Lenir, Jorge e Vitória! Obrigada a todos!

Agradeço a todos os funcionários e técnicos do IPEN que contribuíram no desenvolvimento deste trabalho, em especial: Glauson, Cebola e Olandir. Ao mestre Maicon e mestranda Bárbara pela colaboração nas medidas de SVET. Aos colaboradores do LnNANO (CNPEM/CNEN) pela contribuição neste trabalho: Dra Maysa Terada, Dr. N. Vishnu V. Mogili, Dr. Victor F. Pereira e Dr. Rafael Giorjão. Ao departamento de mecatrônica da USP, em especial ao mestre Raphael O. Ferreira e professora Izabel F. Machado e ao departamento de Engenharia Metalúrgica da USP, em especial à Dra. Rocio Bendezu. Agradeço aos professores Hercílio G. de Melo, Caio P. Abreu, Idalina V. Aoki e Zebhour Panossian por terem participado de bancas durante avaliações preliminares do meu trabalho. Obrigada pelas importantes contribuições.

Às diversas agências de fomento envolvidas neste trabalho: CAPES-PROEX (88882.333459/2019-01), FAPESP (Proc. 2013/13235-6), CAPES-COFECUB (806-14) e (99999.000400/2016-05), muito obrigada pelo apoio.

RESUMO

MACHADO, Caruline de S.C. **Estudo da corrosão localizada da liga de alumínio 2198-T8 soldada por fricção e mistura.** 2019. 160 p. Tese (Doutorado em Tecnologia Nuclear) – Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares – IPEN-CNEN/SP. São Paulo.

Neste estudo, a microestrutura e a resistência à corrosão da liga AA2198-T8 soldada pelo processo FSW foram investigadas por técnicas microscópicas, ensaios de imersão e eletroquímicos em soluções contendo íons cloreto. Diferentes tipos de corrosão localizada foram observados na liga, os quais foram correlacionados com a microestrutura, principalmente com a presença da fase T1 (Al_2CuLi) e de precipitados micrométricos compostos de Al-Cu-Fe. A simulação do perfil térmico, medidas de microdureza, medidas de calorimetria exploratória diferencial e microscopia eletrônica de transmissão foram usadas para estudar a concentração e distribuição da fase T1 ao longo das zonas afetadas pela solda e vizinhanças. Uma correlação inversa entre a microdureza e a resistência à corrosão localizada severa (CLS) foi obtida e relacionada à concentração da fase T1 nas diferentes zonas da liga soldada. A CLS foi predominante na zona não afetada pela solda, ou metal base (MB), quando testada isoladamente ou acoplada galvanicamente às demais zonas. Quando acopladas galvanicamente, a zona de mistura (ZM) atuou como catodo em relação às zonas vizinhas. No entanto, quando esta zona foi testada isoladamente das demais, a CLS foi observada, entretanto, esta foi associada a fase T2/TB. Diferenças na morfologia e cinética de ataque foram observadas entre a ZM e o MB. As técnicas locais mostraram-se apropriadas para o estudo de corrosão dessas ligas, enquanto que as técnicas eletroquímicas convencionais não apresentaram resolução suficiente para diferenciar os tipos de ataque localizado típicos destas ligas.

Palavras-chave: Ligas Al-Cu-Li; soldagem por fricção e mistura (FSW); corrosão localizada; técnicas eletroquímicas; acoplamento galvânico.

ABSTRACT

MACHADO, Caruline de S.C. **Study of localized corrosion on 2198-T8 aluminum alloy welded by friction stir welding**. 2019. 160 p. Tese (Doutorado em Tecnologia Nuclear) – Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares – IPEN-CNEN/SP. São Paulo.

In this study, the microstructure, the microhardness and the corrosion resistance of the AA2198-T8 alloy welded by the FSW process were investigated by microscopic techniques, immersion tests and electrochemical, global or local, in chloride containing solutions. Different types of localized corrosion were observed in the alloy which were correlated with the microstructure, mainly with the presence of T1 phase (Al_2CuLi) and Al-Cu-Fe micrometric precipitates. Thermal profile simulation, microhardness measurements, differential scanning calorimetry measurements and transmission electron microscopy were used to study the concentration and distribution of T1 phase along the zones affected by the weldment and surrounding. An inverse correlation between the microhardness and severe localized corrosion (SLC) resistance was obtained and related to the concentration of the T1 phase in the different zones of the welded alloy. SLC was predominant in the zone not affected by the weldment, or base metal (BM), when tested alone or galvanically coupled to the other zones. When galvanically coupled, the stir zone (SZ) behaves as a cathode in relation to neighboring zones. SLC was observed in the SZ only when this zone was tested in isolation from the others, however, it was associated with T2/TB phases. Differences in morphology and attack kinetics were observed between the SZ and BM. Local techniques proved to be appropriate for the study of corrosion of these alloys, while conventional electrochemical techniques did not present sufficient resolution to differentiate the typical localized attack types of these alloys.

Keywords: Al-Cu-Li alloys; friction stir welding (FSW); localized corrosion; electrochemical techniques; galvanic coupling.

LISTA DE ABREVIATURAS

AA	<i>Aluminum Association</i>
ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
ISO	<i>International Organization for Standardization</i>
NBR	Norma Brasileira
ASET	<i>Automated Scanning Electrode Technique</i>
ASTM	<i>American Society for Testing and Materials</i>
CFC	Cúbico de Face Centrada
CLS	Corrosão Localizada Severa
CYS	<i>Compressive Yield Strength</i>
DSC	<i>Differential Scanning Calorimetry</i>
DT	<i>Damage Tolerance</i>
E	<i>Elastic Modulus</i>
E_{corr}	Potencial de Corrosão
EDS	<i>Energy Dispersive X-ray Spectroscopy</i>
EIS	<i>Electrochemical Impedance Spectroscopy</i>
EXCO	<i>Constant Immersion Exfoliation Corrosion</i>
FEG	<i>Field Emission Gun</i>
FSSW	<i>Friction Stir Spot Welding</i>
FSW	<i>Friction Stir Welding</i>
GP	Guinier-Preston
ICP-AES	<i>Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry</i>
JLR	<i>Joint Line Remnant</i>
LA	Lado de Avanço
LnNano	Laboratório Nacional de Nano Tecnologia
LR	Lado de Retrocesso
MB	Metal de Base
OCP	Potencial de Circuito Aberto
SAXS	<i>Small Angle X-ray Scattering</i>
SAED	<i>Selected area electron diffraction</i>
ECS	Eletrodo de Calomelano Saturado

SEM	<i>Scanning Electron Microscopy</i>
SIET	<i>Scanning Ion-Selective Electrode Technique</i>
SRET	<i>Scanning Reference Electrode Technique</i>
SVET	<i>Scanning Vibrating Electrode Technique</i>
TEM	<i>Transmission Electron Microscopy</i>
TS	<i>Tensile Strength</i>
TWI	<i>The Welding Institute</i>
ZM	Zona de Mistura
ZTA	Zona Termicamente Afetada
ZTMA	Zona Termomecanicamente Afetada

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Diagrama esquemático do processo de endurecimento por precipitação para uma liga de Al-Cu.....	28
Figura 2 - Diagrama ternário do sistema Al-Cu.	28
Figura 3 - Curva típica de envelhecimento das ligas de Al.....	30
Figura 4 - Fases comumente encontradas na liga AA2198: (a) fase T1 e fase composta β' / δ' ; (b) imagem da área marcada em (a) com maior magnificação; (c) fase θ' ; (d) padrão de difração (SAED) referente à (c).	33
Figura 5 - DSC da liga 2198 submetida aos tratamentos termomecânicos T3, T8 e T851.	34
Figura 6 - Termogramas de calorimetria diferencial de varredura (DSC) obtidos a 10 K/min a partir de amostras do metal base (MB), zona termicamente afetada (ZTA) (4 mm do centro da solda) e da zona de mistura (ZM).	35
Figura 7 - Propriedades de engenharia requeridas para as principais áreas estruturais em uma aeronave de transporte. CYS (resistência à compressão); E (módulo de elasticidade); TS (resistência à tração); DT (propriedades de tolerância a danos, ex. fadiga, crescimento de trincas por fadiga e tenacidade à fratura).	36
Figura 8 - Distribuição de materiais metálicos ou compósitos utilizados nas aeronaves Boeing.....	36
Figura 9 - Utilização de ligas Al-Cu-Li em aeronaves comerciais.....	38
Figura 10 - Relação entre propriedades e a redução do peso da estrutura das aeronaves.....	39
Figura 11 - Esquema de características microestruturais típicas em ligas Al-Li de terceira geração.....	43
Figura 12 - Junta fabricada por meio do processo FSW: (a) convencional e (b) processo FSSW.....	47
Figura 13 – Ilustração esquemática do processo FSW.....	48
Figura 14 - Representação esquemática da seção transversal de uma chapa soldada por FSW: Metal base (MB); Zona termicamente afetada	

(ZTA); Zona termomecanicamente afetada (ZTMA) e Zona de mistura (ZM).....	49
Figura 15 - Distribuição de temperaturas para a liga 7075-T651 soldada por FSW.....	50
Figura 16 - Perfil de temperaturas e valores de microdureza para a liga 2198 soldada por FSW.....	52
Figura 17 - Mapeamento SAXS dos precipitados T1: (a) espessura (Å); (b) fração volumétrica (A.U.) A linha tracejada marca o contorno da região de solda recristalizada.	52
Figura 18 - Mapa de microdureza da liga 2050 soldada pelo processo FSW. .	53
Figura 19 - Ilustração esquemática do processo de corrosão por pites das ligas de alumínio em soluções contendo íons cloreto.....	54
Figura 20 – (a) Superfície da liga AA2198-T851 após 3 h de exposição em solução com 0,01 mol L ⁻¹ NaCl. (b) Ampliação da região delimitada em (a) mostrando trincheiras (setas pretas) ao redor de intermetálicos catódicos e cavidades (setas brancas).....	58
Figura 21 - Imagens ópticas da liga 2099-T83: (a) após imersão em solução de NaCl a 3,5 % por 300 min (b) após remoção dos produtos de corrosão (<i>desmutting</i>).....	59
Figura 22 - Diferentes morfologias observadas na corrosão localizada severa de ligas Al-Cu-Li (a) ataque intergranular na propagação da corrosão; (b) ataque cristalográfico.	60
Figura 23 - Diagrama esquemático ilustrando o mecanismo de iniciação e propagação da corrosão localizada severa na liga 2198 submetida ao tratamento termomecânico T8: (a) diferentes grãos no material; (b-e) reações que ocorrem durante imersão em NaCl; (f) características de corrosão observadas após exposição a solução.	61
Figura 24 - Observação da liga 2050 soldada por FSW após exposição para visualização em gel da variação do pH em consequência dos processos de corrosão: (a) e (c) apenas soldada; (b) e (d) soldada e com tratamento térmico pós-soldagem.....	64
Figura 25 - Curvas de polarização do Al puro e da liga 2024-T3, obtidas com taxa de varredura de 1 mV s ⁻¹ após 7 dias de exposição em solução com 0,1 mol L ⁻¹ de NaCl.	68

Figura 26 - Diagrama que mostra a montagem associada à técnica de varredura do eletrodo vibratório (SVET): (a) eletrodo vibratório; (b) célula eletroquímica; (c) principais componentes do sistema SVET.	70
Figura 27 - Fluxograma da metodologia adotada neste trabalho.	75
Figura 28 - Ferramenta utilizada na soldagem das chapas da liga 2198-T8.	76
Figura 29 - Ilustração do posicionamento dos termopares na amostra soldada por fricção e mistura (FSW).	76
Figura 30 - Liga 2198-T8 soldada pelo processo de fricção e mistura (FSW).	77
Figura 31 - Dimensões das amostras utilizadas na técnica de visualização em gel agar-agar: (a) ZM, ZTMA, ZTA e MB lado de retrocesso (LR); (b) todas as zonas expostas; (c) ZM, ZTMA, ZTA e MB lado de avanço (LA).	80
Figura 33 - Diagrama esquemático mostrando as diferentes zonas de soldagem por fricção e mistura (FSW) avaliadas pelas técnicas eletroquímicas convencionais no lado de retrocesso (LR) da liga 2198-T8. ZM = zona de mistura; ZTMA = zona termomecanicamente afetada; ZTA = zona termicamente afetada; MB = metal base.	82
Figura 34 - Resultados da simulação térmica: (a) comparação entre os dados da simulação e os medidos pelos termopares; (b) mapa térmico em função da distância do centro da junta soldada (vista frontal).	84
Figura 35 - Imagens de microscopia ótica da: (a) superfície de topo da liga 2198-T8 soldada por fricção e mistura (FSW); (b) seção transversal. Ampliação das zonas de soldagem na seção transversal: (c) lado de retrocesso (LR); (d) lado de avanço (LA). Solução de ataque 25% HNO ₃ e 2% HF.	86
Figura 36 - Micrografias de superfície da liga 2198-T8 soldada por fricção e mistura (FSW) mostrando diferença entre a morfologia dos grãos do (a) metal base (MB) e (b) zona de mistura (ZM). Setas pretas indicam algumas partículas constituintes observadas. Diferenças relacionadas à distribuição das partículas constituintes no (c) MB e (d) ZM são evidenciadas. A seta branca indica a direção da deformação da liga. Solução de ataque: 25 % HNO ₃ e 2 % HF.	87

Figura 38 - Mapas elementares TEM-EDS de uma partícula constituinte no metal base (MB) orientada a [-210] com o padrão de difração de área correspondente (<i>selected area diffraction pattern</i> - SAED).	89
Figura 39 - Mapas elementares TEM-EDS de uma região no metal base (MB) da liga 2198-T8 mostrando as partículas constituintes e dispersóides.	90
Figura 40 - Mapas elementares TEM-EDS de uma região na zona de mistura (ZM) mostrando diferenças na composição química das fases presentes.....	91
Figura 41 - Mapas elementares TEM-EDS de uma região na zona de mistura (ZM) da liga 2198-T8 soldada por fricção e mistura (FSW), mostrando a presença de fases enriquecidas em Cu que foram identificadas como possíveis fases TB (Al_7Cu_4Li) e/ou T2 (Al_6CuLi_3). As setas indicam a posição de algumas dessas fases nos contornos de grão.	92
Figura 42 - Termogramas de calorimetria exploratória diferencial (DSC) da zona de mistura (ZM) e do metal base (MB) da liga 2198-T8 obtidos a 10 °C/min.....	93
Figura 43 - (a, b, c) Imagens de microscopia eletrônica de transmissão (TEM) e o padrão de difração de área selecionada (SAED) (d) obtido na orientação [112], mostrando as diferentes fases presentes no metal base (MB) da liga 2198-T8 soldada por fricção e mistura (FSW).	94
Figura 44 - (a) Imagem de microscopia eletrônica de transmissão (TEM) e (b) padrão de difração da área correspondente (SAED) obtido para a orientação $[112]_{Al}$ na região da zona de mistura (ZM) da liga 2198-T8 soldada por fricção e mistura (FSW).	95
Figura 46 - Monitoramento da superfície do metal base (MB) da liga 2198-T8 em função do tempo de exposição em gel de agar com $0,7 \text{ mol L}^{-1}$ relacionado a evolução do processo corrosivo com a variação de pH na superfície da liga As regiões de menor valor de pH foram associadas aos locais de corrosão localizada severa (CLS).	100
Figura 48 - Evolução da corrosão na liga 2198-T8 soldada por fricção e mistura (FSW) durante exposição à solução do ensaio segundo a norma ASTM G110 (composta por 57 g de NaCl e 10 mL de H_2O_2 (30 %) em 1 L de água deionizada), para avaliação da resistência à corrosão	

intergranular: (a) após 20 min; (b) após 6 h; (c) após remoção da solução. Imagens da superfície do (d) metal base (MB) e (e) zona de mistura (ZM) mostrando a diferença no volume de produtos de corrosão formados sobre as zonas de soldagem. 104

Figura 49 - (a) Imagem da zona misturada (ZM) e (b) mapa de espectroscopia de raios X por dispersão em energia (EDS) para o cobre (Cu) da liga 2198-T8 soldada pelo processo de fricção e mistura (FSW) após 6 h de exposição à solução do ensaio segundo norma ASTM G110 (composta por 57 g de NaCl e 10 mL de H₂O₂ (30 %) em 1 L de água deionizada). Setas indicam algumas regiões onde houve enriquecimento em Cu..... 105

Figura 51 - Superfície da liga 2198-T8 soldada por fricção e mistura (FSW) e exposta por 6h à solução (composta por 57 g de NaCl e 10 mL de H₂O₂ (30 %) em 1 L de água deionizada) do ensaio de corrosão intergranular segundo a norma ASTM G110. (a) Visão macroscópica da superfície da amostra soldada; (b, c) imagens da seção transversal do metal base (MB) mostrando corrosão intergranular (seta vermelha) e intragranular (seta amarela). 107

Figura 52 - Correlação entre a microdureza, perfil de temperatura e resistência à corrosão da liga 2198-T8 soldada pelo processo de fricção e mistura após ensaio de corrosão intergranular segundo ASTM G110 (composta por 57 g de NaCl e 10 mL de H₂O₂ (30 %) em 1 L de água deionizada): (a) vista parcial da superfície da amostra; (b) perfil parcial da microdureza e temperatura; (c) seção transversal de diferentes zonas indicadas por 1, 2 e 3 em (a). 108

Figura 53 - Variação potencial de circuito aberto (OCP) em função do tempo da zona de mistura (ZM) e do metal base (MB) na solução do ensaio de corrosão intergranular segundo a norma ASTM G110 (57 g de NaCl e 10 mL de H₂O₂ (30 %) em 1 L de água deionizada)..... 110

Figura 54 - Superfície corroída da zona de mistura (ZM) e do metal base (MB) da liga 2198-T8 soldada pelo processo de fricção e mistura (FSW) (a) após 15 min e (b) 4 h de exposição à solução do ensaio segundo a ASTM G110 (57 g de NaCl e 10 mL de H₂O₂ (30 %) em 1L de água deionizada). 111

Figura 55 - Superfície da liga 2198-T8 soldada por fricção e mistura (FSW) após 24 h de imersão em solução com 0,005 mol L ⁻¹ de NaCl. As setas indicam pontos de corrosão localizada severa (CLS) e regiões onde ocorre a deposição de produto de corrosão.	113
Figura 56 - Micrografia obtida por microscopia eletrônica de varredura (MEV) da zona de mistura (ZM) da liga 2198-T8 soldada por fricção e mistura (FSW) após 24 h de imersão em solução de 0,005 mol L ⁻¹ de NaCl. As setas indicam cavidades na superfície após a exposição à solução corrosiva.	114
Figura 57 - Microscopia ótica da superfície das zonas de soldagem por fricção e mistura (FSW) da liga 2198-T8 imersas isoladamente por 24 h em solução de 0,005 mol L ⁻¹ de NaCl; (a, b, c) zona de mistura (ZM); (d, e, f) metal base (MB).	115
Figura 58 - Variação do potencial de circuito aberto (OCP) da zona de mistura da liga AA2198-T8 soldada pelo processo FSW em solução com 0,005 mol L ⁻¹ de NaCl.	117
Figura 59 - (a) Superfície da zona de mistura (ZM) da liga 2198-T8 soldada por fricção e mistura (FSW) após 8 h de exposição à solução com 0,005 mol L ⁻¹ de NaCl; (b) propagação integranular da corrosão localizada severa (CLS) observada em maior aumento.	117
Figura 60 - Superfície da zona de mistura (ZM) da liga 2198-T8 soldada por fricção e mistura (FSW) após 8 h de exposição à solução com 0,005 mol L ⁻¹ de NaCl mostrando diferentes tipos de corrosão localizada (a): (b, e, g, h) corrosão localizada severa (CLS); (c, f) produtos de corrosão; (d, i) corrosão associada às partículas micrométricas.	118
Figura 62 - Composição química média das partículas micrométricas presentes na liga 2198-T8 obtida por espectroscopia de raios X por dispersão em energia (EDS), antes e após imersão por 8 h em solução com 0,005 mol L ⁻¹ de NaCl.	121
Figura 63 - (a) Superfície da zona de mistura (ZM) da liga 2198-T8 soldada por fricção e mistura (FSW) após 8 h de exposição à solução com 0,005 mol L ⁻¹ de NaCl mostrando área protegida catodicamente; (b) diferentes locais com ataque intergranular (c) partículas constituintes preservadas.	122

- Figura 64 - Superfície da zona de mistura (ZM) da liga 2198-T8 soldada por fricção e mistura (FSW) após 8 h de imersão em solução com $0,005 \text{ mol L}^{-1}$ de NaCl, mostrando ataque intergranular e remoção de precipitados localizados nos contornos de grão. 123
- Figura 65 - Mapas de densidade de corrente iônica obtidos pela técnica de varredura do eletrodo vibratório (SVET) referente à zona de mistura (ZM) da liga 2198-T8 soldada por fricção e mistura (FSW) para vários tempos de exposição à solução com $0,005 \text{ mol L}^{-1}$ de NaCl. 124
- Figura 66 - Densidade de corrente obtida nos pontos 1, 2, e 3, indicados na Figura 78 para a zona de mistura (ZM) da liga 2198-T8 soldada por fricção e mistura (FSW) em função do tempo de exposição à solução com $0,005 \text{ mol L}^{-1}$ de NaCl. A densidade de corrente foi estimada a partir dos resultados obtidos pela técnica de varredura do eletrodo vibratório (SVET). 125
- Figura 67 - Zona de mistura (ZM) da liga 2198-T8 soldada por fricção e mistura (FSW) após 24 h de exposição à solução de $0,005 \text{ mol L}^{-1}$ de NaCl. (a) Área de corrosão localizada mostrando diferentes tipos de ataque (trincheiras e intergranular) e ampliação das áreas indicadas como (b) 1; (c) 2; (d) ampliação da área indicada em (c); (e) 3; (f) 4. 126
- Figura 68 - Variação do potencial de circuito aberto (OCP) do metal base (MB) da liga 2198-T8 soldada por fricção e mistura (FSW) em função do tempo de exposição em solução com $0,005 \text{ mol L}^{-1}$ de NaCl. 127
- Figura 69 - Superfície do metal base (MB) da liga 2198-T8 soldada por fricção e mistura (FSW) após 8 h de exposição a solução com $0,005 \text{ mol L}^{-1}$ de NaCl. As setas indicam local de corrosão localizada severa (CLS). 128
- Figura 70 - Superfície do metal base (MB) da liga 2198-T8 soldada por fricção e mistura (FSW) após 8 h de exposição à solução com $0,005 \text{ mol L}^{-1}$ de NaCl mostrando diferentes tipos de corrosão localizada: (a) : (b -f) corrosão localizada severa (CLS); (g- i) corrosão associada as partículas micrométricas; (j-l) produtos de corrosão ao redor da CLS. 129
- Figura 71 - Mapas de densidade de corrente iônica obtidos pela técnica de varredura do eletrodo vibratório (SVET) do metal base (MB) da liga

2198-T8 após diferentes tempos de exposição à solução com 0,005 mol L ⁻¹ de NaCl.....	131
Figura 72 - Densidade de corrente obtida nos pontos 1, 2, e 3 indicados na Figura 71 para o metal base (MB) da liga 2198-T8 soldada por fricção e mistura (FSW) em função do tempo de exposição à solução com 0,005 mol L ⁻¹ de NaCl. A densidade de corrente foi estimada a partir dos resultados obtidos pela técnica de varredura do eletrodo vibratório (SVET).....	132
Figura 73 - Mapas de densidade corrente iônica obtidas pela técnica de varredura do eletrodo vibratório (SVET) da liga 2198-T8 soldada por fricção e mistura (FSW) para diferentes tempos de imersão em solução com 0,005 mol L ⁻¹ NaCl. As análises foram realizadas a partir do metal base (MB) até a zona termomecanicamente afetada/zona de mistura (ZTMA/ZM) no lado de retrocesso da liga soldada.	135
Figura 74 - (a) Curvas de polarização catódica para diferentes regiões da liga 2198-T8 soldada pelo processo FSW após 30 minutos de imersão em solução com 0,005 mol L ⁻¹ de NaCl: metal base (MB); zona termicamente afetada à 14 mm do centro da junta soldada (ZTA 3); zona termicamente afetada à 10 mm do centro da junta soldada (ZTA 2); à 6 mm do centro da junta soldada – (ZTMA/ZTA1); zona de mistura (ZM). (b) Ampliação da região de OCP mostrada em (a). ..	137
Figura 75 - Superfície das diferentes zonas de soldagem por fricção e mistura (FSW) da liga 2198-T8 após polarização catódica: (a) metal base (MB); (b) zona termicamente afetada à 14 mm do centro da junta soldada (ZTA 3); (c) zona termicamente afetada à 10 mm do centro da junta soldada (ZTA 2); (d) zona à 6 mm do centro da junta soldada (ZTMA/ZTA1); (e) zona de mistura (ZM).	138
Figura 76 - Curvas de polarização anódica para diferentes zonas da liga 2198-T8 soldadas por fricção e mistura (FSW) após 30 min de imersão em solução com 0,005 mol L ⁻¹ de NaCl: metal base (MB); zona termicamente afetada à 14 mm do centro da junta soldada (ZTA 3); zona termicamente afetada à 10 mm do centro da junta soldada (ZTA 2); à 6 mm do centro da junta soldada (ZTMA/ZTA1); zona de mistura (ZM).	139

- Figura 77 - Superfície das diferentes zonas de soldagem por fricção e mistura (FSW) da liga 2198-T8 após polarização anódica: (a) metal base (MB); (b) zona termicamente afetada à 14 mm do centro da junta soldada (ZTA 3); (c) zona termicamente afetada à 10 mm do centro da junta soldada (ZTA 2); (d) à 6 mm do centro da junta soldada (ZTMA/ZTA1); (e) zona de mistura (ZM). 140
- Figura 78 - Superfície das diferentes zonas da liga 2198-T8 soldada por fricção e mistura (FSW) após 4 h de exposição à solução com $0,005 \text{ mol L}^{-1}$ de NaCl: (a) metal base (MB); (b) zona termicamente afetada à 14 mm do centro da junta soldada (ZTA 3); (c) zona termicamente afetada à 10 mm do centro da junta soldada (ZTA 2); (d) à 6 mm do centro da junta soldada (ZTMA/ZTA1); (e) zona de mistura (ZM). ... 141
- Figura 79 - Corrosão localizada severa (CLS) após 4 h de exposição à solução com $0,005 \text{ mol L}^{-1}$ de NaCl: (a) metal base (MB); (b) zona termicamente afetada à 14 mm do centro da junta soldada (ZTA 3); (c) zona termicamente afetada à 10 mm do centro da junta soldada (ZTA 2); (d) à 6 mm do centro da junta soldada (ZTMA/ZTA1); (e) zona de mistura (ZM). As imagens correspondem aos locais apontados pelas setas na Figura 78..... 142
- Figura 80 - Diagrama esquemático (superfície superior) mostrando as diferentes zonas de soldagem avaliadas de maneira isolada no lado de retrocesso da liga 2198-T8 soldada por fricção e mistura. 143

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Designação para ligas de Al forjadas e seus principais elementos de liga.....	26
Tabela 2 - Designação das têmperas aplicadas às ligas de Al	30
Tabela 3 - Classificação das têmperas “T”	31
Tabela 4 - Principais fases (partículas constituintes, dispersóides e precipitados) encontradas na liga AA2198.	32
Tabela 5 - Densidade de diferentes ligas de Al.	40
Tabela 6 - Composição química (% em massa) típica da liga AA2198.	40
Tabela 7 – Principais fases encontradas nas ligas Al-Li.....	42
Tabela 9 - Avaliação da suscetibilidade à corrosão de ligas Al-Cu-Li através de técnicas eletroquímicas (continua).	71
Tabela 10 - Avaliação da suscetibilidade à corrosão de ligas Al-Cu-Li soldadas por FSW por meio de técnicas eletroquímicas.	73
Tabela 11- Composição química (% em massa) da liga AA2198-T8 obtida por espectroscopia de emissão atômica com fonte de plasma (ICP-OES).....	74
Tabela 12 - Resultado da análise por EDS das partículas micrométricas constituintes apresentadas na Figura 38.....	88
Tabela 13 - Resultado da análise por EDS da partícula (área 1) indicada na Figura 41.	91
Tabela 14 – Resumo das características apresentadas pela zona de mistura (ZM) e metal base (MB) da liga 2198-T8 soldada por fricção e mistura (FSW).	99
Tabela 15 – Análise por espectroscopia de raios X por dispersão em energia (EDS) das partículas constituintes micrométricas localizadas na zona de mistura (ZM) da liga 2198-T8 soldada por fricção e FSW após 8 h de exposição à solução de 0,005 mol L ⁻¹ de NaCl.	120
Tabela 16 - Características eletroquímicas observadas para a ZM e o MB. ...	132
Tabela 17 - Resumo das principais informações obtidas neste trabalho para as diferentes zonas (lado de retrocesso) da liga 2198-T8 soldada por fricção e mistura quando avaliadas isoladamente. As análises do	

metal base (MB) foram realizadas em uma amostra não submetida
ao processo de soldagem. 144

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	22
2	OBJETIVO	25
2.1	Objetivos específicos.....	25
3	REVISÃO DA LITERATURA	26
3.1	Alumínio e suas ligas.....	26
3.1.1	Endurecimento estrutural das ligas de Al	27
3.1.2	Classificação das têmperas.....	30
3.1.3	Microestrutura resultante do processamento das ligas de Al	31
3.2	Ligas de alumínio para a indústria aeronáutica.....	35
3.2.1	Ligas Alumínio-Lítio (Al-Li).....	38
3.2.1.1	Liga AA2198	40
3.2.1.2	Relação entre propriedades mecânicas e microestrutura	42
3.3	Soldagem de ligas de alumínio	45
3.3.1	Princípios do processo FSW	47
3.3.2	Microestrutura das juntas soldadas por FSW	48
3.3.3	Propriedades resultantes da soldagem pelo processo FSW	51
3.4	Corrosão em ligas de alumínio	53
3.4.1	Corrosão por pites	54
3.4.2	Corrosão intergranular.....	55
3.4.3	Corrosão galvânica.....	56
3.4.4	Corrosão das ligas Al-Cu-Li.....	56
3.4.4.1	Corrosão localizada	57
3.4.4.2	Corrosão localizada severa (CLS)	59
3.4.5	Corrosão em ligas de Al soldadas por FSW	62
3.5	Técnicas eletroquímicas para avaliação da resistência à corrosão	66

3.5.1	Técnicas eletroquímicas convencionais	66
3.5.1.1	Medidas de potencial de circuito aberto (OCP).....	66
3.5.1.2	Polarização potenciodinâmica	67
3.5.2	Técnica de varredura do eletrodo vibratório (SVET)	68
3.5.3	Emprego das técnicas eletroquímicas na análise de resistência à corrosão de ligas Al-Cu-Li	70
4	MATERIAL E MÉTODOS.....	74
4.1	Material.....	74
4.2	Métodos.....	74
4.2.1	Parâmetros de soldagem e aquisição de dados de temperatura.....	75
4.2.2	Caracterização microestrutural.....	77
4.2.2.1	Microscopia ótica	77
4.2.2.2	Microscopia eletrônica de varredura (MEV).....	78
4.2.2.3	Microscopia eletrônica de transmissão (TEM)	78
4.2.2.4	Microdureza Vickers.....	78
4.2.2.5	Calorimetria exploratória diferencial (DSC).....	79
4.2.3	Avaliação da resistência à corrosão	79
4.2.3.1	Técnica de visualização em gel agar-agar para identificar áreas catódicas e anódicas.....	79
4.2.3.2	Ensaio de imersão em soluções de elevada e baixa concentração de íons cloreto.....	80
4.2.3.3	Técnicas eletroquímicas convencionais.....	81
4.2.3.4	Técnica de varredura do eletrodo vibratório (SVET).....	82
5	RESULTADOS E DISCUSSÃO	84
5.1	Simulação térmica.....	84
5.2	Caracterização microestrutural.....	85
5.3	Perfil térmico e microdureza	96
5.4	Avaliação da resistência à corrosão.....	99

5.4.1	Técnica de visualização em gel de agar para identificar áreas catódicas e anódicas	100
5.4.2	Ensaio de suscetibilidade à corrosão intergranular (ASTM G110).	103
5.4.3	Corrosão da liga soldada em meio com baixa concentração de cloreto (solução com 0,005 mol L ⁻¹ de NaCl)	112
5.4.3.1	Estudo da corrosão na zona de mistura (ZM)	116
5.4.3.2	Estudo da corrosão no metal base (MB)	127
5.4.3.3	Demais zonas da solda	133
6	CONCLUSÕES	145
7	TRABALHOS FUTUROS	146
8	REFERÊNCIAS	147

1 INTRODUÇÃO

O Al puro possui elevada resistência à corrosão devido à formação de uma película passiva (óxido do metal) na superfície que protege o mesmo contra o ataque corrosivo. Entretanto, o uso do Al nessa condição é restrito a aplicações nas quais uma elevada resistência mecânica não é requerida. Uma forma de alterar as propriedades mecânicas deste material é por meio da adição de elementos químicos, resultando em ligas com propriedades superiores [1,2]. A adição de Li às ligas de Al permite a obtenção de materiais de alta resistência mecânica. Devido à sua baixa densidade ($0,54 \text{ g/cm}^3$) e alta solubilidade no Al, este elemento tem sido adicionado, obtendo-se ligas Al-Li, atrativas para aplicações aeroespaciais. Para cada 1 % em massa de Li inserido, há uma redução de cerca de 3 % na densidade e aumento de aproximadamente 6 % no módulo de elasticidade da liga [3–5]. A liga AA2198 compõe a terceira geração de ligas Al-Li, também conhecidas como Al-Cu-Li, que foram desenvolvidas como potenciais substitutas para as ligas convencionais de Al da série 2XXX [6,7].

A inserção de diferentes elementos de liga no Al permite que segundas fases (partículas constituintes, precipitados) sejam formadas, as quais possuem atividade eletroquímica diferente da matriz, tornando o material suscetível à corrosão localizada devido à formação de micropilhas galvânicas [8,9]. Durante o processo de solidificação da liga, devido à redução da solubilidade de determinados elementos no alumínio, partículas constituintes de ordem micrométrica são geradas. Essas partículas podem ser anódicas ou catódicas em relação à matriz, resultando em dois tipos principais de ataque. O ataque por trincheiras (em inglês *trenching*) é assim denominado, pois as partículas constituintes micrométricas são catódicas em relação à matriz. Deste modo ao se dissolver, valas são geradas entre a partícula e a matriz não atacada. O ataque por dissolução seletiva de partículas constituintes está relacionado às partículas que são anódicas em relação à matriz. Nesse caso, a partícula constituinte é enriquecida em um elemento anódico em relação à matriz. Assim

esse elemento é dissolvido preferencialmente enquanto a matriz permanece protegida [10].

Além das partículas constituintes micrométricas, existem precipitados nanométricos nas ligas Al-Cu-Li, os quais são formados durante o processamento termomecânico e participam ativamente no aumento da resistência mecânica da liga. A fase T1 (Al_2CuLi) é descrita como o principal precipitado responsável pelo aumento da resistência mecânica dessas ligas, entretanto, esta fase apresenta efeitos adversos na resistência à corrosão, contribuindo diretamente para o desenvolvimento do caso mais grave de corrosão localizada, denominado corrosão localizada severa (CLS) [11–15]. A CLS é uma corrosão por pite que apresenta características peculiares, tais como: anéis de produtos de corrosão circundando o local de ataque, evolução de gás hidrogênio (H_2), e área protegida ao redor do sítio anódico [14–17].

As ligas de alumínio são difíceis de serem soldadas por métodos convencionais e, conseqüentemente, as peças usadas na indústria aeronáutica são, geralmente, unidas por rebites, o que aumenta o peso das aeronaves. Na década de 90, o processo de soldagem por fricção e mistura (*Friction Stir Welding - FSW*), foi desenvolvido, o qual foi considerado apropriado para ligas de alumínio, uma vez que é um processo de soldagem em estado sólido (sem fusão) que resulta em soldas de alta qualidade [18–21]. Os movimentos de rotação e translação da ferramenta utilizada no processo FSW geram uma assimetria na peça soldada. O lado da solda no qual a ferramenta gira na mesma direção do avanço transversal é chamado de lado de avanço (LA), enquanto o outro lado, onde a rotação da ferramenta se opõe à direção de deslocamento, é conhecido como lado de retrocesso (LR) [22]. Durante o processo de soldagem, a deformação plástica acompanha a rotação da ferramenta, arrastando o material e gerando calor suficiente para alterar a distribuição de fases e do tamanho de grão, causar recristalização e, conseqüentemente, gerar uma microestrutura heterogênea formada por zonas que apresentam diferentes propriedades mecânicas e resistência à corrosão [1,18,22–24]. Os efeitos térmicos e mecânicos do processo FSW produzem

diferentes zonas, tais como: zona termicamente afetada (ZTA), zona termomecanicamente afetada (ZTMA) e a zona de mistura (ZM). Além disso, há uma região que não é afetada pelo processo FSW, geralmente chamada de metal base (MB).

A resistência à corrosão é uma questão importante relacionada a componentes soldados, uma vez que o ataque da liga pode induzir falhas estruturais. Na tentativa de evitar incidentes, vários autores estudaram a corrosão de juntas soldadas, a fim de prever as zonas menos resistentes e explicar seu comportamento [13,25–29]. Muitas técnicas têm sido empregadas para este fim, incluindo ensaios de imersão (corrosão intergranular, esfoliação) e testes eletroquímicos. Embora muitos autores tenham estudado a resistência à corrosão de ligas de alumínio soldadas por FSW, não há consenso na literatura sobre quais são as zonas mais suscetíveis à corrosão, uma vez que os parâmetros de soldagem e a composição da liga exercem grande influência neste processo. Além disso, a maioria dos trabalhos encontrados na literatura foi realizada em soluções de alta concentração de cloreto, fortemente agressivas às ligas Al-Cu-Li [25,26,30,31], o que pode mascarar alguns dos fenômenos envolvidos, principalmente aqueles relacionados à camada passiva, na superfície da liga. Assim, estudos de corrosão em componentes soldados realizados com soluções de baixa concentração de cloreto (como utilizado neste trabalho) mostram-se apropriados, contribuindo para preencher a limitação de informações disponíveis nestas condições.

Neste trabalho, a influência do processo de soldagem por FSW na microestrutura e resistência à corrosão da liga 2198-T8 foi estudado. O desempenho frente à corrosão da liga AA2198-T8 soldada por FSW foi avaliado em meios de baixa e elevada agressividade. Técnicas eletroquímicas convencionais e localizadas foram empregadas e os resultados obtidos foram correlacionados com a microestrutura a fim de explicar o comportamento das diferentes zonas quando expostas ao meio corrosivo.

2 OBJETIVO

O objetivo do presente trabalho foi estudar a influência do processo de soldagem por fricção e mistura (FSW, do inglês *friction stir welding*) na microestrutura e resistência à corrosão da liga 2198-T8, caracterizando as diferentes zonas afetadas pelo processo de soldagem e o metal base por meio de técnicas eletroquímicas e de caracterização microestrutural.

2.1 Objetivos específicos

- Caracterizar a microestrutura da liga AA2198-T8 e as diferentes regiões de soldagem geradas pelo processo FSW por meio de diferentes técnicas de microscopia, DSC, perfil térmico e medidas de microdureza;
- Utilizar eletrólito com baixa e elevada concentração de íons cloreto para avaliação da resistência à corrosão e efeitos de acoplamento galvânico.
- Estudar o desenvolvimento da CLS e sua influência na resposta eletroquímica de técnicas convencionais e localizada;
- Compreender como as modificações geradas pelo processo de soldagem influenciam na resistência à corrosão da junta soldada quando todas as zonas são expostas simultaneamente;
- Investigar detalhadamente o comportamento da ZM e do MB quando expostos isoladamente.

3 REVISÃO DA LITERATURA

3.1 Alumínio e suas ligas

A baixa densidade do alumínio (2700 kg/m^3), cerca de três vezes menor que o aço, tem sido uma propriedade decisiva na escolha de suas ligas para diversas aplicações, dentre elas na indústria de transporte [32]. Outro fator importante, para a seleção deste material, é a sua resistência à corrosão. Embora o Al puro possua boa resistência à corrosão e baixa densidade, sua resistência mecânica não é satisfatória para algumas aplicações. Uma alternativa para aliar boa resistência à corrosão e boas propriedades mecânicas é através da produção de ligas, em que outros elementos são adicionados ao Al a fim de aumentar a sua resistência mecânica.

O Al puro e suas ligas têm estrutura cúbica de face centrada (CFC), a qual é estável até seu ponto de fusão ($657 \text{ }^\circ\text{C}$). Uma vez que a estrutura CFC contém múltiplos planos de deslizamento, essa estrutura contribui grandemente para a excelente conformabilidade dessas ligas. Apenas alguns elementos têm alta solubilidade no Al para serem considerados os seus principais elementos de liga, dentre os quais se encontram: cobre (Cu), magnésio (Mg), silício (Si), zinco (Zn) e lítio (Li). Outros elementos de liga importantes, entretanto de baixa solubilidade, são os metais de transição como: cromo (Cr), manganês (Mn), e zircônio (Zr). Estes são, normalmente, adicionados para atuarem no controle de grão do material [1]. A ABNT NBR ISO 209 classifica as ligas de Al em função dos seus principais elementos de liga, conforme indicado na Tabela 1.

Tabela 1 - Designação para ligas de Al forjadas e seus principais elementos de liga.

Série	Teor de Al ou elemento ligante principal
1XXX	99,00 % (em massa) mínimo
2XXX	Cu
3XXX	Mn
4XXX	Si
5XXX	Mg
6XXX	Mg e Si
7XXX	Zn
8XXX	Outros

Fonte: Adaptado de [1]

3.1.1 Endurecimento estrutural das ligas de Al

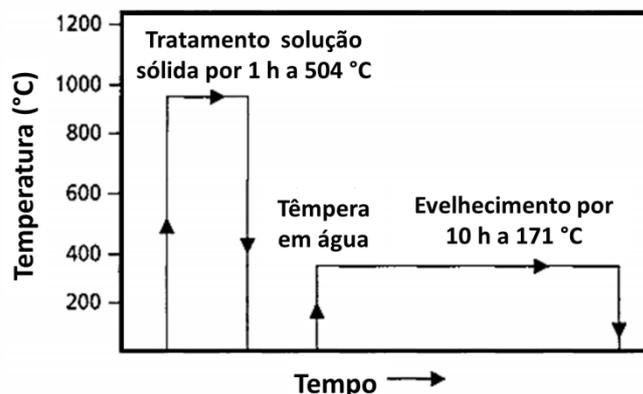
As ligas forjadas podem ser classificadas em dois grupos distintos, segundo o ponto de vista metalúrgico, a saber: endurecíveis por deformação e por envelhecimento. De maneira geral, todas as ligas podem ser endurecidas por deformação, entretanto, para o Al, essa designação é utilizada apenas para as ligas das séries que não podem ser endurecidas por precipitação (envelhecimento), a saber, 1XXX, 3XXX, 5XXX e 8XXX [2].

Para que uma liga possa ser endurecida por precipitação (envelhecimento), certas condições devem ser satisfeitas [1]:

- A liga deve conter no mínimo um elemento ou composto em quantidade suficiente, cuja solubilidade em solução sólida no Al diminui com a redução da temperatura. Em outras palavras, o elemento ou composto deve ter alta solubilidade em altas temperaturas, e mínima solubilidade em baixas temperaturas. Elementos que têm essa característica são o Cu, Zn, Si e Mg, e alguns dos compostos formados são: CuAl_2 , Mg_2Si e MgZn_2 . Embora essa regra seja uma exigência, ela não é suficiente para resultar no endurecimento por tratamento térmico;
- O elemento ou composto em solução sólida deve ser capaz de, durante o tratamento térmico, formar um fino precipitado que produz deformação no retículo cristalino da matriz.

As ligas das séries 2XXX, 6XXX e 7XXX atendem os requisitos apresentados acima e, portanto, podem ser endurecidas por precipitação. O processo de endurecimento por precipitação compreende três etapas: (1) tratamento térmico de solubilização, (2) resfriamento brusco e (3) envelhecimento. A Figura 1 ilustra o procedimento.

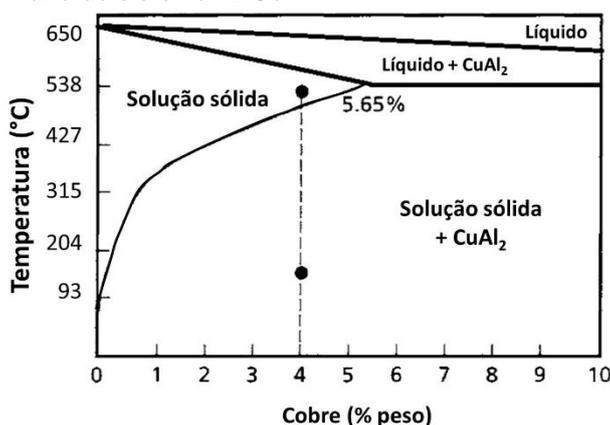
Figura 1 - Diagrama esquemático do processo de endurecimento por precipitação para uma liga de Al-Cu.



Fonte: Adaptado de [1].

Considerando o sistema Al-Cu (Figura 2), se uma liga de Al com 4 % (massa) de Cu é aquecida a 504 °C e mantida por 1 h nesta temperatura, o Cu estará em solução sólida no Al. Após este tratamento térmico, se a liga é resfriada rapidamente em água até a temperatura ambiente, o Cu é mantido em solução. Posteriormente, se a liga é envelhecida artificialmente a 171 °C por 10 h, ocorre a precipitação de partículas muito finas de CuAl_2 , aumentando a dureza e a resistência do material [1].

Figura 2 - Diagrama ternário do sistema Al-Cu.



Fonte: Adaptado de [1].

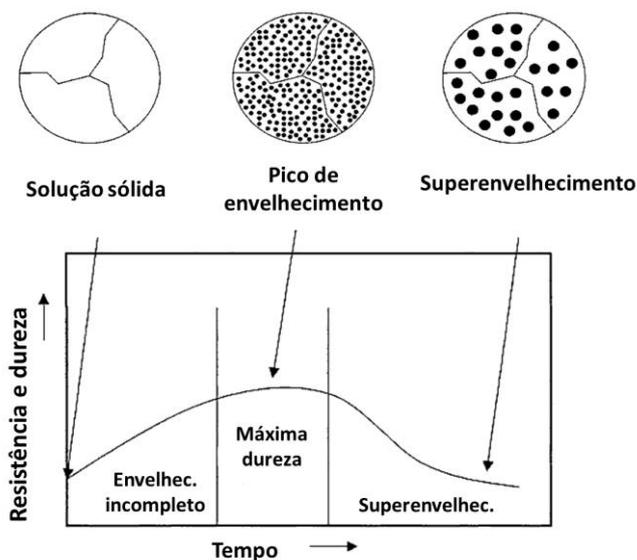
O endurecimento por precipitação ocorre devido à formação de precipitados submicroscópicos que deformam severamente o retículo cristalino da matriz, sendo este efeito maximizado quando o precipitado é coerente com a mesma.

O precipitado é coerente quando o arranjo atômico do precipitado e da matriz são iguais. Entretanto, apesar de não apresentar descontinuidade com o retículo cristalino, os espaçamentos atômicos são diferentes o bastante para distorcer o mesmo, causando aumento na resistência pela obstrução e retardamento no movimento das discordâncias. No sistema Cu-Al, o aglomerado de soluto precipitado é chamado de zona Guinier-Preston (GP), a qual é rica em soluto completamente coerente com a matriz. As zonas GP são extremamente finas, com tamanhos da ordem de dezenas de angstroms. O formato exato, tamanho e distribuição das zonas GP dependem da liga, temperatura e processamento do produto. A progressão de endurecimento por precipitação no sistema Cu-Al é [1]:

Solução sólida supersaturada → “Clustering” → Zonas GP → θ'' → θ' → θ

As zonas GP normalmente se desenvolvem no envelhecimento a temperatura ambiente. Durante o aquecimento, as zonas GP desenvolvem um precipitado intermediário (θ'') o qual tem estrutura tetragonal em forma de placas que mantém a coerência com a matriz, aumentando ainda mais a deformação na matriz e proporcionando elevados níveis de resistência. Seguindo o aquecimento, θ'' é substituído por um segundo precipitado intermediário, θ' , o qual não é coerente com a matriz. Por este motivo, a resistência começa a diminuir, e a liga passa a ser denominada superenvelhecida. Na condição de maior resistência, entretanto, ambos os precipitados, θ'' e θ' , estão presentes. O aquecimento adicional da liga causa a transformação de θ' em θ (CuAl_2). A progressão do processo de envelhecimento é apresentada esquematicamente na Figura 3 [1].

Figura 3 - Curva típica de envelhecimento das ligas de Al.



Fonte: Adaptado de [1].

3.1.2 Classificação das têmperas

Segundo a ABNT [33], as têmperas são classificadas de acordo com os processos a que se submetem os produtos, conforme Tabela 2.

Tabela 2 - Designação das têmperas aplicadas às ligas de Al

Nomenclatura	Têmpera
F	Como fabricada
O	Recozida
H	Encruada
W	Solubilizada
T	Tratada termicamente

Fonte: Adaptado de [33]

A liga utilizada neste trabalho foi submetida à têmpera "T" (tratada termicamente), a qual é aplicada aos produtos que sofrem tratamento térmico, com ou sem deformação plástica complementar, que produz propriedades físicas estáveis e diferentes das obtidas com "F", "O" e "H". A letra "T" deve ser seguida por um ou mais dígitos que indicam a seqüência dos processos básicos realizados: tratamentos térmicos ou deformações plásticas, conforme Tabela 3.

Tabela 3 - Classificação das têmperas “T”.

Série	Tratamento
T1	Envelhecido naturalmente
T2	Encruado e envelhecido naturalmente
T3	Solubilizado, encruado e envelhecido naturalmente
T4	Solubilizado e envelhecido naturalmente
T5	Envelhecido artificialmente
T6	Solubilizado e envelhecido artificialmente
T7	Solubilizado e superenvelhecido
T8	Solubilizado, encruado e envelhecido artificialmente
T9	Solubilizado, envelhecido artificialmente e encruado
T10	Encruado e envelhecido artificialmente

Fonte: Adaptado de [33].

O tratamento T8 compreende as etapas de solubilização, encruamento e envelhecimento artificial. Durante a solubilização o material é aquecido em temperatura suficiente para que um ou vários componentes da liga sejam solubilizados, seguido de um resfriamento rápido para manter os mesmos em solução sólida. O trabalho a frio realizado antes do envelhecimento ajuda a nuclear precipitados, diminuir o número e o tamanho dos precipitados nos contornos de grão e reduzir o tempo de envelhecimento necessário para atingir o pico de resistência [1].

A escolha do tratamento termomecânico é uma etapa importante do processo, uma vez que ele afetará a microestrutura resultante e as propriedades mecânicas e de corrosão do material. Ligas com composição química similar podem resultar em propriedades completamente diferentes, variando-se apenas o tratamento termomecânico empregado [17,34–37].

3.1.3 Microestrutura resultante do processamento das ligas de Al

O processo produtivo das ligas de Al gera uma microestrutura complexa, contendo diferentes fases, as quais podem ser classificadas como [38–40]:

- Partículas constituintes micrométricas: formadas em elevada temperatura durante a solidificação da liga a partir de impurezas ou elementos insolúveis, sendo incapazes de se dissolver durante o processamento termomecânico subsequente. Os processos de laminação e extrusão tendem a quebrar e alinhar as partículas

constituintes, sendo estas frequentemente encontradas aglomeradas. Apresentam formato irregular, com dimensões da ordem de dezenas de microns;

- **Dispersóides:** são partículas pequenas (0,05 – 0,5) μm , formadas predominantemente durante a homogeneização do lingote, contendo elementos de liga altamente insolúveis no Al. Os elementos mais comuns que favorecem a precipitação de dispersóides são o Cr, Ti e Zr. Estes elementos auxiliam no controle do tamanho de grão e recristalização do material, sendo homogeneamente dispersos na liga;
- **Precipitados:** são formados através de nucleação e crescimento a partir de uma solução sólida supersaturada durante a etapa de envelhecimento. Podem ter formatos variados (esférico, agulhas, placas) e dimensões nanométricas. Sua natureza é altamente dependente dos elementos de liga presentes, da sua concentração e das condições do tratamento termomecânico empregado. É necessário considerar os diversos diagramas de fases para prever quais fases poderão ser formadas.

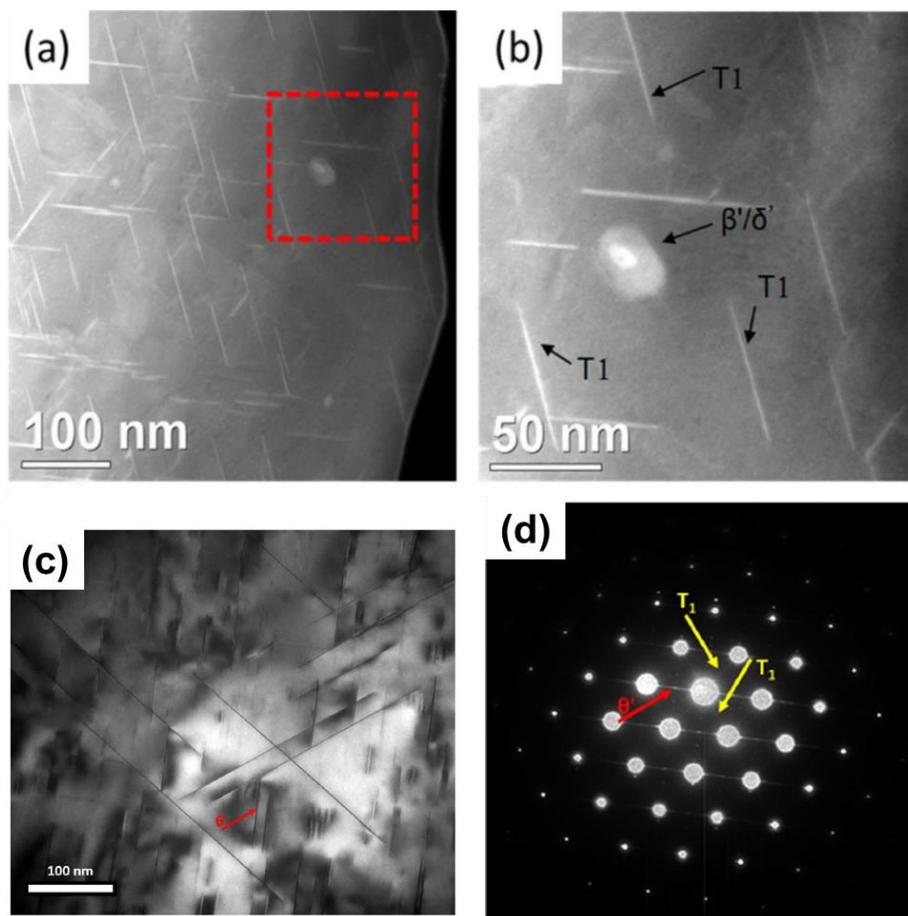
A Tabela 4 agrupa as fases que são comumente encontradas na liga AA2198 e reportadas na literatura por diversos autores.

Tabela 4 - Principais fases (partículas constituintes, dispersóides e precipitados) encontradas na liga AA2198.

Partícula constituinte		Dispersóides	
Identificação	Referência	Identificação	Referências
Al ₇ Cu ₂ Fe	[14]	Al ₃ Zr	[15,41]
		Al _x Cu _y Mn _z	[41]
Precipitados			
Identificação	Referências		
T1(Al ₂ CuLi)	[11,13,15,36,42–46]		
T2 ou TB	[45]		
δ' (Al ₃ Li)	[15,36,42,44,46]		
β' / δ' (Al ₃ (Zr,Li))	[14]		
θ'(Al ₂ Cu)	[36,42,46]		

A Figura 4 compara a morfologia de alguns dos precipitados e dispersóides citados na Tabela 4.

Figura 4 - Fases comumente encontradas na liga AA2198: (a) fase T1 e fase composta β'/δ' ; (b) imagem da área marcada em (a) com maior magnificação; (c) fase θ' ; (d) padrão de difração (SAED) referente à (c).

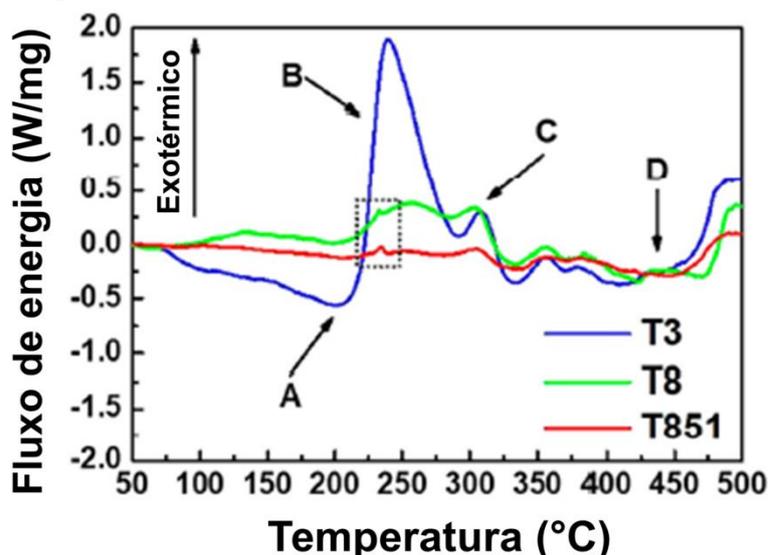


Fonte: [14,47].

A identificação dos precipitados nanométricos presentes em uma microestrutura é possível utilizando microscopia eletrônica de transmissão (TEM). Entretanto, devido ao reduzido tamanho de área analisada, a avaliação do material em sua totalidade é limitada. Assim, outras técnicas podem ser utilizadas em conjunto para auxiliar na detecção. Aliado ao TEM, Dorin et al. [48] utilizaram calorimetria diferencial exploratória (DSC) para descrever quantitativamente a cinética de formação da fase T1 na liga AA2198-T8. Recentemente, Araujo et al. [49] mostraram a variação da densidade de fase T1 na liga AA2198 em função do tratamento termomecânico empregado (T3, T8 e T851) por meio de curvas de DSC. Segundo os autores, o pico identificado como “B”, na Figura 5, refere-se à precipitação da fase T1, o qual foi maior na amostra submetida a envelhecimento natural (T3). Este tipo de

tratamento resulta em menor precipitação de fase T1, comparativamente aos demais. Assim, ao realizar o ensaio de DSC, a energia fornecida durante o ensaio permite que os elementos inicialmente em solução sólida precipitem formando a fase T1. Nos demais tratamentos que empregam o envelhecimento artificial (T8 e T851, este último contendo ainda uma etapa de alívio de tensões), a pequena amplitude do pico demonstra que a microestrutura já apresentava extensa quantidade de fase T1, precipitada originalmente durante o tratamento termomecânico. Essa conclusão deve-se ao fato de que a variação de energia durante o ensaio DSC está relacionada aos elementos que estão em solução sólida, ou seja, as fases já precipitadas não interferem nos picos de precipitação observados [50].

Figura 5 - DSC da liga 2198 submetida aos tratamentos termomecânicos T3, T8 e T851.

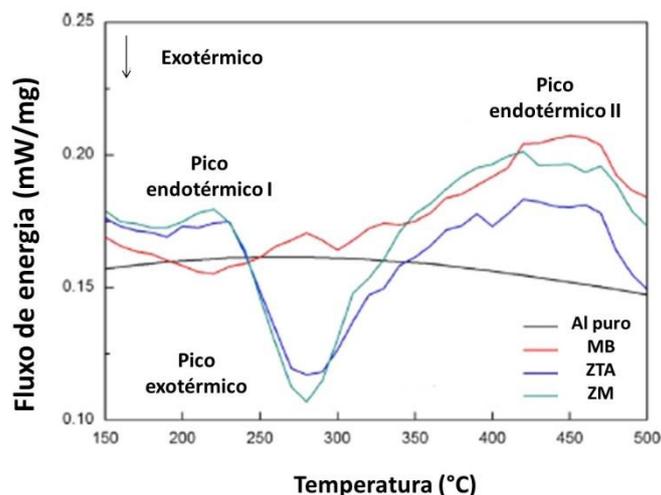


Fonte: Adaptado de [49].

A técnica de DSC também tem sido empregada para comparar as diferentes zonas geradas durante o processo de soldagem, uma vez que a elevação da temperatura resulta na dissolução das fases presentes, e isto, por sua vez, altera as propriedades do material [12,50–52]. A Figura 6 compara termogramas obtidos a partir de diferentes regiões da liga AA2195-T8 soldada por FSW [51]. Segundo os autores, o primeiro pico endotérmico está relacionado à dissolução da fase δ' , enquanto o segundo está relacionado à dissolução das fases T1 e θ' . Já o pico exotérmico é causado pela formação da fase T1 e θ' . Comparando-se as diferentes zonas, observa-se o efeito do

processo FSW, uma vez que as curvas referentes à ZTA e ZM mostraram que ocorreu a precipitação de fase T1 e θ' , ou seja, estas fases não estavam presentes, indício que elas foram dissolvidas durante a soldagem.

Figura 6 - Termogramas de calorimetria diferencial de varredura (DSC) obtidos a 10 K/min a partir de amostras do metal base (MB), zona termicamente afetada (ZTA) (4 mm do centro da solda) e da zona de mistura (ZM).



Fonte: Adaptado de [51].

3.2 Ligas de alumínio para a indústria aeronáutica

Os materiais empregados na confecção de aeronaves precisam atender alguns requisitos relacionados à estrutura, em função da região em que serão utilizados, tais como: resistência à compressão (CYS) e à tração (TS), módulo de elasticidade (E) e tolerância a danos (DT), Figura 7. Além dessas propriedades, a redução na densidade é igualmente importante, bem como a redução nos custos associados ao processo [53].

A redução de custos, tanto da matéria prima como durante a operação de aeronaves, tem sido a força motriz para a pesquisa por novos materiais e processos que resultem em economia para as companhias aéreas. Uma das formas de reduzir os custos é pelo desenvolvimento de produtos mais leves para a confecção das aeronaves, uma vez que a redução no peso representa economia no consumo do combustível. Além disso, a escolha de materiais com

melhores propriedades pode aumentar o intervalo de tempo entre manutenções e reduzir os custos de reparos. Sendo assim, o desafio atual do setor é desenvolver materiais com excelente *performance*, minimizando custos [1,5].

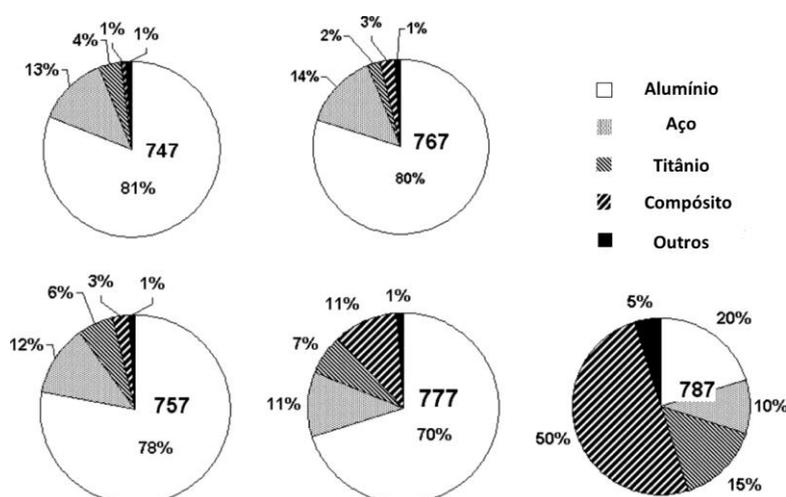
Figura 7 - Propriedades de engenharia requeridas para as principais áreas estruturais em uma aeronave de transporte. CYS (resistência à compressão); E (módulo de elasticidade); TS (resistência à tração); DT (propriedades de tolerância a danos, ex. fadiga, crescimento de trincas por fadiga e tenacidade à fratura).



Fonte: Adaptado de [53].

A importância das ligas de Al como materiais de uso na indústria aeronáutica pode ser visualizada na Figura 8, ressaltando que onde se lê Al ou Ti, de fato se trata de ligas destes elementos [5].

Figura 8 - Distribuição de materiais metálicos ou compósitos utilizados nas aeronaves Boeing.



Fonte: Adaptado de [5].

Conforme apresentado na Figura 8, existe uma tendência para o uso extensivo de compósitos nas aeronaves de transporte (passageiros e carga), como ilustrado para o Boeing 787 (*Dreamliner*); entretanto, para a maioria das aeronaves de transporte, incluindo a Airbus A380, as ligas de Al ainda representam cerca de 60 % do peso estrutural [54].

Dentre as características que potencializam o emprego das ligas de Al, tem-se [1]:

- Alta razão resistência/peso, principalmente nas séries 2XXX e 7XXX;
- Propriedades criogênicas, ou seja, não são fragilizáveis em baixas temperaturas, tornando-se ainda mais fortes com a redução de temperatura, sem perda significativa de ductilidade;
- Facilidade de conformação: dentre todos os metais, as ligas de Al são as mais fáceis de serem produzidas e usinadas. As ligas das séries 2XXX e 7XXX podem ser trabalhadas em um estado relativamente macio e, então, tratadas termicamente, elevando o nível de resistência após o término das operações de conformação.

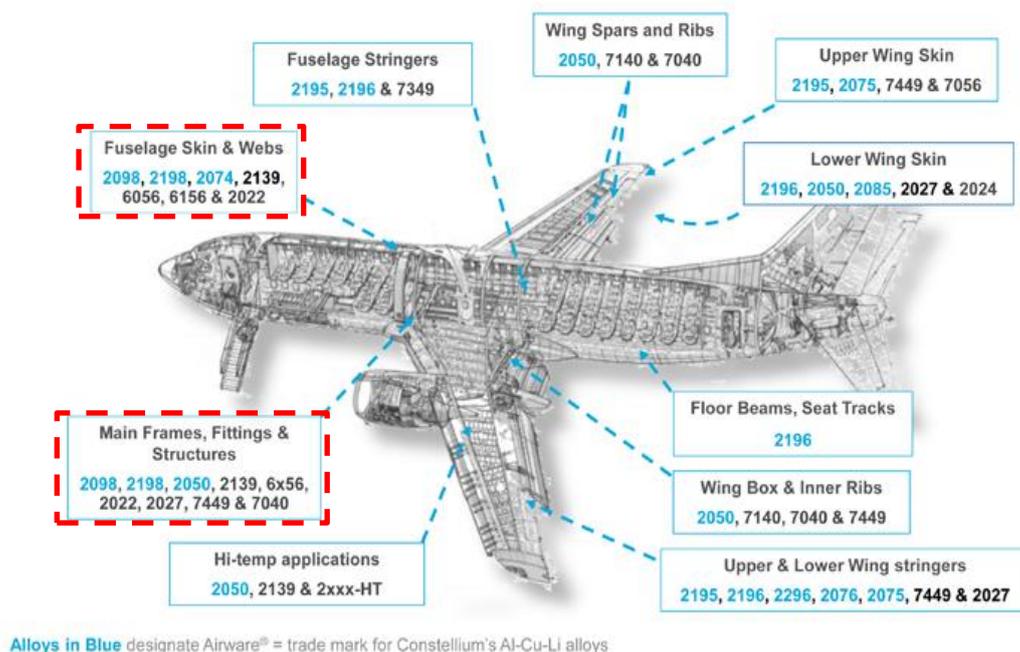
Dentre as desvantagens das ligas de Al de alta resistência, tem-se: [1,21]:

- Baixo módulo de elasticidade: nas ligas de Al esse valor encontra-se entre 69 GPa e 83 GPa, sendo inferior ao do titânio (100 a 176) GPa e ao dos aços (193 a 221) GPa;
- Inadequadas para uso a temperaturas elevadas: embora as ligas de Al possam ser utilizadas por curto espaço de tempo a temperaturas elevadas (204 a 260) °C, seu emprego geralmente restringe-se à faixa de temperatura entre (121 a 149) °C;
- Suscetibilidade à corrosão: embora o Al comercialmente puro tenha resistência à corrosão moderada em meios pouco corrosivos, a corrosão localizada é geralmente um problema em ligas de Al de alta resistência utilizadas na indústria aeroespacial.

Dursun & Soutis [5] publicaram um trabalho em que são apresentados os avanços relacionados às ligas de Al utilizadas em aeronaves, apontando as

aplicações para cada liga. Atualmente, as ligas da série 7XXX (ligas Al-Zn) são utilizadas onde a principal propriedade de interesse é a resistência mecânica; enquanto as ligas da série 2XXX (Al-Cu) são utilizadas em aplicações em que a resistência à fadiga é uma propriedade crítica. As ligas Al-Li são escolhidas quando alta rigidez e baixa densidade são requeridas. A Figura 9 mostra aplicações e potencial uso de ligas Al-Li em uma aeronave genérica, destacando-se em vermelho locais que a liga AA2198 pode ser empregada.

Figura 9 - Utilização de ligas Al-Cu-Li em aeronaves comerciais.

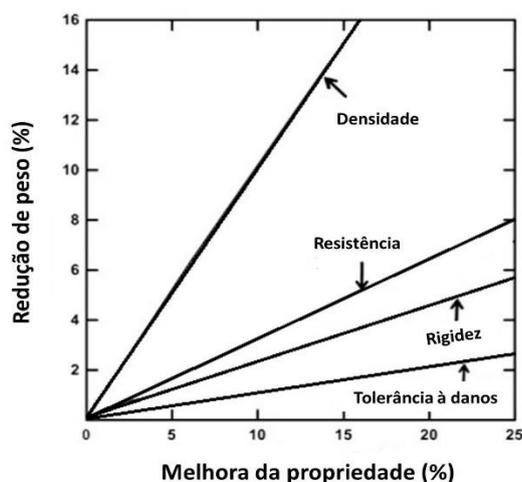


Fonte: Adaptado de [55].

3.2.1 Ligas Alumínio-Lítio (Al-Li)

A Figura 10 mostra o efeito causado pela melhora de diferentes propriedades na diminuição do peso de aeronaves, destacando a redução na densidade dos materiais como a maneira mais eficiente. Assim, devido à baixa densidade do Li ($0,54 \text{ g/cm}^3$) e sua alta solubilidade no Al, a adição de Li é atrativa. Além disso, para cada 1 % em massa de Li adicionado, há uma redução de cerca de 3 % na densidade e aumento de aproximadamente 6 % no módulo de elasticidade da liga [4,5].

Figura 10 - Relação entre propriedades e a redução do peso da estrutura das aeronaves.



Fonte: Adaptado de [53].

A utilização de ligas Al-Li em aplicações aeroespaciais remonta à década de 50, com o desenvolvimento da liga 2020. Na década de 80, a segunda geração das ligas Al-Li (2090, 2091, 8090 e 8091) foi desenvolvida, as quais continham (1,9 a 2,7) % de Li. Nessas ligas foi possível reduzir em cerca de 10 % a densidade e aumentar em 25 % a rigidez específica, quando comparadas às ligas das séries 2XXX e 7XXX. Entretanto, devido a problemas como anisotropia nas propriedades mecânicas, baixa tenacidade e baixa resistência à corrosão, as ligas da segunda geração não foram amplamente empregadas na indústria aeronáutica. A necessidade de alta resistência e tenacidade à fratura com redução de peso resultou no desenvolvimento de uma nova família de ligas Al-Li [1,5,56]. A terceira geração de ligas Al-Li começou a ser desenvolvida no início dos anos 90 tendo como principal modificação a redução no teor de Li (0,75 a 1,8) % Li. Esta redução, combinada com a melhor compreensão sobre os efeitos dos elementos de liga e processamento termomecânico e tratamento térmico, resultaram em uma família de ligas Al-Li potencialmente adequada para ampla aplicação na indústria aeroespacial. Comparada às gerações anteriores, a resistência à corrosão, a resistência mecânica e a tenacidade foram melhoradas, enquanto que a densidade foi reduzida [5,56,57].

A redução de densidade das ligas Al-Li as tornam competitivas para diversas aplicações, especialmente, quando comparadas com ligas de Ti e aço (Tabela

5). Considerando-se apenas as ligas de Al, observa-se que a densidade das ligas Al-Li de terceira geração é inferior à das ligas convencionais da série 2XXX.

Tabela 5 - Densidade de diferentes ligas de Al.

Ligas	Densidade (g/cm ³)
Mg	1,77-1,81
Al-Li 2195	2,71
Al-Li 2098	2,70
Al-Li 2198	2,69
Al-Li A2050	2,70
2XXX	2,77-2,80
7XXX	2,80-2,85
TiAl	3,7-3,9
Ti ₃ Al	4,1-4,7
Aço baixa liga / alta resistência	7,75-8,00

Fonte: Adaptado de [53,58,59].

3.2.1.1 Liga AA2198

A liga AA2198 é uma liga da terceira geração das ligas Al-Li, também conhecidas como Al-Cu-Li, que compõe a família AIRWARE[®] e tem sua origem derivada da AA2098. Comparada à liga AA2098, a liga AA2198 apresenta menor teor de Cu, além de pequenas adaptações na composição química para aumento da tenacidade. A liga AA2198 foi desenvolvida para substituir ligas onde a tolerância a danos é um fator crítico do projeto, como no caso das ligas AA2024 e AA2524 [5,7,36]. Um exemplo de utilização da liga AA2198-T8 é a aplicação em tanques combustíveis do foguete Falcon 9 [60]. A composição química da liga AA2198 é apresentada na Tabela 6.

Tabela 6 - Composição química (% em massa) típica da liga AA2198.

Elemento	%	Elemento	%
Cu	2,9-3,5	Ti	0,10
Li	0,8-1,1	Ag	0,10-0,50
Si	0,08	Zr	0,04-0,18
Fe	0,10	Zn	0,35
Mg	0,25-0,8	Cr	0,05
Mn	0,50	Al	Bal.

Fonte: Adaptado de [61].

Para que a liga Al-Cu-Li substitua as ligas de alumínio convencionalmente empregadas em estruturas de aeronaves, deve-se comprovar que o seu comportamento mecânico, capacidade de tolerância a danos, e resistência à corrosão sejam pelo menos iguais ou superiores às atuais ligas utilizadas. Neste sentido, a liga 2198 e outras ligas da série 2XXX têm sido extensivamente estudadas para efetuar esta comparação [14,15,62–65].

Moreto et al. [66,67] compararam o comportamento frente à corrosão das ligas AA2198-T851 e AA2524-T3, ambas pertencentes à série 2XXX, entretanto, esta última não contém lítio em sua composição. Segundo os autores, a liga AA2198 apresenta maior resistência à corrosão quando comparada à liga AA2524 e, considerando apenas o aspecto da corrosão, a primeira liga, que contém Li, poderia substituir a liga convencional.

Alexopoulos et al. [68] investigaram a degradação das propriedades mecânicas das ligas 2198 e 2024 devido à exposição a ambientes corrosivos. De acordo com os autores, o ambiente corrosivo foi muito mais prejudicial ao comportamento em tração (tensão de escoamento, resistência à tração e alongamento) da liga 2024 do que da liga 2198.

Khalilabad et al. [69] afirmaram que a indústria aeroespacial tem interesse em substituir as ligas de Al convencionais pela nova geração de ligas Al-Li para fins de economia de peso. No entanto, como as ligas Al-Li ainda permanecem relativamente caras, uma solução econômica de redução de peso para componentes estruturais envolveria o uso de projetos híbridos com ligas Al-Li para regiões críticas, enquanto outras regiões da estrutura continuariam a utilizar a liga 2024. Os autores estudaram os efeitos da geometria da ferramenta de FSW, bem como da velocidade de rotação e de avanço da mesma nas propriedades mecânicas. Os autores mostraram que é possível realizar a união, mediante a escolha de parâmetros adequados.

3.2.1.2 Relação entre propriedades mecânicas e microestrutura

As propriedades mecânicas das ligas Al-Li são determinadas pela sua microestrutura, especialmente pelo tipo, tamanho, fração volumétrica e distribuição dos precipitados, seja dentro dos grãos ou em seus contornos.

Nas ligas Al-Li, o endurecimento proveniente da adição de Li é devido ao endurecimento por solução sólida e endurecimento por precipitação. Segundo a literatura [70], o endurecimento por precipitação estaria relacionado à formação da fase metaestável δ' (Al_3Li), a qual apresenta forma esférica e é coerente com a matriz [70]. A adição de Cu e Mg à liga binária Al-Li permite a formação de maior variedade de precipitados. A adição de Cu resulta na formação das fases θ' (Al_2Cu) e T1 (Al_2CuLi) em ligas envelhecidas artificialmente, embora θ' tenha sido observada apenas em ligas com razão Cu/Li > 1,3. Além das fases já mencionadas, δ' e T1, a presença de Cu e Mg pode resultar na precipitação de fase S e/ou S' (Al_2CuMg). O balanço das fases S (ou S') e T1 depende criticamente da concentração relativa de três elementos, Cu, Li e Mg. Por exemplo, elevados teores de Cu e Li em relação ao Mg resultam no predomínio da fase T1; enquanto, altos teores de Cu e de Mg em comparação com o teor de Li resultam no predomínio da fase S' ou S [70].

A Tabela 7 apresenta resumidamente as principais fases encontradas nas ligas Al-Li.

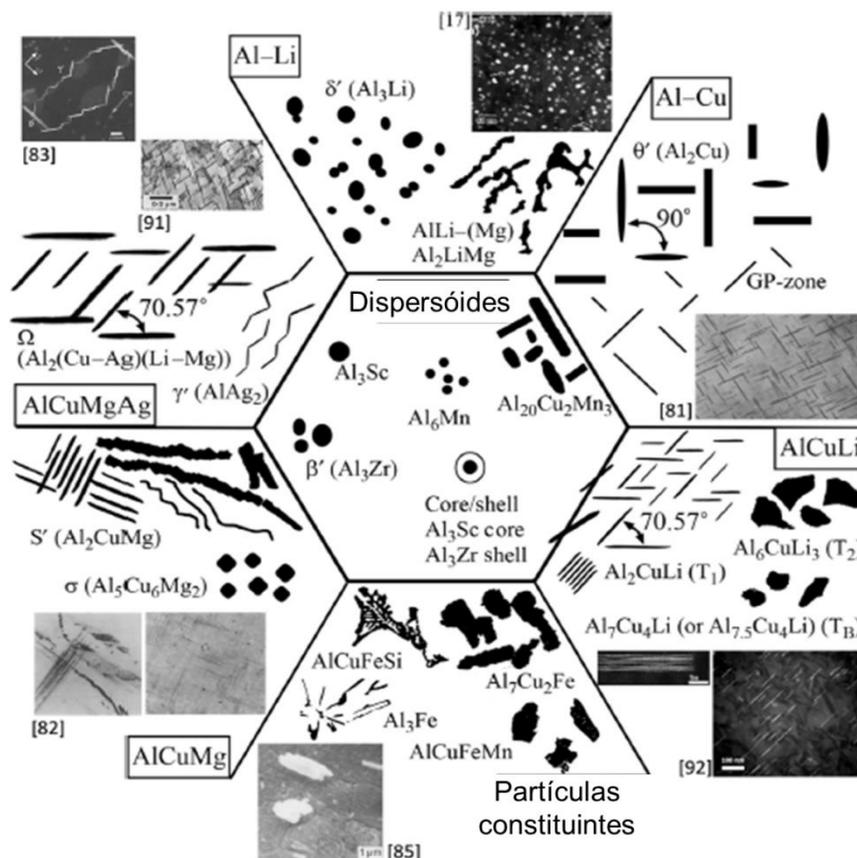
Tabela 7 - Principais fases encontradas nas ligas Al-Li.

Sistema	Fases precipitadas
Al-Cu-Li-Zr	β' (Al_3Zr), δ' (Al_3Li), δ (AlLi), θ' (Al_2Cu), T1 (Al_2CuLi), T2 (Al_6CuLi_3)
Al-Mg-Li-Zr	β' (Al_3Zr), δ' (Al_3Li), δ (AlLi), T (Al_2MgLi)
Al- Li- Cu-Mg-Zr	β' (Al_3Zr), δ' (Al_3Li), δ (AlLi), T1 (Al_2CuLi), S' e S (Al_2CuMg), T2 (Al_6CuLi_3)

Fonte: Adaptado de [70].

Todas as ligas da terceira geração fazem parte do sistema quaternário Al-Cu-Li-Mg [56]. A Figura 11 apresenta as principais fases tipicamente encontradas em diferentes sistemas das ligas que compõem a terceira geração.

Figura 11 - Esquema de características microestruturais típicas em ligas Al-Li de terceira geração.



Fonte: Adaptado de [47].

Embora diferentes fases possam ser encontradas nas ligas da terceira geração, uma das mais importantes é a T1, uma vez que ela é a principal fase endurecedora. Isso ocorre devido ao seu formato de placas finas de alta razão de aspecto (a mesma é suficientemente longa em relação à largura), o que permite à fase T1 formar obstáculos eficientes ao movimento de discordâncias [45,71]. A fase T1 precipita-se preferencialmente em defeitos cristalográficos (ex. discordâncias, contornos de grão, subgrãos); assim, quando o processamento gera grãos com diferentes níveis de defeitos, uma distribuição heterogênea da fase T1 ao longo do material é esperada [72–75]. Devido a seu

papel relevante no aumento de resistência, torna-se importante conhecer como o processamento pode afetar a distribuição da fase T1 na liga.

Durante trabalho a frio, a densidade de discordâncias aumenta significativamente e isso é altamente dependente das orientações individuais dos grãos. Uma vez que os locais preferenciais para precipitação da fase T1 são os contornos de grãos e as discordâncias, uma distribuição heterogênea da fase T1 ocorre durante o envelhecimento, em que os grãos com maior deformação plástica localizada possuem maior densidade de fase T1 [72,73].

Durante tratamento termomecânico, o encruamento cria novos sítios favoráveis para precipitação da fase T1 (discordâncias) enquanto que no envelhecimento, devido às altas temperaturas, os precipitados podem ser modificados até completar o processo. Häusler et al. [76] estudaram a precipitação da fase T1 e θ' durante o processo de envelhecimento em uma liga de composição química similar à da liga 2195. As fases inicialmente identificadas na liga foram T1 (Al_2CuLi), θ' (Al_2Cu) e δ' (Al_3Li); entretanto, a quantidade e o tamanho dos precipitados mudaram consideravelmente com aumento do tempo de envelhecimento. Após 10 h de envelhecimento, a fase θ' (Al_2Cu) tornou-se predominante, além de ter sofrido espessamento, enquanto que as fases T1 e δ' tiveram aumento no comprimento até o pico de endurecimento. Para tempos mais longos, houve redução na densidade das fases T1 e θ' .

Ahamadi et al. [77] também estudaram os processos de precipitação e solubilização durante envelhecimento de uma liga Al-Li-Cu-Zr, utilizando a técnica de DSC. De acordo com os autores, a precipitação da fase T1 ocorreu na faixa de temperatura de 200 °C a 300 °C, enquanto a dissolução dessa fase se deu na faixa de 450 °C a 530 °C. Além disso, a variação da taxa de aquecimento deslocou os picos, antecipando ou retardando o início dos processos.

Os exemplos apresentados mostram que a microestrutura da liga pode ser alterada por efeitos externos, podendo resultar em considerável degradação

das propriedades mecânicas, uma vez que esta depende da fração volumétrica das fases. Se, além da temperatura, for aplicada uma carga externa, outras modificações estruturais poderão ocorrer como, por exemplo, alinhamento/rearranjo das partículas, o que pode ser indesejável do ponto de vista tecnológico [76]. Portanto, é crucial entender os mecanismos que governam a evolução dos precipitados sob condições de carga e temperatura, ao submeter, por exemplo, essas ligas a processos de soldagem.

3.3 Soldagem de ligas de alumínio

Soldabilidade pode ser definida como a habilidade para produzir uma solda livre de descontinuidades e defeitos, que resulta em uma união com propriedades mecânicas aceitáveis. Embora o Al tenha baixo ponto de fusão, a soldagem pode ser dificultada por diversas razões, tais como [1]:

- O óxido estável na superfície deve ser removido por métodos químicos ou mecânicos (escovando a área soldada);
- O alto coeficiente de expansão térmica do Al pode resultar em tensões residuais levando a distorções e trincas na solda;
- A alta condutividade térmica do alumínio requer alta energia durante a soldagem, possibilitando trincas e distorções;
- Devido à alta solubilidade no Al fundido e baixa solubilidade no estado sólido, o hidrogênio atômico (H) pode entrar na poça de fusão e, com a diminuição da solubilidade no resfriamento, gerar porosidade na solda;
- As classes 2XXX e 7XXX, altamente ligadas e de alta resistência, são especialmente suscetíveis a trincas de solda.

Uma alternativa para promover a união de peças de Al tem sido através da utilização do processo de soldagem por fricção e mistura (*FSW - Friction Stir Welding*) que apresenta como vantagens [1,78,79]:

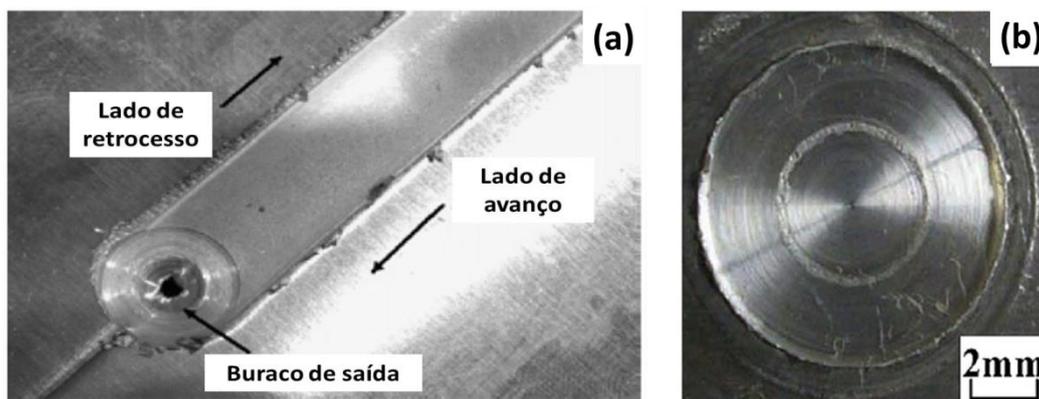
- Soldagem de juntas de topo, *lap* (sobreposta) e "T";

- Mínima ou nenhuma preparação da superfície;
- Habilidade para soldar as ligas das séries 2XXX e 7XXX;
- Facilidade para unir juntas dissimilares;
- Eliminação de trincas na zona de fusão e termicamente afetada;
- Ausência de porosidade na solda;
- Não utiliza metal de preenchimento;
- Não apresenta muitos dos defeitos encontrados na soldagem por fusão; além de redução significativa na distorção;
- Não é necessário gás de proteção para a soldagem do Al;
- Em geral, as propriedades mecânicas são melhores que as obtidas por muitos processos de soldagem convencionais.

Apesar de inúmeras vantagens, o processo FSW não é isento de formação de defeitos, conforme demonstrado por Jolu et al. [80]. Nesse trabalho, os autores avaliaram o efeito da linha de soldagem remanecente (*Joint Line Remnant - JLR*) sobre a vida em fadiga. Esse tipo de defeito tem origem na camada natural de óxidos formada na superfície a ser soldada, a qual é misturada durante o processo de soldagem, resultando em uma linha descontínua de partículas de óxidos que cruzam a região soldada. Em estudo realizado com a liga 2198-T851, foi concluído que o efeito do *JLR* na resistência à fadiga é pequeno, uma vez que houve redução de somente 15 % da vida em fadiga, em comparação com o metal base (MB). Além disso, somente em um terço dos casos a iniciação da trinca por fadiga ocorreu próxima ao defeito e, nestes casos, não houve redução na vida em fadiga [80].

Uma característica indesejável relacionada ao processo FSW é o furo gerado na placa devido à retirada da ferramenta no final da soldagem (Figura 12 (a)). Entretanto, esse inconveniente pode ser resolvido adotando-se um metal de sacrifício na extremidade da peça a ser soldada, ou, ainda, por meio de adaptações do processo que vêm sendo desenvolvidas como, por exemplo, o preenchimento do furo no processo FSSW (soldagem por fricção e mistura por ponto) - *Friction Stir Spot Welding* (Figura 12 (b)) [81,82].

Figura 12 - Junta fabricada por meio do processo FSW: (a) convencional e (b) processo FSSW.



Fonte: Adaptado de [82,83].

A soldagem por fricção e mistura (FSW - *Friction Stir Welding*) foi desenvolvida na década de 90 pelo *The Welding Institute* (TWI) [23], sendo então empregada nos mais diversos segmentos, dentre eles o setor aeroespacial. A primeira grande aplicação do processo foi na confecção de tanques de foguetes não tripulados, Delta II e Delta IV, em substituição aos processos convencionais de soldagem por fusão. Já a primeira aeronave a fazer uso extensivo de FSW em sua estrutura foi o jato executivo Eclipse 500. O emprego do processo FSW nesta aeronave permitiu a substituição de mais de 7000 fixadores (*cerca de 60% do total*), os quais são utilizados na fuselagem, asas e para unir os reforçadores (*stringers*) de liga de Al da série 7XXX aos revestimentos (*skins*) de liga 2XXX, utilizados na cabine. O tempo de fixação por FSW é um terço daquele por rebitagem automática e quase um sexto da rebitagem manual [18,84,85].

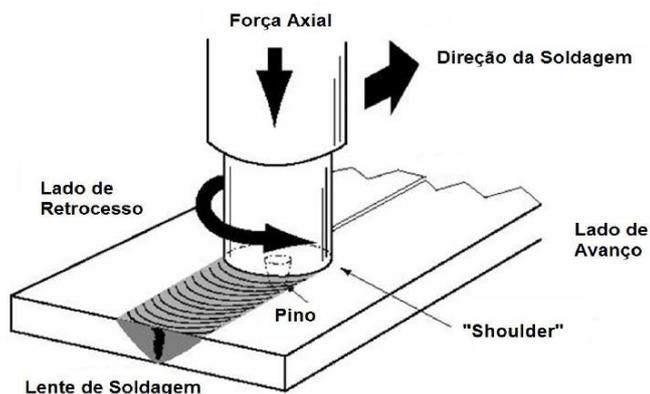
Ao longo dos anos, o processo FSW tem evoluído, tornando-se mais acessível e com vasto campo de aplicações, contribuindo ainda mais para o avanço das pesquisas. Vários artigos de revisão [18,85,86] detalham o estado da arte do conhecimento sobre o processo, o qual será explicado a seguir.

3.3.1 Princípios do processo FSW

A soldagem FSW é um processo de junção no estado sólido que opera devido ao calor gerado pelo atrito entre a ferramenta rotativa e a peça a ser unida, conforme ilustra a Figura 13. As soldas são efetuadas pela combinação do

aquecimento gerado pelo atrito e deformação plástica, devido à rotação da ferramenta. Os movimentos de rotação e translação da ferramenta promovem o transporte de material do lado de avanço (LA) para o lado de retrocesso (LR) e, na sequência, a força axial consolida o material na região em que está se efetuando a solda [1,18,22,87].

Figura 13 – Ilustração esquemática do processo FSW.



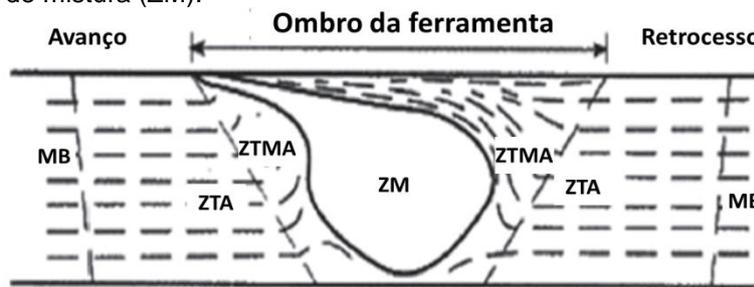
Fonte: Adaptado de [88].

O processo FSW não produz uma deformação simétrica em relação à linha central de avanço da ferramenta, sendo possível separar a junta em LA e LR - este último recebe a maior quantidade de material deformado. No LA, o vetor velocidade do pino possui a mesma direção do movimento de avanço da ferramenta. Já o LR possui vetor velocidade do pino com direção contrária à do movimento de avanço da ferramenta. O material que vem do LA da ferramenta tem maior contato e fluxo com o ombro e o pino, sendo essa região a que apresenta o maior grau de deformação. A temperatura no LR é inferior à do LA em posições correspondentes [1,18,22].

3.3.2 Microestrutura das juntas soldadas por FSW

Uma representação esquemática da seção transversal de uma chapa soldada por FSW é apresentada na Figura 14.

Figura 14 - Representação esquemática da seção transversal de uma chapa soldada por FSW: Metal base (MB); Zona termicamente afetada (ZTA); Zona termomecanicamente afetada (ZTMA) e Zona de mistura (ZM).



Fonte: Adaptado de [89].

As características gerais de cada região são descritas a seguir [18]:

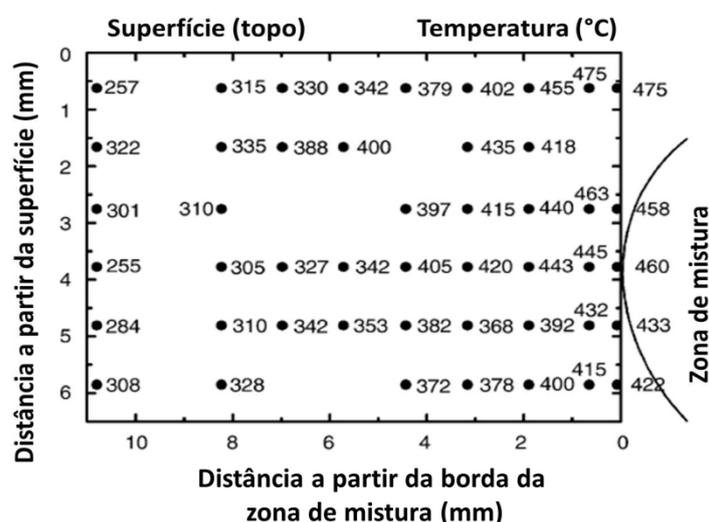
- Metal base (MB): material distante da região de solda, o qual não sofre deformação e que, embora experimente os efeitos do ciclo térmico, o calor não resulta em mudanças de propriedades ou microestruturais;
- Zona termicamente afetada (ZTA): essa região é próxima o bastante da solda para que o ciclo térmico modifique a microestrutura e/ou propriedades. É possível determinar essa região por meio da mudança na dureza, uma vez que o crescimento de grão e o coalescimento de precipitados podem resultar na diminuição da dureza, e, também pela mudança na resposta ao ataque metalográfico;
- Zona termomecanicamente afetada (ZTMA): nesta região ocorre deformação plástica pela ação da ferramenta e efeito térmico oriundo do calor gerado. No Al é possível gerar considerável deformação plástica sem que ocorra recristalização dessa região;
- Zona de mistura (ZM): esta região apresenta estrutura de grãos equiaxiais e recristalizados, devido às maiores deformações e temperaturas nesta zona.

Enquanto a deformação plástica está relacionada a uma região limitada do material em contato com a ferramenta, a influência térmica estende-se para regiões mais distantes do centro da solda. Mahoney et al. [90] mediram a distribuição de temperaturas ao redor da ZM em função da distância do centro desta e da espessura da chapa (Figura 15). Foi observado que a temperatura

máxima atingida é localizada na região adjacente à ZM e diminui com a distância em relação a esta zona.

A distribuição de temperaturas na ZM e ao redor dela influencia diretamente a microestrutura da solda, tal como, tamanho de grão, características dos contornos de grão, engrossamento e dissolução de segundas fases [22]. A alteração da fração volumétrica das fases é especialmente relevante quando se trata da dissolução das fases nanométricas, as quais contribuem para o aumento da resistência da liga, especialmente a fase T1.

Figura 15 - Distribuição de temperaturas para a liga 7075-T651 soldada por FSW.



Fonte: Adaptado de [90].

Estudos realizados com as ligas Al-Cu-Li mostraram que as temperaturas atingidas na ZM e na ZTMA são suficientes para promover modificações significativas, como por exemplo, a solubilização total ou parcial da fase T1 [11,12,51,52,91,92]. Isto foi claramente demonstrado no trabalho de Fonda et al. [93], no qual os autores analisaram a distribuição das fases na microestrutura da liga 2195 soldada por FSW. Enquanto o MB da liga continha principalmente fase T1 finamente distribuída, e pouca quantidade de fase θ' , a ZTA e ZTMA apresentaram engrossamento gradual desses precipitados até atingirem a ZM, onde ocorreu a completa dissolução deles. Nesta última zona foram encontradas as fases δ'/β' ($\text{Al}_3(\text{Li}, \text{Zr})$) e TB.

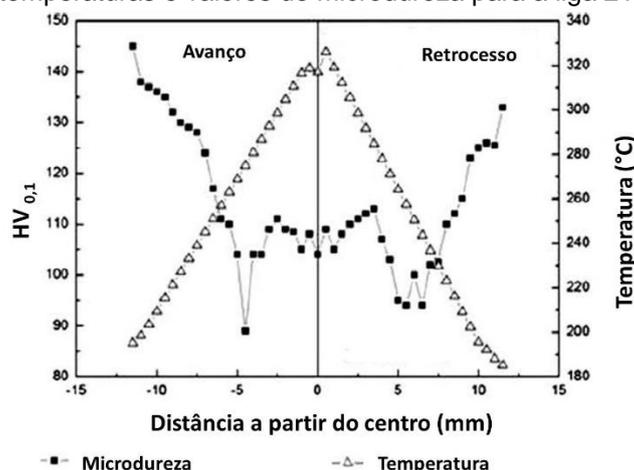
Uma característica do processo FSW é a geração de uma microestrutura não simétrica, o que também pode resultar em variação de fases presentes. Milagre et al. [12] utilizando a liga 2098-T351 soldada pelo processo FSW demonstraram o efeito da assimetria na microestrutura. No trabalho, os autores apontaram as fases presentes em cada região da solda, ressaltando diferenças observadas entre o LA e o LR. Enquanto no LR da ZTMA, as fases T1 e δ'/β' foram detectadas, no LA desta zona, apenas a fase composta δ'/β' foi observada de maneira predominante.

Vale ressaltar que a variação dos parâmetros de soldagem e a geometria da ferramenta exercem efeito significativo no fluxo de material e na distribuição de temperatura, influenciando também a evolução microestrutural do material [18,22,27,78,94,95]. Como resultado, alterações nas propriedades mecânicas e de resistência à corrosão também são esperadas, sendo importante avaliar a magnitude de tal influência.

3.3.3 Propriedades resultantes da soldagem pelo processo FSW

A distribuição de temperaturas durante o processo FSW afeta diretamente as propriedades da liga após soldagem, uma vez que estas são influenciadas pelas características microestruturais de cada zona. Isso pode ser observado no trabalho de Cavalieri et al. [11], como mostra a Figura 16. Segundo os autores, variações complexas de microdureza ao longo da junta soldada são explicadas pela sequência de precipitação observada, na qual a fase T1, originalmente observada no MB, é dissolvida durante a soldagem, podendo então ser substituída por outros precipitados que se formam durante o resfriamento. Utilizando microscopia eletrônica de transmissão (TEM) foi observado que a ZM apresentava apenas as fases θ' (Al_2Cu) e δ' (Al_3Li), enquanto que na ZTA e ZTMA, δ' (Al_3Li), θ' (Al_2Cu) e T1 (Al_2CuLi) foram encontradas. A forma dos precipitados também variou em relação à distância ao centro da solda, contribuindo para pequenas variações na dureza.

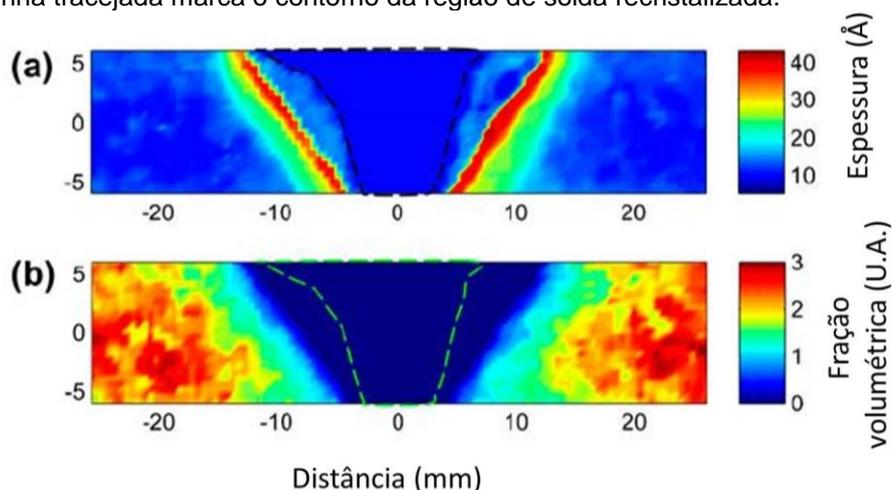
Figura 16 - Perfil de temperaturas e valores de microdureza para a liga 2198 soldada por FSW.



Fonte: Adaptado de [11].

Geuser et al. [96] mostraram a influência do processo FSW na variação de espessura da fase T1, bem como na distribuição da mesma ao longo da solda (Figura 17). Enquanto no MB a espessura da fase T1 permanece constante, na região próxima ao centro da solda parte desse precipitado é solubilizada e a fase T1 remanescente possui maior espessura. O mapa da fração volumétrica mostra ainda que, na região central da solda, os precipitados T1 desapareceram completamente.

Figura 17 - Mapeamento SAXS dos precipitados T1: (a) espessura (Å); (b) fração volumétrica (A.U.) A linha tracejada marca o contorno da região de solda recristalizada.

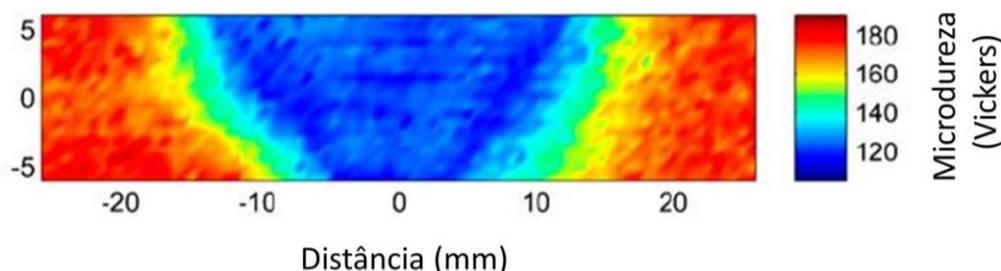


Fonte: Adaptado de [96].

Comparando-se o mapeamento de microestrutura (Figura 17) e microdureza (Figura 18), Geuser et al. [96] mostraram evidências de que existe uma

correlação entre a fração volumétrica dos precipitados T1 e a dureza do material, dada pela redução da dureza na medida em que se aproxima do centro da junta soldada.

Figura 18 - Mapa de microdureza da liga 2050 soldada pelo processo FSW.



Fonte: Adaptado de [96].

Além das propriedades mecânicas, a distribuição das fases na microestrutura também influencia a resistência à corrosão da liga. Esse efeito será abordado na próxima seção, no qual se discute a influência da principal fase endurecedora da liga 2198 na resistência à corrosão.

3.4 Corrosão em ligas de alumínio

A inserção de diferentes elementos de liga no Al permite que durante o tratamento termomecânico ocorra a precipitação de segundas fases, responsáveis pelo aumento da resistência mecânica dessas ligas. Entretanto, o entendimento do comportamento da liga, quando exposta a ambientes corrosivos, torna-se mais difícil devido à complexa microestrutura gerada. Isso ocorre porque essas fases presentes na estrutura possuem atividade eletroquímica diferente da matriz [8,9]. Consequentemente, problemas de corrosão localizada têm sido observados, o que se deve à formação de micropilhas galvânicas [38].

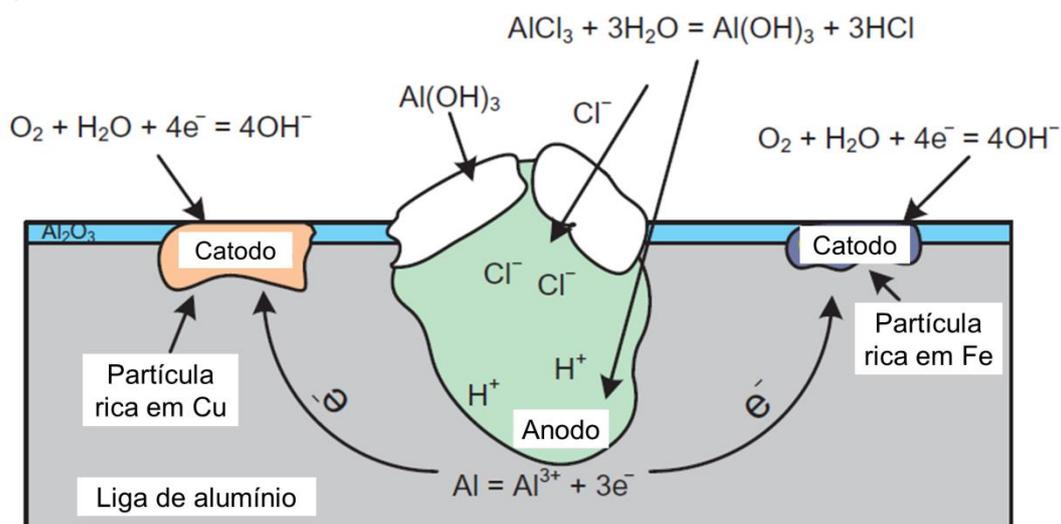
Diferentes tipos de corrosão podem ocorrer nas ligas de Al e o tipo predominante de corrosão dependerá de certo número de fatores os quais são intrínsecos ao metal, ao meio e às condições de uso [97].

3.4.1 Corrosão por pites

A corrosão por pites é um tipo de corrosão localizada em que áreas muito pequenas da superfície metálica são atacadas enquanto uma área maior permanece protegida. O ataque localizado resulta na geração de cavidades, pites, de formato irregular, cujo diâmetro e profundidade dependem de vários fatores, tais como: relação entre área anódica e catódica, diferenças de pH, diferenças de concentração do meio. A velocidade de penetração do pite geralmente diminui com o tempo, sendo a sua presença crítica, quando ocorre em chapas de pequena espessura. Outro fator que afeta a velocidade de penetração está relacionado ao número de pites por área exposta ao meio. Em geral, a velocidade de penetração diminui se o número de pites for grande, uma vez que pites adjacentes partilham o mesmo cátodo, reduzindo, portanto, a corrente disponível para cada pite [98].

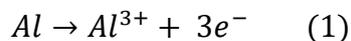
A corrosão por pites se desenvolve na presença de íons agressivos, como os íons cloreto (Cl^-), brometo (Br^-), iodeto (I^-). Os mais comuns, os íons Cl^- , são adsorvidos no filme de óxido na superfície da liga e a adsorção é seguida pela ruptura do filme em pontos fracos, com formação de microtrincas com alguns nanômetros de largura [97]. A Figura 19 ilustra o mecanismo de propagação do pite em ligas de alumínio [99].

Figura 19 - Ilustração esquemática do processo de corrosão por pites das ligas de alumínio em soluções contendo íons cloreto.

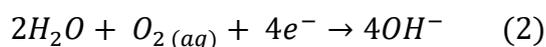


Fonte: Adaptado de [99].

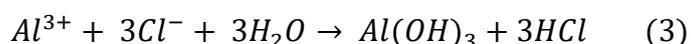
A corrosão por pites envolve um processo eletroquímico localizado que é separado em partes anódicas e catódicas. Na parte anódica do pite ocorre a reação de oxidação e, eletroquimicamente, o metal ativo é removido da liga conforme Equação 1.



Ao mesmo tempo, o processo catódico ocorre em fases eletroquímicas nobres (como intermetálicos contendo cobre e/ou ferro) e envolve o processo de redução do oxigênio dissolvido na água com formação de íons hidroxila, Equação 2.



O alumínio na forma catiônica atrai íons cloreto da solução produzindo ácido clorídrico dentro dos pites como consequência da hidrólise promovida pelos cátions de alumínio, levando a uma acidificação significativa da solução no fundo do pite, de acordo com a Equação 3:



Essa diminuição do pH promove maior dissolução do alumínio e o processo se torna autocatalítico. Parte dos íons Al^{3+} do pite se difundem em direção à abertura do pite, e se combinam com íons hidroxila, ocorrendo a precipitação de hidróxidos na forma de $Al(OH)_3$. Eventualmente, bolhas de H_2 podem ser formadas oriundas da redução do H^{+} presente na solução ácida dentro do pite. O acúmulo de produtos de corrosão na parte externa ao pite bloqueia progressivamente a entrada do pite, o que dificulta em alguns momentos o acesso de solução do meio externo, explicando por que eventualmente a corrosão diminui com o tempo [97].

3.4.2 Corrosão intergranular

A corrosão intergranular é uma forma de ataque localizado, no qual o caminho estreito ao longo dos contornos de grão ou sua imediata vizinhança é corroído

preferencialmente. A força motriz é a diferença de potencial entre o interior do grão e os contornos, no qual fases intermetálicas estão precipitadas [98].

Para que ocorra a corrosão intergranular, três condições devem ser atendidas simultaneamente, a saber [97]:

- Presença de um meio corrosivo;
- Diferença de potencial da ordem de 100 mV entre as partículas presentes nos contornos e a solução sólida (matriz);
- Precipitação contínua de intermetálicos, de tal forma que a corrosão intergranular possa se propagar.

3.4.3 Corrosão galvânica

A corrosão galvânica ocorre quando metais dissimilares são colocados em contato e expostos a uma solução corrosiva ou condutora, surgindo uma diferença de potencial entre eles. Essa diferença de potencial produz um fluxo de corrente entre eles, ocasionando o aumento da corrosão do metal mais ativo. Por outro lado, a corrosão no metal mais resistente diminui, comparado com seu comportamento quando isolado. Assim, o metal mais resistente torna-se o cátodo enquanto o mais ativo, o anodo [98].

3.4.4 Corrosão das ligas Al-Cu-Li

Niskanen et al. (1982) estudaram a corrosão de ligas de Al contendo Li imersas em solução com 3,5 % de NaCl. Segundo os autores, devido à natureza reativa do Li, o comportamento em corrosão das ligas contendo Li deve ser cuidadosamente examinado. Além disso, experiências com outras ligas comerciais mostraram que pequenas mudanças na composição e tratamento térmico podem afetar substancialmente a resistência à corrosão da liga. Os resultados de observações metalográficas e eletroquímicas mostraram que

existe uma relação direta entre a microestrutura e a resistência à corrosão das ligas Al-Li.

Diversos estudos publicados na literatura [9,14,15,100] têm indicado que as ligas Al-Cu-Li são altamente suscetíveis à corrosão localizada. De forma geral, dois tipos de ataque são comumente relatados. O primeiro tipo foi identificado como ataque localizado (associado às partículas constituintes micrométricas) enquanto que no segundo tipo o ataque foi denominado corrosão localizada severa (CLS), o qual está relacionado à dissolução seletiva da fase nanométrica T1 [9,14,15,100]. A morfologia do ataque dependerá de como as fases ou precipitados estão distribuídos, resultando em pite, corrosão intergranular ou consumo do grão (intragranular).

Os diferentes tipos de ataques serão abordados nas próximas sessões de maneira detalhada.

3.4.4.1 Corrosão localizada

Como mencionado anteriormente, as partículas constituintes (micrométricas) são formadas durante a solidificação da liga, a partir de impurezas ou elementos insolúveis, sendo incapazes de se dissolver durante o processamento termomecânico subsequente. Nas ligas Al-Cu-Li, a composição química desses precipitados tem sido majoritariamente composta de Al, Cu e Fe [15], entretanto, dependendo da composição da liga, outros elementos também podem ser encontrados, como por exemplo, Si e Mn [73,101–103]. O ataque localizado tem origem na diferença de potencial entre a matriz e essas partículas micrométricas, podendo resultar no ataque da matriz que envolve a partícula ou na dissolução seletiva da mesma [10]. A Tabela 8 compara os valores de potencial das fases e da matriz das ligas de Al.

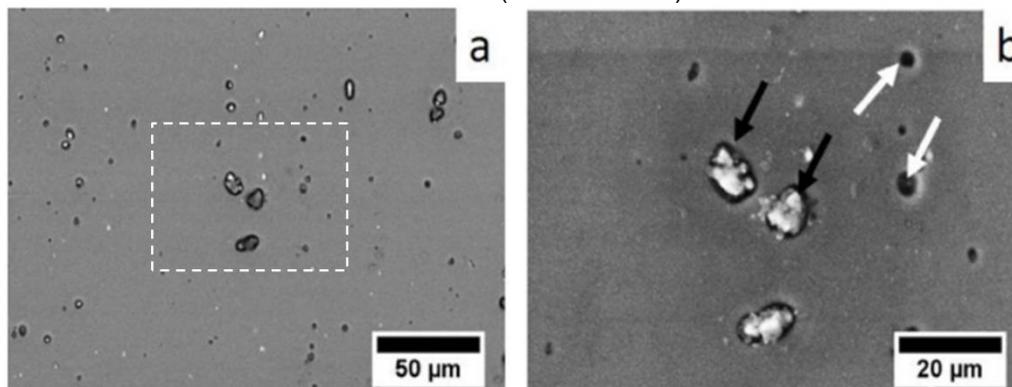
Tabela 8 - Potenciais de corrosão das segundas fases comumente encontrados em ligas de Al de alta resistência.

Estequiometria	Fase	Potencial de corrosão (mV (SCE))		
		0,01 mol L ⁻¹ NaCl	0,1 mol L ⁻¹ NaCl	0,6 mol L ⁻¹ NaCl
Al ₃ Fe	β	-493	-539	-566
Al ₂ Cu	θ	-592	-665	-695
Al ₃ Zr	β	-752	-776	-801
Al ₆ Mn	-	-839	-779	-913
Al ₇ Cu ₂ Fe	-	-549	-551	-654
Al (99,9999)	-	-679	-823	-849
Al-2%Cu	α	-813	-672	-744
Al-4%Cu	α	-750	-602	-642
AA7075-T651	-	-816	-965	-1180

Fonte: Adaptado de [40].

A Figura 20 apresenta o ataque localizado relacionado às partículas micrométricas cátodicas. As trincheiras (*trenches*) observadas ao redor das partículas (setas pretas) resultam da dissolução da matriz de alumínio circundante, a qual possui potencial menor em comparação com as partículas micrométricas ricas em Fe e Cu. As cavidades (setas brancas), por sua vez, são resultantes do desprendimento das partículas constituintes menores, após a dissolução da matriz de Al ao redor dessas partículas [15].

Figura 20 – (a) Superfície da liga AA2198-T851 após 3 h de exposição em solução com 0,01 mol L⁻¹ NaCl. (b) Ampliação da região delimitada em (a) mostrando trincheiras (setas pretas) ao redor de intermetálicos catódicos e cavidades (setas brancas).



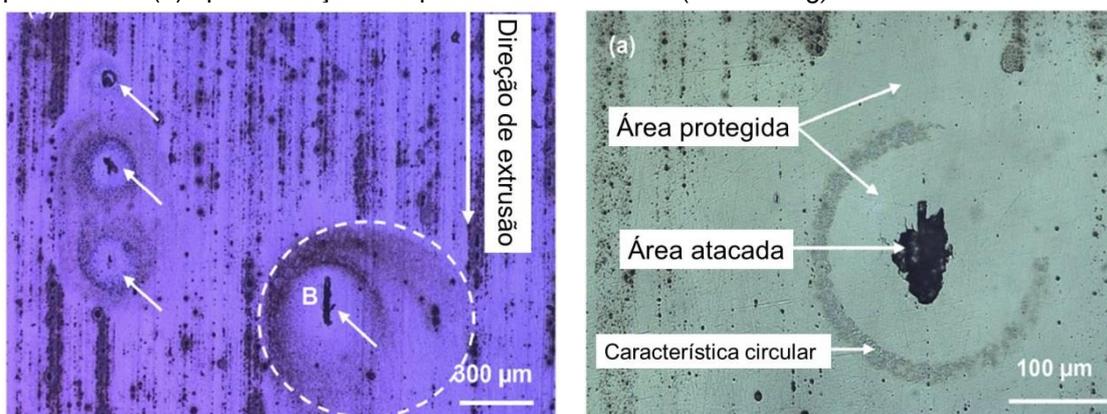
Fonte: Adaptado de [15].

Embora localizado, os pites resultantes deste tipo de ataque não costumam evoluir na direção lateral, diferente do tipo conhecido como CLS, o qual será discutido a seguir.

3.4.4.2 Corrosão localizada severa (CLS)

Além das partículas constituintes micrométricas, existem fases nanométricas nas ligas Al-Cu-Li, que também influenciam no desempenho da mesma, como por exemplo, a fase T1 (Al_2CuLi). Embora melhore a resistência mecânica da liga, esta fase apresenta efeitos adversos na resistência à corrosão. Li et al. [104] avaliaram o comportamento eletroquímico da fase T1 em relação à matriz, e seus estudos mostraram que, separadamente, os precipitados T1 têm potencial de corrosão mais negativo (-1,0764 V, ECS) que a matriz (-0,8548 V, ECS) em solução com 4 % de NaCl. Dessa forma, a fase T1 contribui diretamente para um caso grave de corrosão localizada, denominada corrosão localizada severa (CLS) [14,15,104,105]. A Figura 21 ilustra algumas das características da CLS (anéis de produtos de corrosão e área protegida ao redor dos sítios anódicos) [14–17].

Figura 21 - Imagens ópticas da liga 2099-T83: (a) após imersão em solução de NaCl a 3,5 % por 300 min (b) após remoção dos produtos de corrosão (*desmutting*).



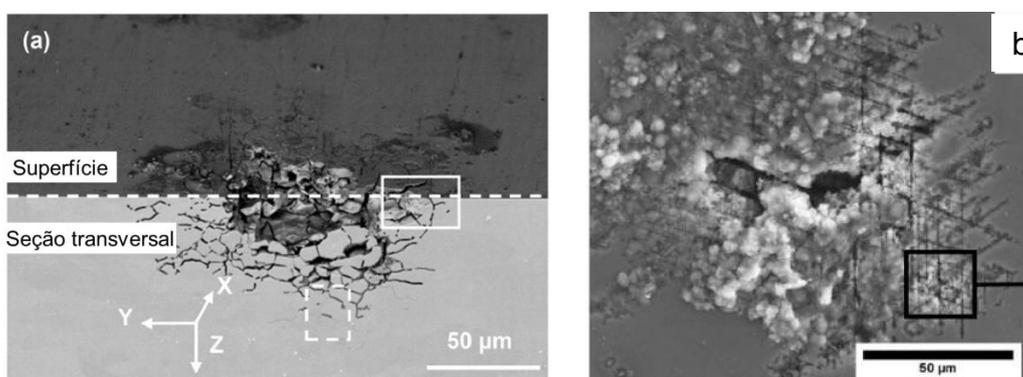
Fonte: Adaptado de [9].

Ma et al. [9] explicaram a origem da área protegida ao redor das regiões de CLS. Segundo os autores, as zonas protegidas em torno dos locais de corrosão são geradas pelas diferenças na composição da solução no interior do pite (maior acidez) e a que está em contato com a superfície externa. A

redução do pH dentro do pite ocorre devido à dissolução da fase T1, ou da matriz de Al, produzindo cátions que favorecem a hidrólise, resultando na acidificação da solução na frente de corrosão. A restrição na difusão entre as espécies no interior do pite, e aquelas no exterior do pite impedem a passivação da frente de corrosão. Como resultado, é gerado um gradiente de potencial entre o fundo do pite (mais negativo) e a superfície da liga. Conseqüentemente, a área da superfície imediatamente acima é protegida catodicamente.

A morfologia da CLS está relacionada com a distribuição da fase T1 no material. Ma et al. [9] mostraram que na liga 2099-T83, a CLS está associada a ataque intergranular, enquanto que trabalhos com a liga 2198-T851 [14,15,17] mostraram que a CLS se propaga de maneira cristalográfica dentro dos grãos. A Figura 22 compara as diferentes morfologias de corrosão (a) intergranular e (b) ataque cristalográfico observadas.

Figura 22 - Diferentes morfologias observadas na corrosão localizada severa de ligas Al-Cu-Li (a) ataque intergranular na propagação da corrosão; (b) ataque cristalográfico.



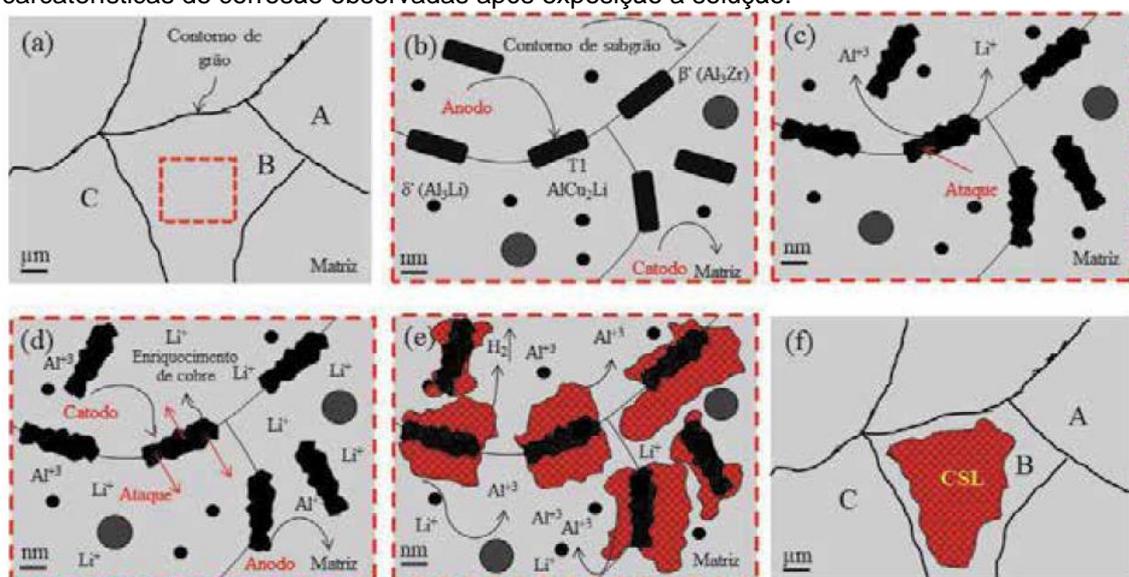
Fonte: Adaptado de [9,15].

A distribuição da fase T1 na microestrutura depende do tratamento empregado durante a produção da liga [17,34,35,106]. Ma et al. [34] mostraram que existe influência dos tratamentos termomecânicos na suscetibilidade à corrosão localizada e no mecanismo de propagação da liga 2099. Enquanto a liga 2099-T3 apresentou morfologia típica de corrosão cristalográfica, a mesma liga com os tratamentos T6 e T8 exibiu ataque seletivo nos contornos de grão e interior

dos grãos. Araujo et al. [17] também observaram uma relação entre o tratamento termomecânico e a corrosão, comparando a liga 2198 submetida aos tratamentos termomecânicos T8 e T851. Em ambas as condições foi observada CLS, entretanto, na liga com tratamento T8, esta iniciou-se nos grãos mais ativos eletroquimicamente e sua morfologia foi diretamente relacionada à microestrutura da liga; enquanto que para o tratamento T851, a CLS teve início nas bandas de deformação introduzidas nos grãos durante a etapa de estiramento, ou seja, na etapa de alívio de tensões indicada pelo índice 51; sendo assim, sua morfologia está relacionada com a dissolução preferencial da fase T1 ao longo das bandas de deformação.

Durante o segundo estágio do tratamento termomecânico T8 ocorre o processo de encruamento da liga, gerando grande quantidade de discordâncias que são locais preferenciais para a precipitação de fase T1. Entretanto, a distribuição da fase T1 na liga não é homogênea, uma vez que os grãos com alta energia de deformação apresentam maior densidade de discordâncias. Assim, alguns grãos apresentam maior densidade de fase T1, e estes serão mais suscetíveis à CLS [9,14,15,107–109]. A Figura 23 apresenta um desenho esquemático do mecanismo de iniciação e propagação da CLS proposto para a liga AA2198-T8.

Figura 23 - Diagrama esquemático ilustrando o mecanismo de iniciação e propagação da corrosão localizada severa na liga 2198 submetida ao tratamento termomecânico T8: (a) diferentes grãos no material; (b-e) reações que ocorrem durante imersão em NaCl; (f) características de corrosão observadas após exposição a solução.



Fonte: [17].

Na Figura 23 (a), diferentes grãos são observados e, considerando que o grão B apresenta maior grau de deformação e, conseqüentemente, maior densidade de defeitos cristalográficos, neste haverá maior concentração de fase T1. A seqüência (b-e) mostra a participação da fase T1 no ataque no interior do grão B. Inicialmente, (b) a fase T1 é anódica em relação à matriz, resultando na (c) dissolução preferencial do Al e Li desta fase. A fase T1 torna-se (d) enriquecida em cobre e passa a atuar como cátodo em relação à matriz, resultando no ataque desta última (e). Finalmente, é observada (f) corrosão localizada severa no interior do grão B [17].

3.4.5 Corrosão em ligas de Al soldadas por FSW

Como já mencionado, a corrosão localizada das ligas de Al está relacionada à complexa microestrutura gerada durante o processamento, composta por fases com propriedades eletroquímicas diferentes da matriz, dando origem a pilhas galvânicas [8,73,108]. Uma vez que durante o processo de soldagem por FSW as diversas zonas são submetidas a diferentes temperaturas e graus de deformação plástica, a distribuição dos precipitados nas várias regiões pode ser significativamente alterada e, conseqüentemente, seu comportamento frente à corrosão modificado [25,31,110]. Assim, é muito importante avaliar a resistência à corrosão das juntas soldadas e conhecer as áreas com maior risco de falha por corrosão.

Öteyaka e Ayrtyre [111] estudaram a resistência à corrosão da liga de Al 6061, soldada por diferentes processos, em solução com 3,5 % de NaCl. Considerando apenas o processo FSW, os autores mostraram que o MB apresenta menor resistência à corrosão em comparação com a junta soldada. Lumdsem et al. [112] investigaram a suscetibilidade à corrosão intergranular da liga 7075 soldada por FSW e observaram que, embora todas as regiões da junta soldada tenham sido suscetíveis à corrosão, na ZTA o ataque foi mais intenso. Paglia e Buchheit [113] mostraram que a sensitização da microestrutura das ligas de Al que ocorre durante a soldagem é responsável pela suscetibilidade à corrosão das regiões da solda afetadas termicamente. Gharavi et al. [114] também estudaram a resistência à corrosão da liga 6061,

soldada por FSW, em solução 0,6 mol/L de NaCl. Os resultados indicaram que, embora o MB e as regiões de solda tenham sido atacadas, a zona termicamente afetada exibiu ataque mais intenso de corrosão, comparativamente às demais zonas. Dudzik et al. [115] investigaram a liga de alumínio AW-7020 soldada por FSW em solução com 3,5 % de NaCl e mostraram que o MB apresentou a maior resistência à corrosão entre as zonas testadas. Os exemplos citados indicam que, embora o processo FSW modifique a microestrutura da junta soldada, a zona mais suscetível à corrosão só pode ser conhecida se o material for estudado, ou seja, outros fatores, tais como composição química e tratamento térmico da liga influenciam na suscetibilidade à corrosão.

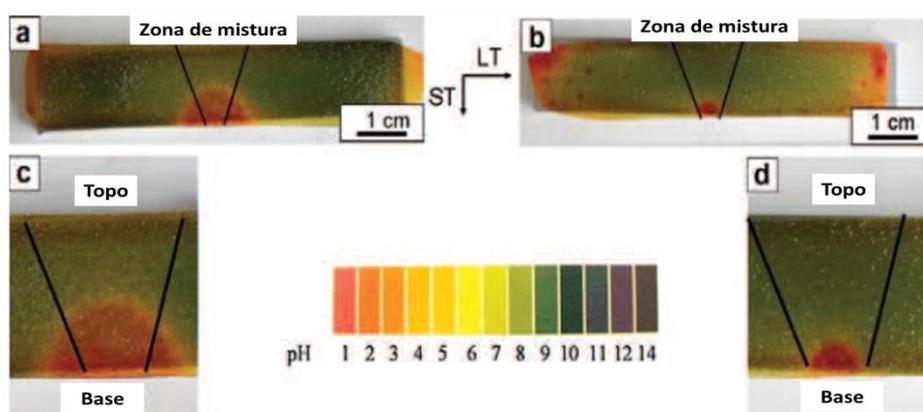
Hu e Meletis [31] avaliaram o comportamento de corrosão da região soldada da liga 2195 em solução com 3,5 % NaCl e afirmaram que cada uma das zonas afetadas pela solda é mais resistente à corrosão que o MB. Esse comportamento também foi confirmado por Danford e Ding [110], os quais utilizaram SRET (*Scanning Reference Electrode Technique*) para estudar a região da solda por FSW da liga 2195 em solução com 3,5 % NaCl. Os autores mostraram que a região do cordão de solda apresentou comportamento catódico em relação às outras zonas. Esses resultados, porém, contrastam com os obtidos por Corral et al. [116] para a liga 2195 em solução com 0,6 mol L⁻¹ de NaCl. Segundo os autores, o comportamento em corrosão das regiões afetadas pela solda e o MB foram semelhantes em ensaios eletroquímicos (curvas de polarização) e ensaios de imersão. A falta de consenso na determinação da região mais suscetível à corrosão, para uma mesma liga, mostra a complexidade do estudo das ligas soldadas pelo processo FSW, isto porque cada processo é único, uma vez que são influenciados pelos parâmetros de soldagem.

A influência dos parâmetros de soldagem na variação da resistência à corrosão foi abordada por Jaryiaboon et al. [27]. Os autores concluíram que a velocidade de rotação da ferramenta é o principal fator determinante da localização preferencial da corrosão. Para baixas velocidades de rotação, o ataque por

corrosão ocorre na região da ZM, devido ao aumento significativo da reatividade anódica nessa região. Para velocidades de rotação mais altas, o ataque de corrosão ocorre na região da ZTA devido à presença de contornos de grãos sensibilizados.

Conforme mencionado anteriormente, modificações microestruturais promovidas pelo processo de soldagem influenciam na resistência à corrosão das ligas de Al. Como as ligas Al-Cu-Li apresentam uma microestrutura complexa que, por sua vez, é influenciada pelos parâmetros de soldagem, diferenças na resistência à corrosão podem ocorrer até mesmo dentro de uma mesma zona, conforme observado por Proton et al. [117], na análise da seção transversal da ZM. Para a liga 2050 (Al-Cu-Li), a base da ZM apresentou comportamento anódico em relação ao topo, conforme constatado no ensaio de visualização em gel (Figura 24). Esse fato confirmou as previsões feitas a partir de medidas de OCP, que mostraram valor de -0,635 (V, ECS), próximo ao topo da ZM e de -0,665 (V, ECS), na sua base. Estes resultados destacam a heterogeneidade que existe entre o topo e a base da ZM, indicando uma relação entre o tamanho de grão e o comportamento eletroquímico.

Figura 24 - Observação da liga 2050 soldada por FSW após exposição para visualização em gel da variação do pH em consequência dos processos de corrosão: (a) e (c) apenas soldada; (b) e (d) soldada e com tratamento térmico pós-soldagem.



Fonte : Adaptado de [117].

A necessidade de se identificar a zona mais suscetível à corrosão é tão importante quanto justificar tal comportamento por meio da correlação entre

resposta à corrosão e a microestrutura. Analisando a superfície da liga 2A97-T3 soldada pelo processo FSW, Zhang et al. [26] mostraram que o OCP da ZTMA foi inferior ao de todas as demais zonas, indicando que essa região é a mais anódica. Esse resultado foi confirmado quando todas as zonas, incluindo o MB, foram expostas simultaneamente, o que resultou em CLS na ZTMA. A resposta observada foi associada à elevada densidade de fase T1 na ZTMA devido à influência de diversos fatores do processo, tais como significativa deformação plástica, altas temperaturas e a taxa de resfriamento relativamente lenta (resfriamento ao ar).

Proton et al. [25] expuseram a liga 2050-T3 a uma solução com 1 mol L^{-1} de NaCl e relataram que a ZTA foi a zona mais suscetível ao ataque intergranular devido à precipitação da fase T1 nos contornos de grãos dessa zona. Recentemente, utilizando solução EXCO (4 mol L^{-1} NaCl, $0,5 \text{ mol L}^{-1}$ KNO_3 e $0,1 \text{ mol L}^{-1}$ HNO_3 em 1 L de água deionizada), Donatus et al. [118] mostraram que o MB da liga 2198-T851 soldada por FSW é a região mais susceptível à corrosão. De maneira similar, Milagre et al. [29] mostraram que as zonas da liga 2098-T351, soldada por FSW, apresentam diferentes suscetibilidades à esfoliação. Neste caso, a junta de soldagem apresentou maior resistência à esfoliação do que o metal base na solução EXCO. A grande quantidade de fase T1 foi indicada como responsável pela redução na resistência à corrosão. Widener et al. [65] avaliaram a resistência à corrosão das ligas 2219-T87 e 2198-T851 soldadas pelo processo FSW utilizando solução EXCO. Os autores sugeriram que a excelente resistência à esfoliação da junta soldada pode ser ampliada para todas as ligas do tipo 2XXX-T8, pois, segundo os autores, esse comportamento é um fenômeno do material, sendo geralmente insensível ao *design* da ferramenta de solda e à espessura do material.

3.5 Técnicas eletroquímicas para avaliação da resistência à corrosão

Na corrosão do Al e suas ligas em meios aquosos, este metal é dissolvido e os elétrons liberados (anodo) são consumidos no cátodo [119].

Em meios aquosos, com pH próximo ao neutro e em presença de oxigênio dissolvido (O_2), a reação catódica de redução do O_2 tem importância fundamental e esta reação ocasiona o aumento local do pH. Em meios ácidos, por sua vez, é a reação de redução do H^+ com evolução de H_2 que se torna relevante.

As técnicas empregadas para avaliar a corrosão que ocorre por processos eletroquímicos são baseadas na eletroquímica [38]. Dois tipos de técnicas eletroquímicas podem ser utilizadas, as convencionais e as locais, as quais se distinguem pela escala de análise considerada. Enquanto nas técnicas eletroquímicas globais a resposta obtida é uma média dos fenômenos que ocorrem simultaneamente na superfície, nas técnicas locais há separação dos fenômenos devido à maior resolução empregada.

3.5.1 Técnicas eletroquímicas convencionais

3.5.1.1 Medidas de potencial de circuito aberto (OCP)

Quando um material metálico é exposto a meios aquosos, ao atingir um valor de potencial eletroquímico estacionário diz-se que este é característico do material naquele eletrólito. Esse potencial é o potencial no qual as velocidades das reações anódicas e catódicas no material são iguais, ou seja, a soma das correntes anódicas e a soma das correntes catódicas, em direções opostas, são necessariamente iguais. Assim, em condições de corrosão, sem uso de fonte externa de corrente elétrica, o sistema formado pelo metal e a solução aquosa assume um potencial eletroquímico estacionário que pode ser chamado de potencial de corrosão E_{corr} . O potencial de circuito aberto (OCP), do inglês *Open Circuit Potential*, é o potencial eletroquímico do material em

contato com o meio, na ausência de introdução de corrente elétrica externa ao sistema, mesmo quando o potencial estacionário não tiver sido atingido.

O monitoramento do OCP com o tempo de ensaio permite obter informações sobre o desenvolvimento do processo de corrosão, tais como [98]:

- Estudar a formação e quebra da película passiva, dada por oscilações abruptas na curva;
- Comparar os potenciais de dois materiais e indicar qual deles atuará como anodo e qual será o cátodo quando estes forem acoplados galvanicamente.

A importância da avaliação do potencial de corrosão em função do tempo também se justifica pela possibilidade de ocorrer variação de comportamento devido à dissolução de elementos da matriz, resultando na alteração do potencial. Por exemplo, se precipitados catódicos presentes na superfície do material são destacados em consequência do ataque corrosivo à matriz que os envolve, o potencial pode diminuir. A situação se inverte caso ocorra remoção de elementos mais ativos que a matriz.

3.5.1.2 Polarização potenciodinâmica

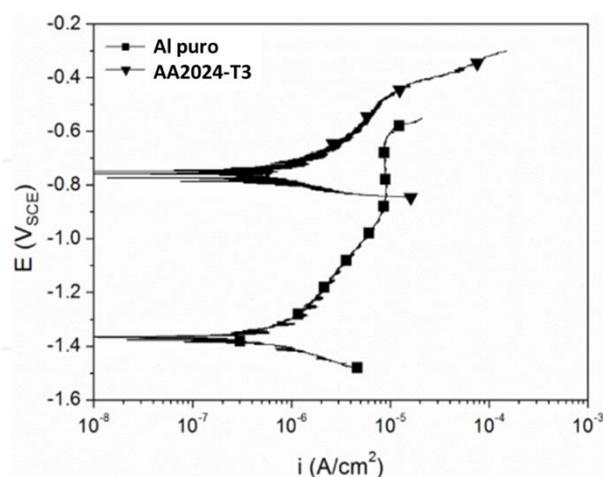
Ensaio de polarização potenciodinâmica são utilizados para caracterizar o desempenho frente à corrosão de uma liga. Esse tipo de análise fornece informações sobre a cinética, tais como: densidade de corrente em uma faixa de potenciais, potencial de pite, potencial de corrosão e densidade de corrente passiva [38].

As curvas de polarização podem ser determinadas experimentalmente, seja potenciostaticamente (o potencial é mantido constante e a corrente é medida), galvanostaticamente (a densidade de corrente é mantida constante e o potencial é medido), ou potenciodinamicamente (o potencial é variado em uma taxa determinada e a corrente resultante é medida) [98]. Essas curvas são a soma de pelo menos duas reações eletroquímicas: uma associada às reações

catódicas e outra às reações anódicas. Enquanto a parte anódica da curva proporciona informações relacionadas às reações de oxidação do metal, a parte catódica representa reações de redução de componentes do meio [38].

A análise do comportamento das ligas de Al não é óbvia, uma vez que são suscetíveis à corrosão localizada. Comparando-se curvas de polarização da liga 2024 e do Al puro (Figura 25), pode ser observado que a presença de Cu na liga contribui para tornar o potencial de corrosão mais nobre, entretanto, a cinética do processo é similar [38].

Figura 25 - Curvas de polarização do Al puro e da liga 2024-T3, obtidas com taxa de varredura de 1 mV s^{-1} após 7 dias de exposição em solução com $0,1 \text{ mol L}^{-1}$ de NaCl.



Fonte: Adaptado de [38].

As medidas eletroquímicas são fortemente influenciadas pelo filme de óxido na superfície do metal. Como mencionado anteriormente, informações sobre o filme podem ser obtidas por ensaios de polarização.

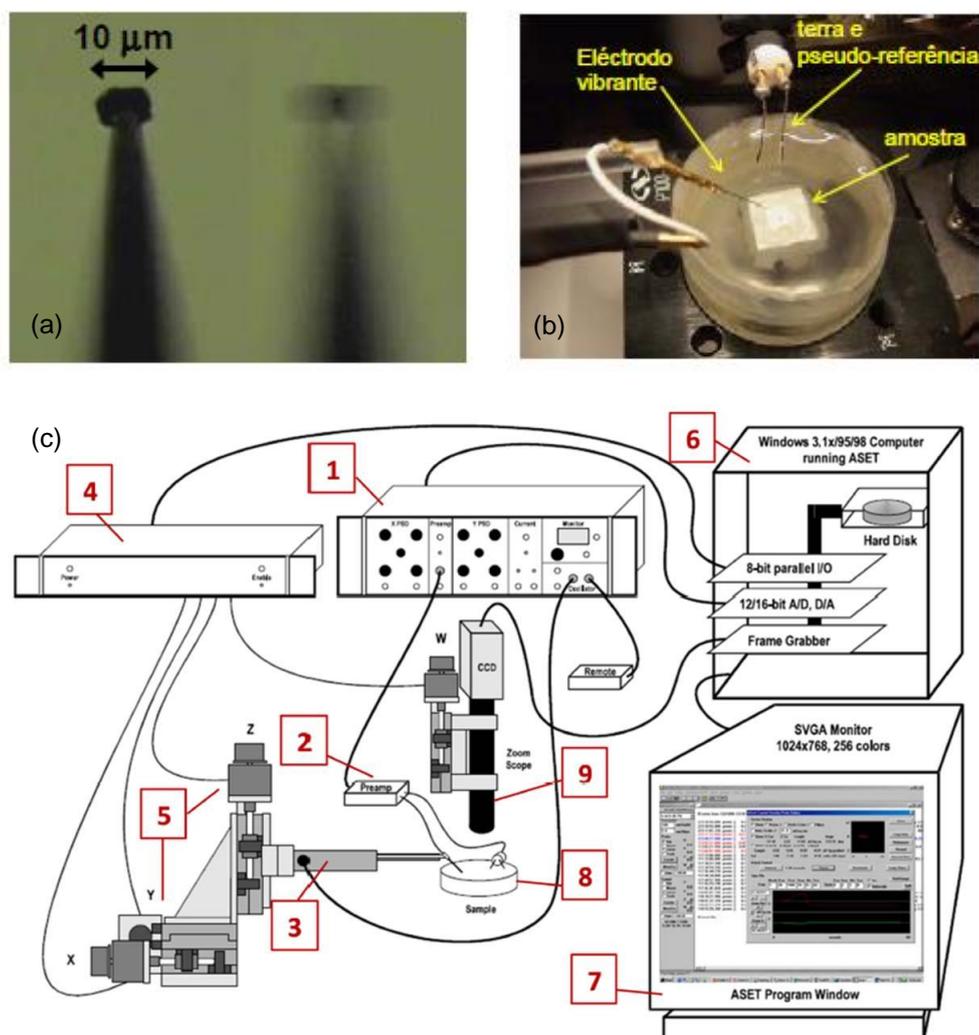
3.5.2 Técnica de varredura do eletrodo vibratório (SVET)

As técnicas eletroquímicas convencionais apresentam limitação no estudo de processos eletroquímicos que não se distribuem homogêaneamente na superfície. Uma vez que as técnicas convencionais consideram a resposta média da superfície do eletrodo, a análise relacionada a problemas de corrosão localizada é comprometida, uma vez que respostas associadas a fenômenos

locais (corrosão por pites, em frestas, quebra do filme passivo, etc.) não podem ser extraídas de medidas convencionais. Para superar essas dificuldades, várias técnicas locais com emprego de microeletrodos de varredura foram desenvolvidas. Entre elas, as técnicas de varredura do eletrodo vibratório (*scanning vibrating electrode technique* - SVET).

A técnica de varredura do eletrodo vibratório (SVET) foi inicialmente concebida para medir correntes iônicas na vizinhança de substratos biológicos. É baseada no uso de uma sonda que vibra em duas direções: uma perpendicular e outra paralela à amostra, permitindo que as densidades de corrente, local e normal, sejam medidas. A sonda consiste de platina (Pt) preta depositada na ponta de uma sonda e a densidade de corrente local é obtida como diferença de potencial local [120]. A Figura 26 apresenta alguns dos componentes da técnica. A superfície da amostra é colocada em um suporte não condutor, o qual é cercado por fita adesiva a fim de reter a solução de ensaio. A medição de potencial ocorre entre o eletrodo vibratório e um fio de Pt com negro de Pt que funciona como referência. Um segundo fio de Pt platinizado faz a ligação terra. O microeletrodo é colocado na extremidade de um braço que tem a outra extremidade conectada a dois osciladores piezoelétricos responsáveis pelas vibrações x e z (frequências selecionáveis entre 40 e 1000 Hz). Uma câmera de vídeo permite controlar a posição do eletrodo e obter imagens da amostra [121].

Figura 26 - Diagrama que mostra a montagem associada à técnica de varredura do eletrodo vibratório (SVET): (a) eletrodo vibratório; (b) célula eletroquímica; (c) principais componentes do sistema SVET.



1. Amplificadores; 2. Pré-amplificador; 3. Osciladores piezoelétricos;
 4. Controle de vibração da sonda; 5. Motores da sonda;
 6. Computador; 7. Monitor; 8. Amostra; 9. Câmera de vídeo

Fonte: Adaptado de [121,122].

3.5.3 Emprego das técnicas eletroquímicas na análise de resistência à corrosão de ligas Al-Cu-Li

A Tabela 9 apresenta alguns trabalhos publicados na literatura que utilizaram técnicas eletroquímicas para avaliação da resistência à corrosão de ligas Al-Cu-Li. Vale ressaltar que, em alguns casos, outras informações (comparação de desempenho com outras ligas, análises complementares por meio de outras

técnicas, etc) foram fornecidas nos artigos, entretanto, o foco foi dado apenas aos resultados eletroquímicos concernentes às ligas contendo Li.

Tabela 9 - Avaliação da suscetibilidade à corrosão de ligas Al-Cu-Li através de técnicas eletroquímicas (continua).

Liga	Tipo de corrosão	Principais conclusões	Técnicas empregadas	Ref
Al-Cu-Li T6, T8	Esfoliação	A condição T6 apresenta maior suscetibilidade à esfoliação que T8.	EIS (solução EXCO)	[37]
2198-T851	Intragranular(propagação cristalográfica)	A propagação cristalográfica foi associada às bandas de deslizamento, no qual ocorreu precipitação preferencial de fase T1	SVET (0,01 mol L ⁻¹ de NaCl)	[14]
2050-T34 e Envelhecida artificialmente (E.A.)	T34 (intergranular) E.A.(intragranular)	O envelhecimento artificial modifica a morfologia do ataque corrosivo e diminui o potencial de corrosão da liga devido à formação de fase T1 nos contornos de grão e matriz.	Imersão e polarização em 0,7 mol L ⁻¹ NaCl	[106]
2099-T8	Intergranular e intersubgranular	Grãos com alta energia estocada. Elevada quantidade de defeitos. Maior densidade de discordâncias em grãos mais deformados. Grãos termodinamicamente mais ativos. Maior densidade de fase T1 nas discordâncias.	Imersão e polarização em 3,5 % NaCl	[75]
2099-T83	Pites (local inicial do ataque) com produto de corrosão alinhado paralelamente à direção de extrusão (direção da propagação do ataque)	Deformação plástica localizada. Geração de discordâncias. Nucleação de fase T1 nas imperfeições cristalográficas. Bandas de deslizamento com alta densidade de T1	Monitoramento de potencial de corrosão e polarização em 3,5 % NaCl	[72]

Tabela 9 - Avaliação da suscetibilidade à corrosão de ligas Al-Cu-Li através de técnicas eletroquímicas (continuação).

Liga	Tipo de corrosão	Principais conclusões	Técnicas empregadas	Ref
2099 T3, T6 e T8	T3 (ataque cristalográfico) T6 e T8 (Intergranular e intragranular)	A susceptibilidade a CLS depende do tratamento termomecânico empregado. O estado dos elementos de liga (solução sólida ou precipitados) também influenciam no mecanismo de corrosão localizada	Imersão e polarização em 3,5 % NaCl	[108]
2A97- T3	Pite e intergranular	A corrosão por pites foi associada às partículas constituintes micrométricas, enquanto o ataque intergranular foi associado à fase T1 e a partículas constituintes micrométricas corroídas nos contornos.	Imersão e polarização em 3,5 % NaCl	[103]
2198 T3 e T851	Pite e ataque cristalográfico	Maior atividade eletroquímica no tratamento T851 devido a maior heterogeneidade da microestrutura.	Imersão e EIS (0,01 mol L ⁻¹ NaCl)	[43]
8090 T851	Não informado	O potencial de corrosão e de pite mudam para valores mais negativos com aumento do pH e da concentração de Cl ⁻	Polarização em (1% a 10% NaCl) e diferentes pHs	[123]
2098-T351	Pite e intragranular	Na solução contendo sulfato apenas pites. A adição de cloreto resulta também em ataque intragranular	OCP, EIS e Polarização (10 mol L ⁻¹ NaCl, 0,1 mol L ⁻¹ Na ₂ SO ₄ + 1 mol L ⁻¹ NaCl)	[100]
2198	Pite e esfoliação	A morfologia e a taxa de corrosão mudam em função do estágio do envelhecimento	OCP, EIS e Polarização (3,5 % NaCl)	[46]

A Tabela 10 apresenta alguns trabalhos na literatura que também utilizaram técnicas eletroquímicas para avaliar a resistência à corrosão de diferentes ligas Al-Cu-Li soldadas pelo processo FSW.

Tabela 10 - Avaliação da suscetibilidade à corrosão de ligas Al-Cu-Li soldadas por FSW por meio de técnicas eletroquímicas.

Liga	Região mais susceptível à corrosão	Tipo	Causa	Técnicas eletroquímicas empregadas	Ref
2A97	ZTMA	Intergranular e dissolução do grão	Fase T1	Imersão e OCP (3,5% NaCl)	[73]
2195	Mesmo comportamento entre as zonas	Pite	Dissolução do filme óxido	Imersão e Polarização (0,6 mol L ⁻¹ NaCl)	[116]
2050 T3	ZTA	Intergranular	Fase T1 nos contornos	OCP e polarização (1 mol L ⁻¹ NaCl)	[25]
2195	ZTA	Pite	Não informado	SRET (3,5% NaCl)	[110]
2198 T851	MB	CLS	Elevada quantidade de fase T1 no MB	Polarização (3,5% NaCl acidificado)	[124]
2198 T851	MB	CLS	Elevada fração volumétrica de fase T1	SVET (10 mol L ⁻¹ NaCl) Polarização (EXCO e 3,5% NaCl acidificado)	[118]

Conforme apresentado nas Tabelas 9 e 10, grande parte dos trabalhos citados foi desenvolvida em eletrólitos de elevada agressividade. Nesse sentido, o presente trabalho fornece uma importante contribuição na avaliação da resistência à corrosão em solução contendo baixo teor de íons cloreto.

4 MATERIAL E MÉTODOS

4.1 Material

Chapas da liga 2198-T8 com 4 mm de espessura foram utilizadas para produzir as amostras soldadas utilizadas neste estudo. A composição química da liga foi obtida por espectroscopia de emissão atômica com fonte de plasma (*Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry – ICP-OES*) e é mostrada na Tabela 11.

Tabela 11 - Composição química (% em massa) da liga AA2198-T8 obtida por espectroscopia de emissão atômica com fonte de plasma (ICP-OES).

Elemento	%	Elemento	%	Elemento	%
Cu	3,32	Ag	0,26	Si	0,04
Li	0,96	Zr	0,51	Zn	0,04
Mg	0,31	Fe	0,05	Mn	0,02
Al	Balanço				

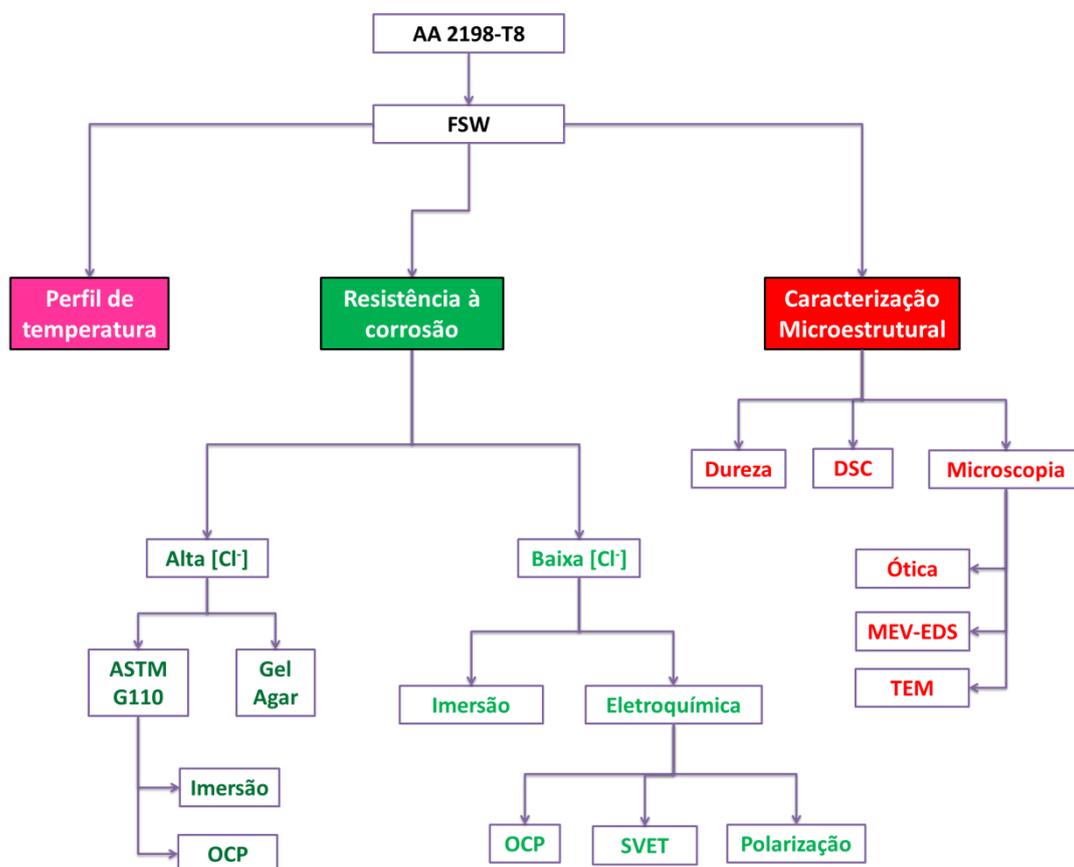
Fonte: Autor da tese.

4.2 Métodos

A Figura 27 apresenta o fluxograma da metodologia utilizada neste trabalho. Os resultados serão agrupados e discutidos considerando três grupos principais:

- Caracterização microestrutural;
- Perfil de temperatura;
- Resistência à corrosão.

Figura 27 - Fluxograma da metodologia adotada neste trabalho.



Fonte: Autor da tese.

4.2.1 Parâmetros de soldagem e aquisição de dados de temperatura

A chapa da liga 2198-T8 foi soldada por fricção e mistura (FSW) no Laboratório Nacional de Nanotecnologia (LNNano), utilizando velocidade de rotação de 700 rpm em sentido anti-horário e velocidade transversal de 300 mm/min. Para realizar a soldagem foi utilizada uma ferramenta em aço H13, (Figura 28), com pino cônico ajustável, conforme espessura da chapa. O ombro da ferramenta possuía 16 mm de diâmetro e o pino ajustável, 3,75 mm de comprimento.

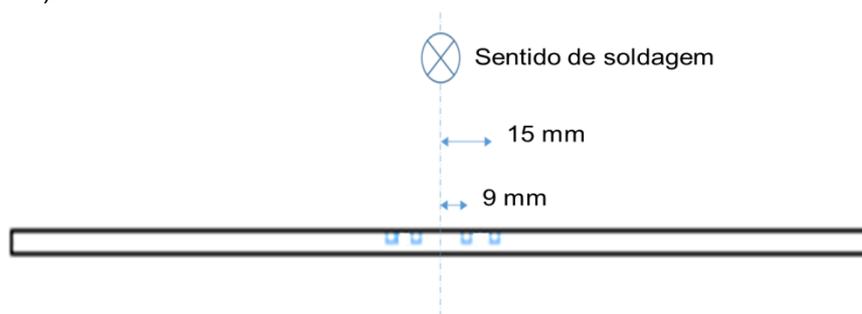
Figura 28 - Ferramenta utilizada na soldagem das chapas da liga 2198-T8



Fonte: Autor da tese.

Foram fixados termopares na parte superior da chapa (Figura 29), a 2 mm da superfície (com distância de 9 mm e 15 mm a partir da interface das chapas) a fim de se obter o perfil térmico e realizar simulações referentes ao perfil de temperatura.

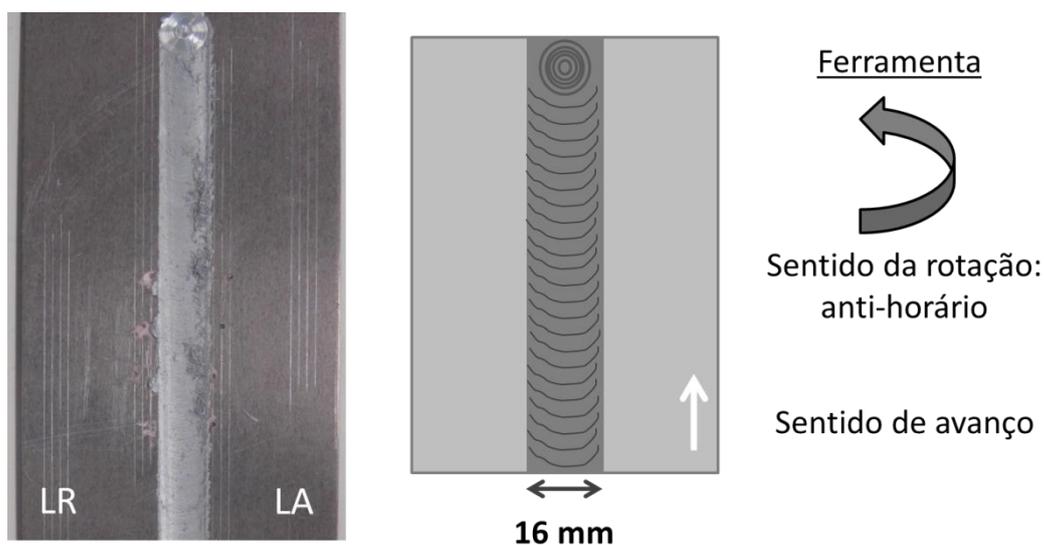
Figura 29 - Ilustração do posicionamento dos termopares na amostra soldada por fricção e mistura (FSW).



Fonte: Autor da tese.

As simulações térmicas foram realizadas pelo grupo de pesquisa do LNNano e, para tal, foi utilizado o software de elementos finitos COMSOL v5.2 [12]. Fenômenos físicos presentes nas soldagens, tais como, transferência de calor por condução e radiação, foram considerados. O modelo da soldagem contabilizou 86009 elementos. Os valores de condutividade térmica e calor específico da liga 2024, presente no banco de dados COMSOL, foi adotado como referência, uma vez que os dados para o material empregado neste trabalho ainda não estão disponíveis. As medidas obtidas pelos termopares foram utilizadas como dados de entrada para calibração do modelo termomecânico. A amostra soldada é apresentada na Figura 30 e os lados de avanço (LA) e retrocesso (LR) são indicados.

Figura 30 - Liga 2198-T8 soldada pelo processo de fricção e mistura (FSW).



Fonte: Autor da tese.

4.2.2 Caracterização microestrutural

As amostras foram analisadas por diferentes técnicas, as quais tiveram por objetivo caracterizar a microestrutura da liga. Em alguns casos, algumas das técnicas de caracterização também foram empregadas após os ensaios de corrosão, a fim de auxiliar no entendimento do processo corrosivo.

4.2.2.1 Microscopia ótica

As amostras foram preparadas segundo técnicas convencionais de metalografia, compreendendo lixamento mecânico com lixas de carbo de silício (grana até #4000) seguido de polimento com solução de diamante (3 μm e 1 μm). A microestrutura foi revelada após ataque com solução composta de 25 % (vol.) de HNO_3 e 2 % (vol.) de HF em água destilada, durante 10 s. Para observação da superfície, uma câmera LEICA EC3, acoplada ao microscópio ótico LEICA DMLM, foi utilizada.

4.2.2.2 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

Imagens de microscopia eletrônica de varredura (*Scanning electron microscopy* – SEM) e análise química por espectroscopia de raios X por dispersão em energia (*energy dispersive X-ray spectroscopy* – EDS) foram obtidas para as diferentes amostras produzidas. Nesse estágio, informações sobre a morfologia dos grãos, análise de composição química das partículas micrométricas e informações sobre a superfície após ensaios de corrosão foram obtidas. Diferentes equipamentos de microscopia eletrônica foram empregados (em função da disponibilidade e resolução de cada um deles), a saber:

- Microscópio eletrônico de varredura de bancada Hitachi (TM3000);
- Microscópio eletrônico de varredura com canhão de emissão de campo SEM-FEG JEOL (JSM-6701F);
- Microscópio eletrônico de varredura JEOL (JSM-6010L)

4.2.2.3 Microscopia eletrônica de transmissão (TEM)

Discos com 3 mm de diâmetro foram removidos da zona de mistura (ZM) e do metal base (MB) como passo preliminar na preparação de corpos de prova para microscopia eletrônica de transmissão (*Transmission Electron Microscopy* - TEM). Inicialmente, os discos foram lixados mecanicamente a fim de reduzir a espessura e, posteriormente, polidos eletroliticamente em solução contendo 20 % (vol.) de HNO₃ em metanol a -30 °C, a 25 V. As imagens de transmissão foram obtidas utilizando um microscópio JEOL 2100F.

4.2.2.4 Microdureza Vickers

O perfil de microdureza da superfície polida da amostra soldada foi obtido usando um microdurômetro Emco-Test (DuraScan 70). O ensaio foi realizado utilizando 0,2 HV (200 gf) durante 10 s com 0,2 mm de passo. Cinco medidas de microdureza foram obtidas em cada posição horizontal (x) e a média de cada posição foi calculada.

4.2.2.5 Calorimetria exploratória diferencial (DSC)

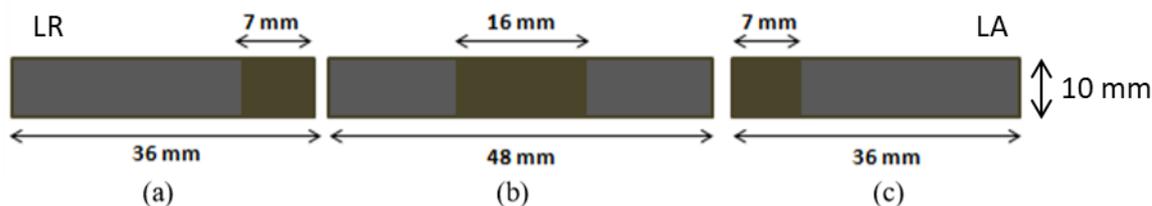
Amostras foram retiradas da ZM e do MB, nas dimensões de 3 mm x 3 mm x 4 mm, e lixadas utilizando lixa de SiC (até #4000) para realização das medidas de DSC (do inglês, *Differential Scanning Calorimetry*). As medidas foram obtidas em atmosfera de nitrogênio (99,999 % em massa) utilizando um equipamento DSC-50 SHIMADZU. A taxa de aquecimento utilizada nas medições de DSC foi de 10 °C/min e a faixa de temperatura avaliada se restringiu ao intervalo entre 50 °C e 550 °C.

4.2.3 Avaliação da resistência à corrosão

4.2.3.1 Técnica de visualização em gel agar-agar para identificar áreas catódicas e anódicas

A técnica de visualização em gel de agar-agar foi empregada para detectar as áreas anódicas e catódicas na liga soldada, por meio da variação do pH devido aos processos de corrosão. Uma solução composta de 3 g de agar-agar em 100 mL de 0,7 mol L⁻¹ NaCl e 7 mL de indicador universal de pH a 100 °C foi utilizada para preparação do gel [17,27,28]. Amostras de diferentes tamanhos e áreas (Figura 31) foram preparadas por técnicas convencionais de metalografia (até acabamento com suspensão de diamante 1 µm). Após o polimento, as amostras foram cobertas por verniz a fim de expor ao gel apenas a superfície polida. Em seguida, uma fina camada de gel de cerca de 2 mm de espessura foi colocada sobre cada amostra. Mudanças na coloração do gel foram monitoradas durante 12 h e, posteriormente, o gel foi removido a fim de observar a superfície ao final do ensaio. Neste ensaio, a coloração verde do gel indica pH alcalino, enquanto a cor laranja indica acidificação do meio.

Figura 31 - Dimensões das amostras utilizadas na técnica de visualização em gel agar-agar: (a) ZM, ZTMA, ZTA e MB lado de retrocesso (LR); (b) todas as zonas expostas; (c) ZM, ZTMA, ZTA e MB lado de avanço (LA).



Fonte: Autor da tese.

4.2.3.2 Ensaios de imersão em soluções de elevada e baixa concentração de íons cloreto

Para avaliar a resistência à corrosão intergranular da liga 2198-T8 soldada em meios de elevada agressividade foi utilizado o ensaio de imersão segundo a norma ASTM G110, o qual avalia a suscetibilidade à corrosão intergranular [125]. A amostra soldada foi previamente lixada até grana #4000 utilizando lixas de SiC. O ensaio de suscetibilidade à corrosão intergranular segundo a norma ASTM G110 compreende três etapas. Inicialmente, a amostra passa por uma etapa de limpeza durante 1 min em solução composta de 945 mL de água destilada, 50 mL de HNO₃ (70 %) e 4 mL de HF (48 %) a 93 °C. Em seguida, a mesma é exposta a solução de HNO₃ (70 % em volume) durante 1 min à temperatura ambiente, enxaguada com água deionizada e seca. Finalmente, a amostra é imersa na solução de ensaio composta por 57 g de NaCl e 10 mL de H₂O₂ (30 %) em 1 L de água deionizada durante 6 h. Após a exposição, a amostra foi cuidadosamente lavada com água deionizada e seca. Posteriormente, a superfície e a seção transversal da amostra foram examinadas por microscopia. Ensaios utilizando a norma ASTM G110 também foram realizados isolando-se a ZM e o MB, sendo removidas da solução para observação da superfície após 15 min e 4 h de exposição. Para cada zona, uma área de 0,28 cm² foi utilizada.

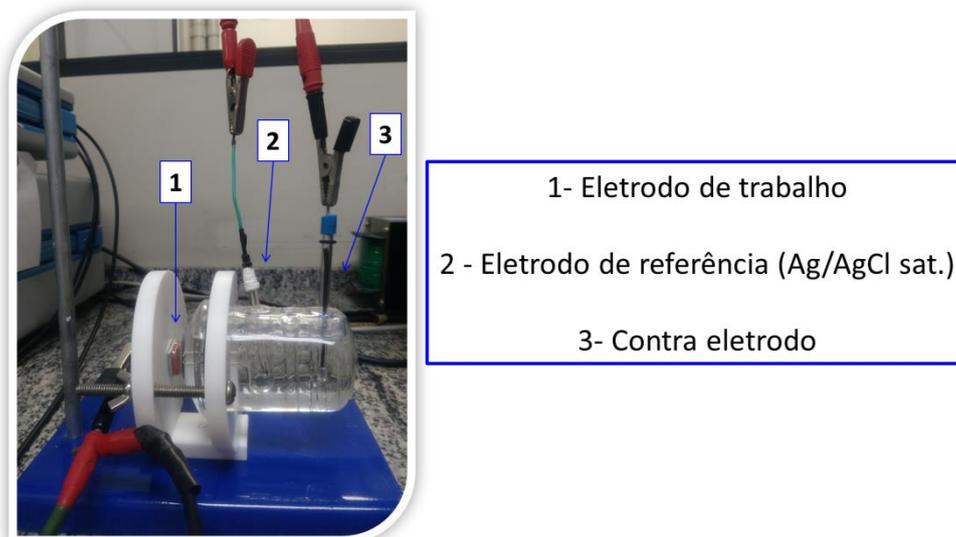
Para avaliar a resistência à corrosão da liga AA2198-T8 soldada em meios de baixa agressividade foi realizado um ensaio de imersão em solução 0,005 mol L⁻¹ de NaCl. Nesse caso, a amostra foi mantida por 24 h em imersão para posterior análise da superfície. Ensaios também foram realizados

isolando-se as diferentes zonas (lado de retrocesso) sendo removidas da solução para observação da superfície após diferentes tempos de exposição. Para cada zona, uma área de 0,28 cm² foi utilizada.

4.2.3.3 Técnicas eletroquímicas convencionais

Ensaio eletroquímico convencionais foram realizados em uma célula convencional de três eletrodos, com um eletrodo de Ag/AgCl (KCl saturado) como eletrodo de referência, um fio de platina como contraeletrodo e a superfície exposta das amostras como eletrodo de trabalho (Figura 32).

Figura 32 - Célula eletroquímica utilizada neste trabalho.

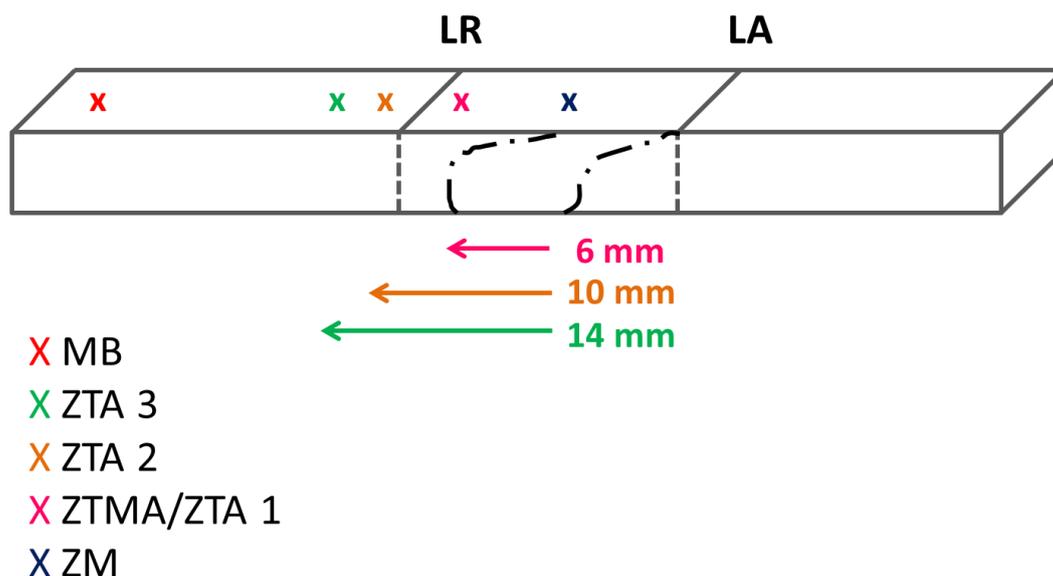


Fonte: Autor da tese.

Utilizando a solução da norma ASTM G110, a ZM e o MB foram expostos separadamente e o potencial de circuito aberto foi monitorado durante 4 h. Já para a solução com 0,005 mol L⁻¹ de NaCl o OCP das mesmas regiões, ZM e MB, foi monitorado durante 8 h. Ensaio de polarização também foram realizados na solução com 0,005 mol L⁻¹ de NaCl em diferentes regiões da solda (lado de retrocesso), conforme representado no diagrama esquemático da Figura 33. A polarização anódica foi realizada na faixa de -0,02 V (OCP) até 1,0 V, enquanto a polarização catódica, de 0,02 V (OCP) até -1,0 V. Ambas as

curvas, catódica e anódica, foram obtidas a taxa de $0,5 \text{ mV s}^{-1}$, após 30 min de exposição ao eletrólito. Para todas as técnicas eletroquímicas descritas acima, um potenciostato Solartron SI 1287 foi utilizado. Todos os experimentos foram realizados após preparação da superfície (polimento até $1 \text{ }\mu\text{m}$ de suspensão de diamante), expondo uma área de $0,28 \text{ cm}^2$, delimitada com cera de abelha.

Figura 33 - Diagrama esquemático mostrando as diferentes zonas de soldagem por fricção e mistura (FSW) avaliadas pelas técnicas eletroquímicas convencionais no lado de retrocesso (LR) da liga 2198-T8. ZM = zona de mistura; ZTMA = zona termomecanicamente afetada; ZTA = zona termicamente afetada; MB = metal base.



Fonte: Autor da tese.

4.2.3.4 Técnica de varredura do eletrodo vibratório (SVET)

Ensaio pela técnica de varredura do eletrodo vibratório (scanning vibrating electrode technique - SVET) foram realizados utilizando o equipamento *Applicable ElectronicsTM* controlado pelo *Automated Scanning Electrode Technique ASET 4,0* software (Science WaresTM). Sondas isoladas de Pt-Ir (Microprobe, Inc.) com platina negra depositada na ponta foram utilizadas como eletrodo vibratório. A sonda foi posicionada a uma altura de $(100 \pm 3) \text{ }\mu\text{m}$ em relação às superfícies das amostras, e movimentos vibratórios no plano perpendicular (Z) e paralelo (X) a estas superfícies foram realizados durante medida. A amplitude de vibração foi de $19 \text{ }\mu\text{m}$, e as frequências de vibração

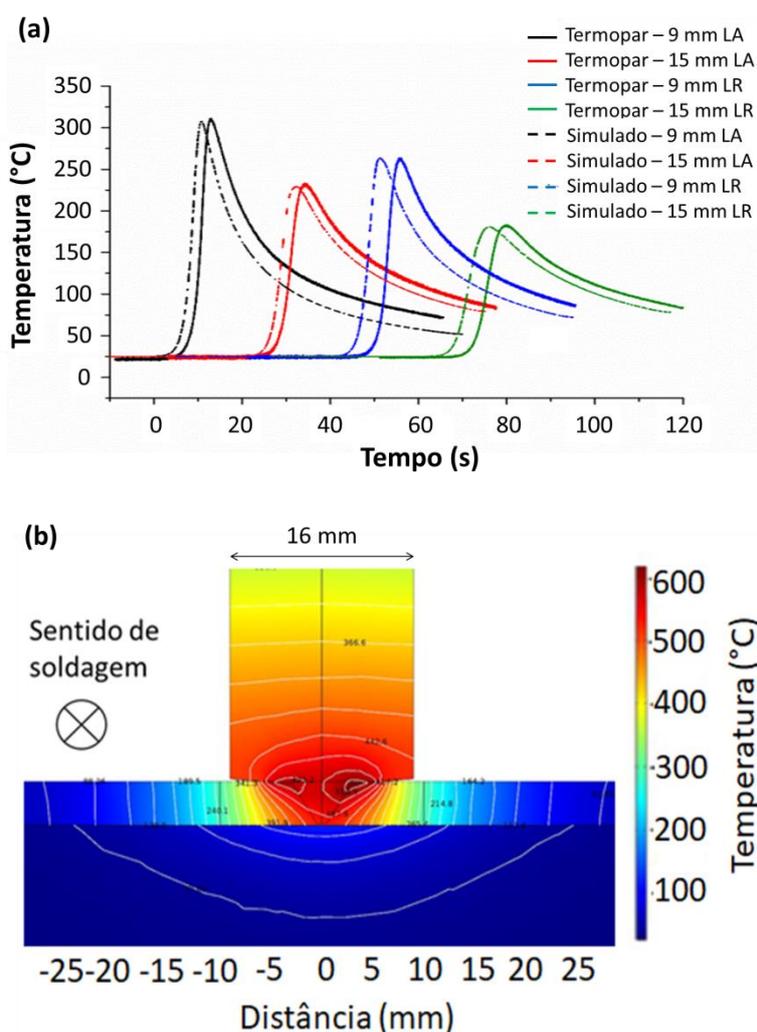
foram 174 Hz (X) e 73 Hz (Z). Os experimentos foram realizados em uma gaiola de Faraday, à temperatura de (20 ± 2) °C [14]. Três amostras, as quais foram embutidas separadamente em resina epóxi, foram utilizadas como eletrodo de trabalho: (a) MB, (b) ZM, e (c) acoplamento entre as quatro zonas de soldagem até o centro da junta soldada no lado de retrocesso (MB+ZTA+ZTMA+ZM). A superfície das amostras foi previamente preparada por metalografia convencional (até acabamento por polimento com suspensão de diamante de 1 μm). Uma fita adesiva ao redor da resina foi utilizada como reservatório para o eletrólito. Os experimentos foram realizados em solução com $0,005 \text{ mol L}^{-1}$ de NaCl por 24 h e os mapas de SVET foram obtidos a cada 2 h. Posteriormente, as diferentes superfícies corroídas foram analisadas.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Simulação térmica

A Figura 34 apresenta as temperaturas medidas pelo termopar durante o processo de soldagem e a simulação térmica resultante. As temperaturas indicadas pela simulação foram consistentes com as medidas obtidas pelos termopares (Figura 34 (a)). Portanto, estes resultados validam a simulação térmica (Figura 34 (b)). Temperaturas mais altas foram alcançadas no lado de avanço (LA) comparativamente ao lado de retrocesso (LR). Esse resultado é concordante com os citados em [12,126].

Figura 34 - Resultados da simulação térmica: (a) comparação entre os dados da simulação e os medidos pelos termopares; (b) mapa térmico em função da distância do centro da junta soldada (vista frontal).



Fonte: Autor da tese.

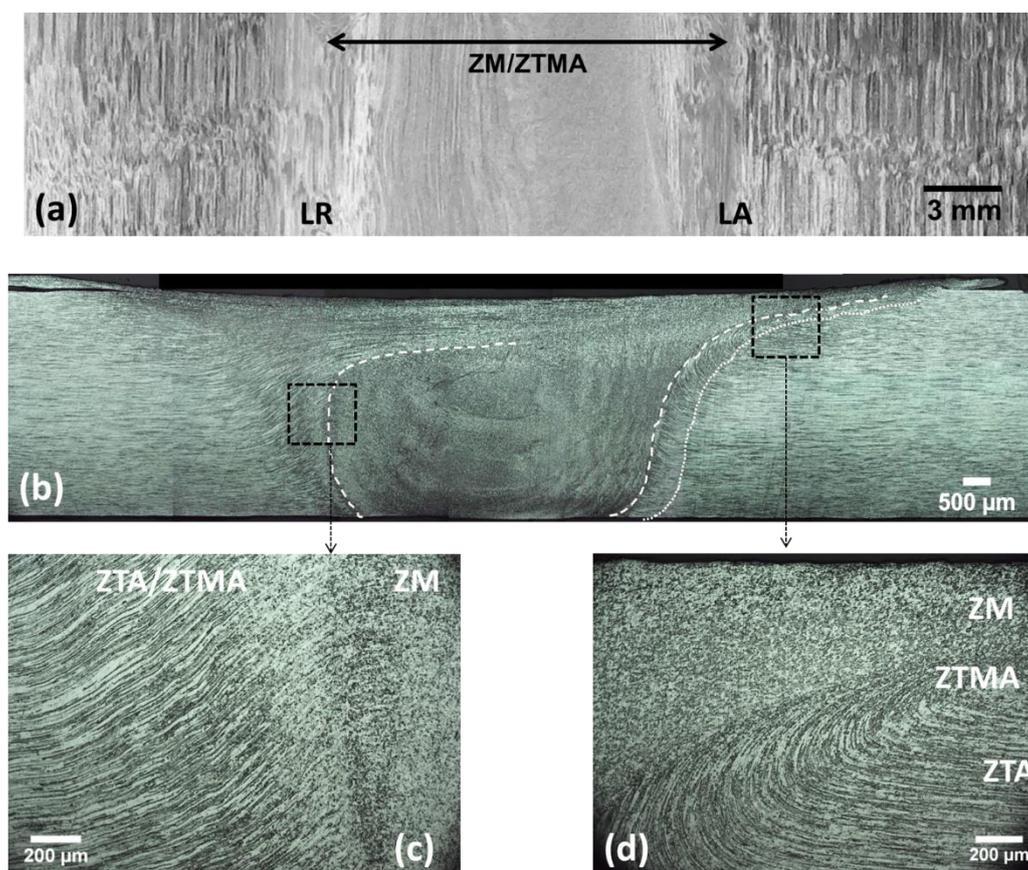
A Figura 34 (b) mostra que temperaturas acima de 500 °C são atingidas na região central da junta soldada (zona de mistura) e a temperatura diminui na medida em que se afasta da fonte de calor (neste caso o atrito gerado entre a ferramenta e a liga de alumínio utilizada). A 9 mm de distância do centro (já na zona termicamente afetada), a temperatura alcançada foi da ordem de 300 °C, no lado de avanço. Essa significativa queda de temperatura em curta distância indica que variações microestruturais significativas podem ser esperadas para a liga soldada. Assim, a próxima seção mostra os resultados da investigação das alterações metalúrgicas que ocorreram na liga em função do processo de soldagem.

5.2 Caracterização microestrutural

Embora o processo de soldagem por fricção e mistura (FSW) não resulte em temperaturas suficientes para que ocorra a fusão da liga, o efeito da temperatura pode ser claramente observado na microestrutura. A Figura 35 (a) apresenta uma macrografia da superfície de topo da liga 2198-T8 soldada pelo processo FSW no qual a região composta pela ZM + ZTMA, delimitada pela largura do ombro da ferramenta, é indicada. Nessa condição, é difícil estabelecer a extensão de cada zona, uma vez que esses limites variam em função da espessura da junta soldada, conforme ilustrado na micrografia da seção transversal, Figura 35 (b). As Figuras 35 (c, d) mostram detalhes das regiões de transição, indicadas pelos quadros tracejados da Figura 35 (b). A ZTA não sofreu modificações causadas por efeitos mecânicos, mantendo a microestrutura de grãos alongados na direção da laminação, similar ao MB. Entretanto, as temperaturas atingidas na ZTA podem causar alterações na microestrutura e, conseqüentemente, nas propriedades. Os efeitos mecânicos provocados pelo movimento da ferramenta podem ser claramente observados pela mudança no alinhamento dos grãos na ZTMA. Além disso, a diferença entre os lados de avanço e retrocesso torna-se evidente e a ZTMA apresenta maior extensão no LR. Já na ZM, os grãos sofrem recristalização dinâmica,

devido ao efeito combinado de altas temperaturas e deformação, causado pelo movimento da ferramenta durante a soldagem [18,22].

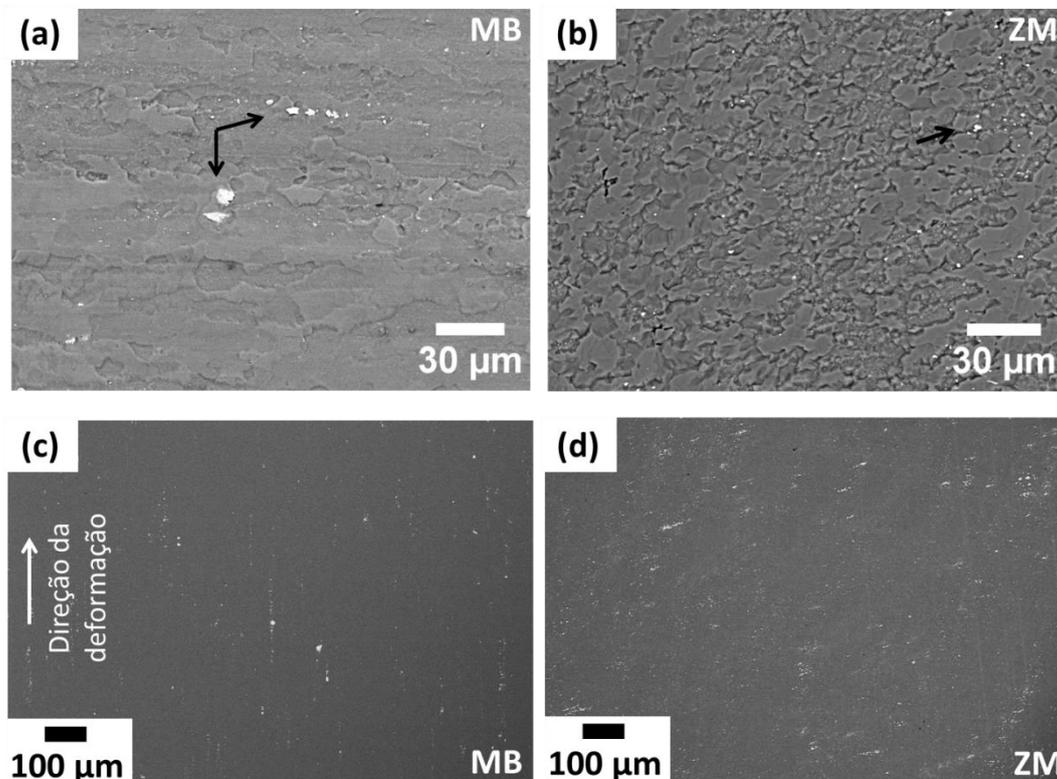
Figura 35 - Imagens de microscopia ótica da: (a) superfície de topo da liga 2198-T8 soldada por fricção e mistura (FSW); (b) seção transversal. Ampliação das zonas de soldagem na seção transversal: (c) lado de retrocesso (LR); (d) lado de avanço (LA). Solução de ataque 25% HNO₃ e 2% HF.



Fonte: Autor da tese.

A Figura 36 compara as superfícies do (a) MB e da (b) ZM, destacando a diferença na morfologia dos grãos apresentada anteriormente. Além disso, as partículas constituintes (indicadas por setas pretas), comuns às ligas de Al, podem ser observadas. Embora essas partículas estejam presentes em ambas as regiões, foi verificado que o tamanho e a distribuição delas são alterados pelo processo FSW. Enquanto no MB (c) as partículas estão alinhadas segundo a direção de deformação, na ZM (d) elas são menores e distribuídas de maneira mais homogênea devido a efeitos de deformação mecânica, quebra e arraste provocados pela ferramenta.

Figura 36 - Micrografias de superfície da liga 2198-T8 soldada por fricção e mistura (FSW) mostrando diferença entre a morfologia dos grãos do (a) metal base (MB) e (b) zona de mistura (ZM). Setas pretas indicam algumas partículas constituintes observadas. Diferenças relacionadas à distribuição das partículas constituintes no (c) MB e (d) ZM são evidenciadas. A seta branca indica a direção da deformação da liga. Solução de ataque: 25 % HNO₃ e 2 % HF.

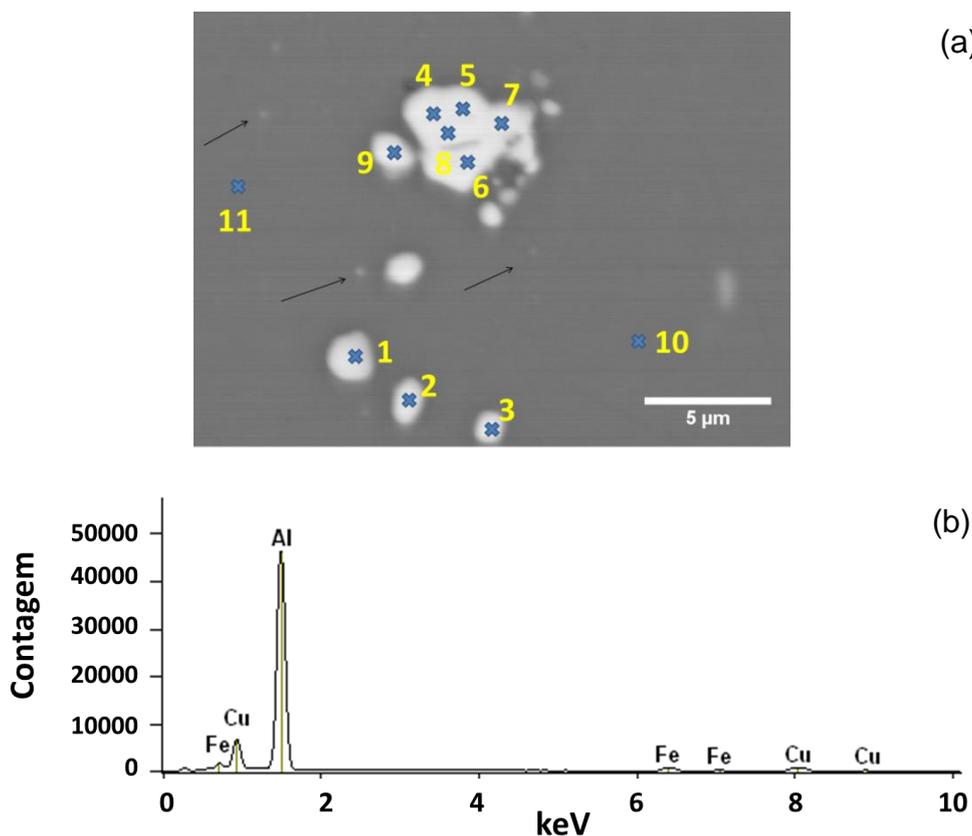


Fonte: Autor da tese.

A análise de composição química das partículas constituintes micrométricas no MB por espectroscopia de raios X, por dispersão em energia (EDS), Figura 37, revela que a maioria delas é composta por Al, Fe e Cu, com pequena variação na razão Cu/Fe (2,5 a 2,9). Comparando-se os pontos 10 e 11 (matriz) com os demais (partículas constituintes), na Tabela 12, nota-se que o teor de Cu (% em massa) é quase 10 vezes maior nessas partículas em relação à matriz da liga, mostrando que esses precipitados são catódicos em relação à matriz. Nessa condição, quando a liga é exposta ao meio corrosivo, o ataque da matriz ao redor dessas partículas é favorecido, resultando na formação de trincheiras [10,15,127]. Tais partículas também estão presentes na ZM, uma vez que praticamente não são afetadas por efeitos térmicos [39,118].

A Figura 37 mostra ainda que, mesmo no MB, existe variação de tamanho entre as partículas presentes, algumas delas (apontadas pelas setas), de dimensões consideravelmente menores que as demais analisadas.

Figura 37 - (a) Partículas micrométricas constituintes presentes na liga 2198-T8, metal base; (b) espectro representativo das partículas Al- Cu-Fe.



Fonte: Autor da tese.

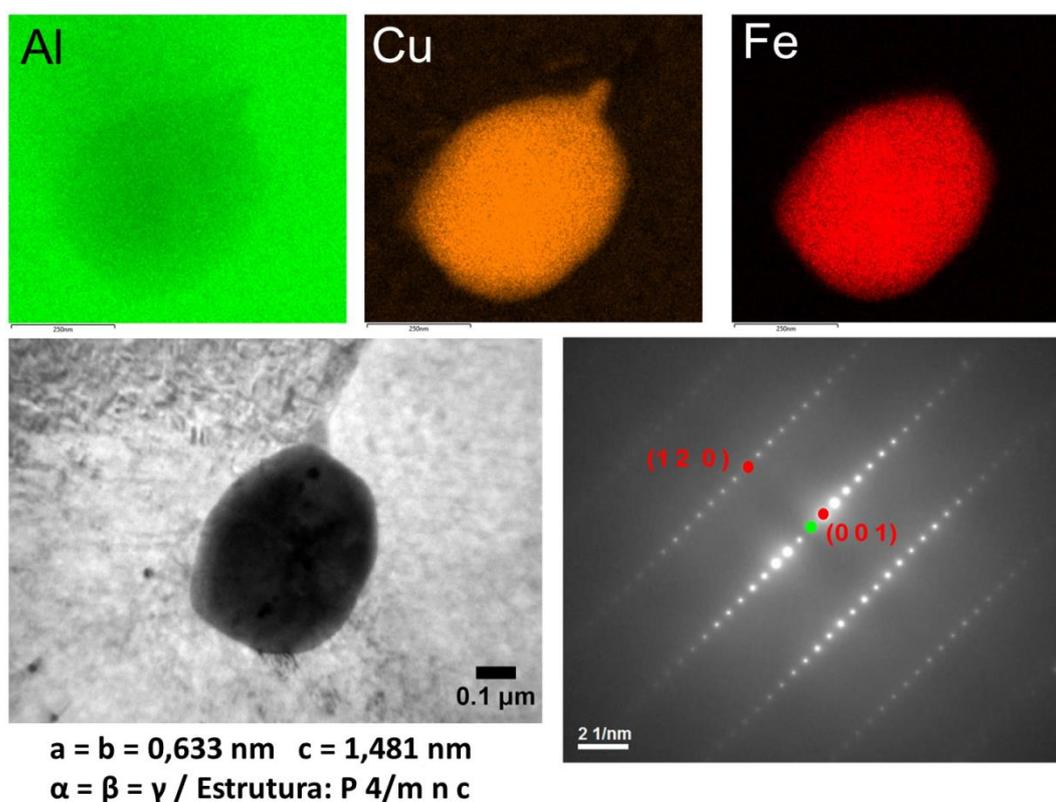
Tabela 12 - Resultado da análise por EDS das partículas micrométricas constituintes apresentadas na Figura 38.

	Al-K	Fe-K	Cu-K	Cu/Fe
1	72,8	7,1	20,1	2,8
2	71,5	7,3	21,3	2,9
3	73,8	6,8	19,4	2,9
4	65,3	9,5	25,2	2,7
5	60,7	11,0	28,4	2,6
6	55,9	12,7	31,4	2,5
7	62,3	10,7	27,1	2,5
8	59,3	11,3	29,4	2,6
9	69,3	8,2	22,5	2,7
10	96,5	0,1	3,4	34,0
11	96,4	0,1	3,6	36,0

Fonte: Autor da tese.

A fim de complementar a caracterização química das partículas constituintes presentes no MB, análises refinadas foram realizadas nas partículas menores, tendo por objetivo confirmar a composição química das mesmas. Os mapas elementares de EDS das partículas presentes no MB mostraram que as mesmas também são enriquecidas em cobre e ferro e, após indexação, o padrão de difração permitiu identificá-las como $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ (Figura 38) [128].

Figura 38 - Mapas elementares TEM-EDS de uma partícula constituinte no metal base (MB) orientada a $[-210]$ com o padrão de difração de área correspondente (*selected area diffraction pattern* - SAED).

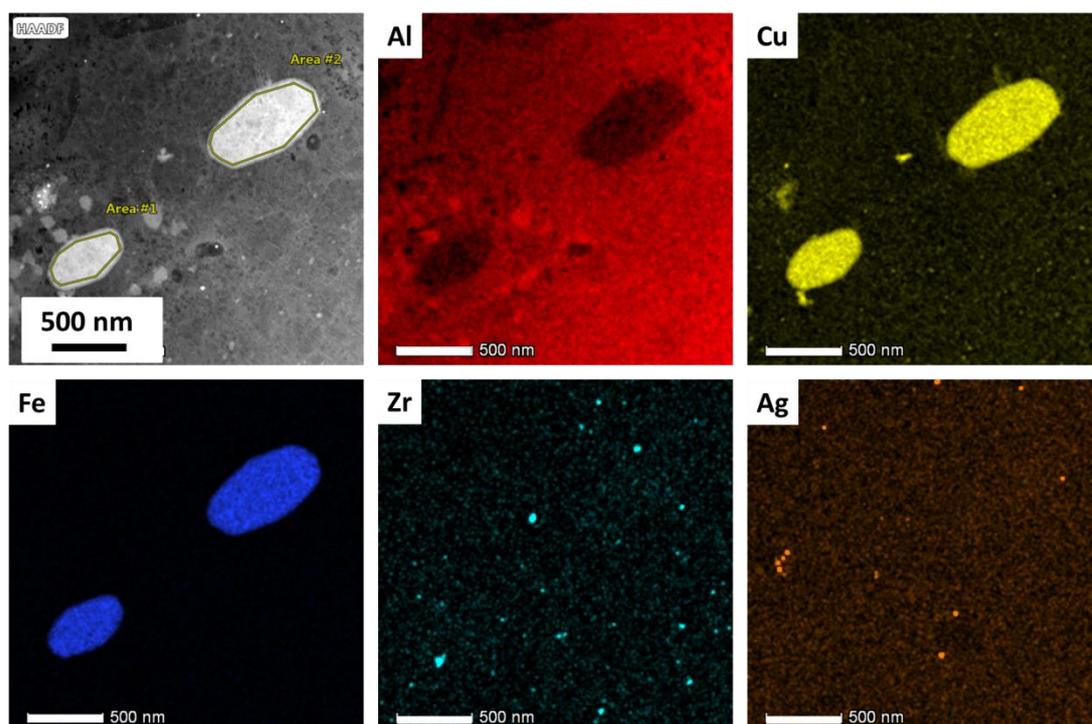


Fonte: Autor da tese.

A Figura 39 apresenta uma região do MB na qual diversas fases podem ser encontradas. Além das partículas constituintes, ricas em Cu e Fe, dispersóides também foram observados, conforme indicado pelo mapa de EDS do Zr. Esse elemento é comumente adicionado às ligas de Al para favorecer a formação de dispersóides (do tipo Al_3Zr), os quais auxiliam no controle do tamanho de grão, retardando a recristalização e o crescimento do grão, sendo homoganeamente dispersos na liga [39]. Vale ressaltar que os dispersóides não têm efeito direto

sobre a resistência à corrosão da liga [14]. Foi observada, também nessa região, a presença de Ag. Segundo a literatura, a adição deste elemento reduz a solubilidade do Li em solução sólida, ajudando na nucleação da fase T1 [129]. Dessa forma, a Ag pode ser encontrada segregada na interface matriz-precipitado [130].

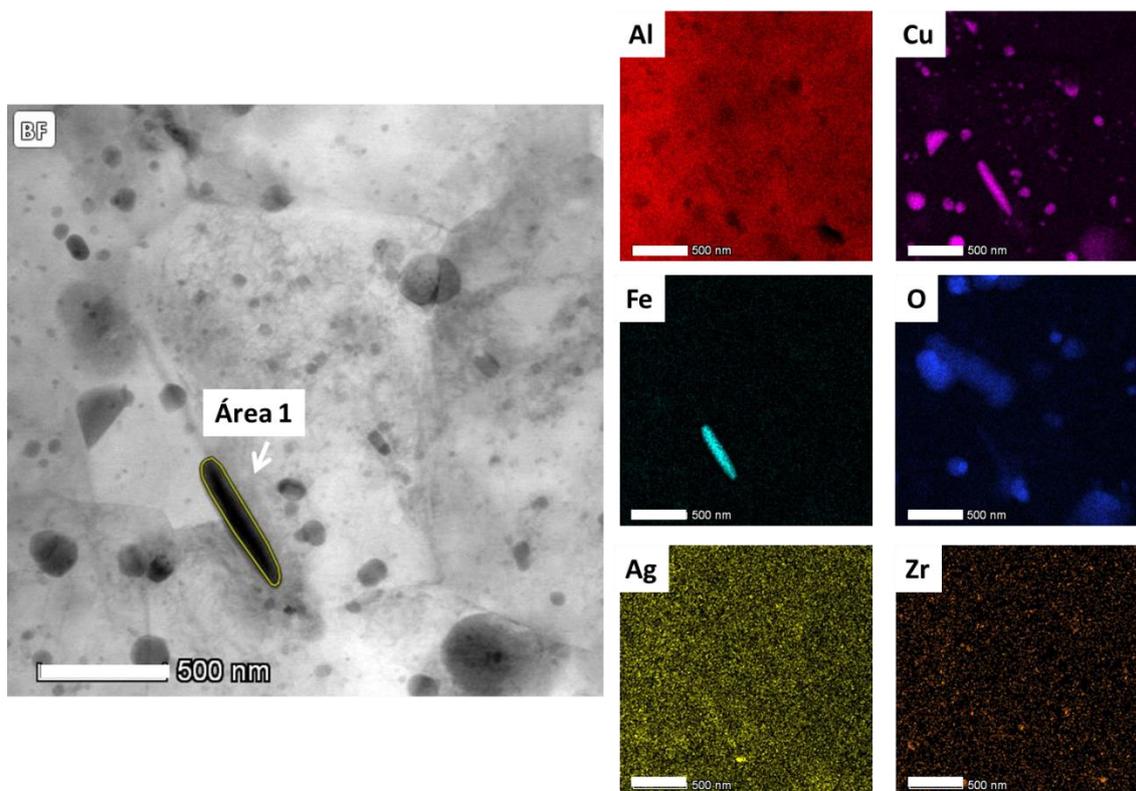
Figura 39 - Mapas elementares TEM-EDS de uma região no metal base (MB) da liga 2198-T8 mostrando as partículas constituintes e dispersóides.



Fonte: Autor da tese.

A Figura 40 apresenta uma região da ZM com seus respectivos mapas elementares de EDS enquanto a Tabela 13 apresenta os resultados da análise da área indicada como “1” no mapa. Assim como observado no MB, partículas enriquecidas em Cu e Fe também foram encontradas nessa região. Além disso, comparando-se os mapas elementares, vários precipitados enriquecidos apenas em Cu foram observados.

Figura 40 - Mapas elementares TEM-EDS de uma região na zona de mistura (ZM) mostrando diferenças na composição química das fases presentes.



Fonte: Autor da tese.

Tabela 13 - Resultado da análise por EDS da partícula (área 1) indicada na Figura 41.

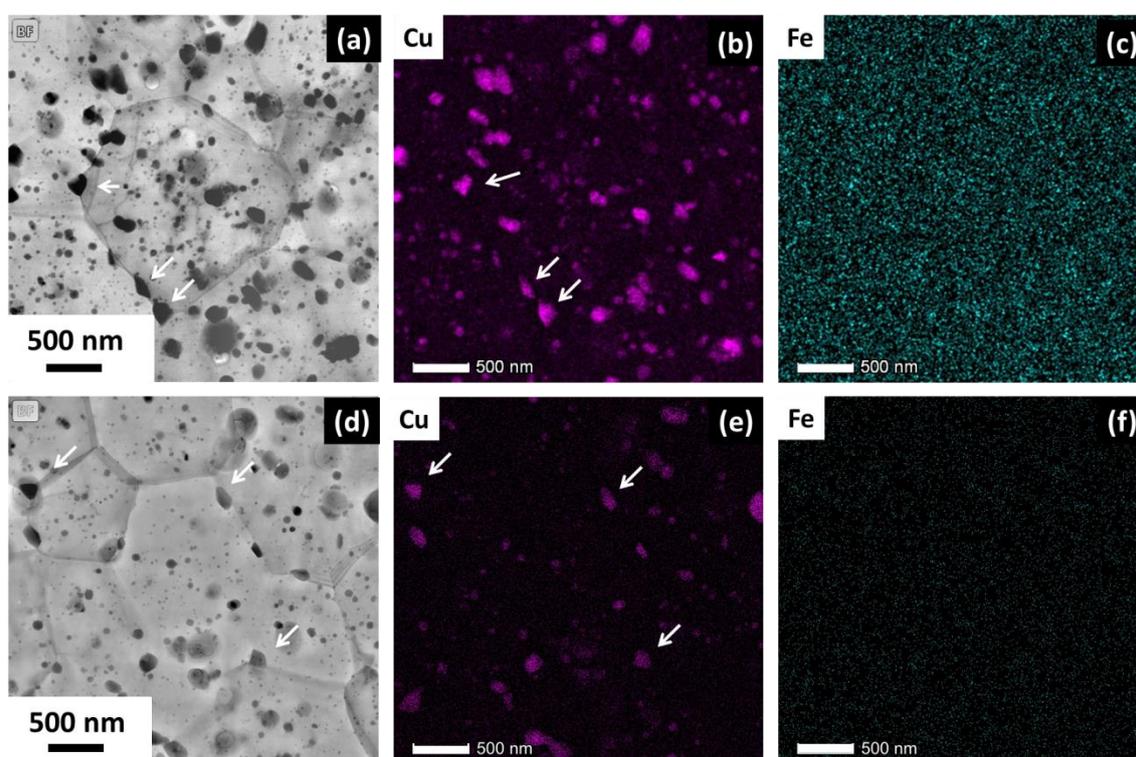
Elemento	Fração Atômica (%)	Erro (%)
O	3,49	1,03
Al	81,93	0,05
Fe	4,04	0,30
Cu	10,54	0,31

Fonte: Autor da tese.

A Figura 41 apresenta diferentes áreas da ZM na qual grande quantidade de precipitados, enriquecidos apenas em Cu, foi encontrada. Observa-se que além de estarem presentes no interior dos grãos (Figura 41 (b, e)), os mesmos foram encontrados nos contornos de grão (indicado por setas), e, neste último caso, apresentavam formato irregular. Além disso, os mapas elementares de EDS referente ao elemento ferro (Figura 41 (c, f)) indicaram que este elemento não é detectado de forma relevante nesses precipitados. Uma vez que o elemento Fe não foi identificado na composição desse precipitado, e o Li não pode ser

detectado por EDS, devido às características morfológicas apresentadas, os precipitados nos contornos de grão da ZM são provavelmente as fases TB ($\text{Al}_7\text{Cu}_4\text{Li}$) e/ou T2 (Al_6CuLi_3). Essa hipótese é apoiada em resultados da literatura que indicaram a formação das fases TB/T2 na ZM de ligas Al-Cu-Li [52,92,118,131].

Figura 41 - Mapas elementares TEM-EDS de uma região na zona de mistura (ZM) da liga 2198-T8 soldada por fricção e mistura (FSW), mostrando a presença de fases enriquecidas em Cu que foram identificadas como possíveis fases TB ($\text{Al}_7\text{Cu}_4\text{Li}$) e/ou T2 (Al_6CuLi_3). As setas indicam a posição de algumas dessas fases nos contornos de grão.

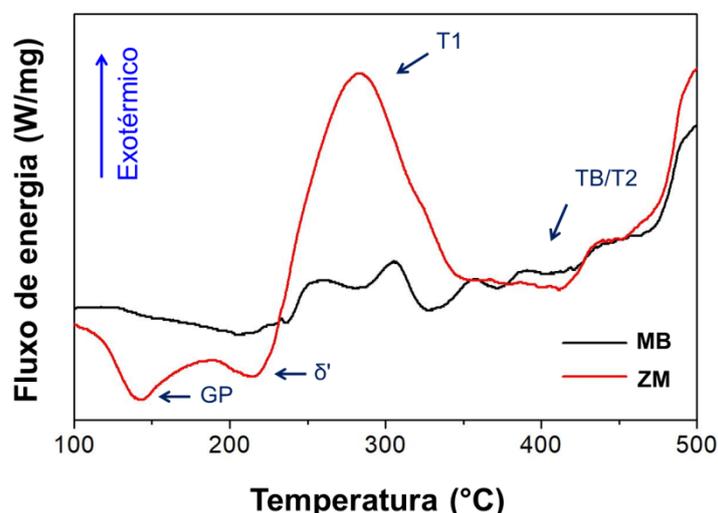


Fonte: Autor da tese.

A fim de evidenciar as diferenças entre a ZM e o MB, estas regiões foram submetidas ao ensaio de calorimetria exploratória diferencial (DSC), e a comparação dos termogramas obtidos é apresentada na Figura 42. Nas curvas de DSC, os picos endotérmicos estão relacionados à dissolução das fases, enquanto os exotérmicos, à precipitação de fases formadas por elementos que estavam em solução sólida [12,50,51]. Segundo a literatura, o pico exotérmico a 270 °C (pico C), e suas convoluções, estão associados à precipitação da fase

T1 (Al_2CuLi) [12,50–52]. A área sob um pico na curva de DSC está relacionada com a fração volumétrica do precipitado associado a esse pico; assim, comparando os picos relacionados à precipitação da fase T1 na ZM e no MB, observa-se que o teor de fase T1 precipitado na ZM é significativamente superior ao observado no MB. Isto significa que os teores de Al, Cu e Li em solução sólida foram maiores na ZM do que no MB, indicando que houve a dissolução dessa fase durante o processo de soldagem. Consequentemente, durante o aquecimento no ensaio de DSC, a densidade de fase precipitada na ZM é maior que no MB. Menores diferenças são observadas comparando-se os termogramas a temperaturas inferiores a 250 °C. Neste caso, a ZM apresenta dois picos endotérmicos, o que indica a dissolução das zonas Guinier Preston-(zonas GP), entre 100 °C e 150 °C, e; da fase δ' (Al_3Li), entre 200 °C e 250 °C [12,51,52,132,133]. É possível ainda observar na temperatura de 400 °C um pequeno pico endotérmico, o qual é associado à dissolução das partículas T2/TB [133,134], indicando a presença dessas fases T2/TB na ZM, corroborando com os resultados observados na Figura 41.

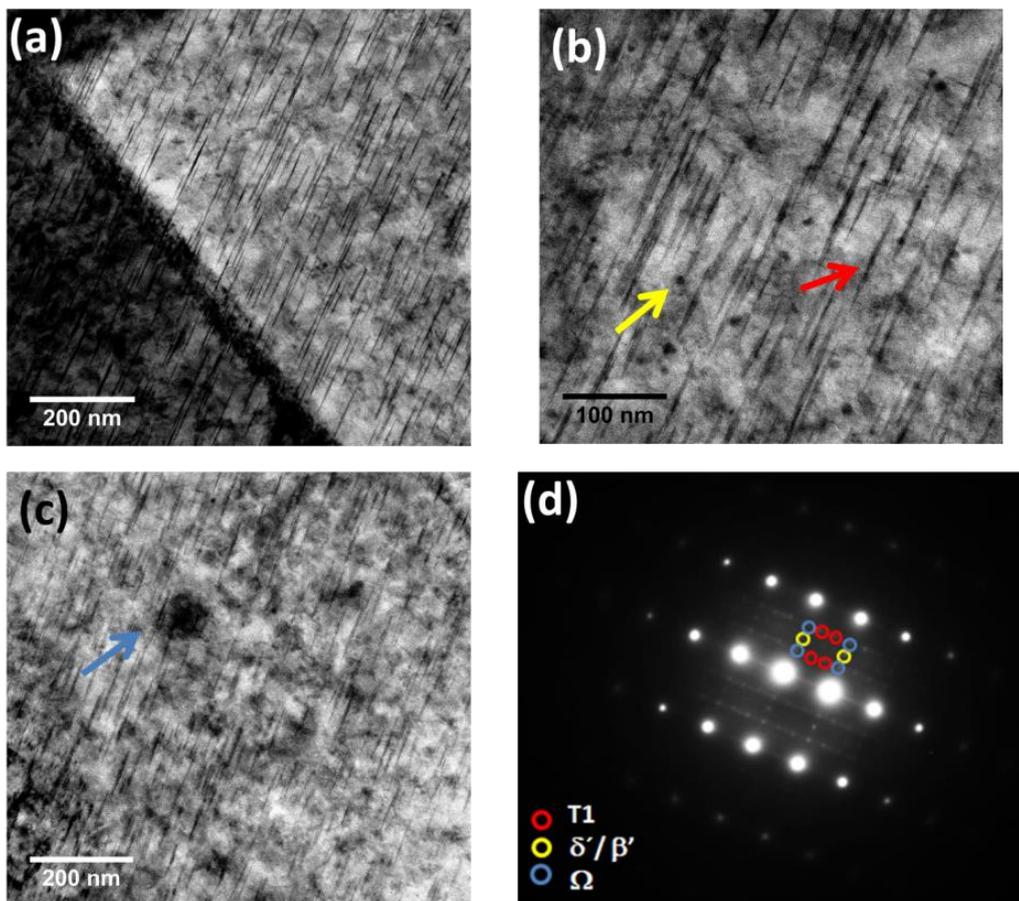
Figura 42 - Termogramas de calorimetria exploratória diferencial (DSC) da zona de mistura (ZM) e do metal base (MB) da liga 2198-T8 obtidos a 10 °C/min.



Fonte: Autor da tese.

As diferenças na fração volumétrica da fase T1, indicadas pelos termogramas de DSC, foram investigadas comparando-se a microestrutura do MB e da ZM através de microscopia eletrônica de transmissão (TEM), Figura 43.

Figura 43 - (a, b, c) Imagens de microscopia eletrônica de transmissão (TEM) e o padrão de difração de área selecionada (SAED) (d) obtido na orientação [112], mostrando as diferentes fases presentes no metal base (MB) da liga 2198-T8 soldada por fricção e mistura (FSW).



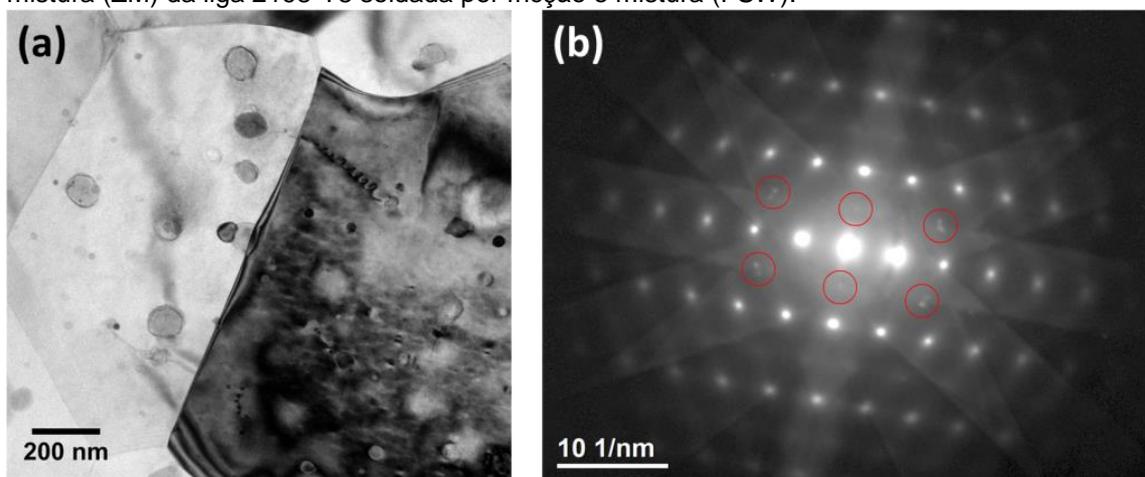
Fonte: Autor da tese.

Na Figura 43 (a-c) são apresentadas diferentes fases nanométricas observadas no MB, identificadas com base no padrão SAED correspondente ao eixo [112] obtido (Figura 43(d)). Observa-se o predomínio da fase em formato de finas placas, orientadas de forma paralela (Figura 43 (b) - seta vermelha), a qual foi identificada como T1. As fases δ' e β' (Figura 43 (b) - seta amarela) são frequentemente identificadas como δ'/β' devido às similaridades na morfologia e difração de elétrons que apresentam. Segundo a literatura, a fase δ' precipita-se sobre a fase β' , criando um precipitado “composto” δ'/β' ($\text{Al}_3(\text{Li},\text{Zr})$) com uma morfologia do tipo concha/núcleo [12,14,92]. Conforme indicado pela seta amarela, a fase composta de formato esférico δ'/β' foi detectada dentro dos grãos. Finalmente, uma fase de maiores dimensões também foi observada no interior dos grãos e, pelas características morfológicas e padrão de difração,

esta fase foi identificada como Ω (Al_2Cu). Outros autores também identificaram estas fases na liga 2198 [14,92,118,135].

A Figura 44 apresenta as fases observadas na (a) ZM e o (b) padrão de difração correspondente ao eixo $[112]_{\text{Al}}$. São observados alguns pontos destacados na Figura 44 (b), os quais diferem do observado para o MB (Figura 43).

Figura 44 - (a) Imagem de microscopia eletrônica de transmissão (TEM) e (b) padrão de difração da área correspondente (SAED) obtido para a orientação $[112]_{\text{Al}}$ na região da zona de mistura (ZM) da liga 2198-T8 soldada por fricção e mistura (FSW).



Fonte: Autor da tese.

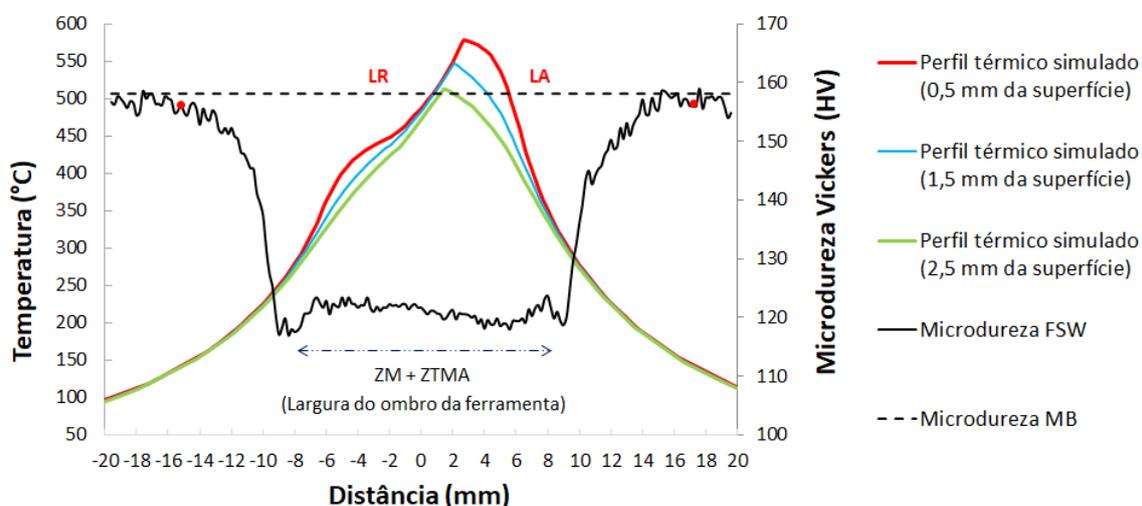
Comparando as imagens de TEM do MB (Figura 43) e da ZM (Figura 44), verifica-se que a microestrutura destas zonas é significativamente diferente. A principal alteração, conforme já apontado pelos resultados de DSC, está relacionada à fase T1. Enquanto no MB, a fase T1 foi a fase predominante, na ZM, a ausência desta fase pode ser associada ao aquecimento gerado durante o processo de soldagem, resultando na dissolução total/parcial da fase T1. Como consequência, os elementos Al, Cu e Li podem se difundir pela matriz (solução sólida), ou ainda, se combinarem originando outras fases, tais como T2 e/ou TB, as quais foram identificadas nos resultados anteriormente apresentados. Gao et al. [135] também observaram a dissolução da fase T1 na ZM da liga AA2198-T8 soldada por FSW e, apesar de terem identificado as fases δ' e β' nas imagens de TEM, apenas os pontos relacionados à matriz da liga de Al foram detectados no padrão de difração. Segundo os autores, isso é

atribuído à fraca intensidade de difração dessas fases, não refletindo no padrão de difração. Embora seja possível observar algumas fases na imagem de TEM deste trabalho, a estrutura cristalina das mesmas não foi determinada, assim, as fases observadas não foram correlacionadas com o padrão obtido. Nesse sentido, análises complementares são necessárias para determinar com exatidão as fases presentes na ZM.

5.3 Perfil térmico e microdureza

A Figura 45 apresenta a relação entre o perfil de microdureza superficial ao longo da solda e os perfis de temperatura obtidos por simulação térmica (Figura 34).

Figura 45 - Relação entre o perfil de microdureza superficial obtido ao longo da liga 2198-T8 soldada por fricção e mistura (FSW) e o perfil de temperatura obtido por simulação térmica a diferentes distâncias em relação à superfície da liga soldada. A microdureza da liga não soldada (MB) também é indicada como referência. Os pontos vermelhos na curva de microdureza indicam o limite entre as regiões da ZTA e MB na amostra soldada.



Fonte: Autor da tese.

A Figura 45 permitiu estabelecer uma correlação entre as temperaturas alcançadas em cada zona de soldagem e as modificações microestruturais que ocorrem durante o processo de soldagem FSW. No caso da ZM, embora a diminuição do tamanho de grão tenha ocorrido (contribuindo para o aumento da resistência mecânica) esta foi acompanhada do fenômeno de recristalização

dos grãos. A recristalização é o processo de formação de novos grãos livres de deformação e com baixa densidade de discordâncias [136]. Uma vez que as discordâncias são sítios preferenciais para precipitação da fase T1, a redução desses locais diminui a quantidade desta fase na região e, conseqüentemente, sua resistência mecânica, visto que esta é a principal fase endurecedora das ligas Al-Cu-Li.

A variação da microdureza mostrada na Figura 45 pode ser relacionada às diferentes sequências de precipitação que ocorrerem durante o processo de soldagem. Dependendo da temperatura atingida, os precipitados presentes originalmente no material (não soldado) se dissolvem (total/parcialmente), modificando a fração volumétrica das fases presentes. Além disso, outros fenômenos também podem ocorrer, tais como: nucleação de novos precipitados e engrossamento dos precipitados remanescentes [93].

Os resultados apresentados na Figura 45 mostraram que as regiões submetidas às temperaturas mais elevadas apresentaram redução significativa na dureza. Segundo a literatura, as principais fases responsáveis pelo endurecimento das ligas Al-Cu-Li da terceira geração são θ (Al_2Cu), δ' e T1, sendo esta última a principal fase endurecedora [39,135]. Conforme observado pelos resultados de DSC (Figura 42) e imagens de TEM (Figuras 43 e 44), a fase T1 sofreu dissolução parcial/total durante o processo de soldagem FSW, especialmente na ZM [12,71,77,137]. Como consequência da dissolução da principal fase endurecedora da liga, a dureza foi drasticamente reduzida nas regiões expostas a elevadas temperaturas (Figura 45). Ahmadi et al. [138] relacionaram efeitos endotérmicos em uma faixa de temperatura de 450 °C a 530 °C de curvas DSC à dissolução da fase T1. Uma faixa de temperatura semelhante foi indicada por Dorin et al. [48] para dissolução de fases na liga 2198, enquanto Milagre et al. [12] mostraram que a dissolução da fase T1 inicia em temperaturas abaixo de 450 °C e a quantidade desta varia em função das temperaturas atingidas durante o processo de soldagem. Essas altas temperaturas causaram modificações na microestrutura da liga, o que está ilustrado no perfil de microdureza da Figura 45. Jolu et al. [80] investigaram o

efeito da soldagem na liga 2198-T851 e observaram uma diminuição de 50 HV na microdureza da junta soldada em relação ao metal base. Cavaliere et al. [11] obtiveram resultados semelhantes para a mesma liga observando que as zonas expostas às temperaturas mais altas foram relacionadas às menores durezas. Sidhar e Mishra [50] estudaram ligas Al-Li soldadas por FSW e também observaram baixa dureza na ZM. Os autores atribuíram a redução de dureza à dissolução dos precipitados endurecedores durante a soldagem.

Para avaliar a resistência à corrosão das diferentes regiões da junta soldada, é importante estimar a extensão de cada zona. Através das imagens da microestrutura, foi observado que a ZTMA é significativamente menor que a ZM, e a junta soldada (ZTMA + ZM) corresponde à, considerando a superfície superior, largura do ombro da ferramenta (16 mm). Quanto à ZTA, sua extensão foi estimada a partir dos perfis de temperatura e microdureza. Dorin et al. [48] relataram que em temperaturas abaixo de 100 °C não ocorreram efeitos de aquecimento significativos relacionados a transformações de fase na liga AA2198. Considerando os resultados obtidos e os dados da literatura, a extremidade da ZTA foi delimitada a partir da borda da ZTMA até o MB, atingindo 16 mm do centro da solda, no lado de retrocesso, e 18 mm, no lado de avanço.

A Figura 45 mostra que houve redução da dureza na ZTA, porém, essa variação não foi uniforme, sendo menos evidente em regiões mais próximas ao MB. Esse comportamento é resultado da grande variação de temperaturas atingidas nessa região (130 °C – 280 °C). Além disso, a menor microdureza na ZTA foi medida a cerca de 9 mm do centro da junta de solda (adjacente a ZTMA), em ambos os lados (avanço e retrocesso). Como já mencionado, a redução na dureza é associada com a dissolução da fase T1, enquanto que a ligeira redução observada na ZTA pode considerar também o crescimento de grão e engrossamento de precipitados endurecedores, devido a efeitos de aquecimento. Qin et al. [139] associaram a diminuição da dureza na ZTA com a menor densidade de discordâncias, o espessamento dos subgrãos (ambos em

comparação com a ZTMA), e o maior tamanho de grão em comparação com a junta de solda.

Os resultados de caracterização mostraram que o processo FSW modifica a morfologia dos grãos (Figura 36). Além disso, diferenças no histórico termomecânico de cada zona da solda resultaram em uma distribuição distinta dos precipitados, levando à dissolução (total/parcial) das fases presentes no material não soldado e, posteriormente, à precipitação de novas fases durante a etapa de resfriamento da soldagem. A Tabela 14 apresenta um resumo das informações referentes à caracterização da ZM e do MB, as quais foram exploradas de forma minuciosa nesse trabalho. A influência dessas alterações na resistência à corrosão da liga soldada será avaliada nas próximas seções.

Tabela 14 - Resumo das características apresentadas pela zona de mistura (ZM) e metal base (MB) da liga 2198-T8 soldada por fricção e mistura (FSW).

		ZM	MB
Morfologia dos grãos		Recristalizados	Alongados na direção da laminação
Partículas constituintes	Distribuição	Sem orientação preferencial	Orientadas na direção de laminação
	Tamanho	Partículas de tamanho igual ou inferior ao do MB	Predomínio de partículas de dimensões micrométricas
	Composição	Al, Cu e Fe	Al, Cu e Fe
Dispersóides		Al,Zr	Al,Zr
Precipitados	T1	Pouco provável	Sim
	T2/TB	Sim	Pouco provável
	δ'/β'	Sim	Sim
	Ω	Não identificado	Sim
Microdureza média		120 HV	160 HV

Fonte: Autor da tese.

5.4 Avaliação da resistência à corrosão

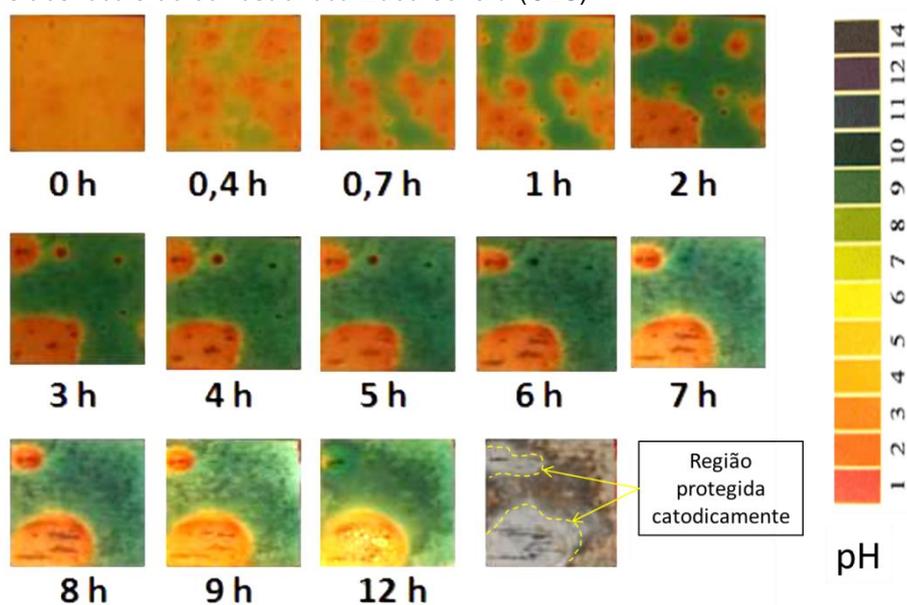
As diferentes zonas geradas pelo processo de soldagem FSW apresentam características microestruturais que as diferem do MB e estas diferenças afetam as propriedades da junta soldada. Nesse sentido, os resultados da avaliação da resistência à corrosão da liga soldada por meio do ensaio de

visualização em gel de agar, ensaios de imersão em diferentes soluções, e técnicas eletroquímicas, globais e locais, são apresentados. O efeito de acoplamento galvânico também é investigado e a severidade do ataque nas diferentes condições é discutida. A observação da superfície após os ensaios, bem como o estudo das morfologias de ataque, complementam as análises, contribuindo para o entendimento dos mecanismos de corrosão associados à liga soldada.

5.4.1 Técnica de visualização em gel de agar para identificar áreas catódicas e anódicas

A Figura 46 apresenta a evolução dos efeitos da corrosão na superfície da liga 2198-T8 durante ensaio de monitoramento da corrosão em gel de agar. Mudanças de pH ao longo do ensaio são indicadas por meio da mudança de coloração do gel [140]. A cor verde indica pH alcalino, enquanto a cor laranja é resultado de acidificação do meio.

Figura 46 - Monitoramento da superfície do metal base (MB) da liga 2198-T8 em função do tempo de exposição em gel de agar com $0,7 \text{ mol L}^{-1}$ relacionado a evolução do processo corrosivo com a variação de pH na superfície da liga. As regiões de menor valor de pH foram associadas aos locais de corrosão localizada severa (CLS).

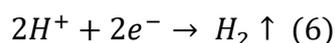
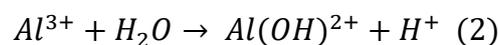
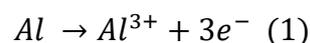


Fonte: Autor da tese.

A Figura 46 mostra que o pH inicial do gel é ácido e, com o passar do tempo, as modificações que ocorrem na superfície do metal são responsáveis pelas

alterações observadas. Assim, é possível verificar que em grande parte da superfície há alcalinização do meio e as áreas anódicas e catódicas tornam-se bem definidas com o tempo de exposição. Após 12 h de ensaio, o gel foi removido sendo observado que as regiões associadas a pH alcalino também sofreram ataque corrosivo. Nesse caso, a degradação observada resulta do ataque químico à superfície do óxido de alumínio devido à alcalinização do meio [103]. Esta alcalinização é associada à atividade eletroquímica das partículas constituintes, as quais são catódicas em relação à matriz e, portanto, promovem a redução do oxigênio e formação de íons hidroxila (OH^-), resultando na cor verde. Por outro lado, a acidificação é resultado da hidrólise promovida pelos íons de alumínio (Al^{3+}), principalmente em áreas de CLS. As regiões associadas à cor laranja correspondem a áreas de CLS circundadas por uma região protegida, características deste tipo de ataque [9,14,15,108]. Embora o gel indique que na região protegida catodicamente o pH seja ácido, isso se deve à baixa atividade na região preservada, com poucas alterações no pH inicial do gel. A difusão de íons de hidrogênio (H^+) de dentro da cavidade do pite (CLS), para a parte externa a este, por sua vez, promove a diminuição de pH nas regiões adjacentes.

Assim, com base nos resultados apresentados os quais foram apoiados pela literatura [17,103], o processo de formação da CLS pode ser explicado pelas reações (1) a (6):

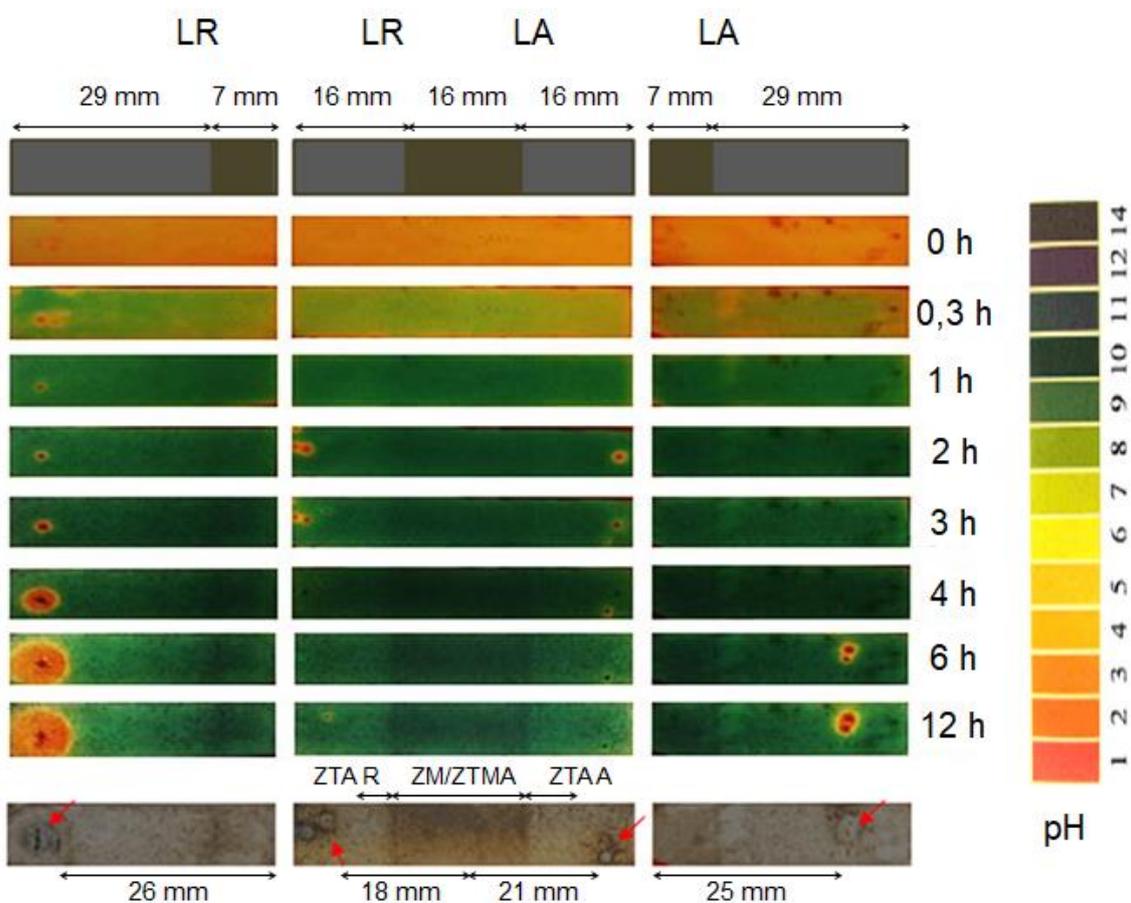


Conforme já mencionado, no interior do pite, a oxidação do Al resulta na formação de Al^{3+} (Eq. 1), favorecendo a hidrólise e diminuição do pH (Eq. 2 a 4), e evolução do gás hidrogênio, H_2 (Eqs. 5 e 6), ou seja, reações catódicas que ocorrem dentro do pite, região esta predominantemente anódica. A

formação de bolhas de hidrogênio indica os locais de elevada atividade eletroquímica e ajuda a detectar as regiões de CLS. A área protegida catodicamente resulta da diferença de potencial entre a superfície externa da liga e o interior da cavidade da CLS, esta última com potenciais mais baixos devido à acidificação local. Devido à baixa mobilidade dos íons em gel, as variações de pH se localizam em regiões próximas aos de ocorrência das reações e, desta forma, podem ser identificadas. A acidificação da região interna à cavidade do pite dificulta a passivação desta [13,17,103].

A Figura 47 apresenta as modificações na superfície do gel de agar das diferentes amostras soldadas ensaiadas ao longo de 12 h de ensaio.

Figura 47 - Teste de visualização em gel com $0,7 \text{ mol L}^{-1}$ de NaCl que mostra a evolução da corrosão na liga 2198-T8 soldada por fricção e mistura (FSW). As setas indicam corrosão localizada severa (CLS). Este tipo de ataque ocorre principalmente no metal base (MB).



Fonte: Autor da tese.

Uma vez que o ensaio de visualização em gel identifica as regiões anódicas e catódicas, este pode ser usado para indicar acoplamentos galvânicos entre as diferentes zonas da solda [27,28]. Foi observado que, em qualquer das configurações avaliadas (Figura 47), a CLS foi detectada, entretanto, a junta soldada (devido a dissolução da fase T1) apresentou comportamento catódico em relação ao MB quando ocorreu acoplamento. Embora a ZTA tenha sido caracterizada como uma zona de transição (Figura 45), o ensaio de visualização em gel não indicou CLS nessa região.

Como crítica ao ensaio de visualização em gel de agar, vale ressaltar que este ensaio não representa condições reais de exposição, devido ao recobrimento da superfície com um meio que não permite mobilidade livre aos íons; assim, este método foi utilizado apenas como um dos métodos de análise, a fim de se obter indicação do comportamento da solda durante exposição a meios corrosivos. Neste sentido, especial atenção foi dada para a ZM e MB, as quais foram avaliadas detalhadamente nas etapas de caracterização. Diversos trabalhos [9,13–15,17,108] mostraram que a CLS nessas ligas está associada à alta atividade da fase T1 [8]. Assim, a ausência de CLS na ZM é explicada pelo baixo teor da fase T1 nessa região (Figura 44); por outro lado, o MB apresenta alta densidade de fase T1 (Figura 43), o que justifica a alta concentração de regiões de CLS nesta zona. O ensaio de visualização em gel mostrou que as modificações microestruturais promovidas pelo processo de soldagem influenciam significativamente a corrosão. A ZM mostra comportamento frente à corrosão muito diverso do material como recebido, MB.

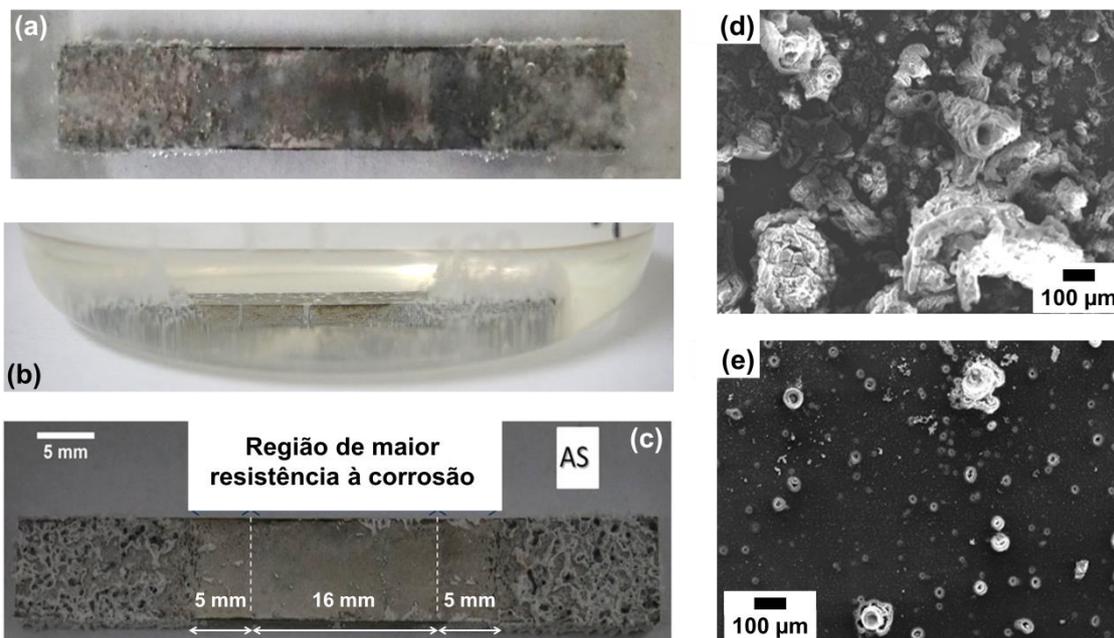
5.4.2 Ensaio de suscetibilidade à corrosão intergranular (ASTM G110).

A fim de avaliar o comportamento das diferentes regiões da liga soldada frente à corrosão intergranular, o ensaio de suscetibilidade à corrosão intergranular foi realizado segundo a ASTM G110. A Figura 48 (a, b) apresenta a liga 2198-T8 soldada durante exposição à solução deste ensaio. A resistência à corrosão não é uniforme ao longo da liga soldada e maior atividade eletroquímica é observada em regiões mais distantes do centro da solda. Nessas regiões ocorre intensa formação de bolhas, Figura 48 (a) e, posteriormente, grande

volume de produtos de corrosão Figura 48 (b), indicando maior severidade do ataque. Em contrapartida, as zonas afetadas pela soldagem FSW mostraram-se mais resistentes ao ataque corrosivo.

A Figura 48 (c) apresenta a superfície da amostra após remoção da solução e as linhas tracejadas demarcam a largura do ombro da ferramenta. Embora toda a amostra tenha sofrido ataque localizado, menor quantidade de produtos de corrosão foi formada sobre a ZM Figura 48 (e) do que sobre o MB Figura 48 (d). Convém ressaltar que, devido à elevada agressividade da solução utilizada neste ensaio, algumas das características da CLS (tais como: área protegida catodicamente ao redor do centro do pite e anel de produtos de corrosão [9,14,15,108,127]) não foram observadas.

Figura 48 - Evolução da corrosão na liga 2198-T8 soldada por fricção e mistura (FSW) durante exposição à solução do ensaio segundo a norma ASTM G110 (composta por 57 g de NaCl e 10 mL de H₂O₂ (30 %) em 1 L de água deionizada), para avaliação da resistência à corrosão intergranular: (a) após 20 min; (b) após 6 h; (c) após remoção da solução. Imagens da superfície do (d) metal base (MB) e (e) zona de mistura (ZM) mostrando a diferença no volume de produtos de corrosão formados sobre as zonas de soldagem.



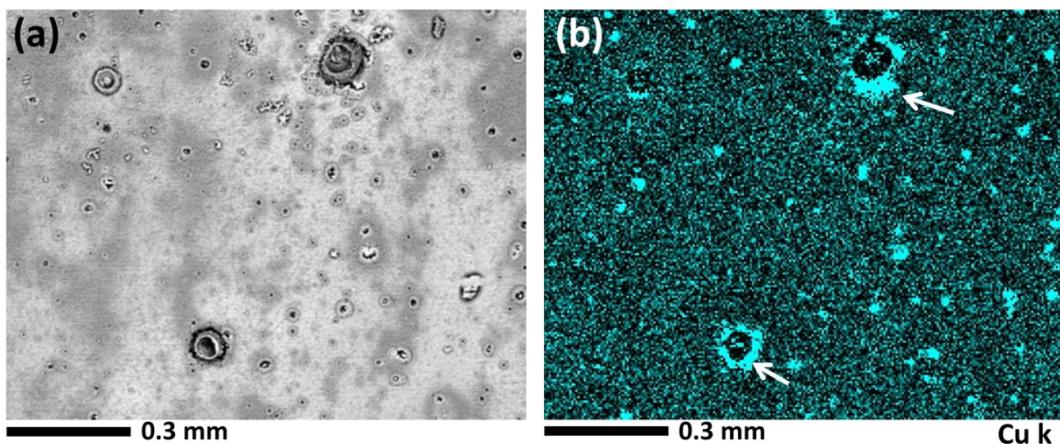
Fonte: Autor da tese [141].

A baixa quantidade de bolhas de hidrogênio na ZM, ZTMA e parte da ZTA durante imersão é explicada pela menor quantidade de fase T1 em relação ao

MB. A solubilização da fase T1 causada pelo aquecimento durante a soldagem FSW explica este comportamento. Nas zonas de baixo teor de fase T1, a corrosão localizada (Figura 48 (e)) é associada às partículas constituintes micrométricas que formam micropilhas galvânicas com a matriz.

A Figura 49 mostra a superfície da ZM (Figura 48 (e)), destacando o ataque localizado associado às partículas constituintes. As regiões atacadas ao redor das partículas constituintes observadas na Figura 49 (a) apresentam teor de Cu superior ao da matriz, como pode ser observado na Figura 49 (b), devido à dissolução seletiva dos elementos Al e Li da matriz que circunda as partículas, causando o enriquecimento em cobre destas regiões.

Figura 49 - (a) Imagem da zona misturada (ZM) e (b) mapa de espectroscopia de raios X por dispersão em energia (EDS) para o cobre (Cu) da liga 2198-T8 soldada pelo processo de fricção e mistura (FSW) após 6 h de exposição à solução do ensaio segundo norma ASTM G110 (composta por 57 g de NaCl e 10 mL de H₂O₂ (30 %) em 1 L de água deionizada). Setas indicam algumas regiões onde houve enriquecimento em Cu.

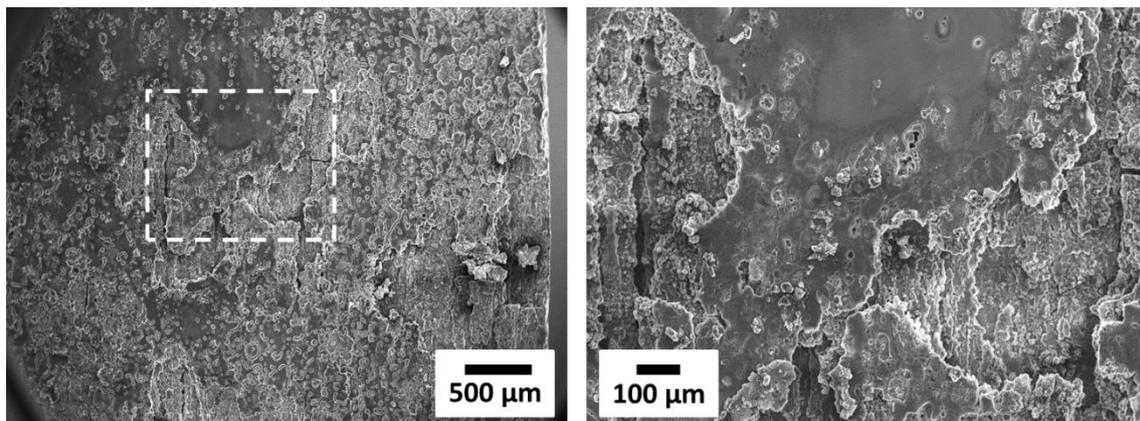


Fonte: Autor da tese [141].

A Figura 50 apresenta a região do MB após a remoção do produto de corrosão. O ataque à superfície do MB não é uniforme e alguns grãos são atacados preferencialmente. Isto ocorre porque a fase T1 não está homogeneamente distribuída nos grãos do MB. Durante o trabalho a frio, a densidade de discordâncias dos grãos depende da orientação destes. Grãos orientados na direção da deformação apresentam uma maior densidade de discordâncias, uma vez que apresentam um maior nível de deformação. A maior fração

volumétrica da fase T1 está associada a grãos que sofrem um maior nível de deformação plástica. Consequentemente, a suscetibilidade à CLS é maior em grãos mais deformados [8,108,142,143], justificando a heterogeneidade observada.

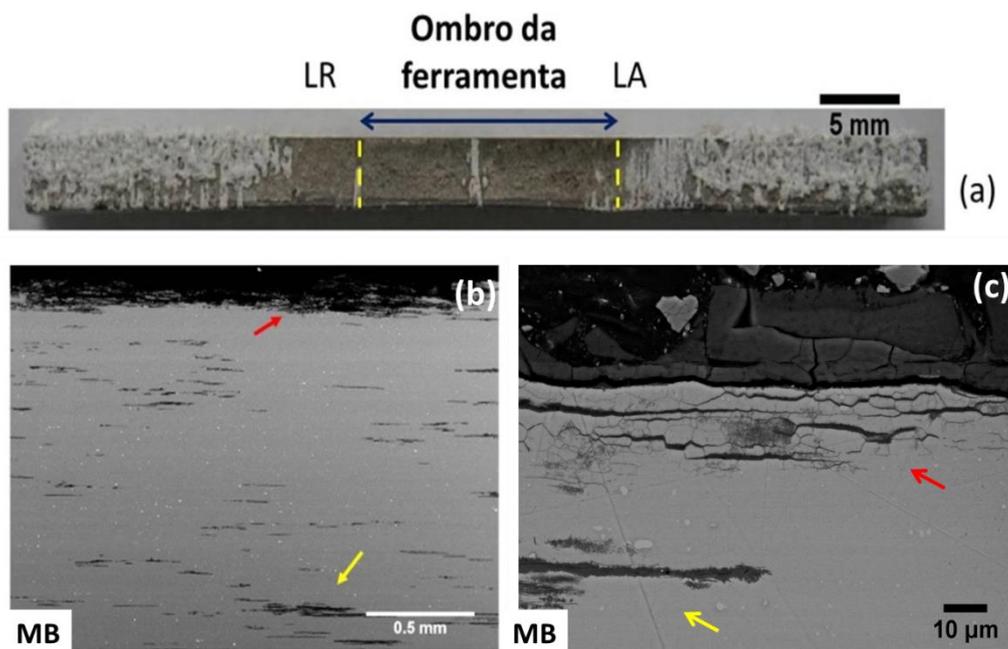
Figura 50 - Superfície do metal base (MB) da liga 2198-T8 soldada pelo processo de fricção e mistura (FSW) após remoção dos produtos de corrosão formados pela exposição do material durante 6 h à solução do ensaio segundo norma ASTM G110 (composta por 57 g de NaCl e 10 mL de H₂O₂ (30 %) em 1 L de água deionizada).



Fonte: Autor da tese [141].

A Figura 51 mostra a seção transversal da amostra submetida ao ensaio de corrosão intergranular, destacando a delaminação das camadas externas devido à pressão dos produtos de corrosão gerados, particularmente nos grãos de maior susceptibilidade à CLS no MB. Além disso, foi observado que na região próxima à superfície, a forma de ataque predominante é intergranular (setas vermelhas), enquanto que em regiões mais distantes, predomina o intragranular (setas amarelas). O ataque intragranular heterogêneo apoia a hipótese da diferença de resistência à corrosão entre os grãos, o que é evidenciado pelo ataque severo em alguns deles.

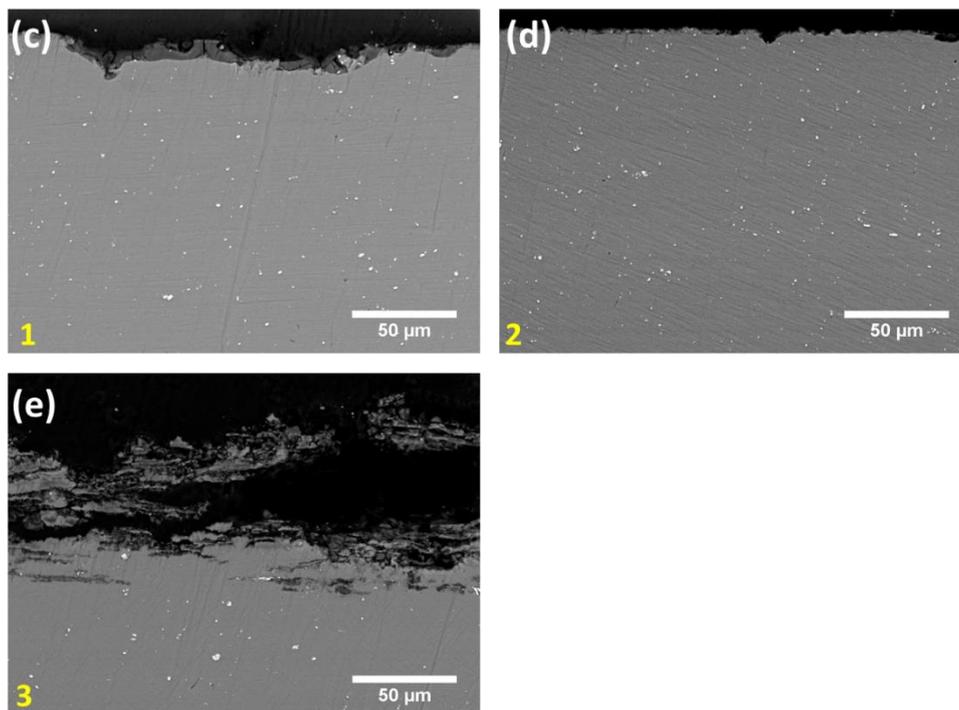
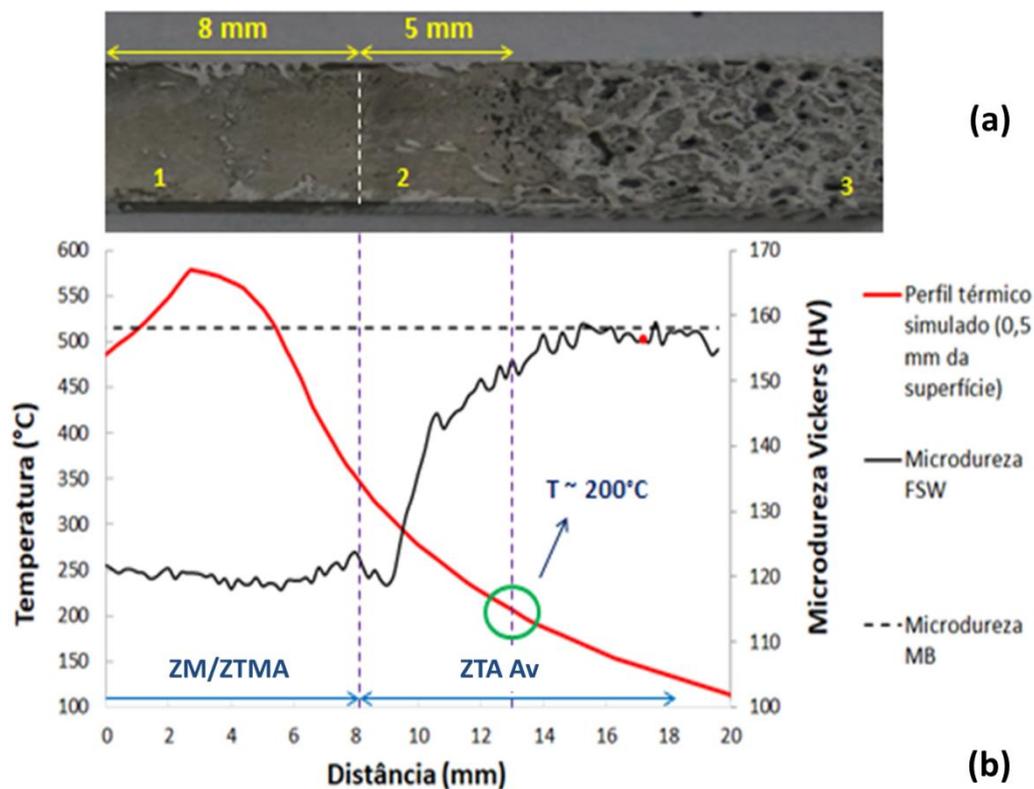
Figura 51 - Superfície da liga 2198-T8 soldada por fricção e mistura (FSW) e exposta por 6h à solução (composta por 57 g de NaCl e 10 mL de H₂O₂ (30 %) em 1 L de água deionizada) do ensaio de corrosão intergranular segundo a norma ASTM G110. (a) Visão macroscópica da superfície da amostra soldada; (b, c) imagens da seção transversal do metal base (MB) mostrando corrosão intergranular (seta vermelha) e intragranular (seta amarela).



Fonte: Autor da tese [141].

A Figura 52 (a) resume os diferentes tipos de corrosão localizada observados nas várias zonas da liga 2198-T8 soldada por FSW e correlaciona as características de corrosão com a (b) microdureza e perfil de temperatura de cada zona. Para a ZM/ZTMA (c) e ZTA próxima à ZTMA (d), a corrosão ficou restrita à superfície, em contraste com o MB (e), em que ocorreu penetração profunda do ataque na liga.

Figura 52 - Correlação entre a microdureza, perfil de temperatura e resistência à corrosão da liga 2198-T8 soldada pelo processo de fricção e mistura após ensaio de corrosão intergranular segundo ASTM G110 (composta por 57 g de NaCl e 10 mL de H₂O₂ (30 %) em 1 L de água deionizada): (a) vista parcial da superfície da amostra; (b) perfil parcial da microdureza e temperatura; (c) seção transversal de diferentes zonas indicadas por 1, 2 e 3 em (a).



Fonte: Autor da tese [141].

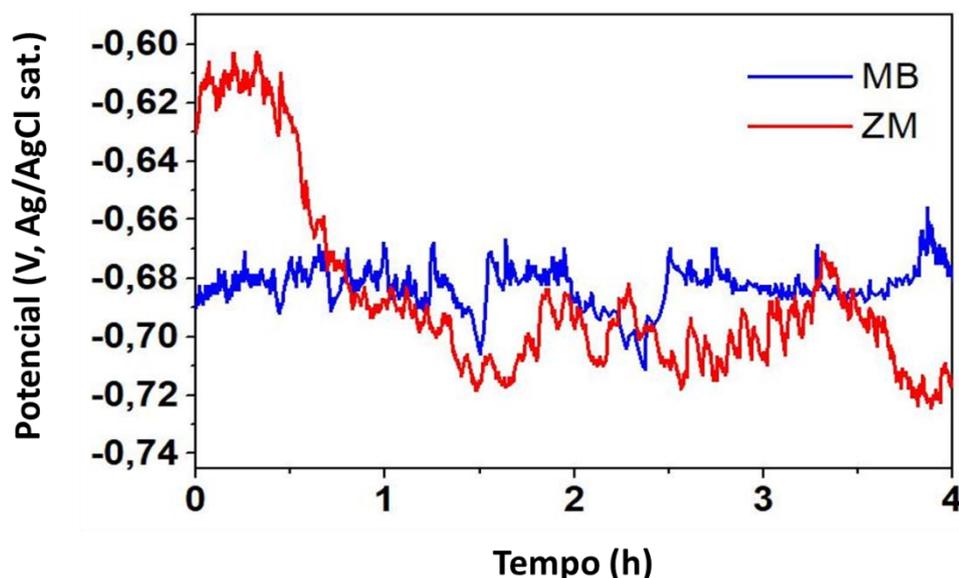
A Figura 52 mostra uma relação inversa entre a microdureza e a tendência à CLS, destacando o MB como a zona de maior dureza e menor resistência à CLS entre as diferentes zonas. Considerando apenas a ZM e o MB, os resultados obtidos corroboram com os observados no ensaio de visualização em gel. Entretanto, diferente do ensaio anterior (Figura 47), neste caso o gradiente de dureza na ZTA pode ser associado com a resistência à corrosão. Os efeitos do aquecimento na resistência à corrosão da liga estudada foram dependentes da distância ao centro da solda, fato mais evidente na ZTA. Embora na ZTA as temperaturas atingidas não sejam suficientes para alterar a forma dos grãos, a dissolução de fases, engrossamento de precipitados e/ou reprecipitação pode ocorrer [25,50]. Assim, em função da temperatura atingida localmente, diferentes modificações na microestrutura podem acontecer. O elevado gradiente de temperatura observado na ZTA explica a grande variação de microdureza nesta zona. Assim, considerando apenas a ZTA, a região de menor microdureza foi também a de maior resistência à corrosão, legitimando a hipótese que relaciona a fase T1 à diminuição da resistência à CLS.

O efeito do processo FSW no comportamento frente à corrosão é evidente, especialmente considerando a temperatura, cujas consequências do aquecimento se estendem para além da largura da ferramenta. Segundo Kertz et al. [144], embora a presença da fase T1 nos contornos de grãos ou subgrãos seja condição necessária para a corrosão nessas áreas, uma densidade crítica de precipitados precisa ser atingida para o ataque iniciar.

Conforme apresentado na Figura 52, as zonas expostas às maiores temperaturas apresentaram maiores resistências à corrosão em relação ao MB. A fim de evidenciar tal diferença, ensaios complementares foram realizados avaliando separadamente a ZM e o MB. A Figura 53 compara a variação dos potenciais de circuito aberto (OCP) para o MB e a ZM na solução de ensaio designada pela norma ASTM G110. Durante os 30 minutos iniciais, potenciais mais nobres foram associados com a ZM e a diferença de potencial entre a ZM e o MB foi da ordem de 70 mV. Entretanto, após este período, o OCP da ZM diminuiu e os valores oscilaram entre próximos aos do MB ou inferiores. A

elevada agressividade da solução explica a oscilação de potencial observada nas duas zonas, ZM e MB, resultando na geração de grande volume de produtos de corrosão e sua remoção periódica da superfície para o meio.

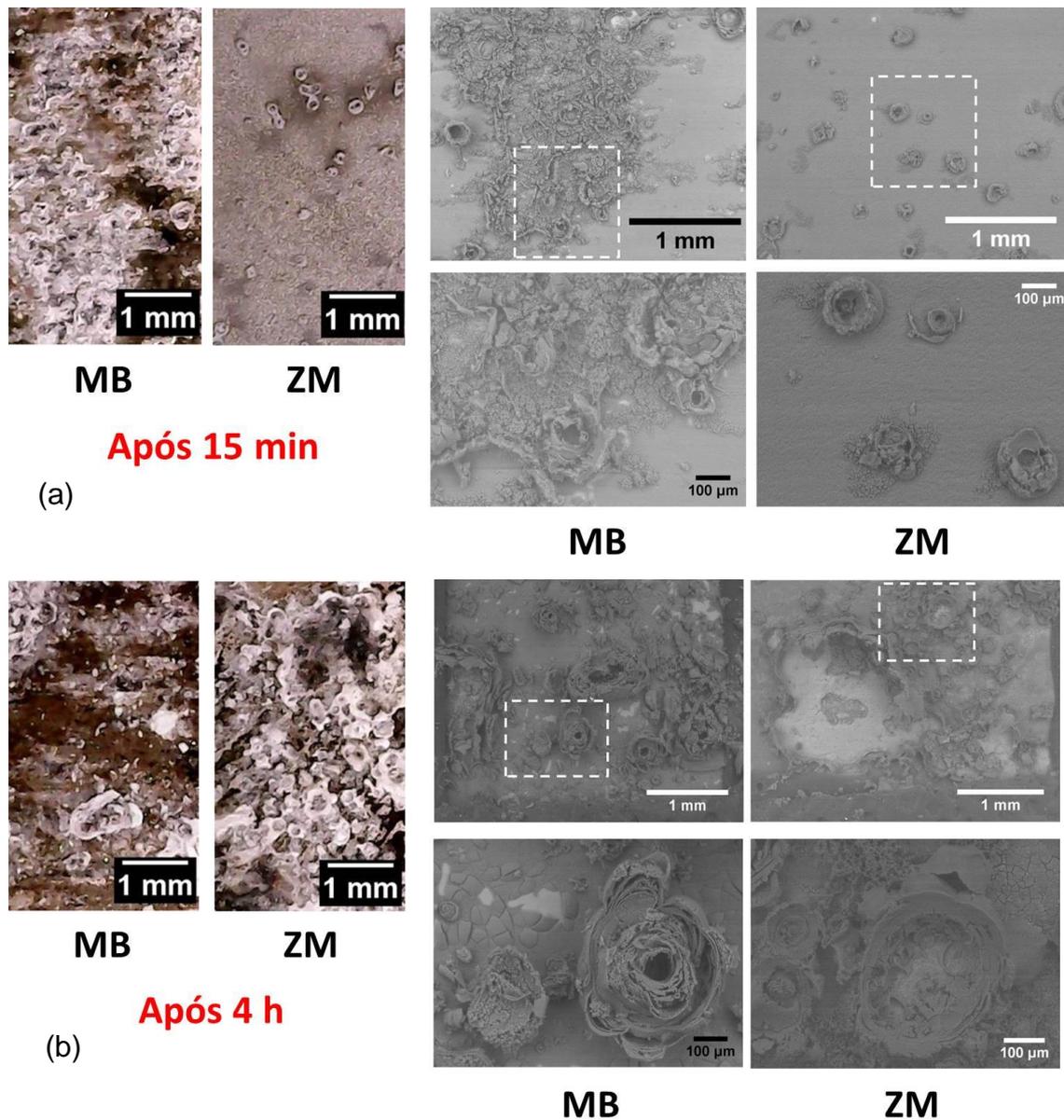
Figura 53 - Variação potencial de circuito aberto (OCP) em função do tempo da zona de mistura (ZM) e do metal base (MB) na solução do ensaio de corrosão intergranular segundo a norma ASTM G110 (57 g de NaCl e 10 mL de H₂O₂ (30 %) em 1 L de água deionizada).



Fonte: Autor da tese [141].

A fim de compreender a razão da diminuição de OCP observada na ZM e o comportamento do MB, amostras destas zonas foram removidas da solução de ensaio após 15 min de exposição e a superfície foi observada (Figura 54). Conforme mostrado na Figura 54 (a), a ZM apresentou menor proporção de área corroída em relação ao MB. Todavia, após 4 h de ensaio (Figura 54 (b)), grande quantidade de produtos de corrosão foi observada na ZM, diferindo da condição de 15 min de exposição (Figura 54 (a)). Assim, o intenso ataque da superfície observado ao final do ensaio (Figura 54 (b)) está de acordo com a diminuição do OCP na ZM (Figura 53).

Figura 54 - Superfície corroída da zona de mistura (ZM) e do metal base (MB) da liga 2198-T8 soldada pelo processo de fricção e mistura (FSW) (a) após 15 min e (b) 4 h de exposição à solução do ensaio segundo a ASTM G110 (57 g de NaCl e 10 mL de H₂O₂ (30 %) em 1L de água deionizada).



Fonte: Autor da tese [141].

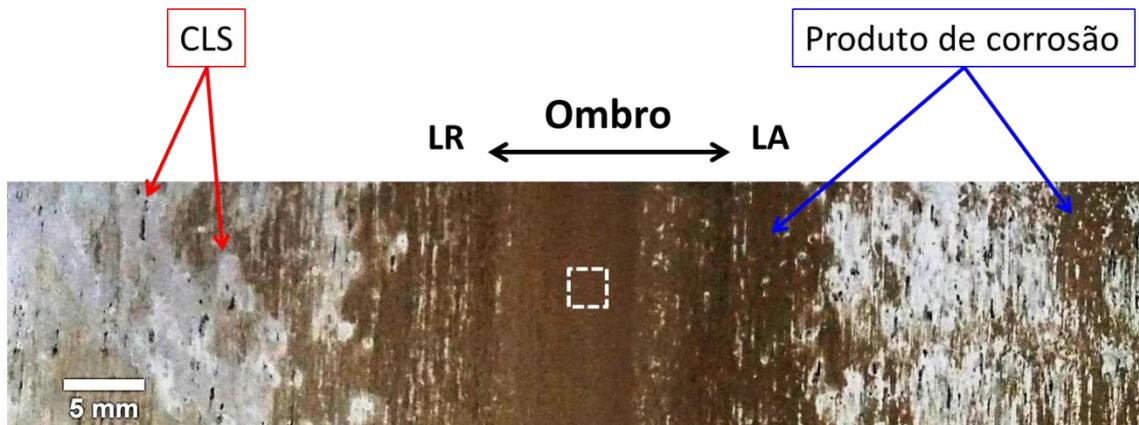
Os ensaios em meio com elevada concentração de cloreto revelaram a formação de acoplamento galvânico quando todas as regiões são expostas simultaneamente. Neste caso, as zonas expostas a elevadas temperaturas durante a soldagem FSW atuaram como cátodo sendo protegidas catodicamente. Por outro lado, quando a ZM foi exposta isoladamente, esta

sofreu intenso ataque corrosivo, com cinética diferente da relacionada ao MB. Isso indica que pode existir outra fase que apresenta elevada atividade eletroquímica na ZM, a qual teve sua característica revelada apenas quando esta zona foi isolada das demais. Devido à elevada agressividade da solução, a análise da superfície corroída torna-se difícil, uma vez que o ataque é severo e o volume de produtos de corrosão formado dificulta o monitoramento da propagação do ataque e a observação de suas características. Assim, a próxima seção avalia a amostra soldada em solução de menor agressividade, a fim de compreender, em especial, a corrosão da ZM.

5.4.3 Corrosão da liga soldada em meio com baixa concentração de cloreto (solução com $0,005 \text{ mol L}^{-1}$ de NaCl)

A Figura 55 apresenta a superfície da liga 2198-T8 soldada por FSW após 24 h de exposição à solução $0,005 \text{ mol L}^{-1}$ de NaCl. Como observado, a intensidade de corrosão variou em função da zona de soldagem. Uma camada escura de produtos de corrosão é vista na região central da amostra e torna-se esparsa na medida em que se distancia do centro da junta soldada. Enquanto na ZM o ataque resultou em camada “contínua” de produtos de corrosão, no MB, os locais de CLS foram cercados por áreas protegidas catodicamente (áreas claras na superfície). Portanto, nas zonas expostas às mais altas temperaturas durante soldagem, a CLS relacionada aos precipitados não foi o principal tipo de ataque. Neste caso, o ataque associado às partículas constituintes foi mais relevante. Deste modo, os resultados indicam que a suscetibilidade à CLS aumenta em função da distância do centro ao MB.

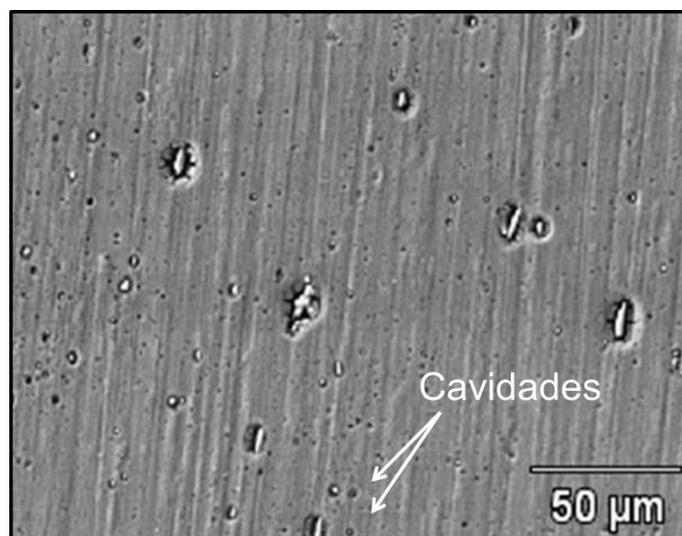
Figura 55 - Superfície da liga 2198-T8 soldada por fricção e mistura (FSW) após 24 h de imersão em solução com $0,005 \text{ mol L}^{-1}$ de NaCl. As setas indicam pontos de corrosão localizada severa (CLS) e regiões onde ocorre a deposição de produto de corrosão.



Fonte: Autor da tese.

A Figura 56 apresenta uma micrografia da ZM após 24 h de imersão em $0,005 \text{ mol L}^{-1}$ de NaCl (região delimitada pelo quadrado branco na Figura 55), em que se observa que o produto de corrosão formado está associado às reações que envolvem o mecanismo de corrosão associado às partículas constituintes. Como mencionado anteriormente, essas partículas são catódicas em relação à matriz, resultando no ataque da matriz adjacente [9,15]. Uma vez que na ZM essas partículas são menores, e mais homogêneas e distribuídas, o filme de produtos de corrosão parece contínuo. Além disso, o ataque em torno das partículas pode resultar na separação de algumas destas da matriz, principalmente as menores, gerando cavidades como as indicadas pelas setas na Figura 56.

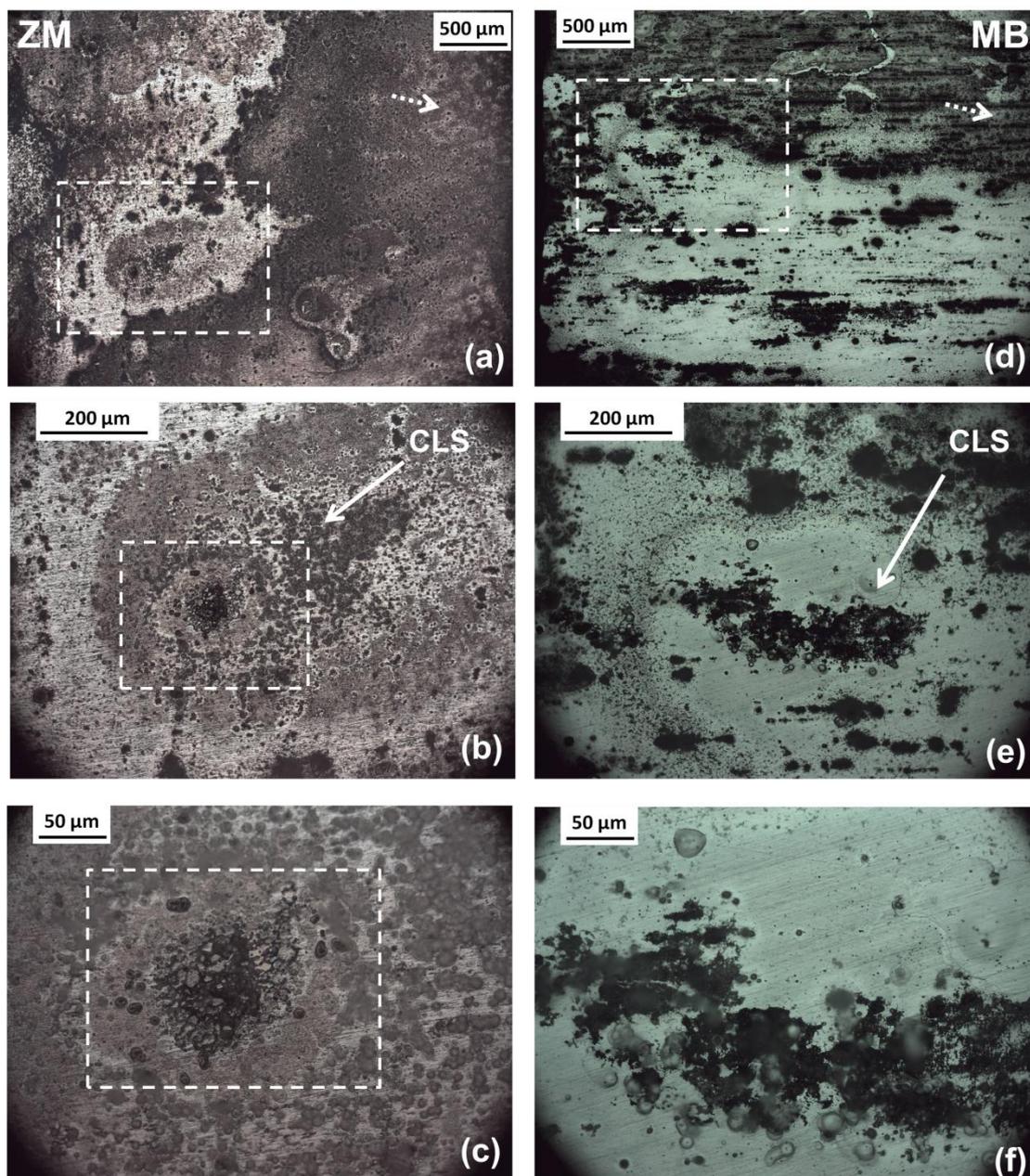
Figura 56 - Micrografia obtida por microscopia eletrônica de varredura (MEV) da zona de mistura (ZM) da liga 2198-T8 soldada por fricção e mistura (FSW) após 24 h de imersão em solução de $0,005 \text{ mol L}^{-1}$ de NaCl. As setas indicam cavidades na superfície após a exposição à solução corrosiva.



Fonte: Autor da tese.

A Figura 57 compara a morfologia do ataque de corrosão após 24 h de exposição da ZM e MB, ambas isoladamente, à solução com $0,005 \text{ mol L}^{-1}$ de NaCl. A CLS foi observada nas duas zonas, ZM e MB, quando expostas isoladamente, Figura 57 (a-f). Além disso, o ataque localizado relacionado às partículas micrométricas (setas pontilhadas) também foi observado.

Figura 57 - Microscopia ótica da superfície das zonas de soldagem por fricção e mistura (FSW) da liga 2198-T8 imersas isoladamente por 24 h em solução de $0,005 \text{ mol L}^{-1}$ de NaCl; (a, b, c) zona de mistura (ZM); (d, e, f) metal base (MB).



Fonte: Autor da tese.

A comparação dos resultados das amostras ensaiadas isoladamente (Figura 57) com a amostra contendo todas as zonas expostas (Figura 55) permitiu identificar o efeito de acoplamento galvânico entre as zonas, já indicado no ensaio utilizando a solução da norma ASTM G110. Entretanto, devido à menor concentração de íons na solução com $0,005 \text{ mol L}^{-1}$ de NaCl em relação à da norma ASTM G110, a análise da superfície corroída pode ser melhor explorada

na primeira condição. Em ambos os casos, MB e ZM, a região protegida catodicamente relacionada à CLS foi evidenciada (região de coloração mais clara ao redor dos sítios anódicos), sendo possível ainda distinguir as características do ataque relacionado às partículas micrométricas da CLS.

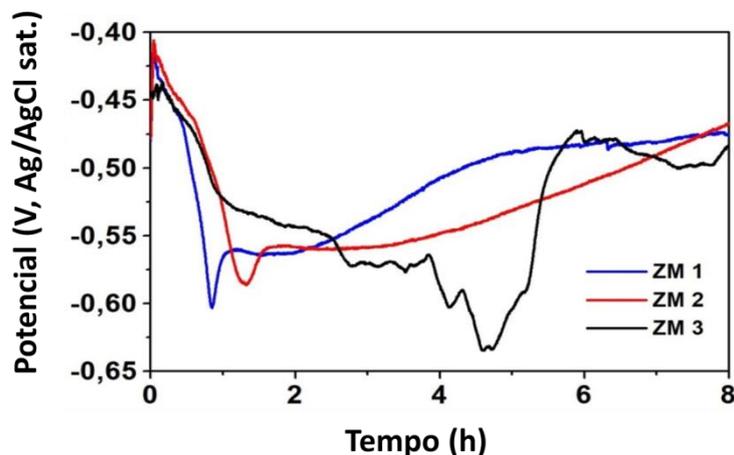
Nas próximas seções, a ZM e o MB serão investigados mais detalhadamente a fim de estudar a evolução do ataque localizado severo nessas zonas. Todas as análises foram realizadas em solução com $0,005 \text{ mol L}^{-1}$ de NaCl, entretanto, o tempo de exposição foi reduzido para 8 h a fim de evitar o excesso de produto de corrosão na superfície, facilitando a observação detalhada da mesma.

5.4.3.1 Estudo da corrosão na zona de mistura (ZM)

A Figura 58 apresenta a variação de OCP da ZM de três diferentes amostras durante exposição à solução com $0,005 \text{ mol L}^{-1}$ de NaCl por um período de 8 h. As diferenças observadas no perfil das curvas mostram variação da cinética de ataque com o tipo de amostra, o que é explicado pelas complexas modificações microestruturais provocadas pelo processo FSW. Todavia, a tendência de comportamento entre as amostras foi similar, qual seja, diminuição do OCP (associada ao ataque do filme óxido) seguido de aumento relacionado à deposição de produtos de corrosão sobre a superfície.

A diminuição do potencial da ZM em função do tempo também foi observada quando esta zona foi exposta à solução da norma ASTM G110 (Figura 53). Entretanto, na solução com $0,005 \text{ mol L}^{-1}$ de NaCl, após atingir um valor mínimo de potencial, este começa a aumentar, o que está associado à formação de produtos de corrosão e redeposição de cobre e prata na superfície. No caso da ZM ensaiada na solução da norma ASTM G110, foi observado que a camada formada pelo produto de corrosão era bastante porosa (Figura 54 (b)), o que deve contribuir para a manutenção do baixo potencial.

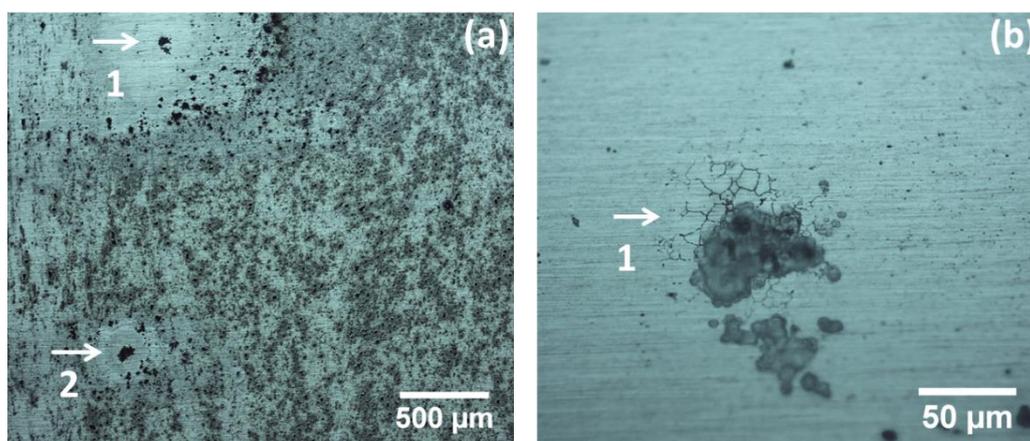
Figura 58 - Variação do potencial de circuito aberto (OCP) da zona de mistura da liga AA2198-T8 soldada pelo processo FSW em solução com $0,005 \text{ mol L}^{-1}$ de NaCl.



Fonte: Autor da tese.

A Figura 59 apresenta a superfície da ZM após 8 h de exposição à solução com $0,005 \text{ mol L}^{-1}$ de NaCl. Nessa condição, é possível diferenciar o ataque localizado, associado às partículas constituintes, da CLS (indicado por “1” e “2” na Figura 59 (a)), bem como observar detalhes da morfologia da CLS referente ao local “1” (Figura 59 (b)), características que foram parcialmente ocultadas pelo produto de corrosão gerado após 24 h de exposição (Figura 57). Conforme apontado pela seta, a CLS está relacionada ao ataque intergranular na ZM.

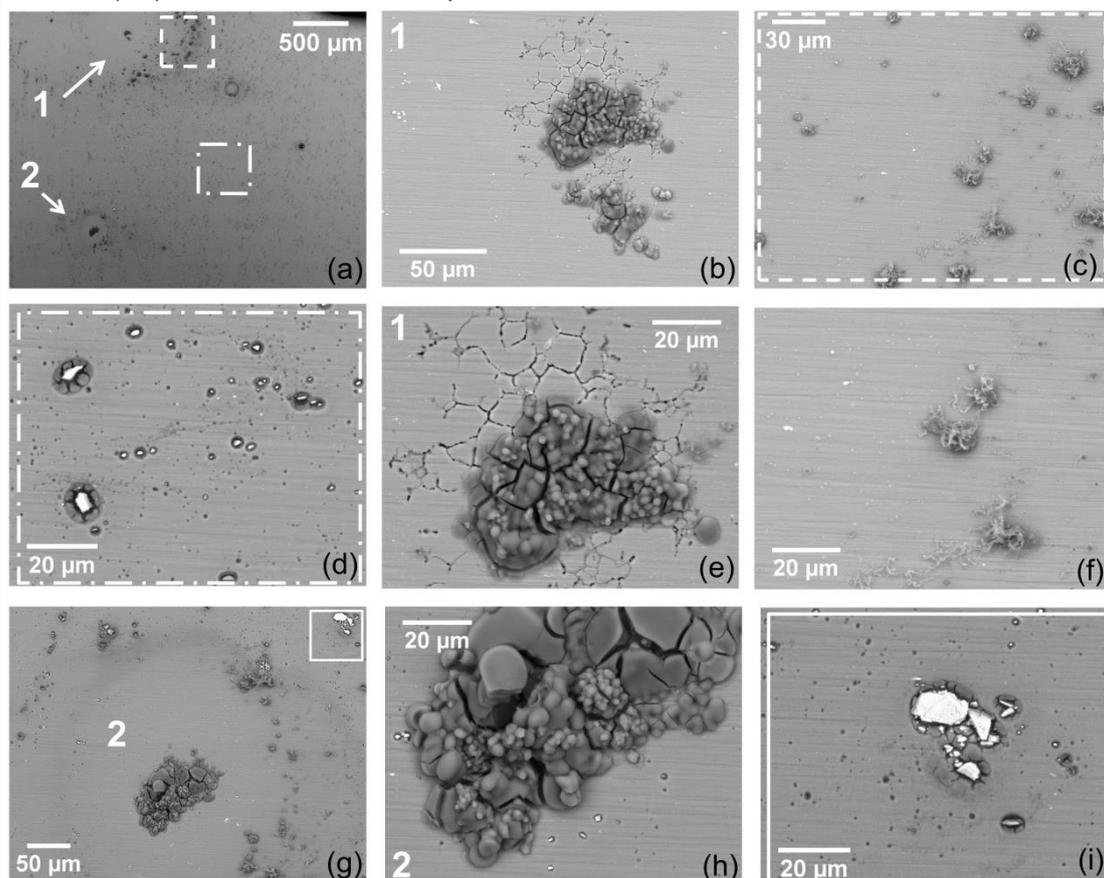
Figura 59 - (a) Superfície da zona de mistura (ZM) da liga 2198-T8 soldada por fricção e mistura (FSW) após 8 h de exposição à solução com $0,005 \text{ mol L}^{-1}$ de NaCl; (b) propagação intergranular da corrosão localizada severa (CLS) observada em maior aumento.



Fonte: Autor da tese.

Os dois locais de CLS observados na Figura 59 identificados como "1" e "2" são mostrados de forma detalhada na Figura 60. Além disso, uma região que ocorre apenas corrosão localizada, associada às partículas constituintes, é apresentada em maior magnificação.

Figura 60 - Superfície da zona de mistura (ZM) da liga 2198-T8 soldada por fricção e mistura (FSW) após 8 h de exposição à solução com $0,005 \text{ mol L}^{-1}$ de NaCl mostrando diferentes tipos de corrosão localizada (a): (b, e, g, h) corrosão localizada severa (CLS); (c, f) produtos de corrosão; (d, i) corrosão associada às partículas micrométricas.



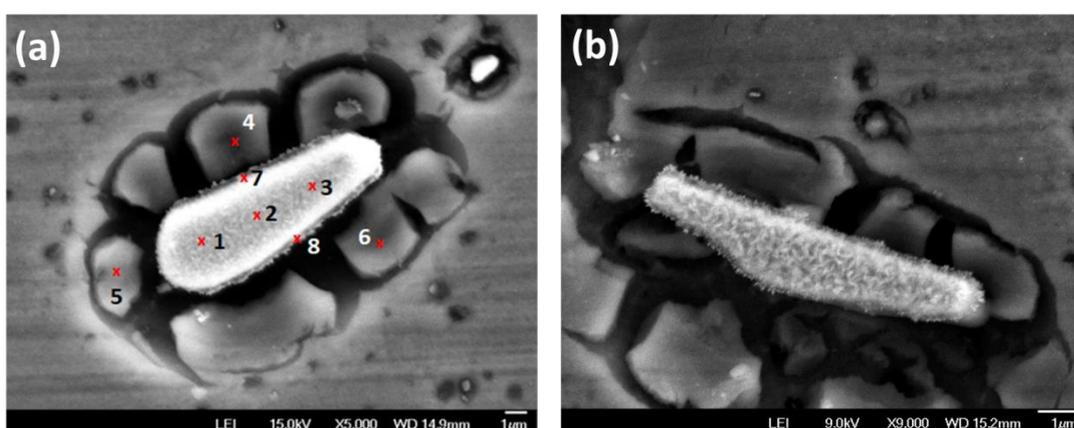
Fonte: Autor da tese.

O local identificado como "2" foi totalmente coberto por produtos de corrosão, enquanto o local "1" foi parcialmente coberto por estes produtos. Isso revela a singularidade de cada área atacada e mostra que estas podem evoluir de maneiras diferentes, o que, por sua vez, afeta a resposta eletroquímica. Essas observações podem explicar as variações nos potenciais das amostras mostradas na Figura 58. Além disso, aparentemente, o produto de corrosão sobre a CLS apresenta baixa porosidade, aumentando a eficiência da barreira entre o metal e o meio, diminuindo a atividade eletroquímica desses locais. O

quadrado tracejado (Figura 60 (a, c)) destaca produtos de corrosão precipitados em alguns pontos da área protegida que circunda a CLS. A deposição de produtos de corrosão resulta da interação entre os íons metálicos gerados nos locais de CLS com íons hidroxila da reação de redução de oxigênio sobre partículas micrométricas catódicas em relação à matriz. Isto é apoiado pela observação da corrosão nas zonas distantes da CLS (Figura 60 (d)), que resulta apenas em trincheiras ao redor das partículas sem a presença de produtos de corrosão depositados sobre estas (Figura 60 (d, i)).

As partículas constituintes observadas em regiões distantes da CLS, como as apresentadas na Figura 60 (d), foram observadas em maiores aumentos, Figura 61. Nessa condição, é possível verificar que a partícula parece preservada enquanto a matriz ao redor é atacada (Figura 61 (a)). Entretanto, observando esse tipo de partícula em maiores aumentos (Figura 61 (b)) é possível observar que existe uma “rugosidade”, a qual pode ser relacionada com a deposição de produtos na superfície da partícula ou com a dissolução seletiva de elementos mais ativos na partícula. Nota-se ainda que sobre a superfície da partícula ocorre uma deposição de coloração clara.

Figura 61 - Partículas micrométricas localizadas na zona de mistura (ZM) da liga 2198-T8 soldada por fricção e mistura (FSW) após 8 h de exposição à solução $0,005 \text{ mol L}^{-1}$ de NaCl. A numeração indica os locais onde análises por EDS foram realizadas.



Fonte: Autor da tese.

Análises por EDS foram realizadas a fim de identificar semiquantitativamente a composição química das regiões numeradas na Figura 61 (a) e os resultados

são apresentados na Tabela 15. Basicamente, as medições foram realizadas em três regiões distintas: sobre a partícula (pontos 1, 2 e 3), na matriz que circunda a partícula (pontos 4, 5 e 6) e na borda da partícula (7 e 8). Considerando os resultados destas análises, foi observado o enriquecimento em Cu da partícula pela redeposição do Cu além de significativa redução no teor de Al. Com relação à região da matriz que envolve as partículas, nota-se elevado teor de Al além de outros elementos tais como Zn, Zr e Ag. É possível que os pontos analisados da matriz tenham atingido algum dispersóide localizado imediatamente abaixo da superfície, resultando no alto valor de Zr observado. Quanto à borda da partícula, o ataque da matriz envolve a liberação dos elementos mais ativos da liga, tornando essa região enriquecida em Cu e Fe, além dos elementos como Zr, Zn e Ag, os quais poderiam se precipitar junto à partícula micrométrica.

Tabela 15 - Análise por espectroscopia de raios X por dispersão em energia (EDS) das partículas constituintes micrométricas localizadas na zona de mistura (ZM) da liga 2198-T8 soldada por fricção e FSW após 8 h de exposição à solução de $0,005 \text{ mol L}^{-1}$ de NaCl.

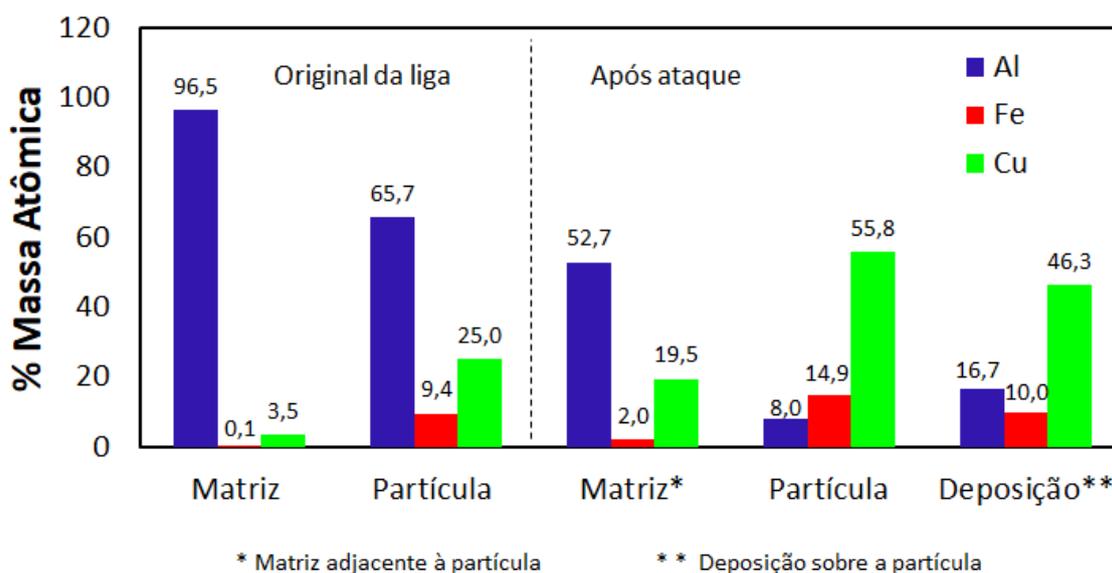
<i>% Massa atômica</i>												
	<i>O</i>	<i>Na</i>	<i>Mg</i>	<i>Al</i>	<i>Si</i>	<i>Cl</i>	<i>Mn</i>	<i>Fe</i>	<i>Cu</i>	<i>Zn</i>	<i>Zr</i>	<i>Ag</i>
1	21,54	0,51	0,33	7,60	0,08	0,05	0,37	14,99	54,52	0,00	0,00	0,00
2	21,00	0,00	0,00	7,58	0,19	0,00	0,16	14,88	55,95	0,00	0,24	0,00
3	18,98	0,00	0,08	8,68	0,12	0,03	0,17	14,88	56,94	0,00	0,00	0,10
4	32,86	0,00	0,00	53,17	0,16	0,27	0,07	0,93	9,75	0,37	2,19	0,22
5	23,43	0,00	0,26	41,98	0,11	0,16	0,07	3,27	28,38	0,68	1,47	0,19
6	12,26	0,00	0,19	63,07	0,24	0,37	0,00	1,84	20,38	0,18	1,33	0,15
7	24,72	0,25	0,10	15,60	0,25	0,00	0,20	10,32	47,70	0,04	0,28	0,55
8	25,91	0,05	0,00	17,77	0,19	0,13	0,17	9,69	44,82	0,38	0,09	0,81

Fonte: Autor da tese.

A Figura 62 compara o valor médio dos elementos Al, Cu e Fe determinados para a liga na etapa de caracterização (Figura 37) e a média desses valores após 8 h de exposição à solução com $0,005 \text{ mol L}^{-1}$ de NaCl (Tabela 15). Observa-se o aumento significativo de Cu e Fe nestas partículas, indicando enriquecimento desses elementos (devido à dissolução preferencial de Al) e/ou redeposição desses elementos. A redeposição de Cu em sítios catódicos tem

vido reportada na literatura [145]. Comparando-se a matriz original da liga e após ataque localizado, a redução no teor de Al demonstra claramente o efeito da corrosão associada às partículas constituintes micrométricas, com a saída de elementos menos nobres da matriz e enriquecimento nos demais elementos.

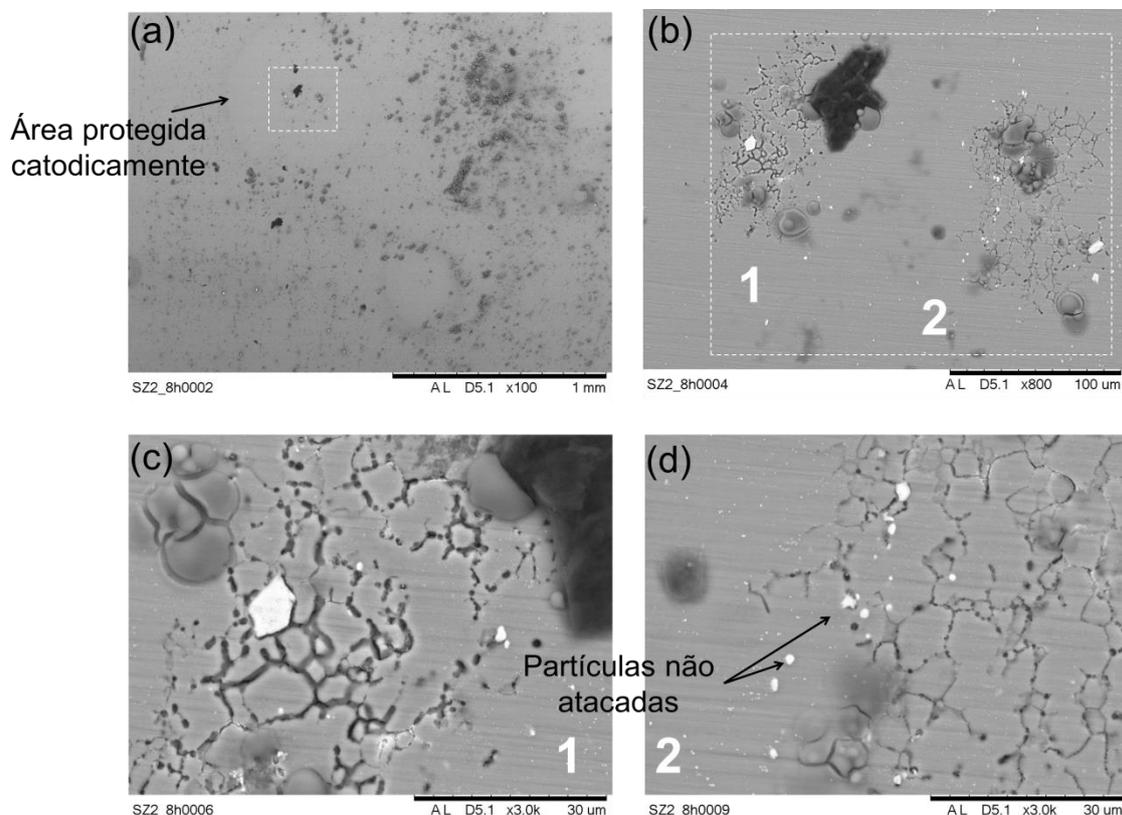
Figura 62 - Composição química média das partículas micrométricas presentes na liga 2198-T8 obtida por espectroscopia de raios X por dispersão em energia (EDS), antes e após imersão por 8 h em solução com $0,005 \text{ mol L}^{-1}$ de NaCl.



Fonte: Autor da tese.

A Figura 63 apresenta a superfície da ZM após 8 h de exposição à solução com $0,005 \text{ mol L}^{-1}$ de NaCl, destacando a presença de partículas constituintes dentro da zona protegida que circunda a CLS. Diferente da matriz ao redor das partículas localizadas fora da região protegida catodicamente (Figura 61), na zona protegida catodicamente as interfaces entre partículas e matriz foram preservadas. Além disso, o ataque intergranular não foi relacionado às partículas micrométricas, uma vez que nenhuma evidência de trincheiras ao redor das partículas remanescentes foi observada (Figura 63 c,d).

Figura 63 - (a) Superfície da zona de mistura (ZM) da liga 2198-T8 soldada por fricção e mistura (FSW) após 8 h de exposição à solução com $0,005 \text{ mol L}^{-1}$ de NaCl mostrando área protegida catodicamente; (b) diferentes locais com ataque intergranular (c) partículas constituintes preservadas.



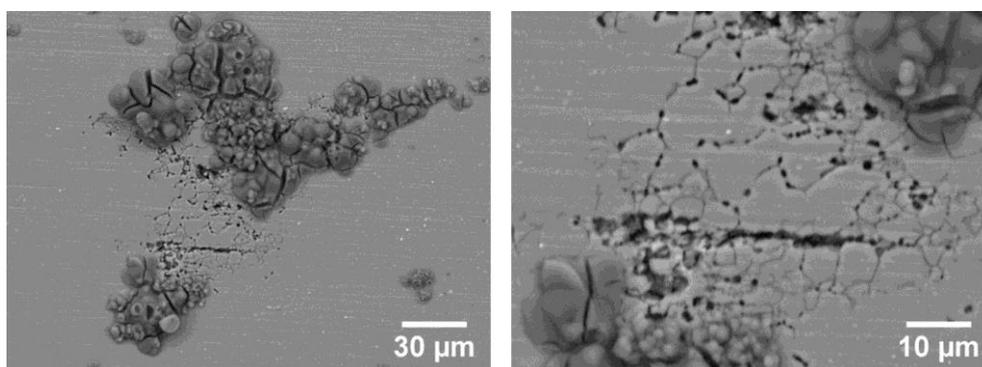
Fonte: Autor da tese.

A Figura 64 exibe uma região de CLS em que os precipitados localizados nos contornos de grão foram removidos. Comparando-se a morfologia e o tamanho dos precipitados nos contornos de grão (Figura 41) e as cavidades originadas pela corrosão, é razoável relacionar o ataque intergranular à presença das fases TB ($\text{Al}_7\text{Cu}_4\text{Li}$) e/ou T2 (Al_6CuLi_3).

O mecanismo de corrosão da fase T2 é similar ao proposto para a fase T1, em que: inicialmente, essas fases são anódicas em relação à matriz, e a dissolução preferencial de Li ocorre. Consequentemente, ocorre o enriquecimento em Cu e o precipitado torna-se catódico em relação à matriz, resultando na dissolução anódica da matriz ao redor. Entretanto, devido à maior quantidade de Li e menor teor de Cu na fase T2, a corrosão ocorre principalmente na fase T2 ao invés da matriz e sua mudança de anódica para

cátodica é menos favorecida em relação à fase T1 [146]. Isso demonstra que a dissolução anódica da matriz que envolve a fase T1 é facilitada, tornando essa região mais suscetível ao ataque comparativamente a região que envolve a fase T2 [146]. A diferença na proporção dos elementos ativos e nobres também tem sido utilizada para justificar a menor reatividade da fase TB em relação à T1 [147]. Uma vez que as fases T2/TB apresentam pequenas dimensões, estas podem ser facilmente destacadas ou dissolvidas sendo removidas da matriz, resultando nas cavidades observadas na superfície. É possível que parte dos íons de Cu, oriundos da fase T2/TB que são atacados e removidos da matriz, seja redepositada em locais favoráveis da superfície, ou seja, sítios catódicos (partículas constituintes, Figura 61). Por outro lado, o Al^{3+} combina-se com os íons OH^- , formando hidróxido de alumínio (produto de corrosão) que se deposita sobre as regiões atacadas [145].

Figura 64 - Superfície da zona de mistura (ZM) da liga 2198-T8 soldada por fricção e mistura (FSW) após 8 h de imersão em solução com $0,005 \text{ mol L}^{-1}$ de NaCl, mostrando ataque intergranular e remoção de precipitados localizados nos contornos de grão.

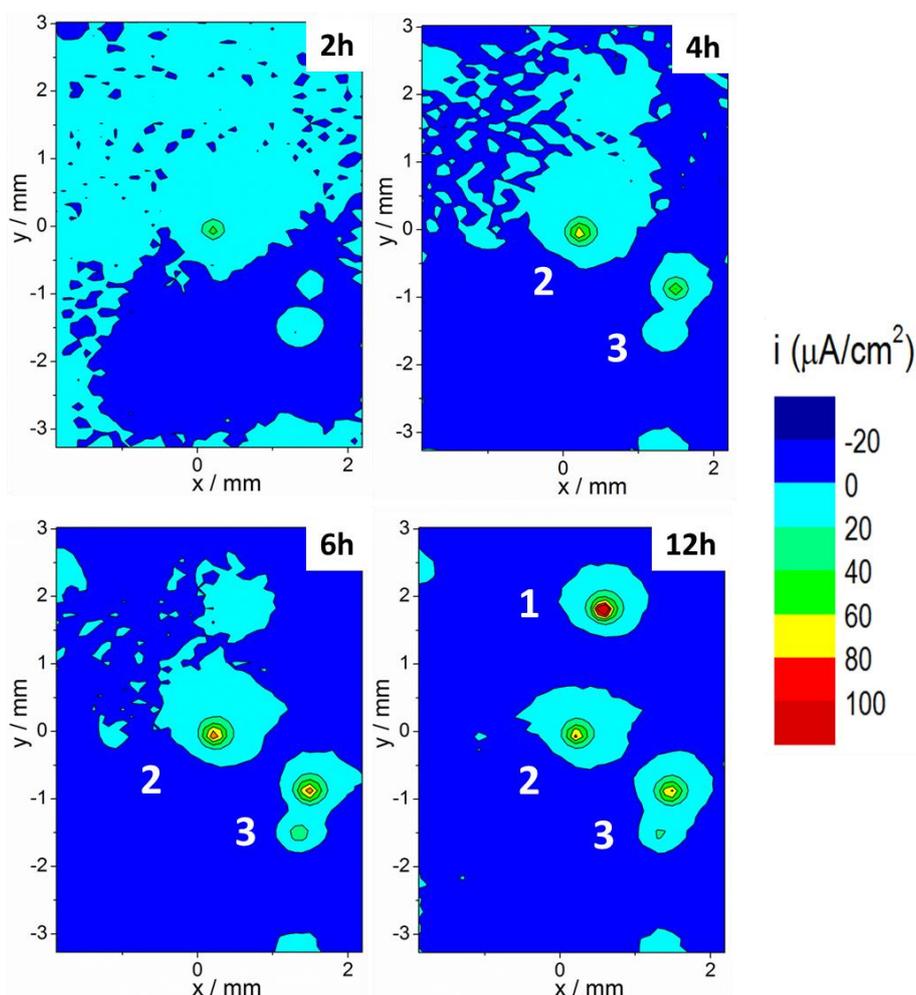


Fonte: Autor da tese.

O desenvolvimento de ataque localizado na ZM foi monitorado por SVET, a fim de investigar a contribuição da corrosão localizada (associada às partículas constituintes) e da CLS na resposta eletroquímica, bem como monitorar a CLS. Mapas de SVET para a ZM obtidos a cada 2 h de exposição à solução com $0,005 \text{ mol L}^{-1}$ de NaCl, durante 24 h, são mostrados na Figura 65. Nesses mapas, a cor vermelha representa atividade anódica, enquanto a azul representa atividade catódica, conforme indicado pela escala de densidade de corrente. Após 12 h de exposição, três locais de CLS foram identificados. Estes

podem ser distinguidos do ataque associado às partículas micrométricas pelos maiores valores de corrente.

Figura 65 - Mapas de densidade de corrente iônica obtidos pela técnica de varredura do eletrodo vibratório (SVET) referente à zona de mistura (ZM) da liga 2198-T8 soldada por fricção e mistura (FSW) para vários tempos de exposição à solução com $0,005 \text{ mol L}^{-1}$ de NaCl.

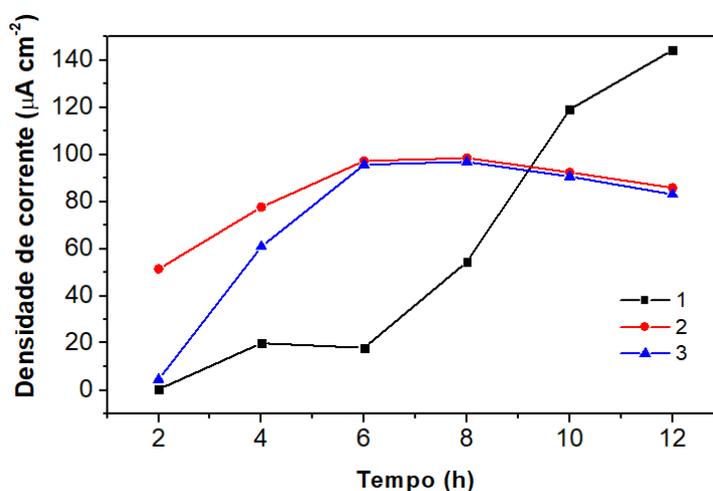


Fonte: Autor da tese.

A Figura 66 compara a densidade de corrente dos três locais de CLS indicados pelos números 1, 2 e 3, na Figura 65 em função do tempo. Conforme indicado pelos mapas de densidade de corrente iônica (Figura 65), o desenvolvimento de cada região ocorre de maneira independente, resultando em diferentes comportamentos. Com o tempo de imersão, a atividade eletroquímica (referente às posições “2” e “3”) aumenta, atingindo valor máximo de corrente após 6 h de imersão. A redução de corrente observada após este tempo indica a diminuição da atividade, a qual deve ser associada à deposição de produtos

de corrosão sobre estas regiões. Por outro lado, a CLS indicada pelo ponto “1” não apresentou redução da atividade eletroquímica dentro do intervalo de tempo analisado, atingindo correntes anódicas da ordem de $140 \mu\text{A cm}^{-2}$. O elevado valor de corrente obtido no ponto “1” sugere que a CLS neste local atingiu maiores dimensões (e/ou profundidade), ou ainda, que não tenha ocorrido obstrução do pite pelo acúmulo de produtos de corrosão.

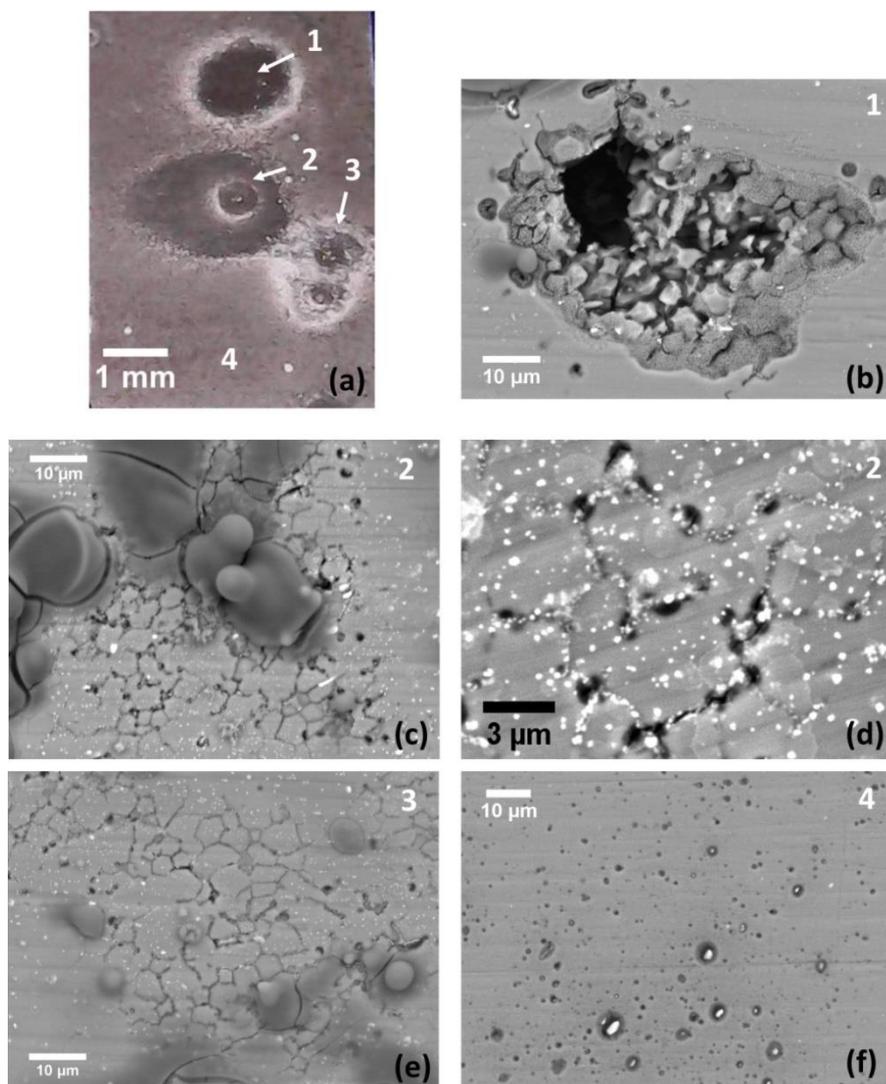
Figura 66 - Densidade de corrente obtida nos pontos 1, 2, e 3, indicados na Figura 78 para a zona de mistura (ZM) da liga 2198-T8 soldada por fricção e mistura (FSW) em função do tempo de exposição à solução com $0,005 \text{ mol L}^{-1}$ de NaCl. A densidade de corrente foi estimada a partir dos resultados obtidos pela técnica de varredura do eletrodo vibratório (SVET).



Fonte: Autor da tese.

A Figura 67 (a) apresenta a superfície da ZM após 24 h de exposição à solução com $0,005 \text{ mol L}^{-1}$ de NaCl para aquisição de mapas SVET. Conforme indicado pelos valores de corrente anódica, a CLS referente ao ponto “1” (Figura 67 (b)) aparentemente resultou em maior profundidade de penetração. Além disso, diferente dos demais locais (Figura 67 (c,e)), a CLS nesse ponto não indicou a presença de produtos de corrosão depositados sobre esta região. Comparando-se a condição da superfície após o ensaio com os mapas obtidos (Figura 65), observa-se que todas as regiões de CLS estão associadas à corrosão intergranular. Além disso, o ataque localizado relacionado às partículas constituintes (trincheiras) também é observado fora da região protegida catodicamente (Figura 67 (f)), conforme descrito anteriormente.

Figura 67 - Zona de mistura (ZM) da liga 2198-T8 soldada por fricção e mistura (FSW) após 24 h de exposição à solução de $0,005 \text{ mol L}^{-1}$ de NaCl. (a) Área de corrosão localizada mostrando diferentes tipos de ataque (trincheiras e intergranular) e ampliação das áreas indicadas como (b) 1; (c) 2; (d) ampliação da área indicada em (c); (e) 3; (f) 4.



Fonte: Autor da tese.

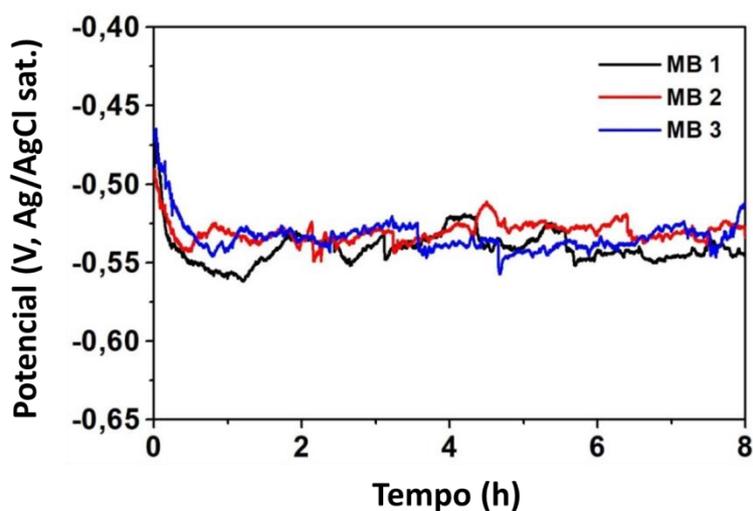
Com base nos resultados de SVET para a ZM apresentados anteriormente (micrografias e mapas de densidade de corrente iônica) é razoável atribuir os dois diferentes comportamentos da curva de OCP da ZM:

- 1) Queda do potencial: ataque ao filme óxido por íons Cl^- e desenvolvimento da CLS;
- 2) Recuperação do potencial: contínua deposição de produtos de corrosão, principalmente sobre os locais de CLS.

5.4.3.2 Estudo da corrosão no metal base (MB)

A Figura 68 apresenta a variação do OCP do MB durante exposição à solução com $0,005 \text{ mol L}^{-1}$ de NaCl por período de 8h. Diferente da ZM, todas as curvas mostraram tendências semelhantes, com diminuição inicial do potencial, seguido por oscilações de pequena amplitude associadas ao ataque localizado. Convém ressaltar que a variação de OCP para o MB apresenta perfil similar ao que foi observado por exposição a meio de alta agressividade (Figura 53), indicando que o ataque associado à fase T1 tem cinética rápida, e mais locais são ativados em função do tempo, favorecendo que o potencial seja mantido em valores baixos.

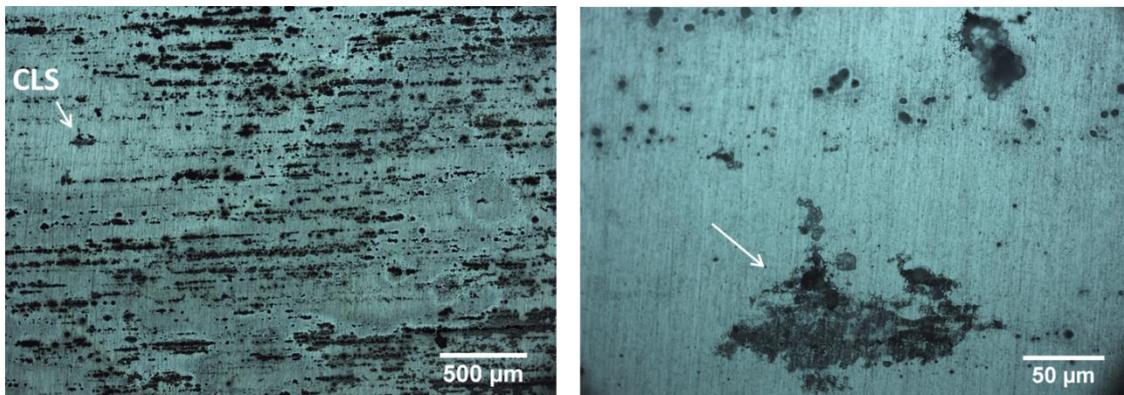
Figura 68 - Variação do potencial de circuito aberto (OCP) do metal base (MB) da liga 2198-T8 soldada por fricção e mistura (FSW) em função do tempo de exposição em solução com $0,005 \text{ mol L}^{-1}$ de NaCl.



Fonte: Autor da tese.

A Figura 69 apresenta a superfície do MB após 8 h de exposição à solução com $0,005 \text{ mol L}^{-1}$ de NaCl. Semelhante à ZM, o MB apresenta suscetibilidade ao ataque localizado associado às partículas micrométricas e CLS, entretanto, este último tipo de ataque ocorre no interior do grão, ou seja, o ataque se propaga de modo intragranular. Além disso, a área catódica ao redor dos locais de CLS não é circular, pois os grãos no MB são alongados e, conseqüentemente, a distribuição da corrente não é simétrica.

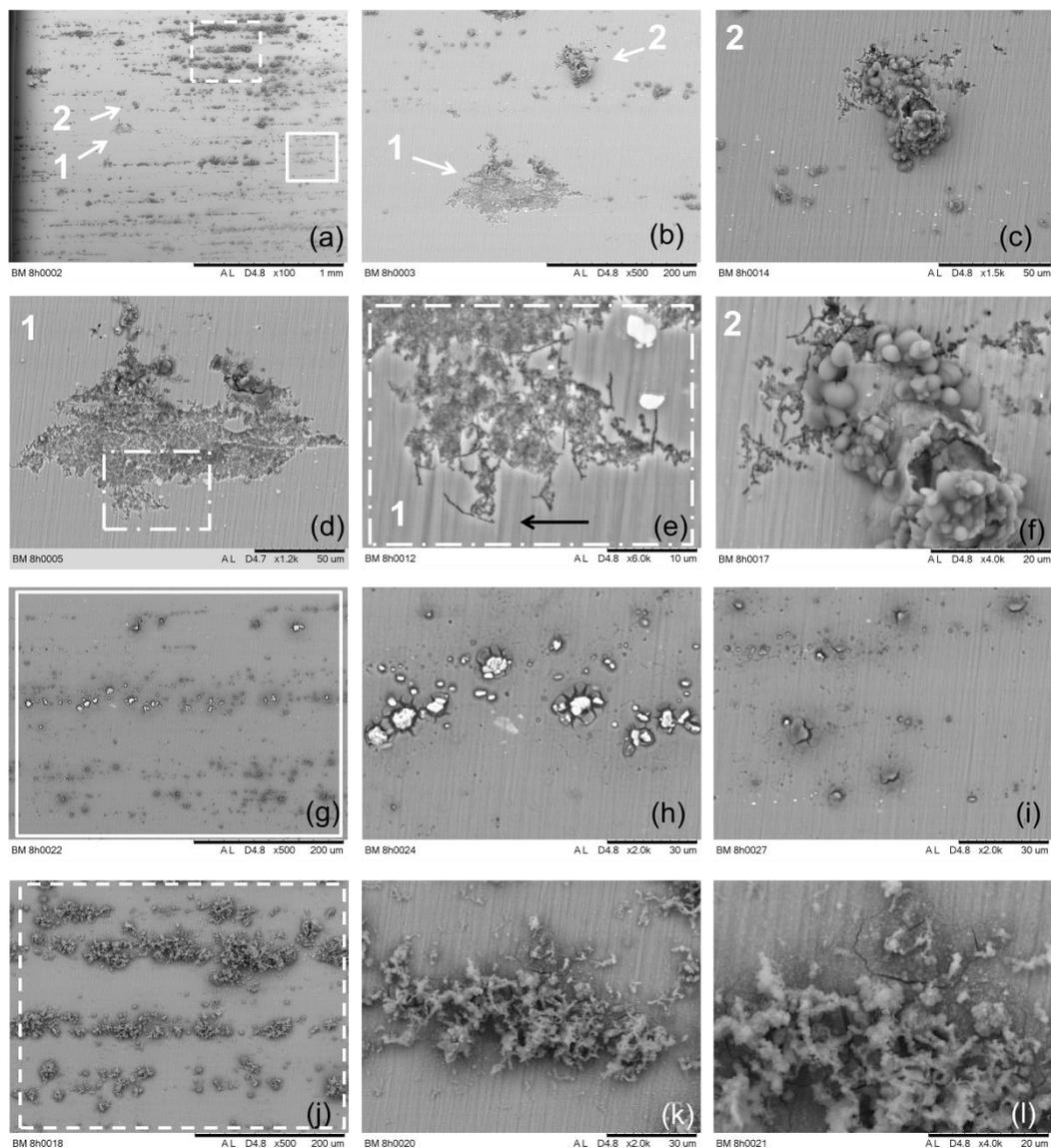
Figura 69 - Superfície do metal base (MB) da liga 2198-T8 soldada por fricção e mistura (FSW) após 8 h de exposição a solução com $0,005 \text{ mol L}^{-1}$ de NaCl. As setas indicam local de corrosão localizada severa (CLS).



Fonte: Autor da tese.

A CLS mostrada na Figura 69 pode ser vista com maior ampliação na Figura 70, permitindo a observação de mais detalhes da microestrutura corroída. A comparação das características da CLS na ZM e MB mostra que na ZM a morfologia de ataque da CLS é intergranular, enquanto que no MB, é intragranular, resultando no consumo dos grãos (Figura 70 (d)). No MB, o ataque se propagou por “caminhos” estreitos (como indicado pela seta na Figura 70 (e)), no interior do grão. Imagens de TEM do MB (Figura 43) mostraram que a fase T1 é encontrada de forma abundante dentro do grão. A distribuição homogênea da fase T1 no interior do grão resulta na formação de diversas microcélulas, as quais, devido à diferença de potencial entre fase e matriz, resultam em acoplamento galvânico e rápida propagação da corrosão. O mecanismo de ataque relacionado com a fase T1 foi mencionado anteriormente e envolve a inversão de potencial, de anódico para catódico, devido à dissolução seletiva do Li e enriquecimento da fase remanescente em Cu [151].

Figura 70 - Superfície do metal base (MB) da liga 2198-T8 soldada por fricção e mistura (FSW) após 8 h de exposição à solução com $0,005 \text{ mol L}^{-1}$ de NaCl mostrando diferentes tipos de corrosão localizada: (a) : (b -f) corrosão localizada severa (CLS); (g- i) corrosão associada as partículas micrométricas; (j-l) produtos de corrosão ao redor da CLS.



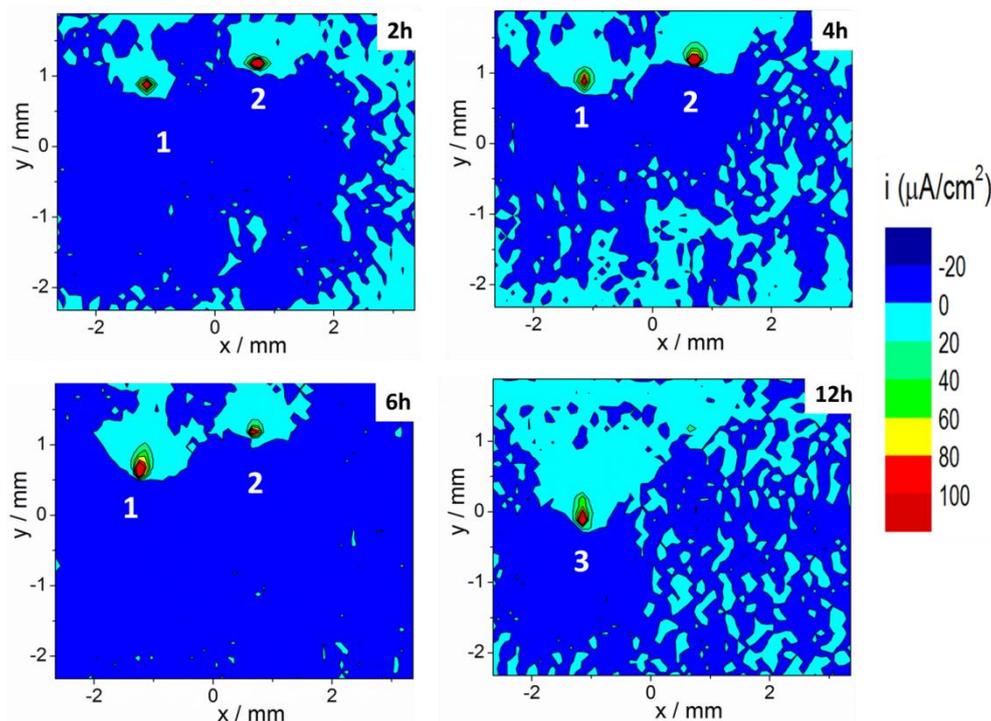
Fonte: Autor da tese.

Semelhante à ZM, no MB as partículas constituintes localizadas no interior das áreas protegidas catódicamente, em torno das cavidades da CLS, permaneceram preservadas (Figura 70 (d, e)). A CLS designada como “2” (Figura 70 (c, f)) apresenta características semelhantes às observadas em “1”. No entanto, a extensão da área atacada foi menor em “2”. Curiosamente, as áreas “1” e “2” mostraram diferenças nos produtos de corrosão. A seguinte hipótese foi proposta para explicar tais diferenças. A área “2” corresponde a um

estágio inicial da evolução da CLS. Neste estágio, o volume de produtos de corrosão gerados não é suficiente para causar sua liberação da superfície. As Figuras 70 (g-i) mostram o ataque relacionado com as partículas constituinte micrométricas, fora da zona protegida catodicamente, enquanto as Figuras 70 (j-l) mostram produtos de corrosão distantes da região de CLS. As partículas constituintes apresentaram comportamento similar, seja na ZM ou no MB (Figura 61 e Figura 70 (h)), apesar de suas diferenças em tamanho e distribuição.

O desenvolvimento de ataque localizado no MB também foi monitorado pela técnica SVET e os mapas obtidos a cada 2 h de exposição à solução com $0,005 \text{ mol L}^{-1}$ de NaCl até 24 h são mostrados na Figura 71. Embora produtos de corrosão tenham sido observados em toda a superfície do MB, as correntes de corrosão associadas às partículas constituintes micrométricas foram comparativamente baixas, não sendo identificadas nos mapas SVET, enquanto nos locais de CLS altas densidades de corrente foram medidas (áreas vermelhas no mapa de SVET), confirmando que a CLS é principal mecanismo de corrosão dessa liga.

Figura 71 - Mapas de densidade de corrente iônica obtidos pela técnica de varredura do eletrodo vibratório (SVET) do metal base (MB) da liga 2198-T8 após diferentes tempos de exposição à solução com $0,005 \text{ mol L}^{-1}$ de NaCl.



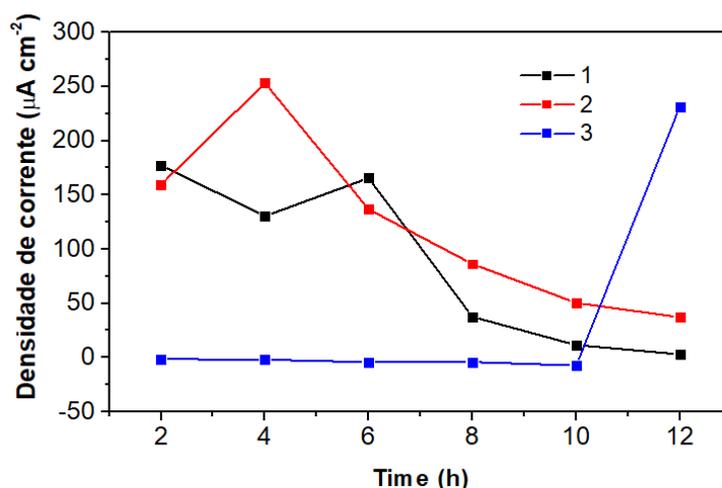
Fonte: Autor da tese.

A Figura 71 mostra que, após 2 h de ensaio, dois locais de CLS foram identificados e permaneceram ativos até 6 h. No entanto, entre 6 h e 12 h de ensaio, a atividade eletroquímica medida nestes dois locais de CLS, diminuiu, e, ao mesmo tempo foi detectada atividade eletroquímica em um novo local. A redução na densidade de corrente nas regiões “1” e “2”, entre 6 h e 12 h, foi relacionada à deposição de produtos de corrosão na abertura dos pites, dificultando o acesso do eletrólito às zonas internas destes e, conseqüentemente, a detecção de eventuais correntes no seu interior. Neste mesmo intervalo, uma nova área de CLS, indicada por “3” foi identificada, devido ao aumento da atividade eletroquímica dessa região, conforme ilustrado no mapa de SVET para 12 h de exposição.

A Figura 72 compara a densidade de corrente das três áreas de CLS observadas na Figura 71 em função do tempo. Observa-se que o máximo de corrente anódica obtido é da ordem de $230 \mu\text{A cm}^{-2}$, entretanto, vale ressaltar que nas demais regiões de CLS, valores superiores a $140 \mu\text{A cm}^{-2}$, foram

atingidos, sendo este o valor máximo observado para a ZM. Esses resultados estão de acordo com os anteriores que indicaram maior tendência à CLS para o MB comparativamente a ZM.

Figura 72 - Densidade de corrente obtida nos pontos 1, 2, e 3 indicados na Figura 71 para o metal base (MB) da liga 2198-T8 soldada por fricção e mistura (FSW) em função do tempo de exposição à solução com $0,005 \text{ mol L}^{-1}$ de NaCl. A densidade de corrente foi estimada a partir dos resultados obtidos pela técnica de varredura do eletrodo vibratório (SVET).



Fonte: Autor da tese.

Os resultados obtidos para a ZM e o MB mostraram diferenças significativas no comportamento eletroquímico dessas regiões (Tabela 16).

Tabela 16 - Características eletroquímicas observadas para a ZM e o MB.

	ZM	MB
Reprodutibilidade da curva de OCP	Variável	Constante
Comportamento do potencial em circuito aberto	2 estágios (inclui recuperação)	2 estágios (queda e estabilização)
Densidade de corrente iônica nos locais de CLS (comparativamente)	Menor	Maior

Fonte: Autor da tese.

A diferença no comportamento eletroquímico observado entre as zonas pode ser associada à distribuição dos precipitados responsáveis pelo ataque severo. Na ZM, as fases T2/TB estão localizadas preferencialmente nos contornos de

grão, enquanto no MB, a fase T1 é encontrada de forma abundante no interior dos grãos. Durante exposição à solução com $0,005 \text{ mol L}^{-1}$, ocorre corrosão localizada associada às partículas constituintes e CLS em ambas as zonas. Entretanto, as dimensões da CLS na ZM são menores que no MB, facilitando a completa obstrução da entrada do pite de ataque severo na ZM. Uma vez que a continuidade do ataque severo é dificultada, o ataque relacionado às trincheiras torna-se principal. Sendo a densidade de corrente associada ao ataque das partículas constituintes muito inferior ao gerado pelo ataque severo, o potencial tende a aumentar. Essa hipótese pode ser formulada com base em resultados de OCP da liga 2198 submetida a diferentes tratamentos termomecânicos. Conforme demonstrado na literatura [49], o potencial da liga submetida ao tratamento T3 (cerca de $0,56 \text{ V(Ag/AgCl}_{\text{sat}})$) é mais nobre que na condição T8 (aproximadamente $0,44 \text{ V(Ag/AgCl}_{\text{sat}})$). Os autores sugeriram que esta diferença de potencial está relacionada à maior quantidade de Cu em solução sólida na condição T3. Uma vez que o teor de fase T1 no tratamento T8 é significativamente maior que na condição T3, a CLS é predominante na liga submetida ao tratamento T8, enquanto que o ataque que resulta em *trincheiras* é o principal tipo observado na condição T3. Assim, o comportamento eletroquímico da ZM observado neste trabalho oscila entre um potencial em que a densidade de corrente da CLS contribui significativamente (reduzindo o potencial) e, quando obstruída, a resposta eletroquímica predominante relaciona-se com as partículas constituintes (aumentando o potencial).

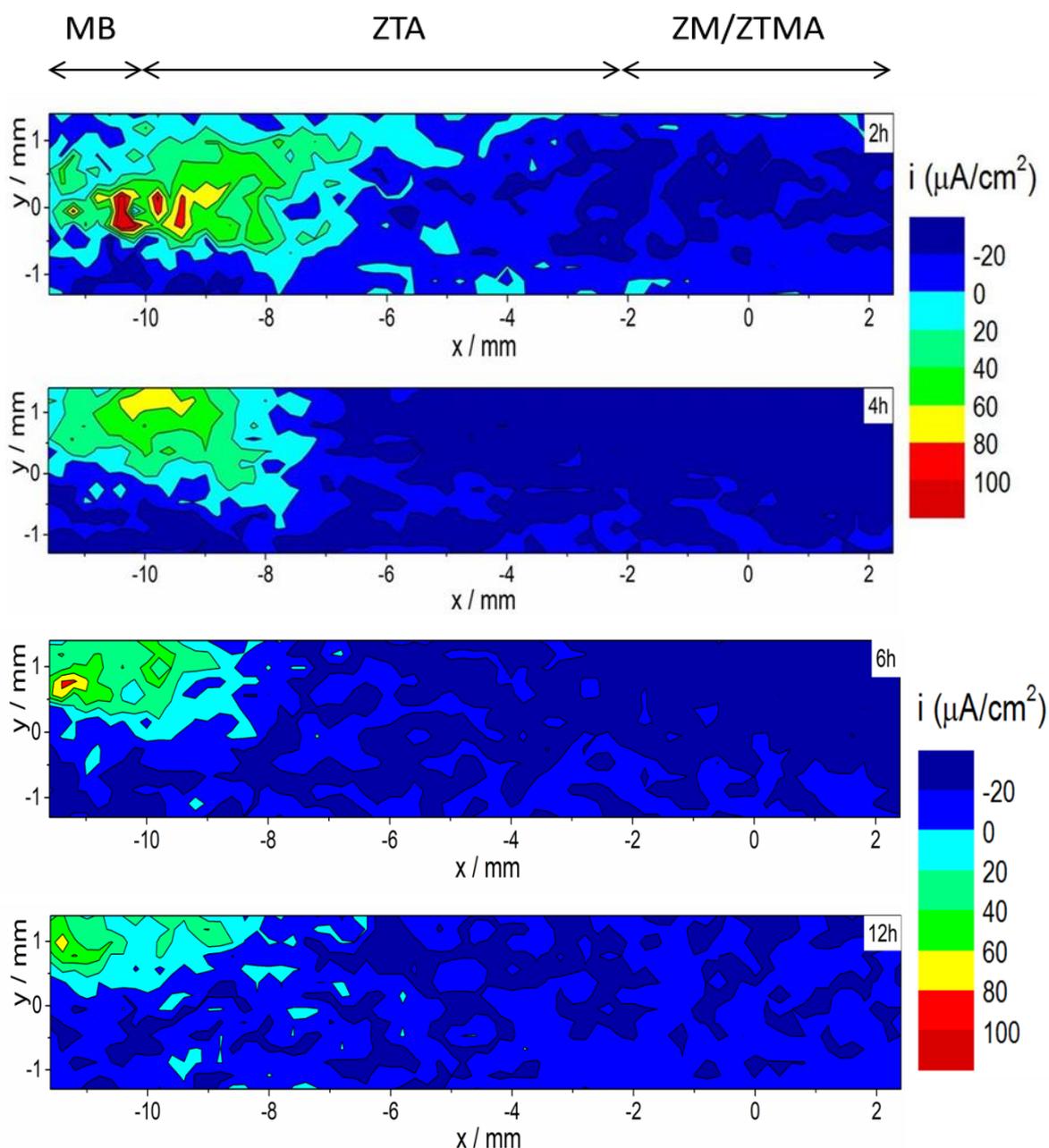
5.4.3.3 Demais zonas da solda

Os resultados de SVET apresentados mostraram que a densidade de corrente máxima associada aos locais de CLS no MB foram superiores aos da ZM. Entretanto, quando a liga é ensaiada com todas as zonas expostas simultaneamente, sejam zonas afetadas ou não pela soldagem, em uma mesma amostra, a ZM não apresentou CLS (Figuras 48 e 55). Além disso, a ZTA pôde ser subdividida em subzonas cujo comportamento variou com a distância em relação ao centro da solda (Figura 52). Assim, o efeito do

acoplamento galvânico de diferentes zonas resultantes do processo de soldagem por FSW foi investigado por SVET, Figura 73. Devido à limitação no tamanho da amostra utilizada neste ensaio, apenas um dos lados pôde ser selecionado, de modo a contemplar o máximo de zonas geradas pela soldagem. Uma vez que o perfil de dureza (Figura 45) e o ensaio de imersão (Figura 48 (c)) mostraram simetria entre LA e LR, este último foi escolhido aleatoriamente. Portanto, os mapas de SVET da Figura 73 correspondem à exposição de todas as zonas, cuja amostra ensaiada foi cortada partindo-se do MB no LR até o centro da junta soldada. Nessa condição de exposição, a CLS foi observada predominantemente no MB. Este resultado concorda com os obtidos por Donatus et al. [118] para a liga 2198-T851, segundo os quais todos os pontos de CLS foram observados apenas no MB, e a ZM foi a região mais resistente à corrosão.

A Figura 73 mostra ainda que, com o tempo de ensaio, as correntes anódicas relacionadas à CLS diminuíram e que a região protegida catodicamente estendeu-se para além da junta soldada. A diminuição da corrente relacionada às áreas anódicas no MB resultam da deposição de produtos de corrosão sobre os locais ativos. Já o aumento das áreas catódicas, aparentemente, é causado pela formação de uma película fina de produtos de corrosão nas demais zonas, como indicado na Figura 55. Os resultados de SVET indicaram que a junta soldada (ZM + ZTMA) da liga 2198-T8 é polarizada catodicamente e protegida pelo MB quando as diferentes zonas da soldagem são expostas simultaneamente ao eletrólito.

Figura 73 - Mapas de densidade corrente iônica obtidas pela técnica de varredura do eletrodo vibratório (SVET) da liga 2198-T8 soldada por fricção e mistura (FSW) para diferentes tempos de imersão em solução com $0,005 \text{ mol L}^{-1} \text{ NaCl}$. As análises foram realizadas a partir do metal base (MB) até a zona termomecanicamente afetada/zona de mistura (ZTMA/ZM) no lado de retrocesso da liga soldada.



Fonte: Autor da tese.

As zonas afetadas pela solda (Figura 33) foram ensaiadas isoladamente a fim de avaliar o efeito do processo FSW no comportamento eletroquímico de cada zona sem efeitos de acoplamento galvânico. A Figura 74 apresenta curvas de polarização catódica das diferentes regiões da solda após 30 min de exposição

à solução com $0,005 \text{ mol L}^{-1}$ de NaCl. Novamente, as análises foram feitas apenas em um lado da amostra soldada, LR. Os resultados mostram que em todas as regiões o processo de corrosão é controlado pela difusão de oxigênio.

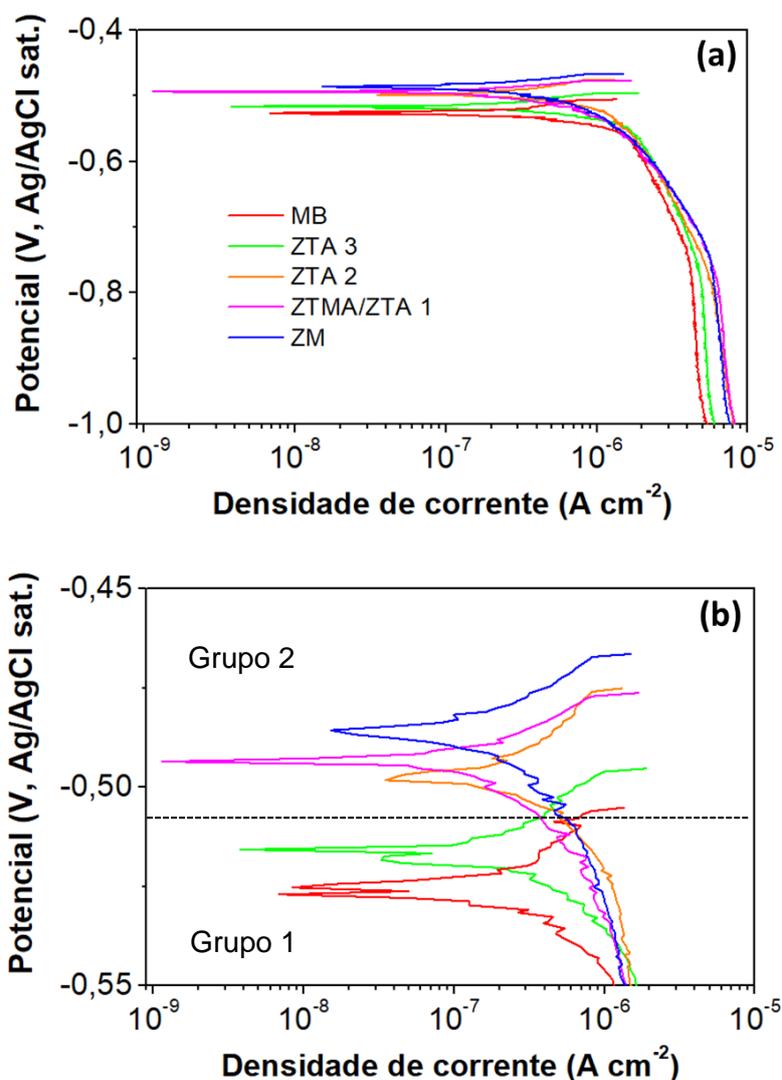
Comparando-se os potenciais de corrosão das diferentes zonas (Figura 74) é possível classificar as regiões em dois grupos, de acordo com os valores registrados. O grupo 1 é representado pelo MB e ZTA 3 (a 14 mm do centro da junta soldada), que são as zonas de maior dureza e susceptibilidade à CLS; enquanto o grupo 2 compreende a ZM, ZTMA/ZTA (a 6 mm do centro da junta soldada) e a ZTA 2 (a 10 mm do centro da junta soldada), que correspondem às zonas expostas às temperaturas mais elevadas durante a soldagem.

As regiões que compõem o grupo 2 apresentam potencial mais nobre, enquanto o grupo 1 está relacionado com valores de potenciais mais baixos (Figura 74 (b)). Essa relação apresenta uma correlação direta com a densidade de fase T1 ao longo das zonas, estimada de maneira indireta por medidas de microdureza. A solubilização da fase T1 nos grãos expostos às altas temperaturas induz uma modificação no potencial para valores mais positivos, provavelmente por devolver cobre para a solução sólida. Embora nessa zona ocorra a formação de fase T2/TB, a dissolução da fase T1 predomina sobre a formação de fase T2/TB e mais cobre encontra-se em solução sólida. Como consequência, o potencial na ZM é superior ao do MB, explicando a diferença observada entre as zonas. Logo, para uma condição de exposição da amostra soldada que favoreça o acoplamento galvânico, as regiões expostas às temperaturas mais elevadas comportam-se como áreas catódicas, enquanto as demais, como anódicas. Essa relação foi observada em todos os ensaios nos quais toda a amostra foi exposta simultaneamente ao meio corrosivo.

Considerando-se apenas os valores de potencial em circuito aberto das diferentes zonas (Figura 74 (b)), é possível estabelecer a seguinte relação: o OCP relacionado ao Grupo 2 (ZM, ZTMA/ZTA 1, ZTA 2) é maior que os do Grupo 1 (ZTA 3, MB). A literatura reporta resultados similares para as ligas Al-Cu-Li 2198-T851, utilizando o valor de OCP para classificar a susceptibilidade à

corrosão das diferentes zonas, da seguinte maneira: MB > ZTA > ZM [118]. Outros autores [25,26], entretanto, reportaram que durante a soldagem de liga Al-Cu-Li com tratamento termomecânico T3 pelo processo FSW ocorreu a precipitação da fase T1 na junta soldada, logo, o MB apresentou potencial mais nobre. É importante ressaltar que, independente do tratamento original da liga (T8 – envelhecimento artificial, T851 - envelhecimento artificial e alívio de tensões, T3 - envelhecimento natural), o menor valor de OCP foi sempre observado na zona com maior densidade de fase T1 [25,26,118].

Figura 74 - (a) Curvas de polarização catódica para diferentes regiões da liga 2198-T8 soldada pelo processo FSW após 30 minutos de imersão em solução com $0,005 \text{ mol L}^{-1}$ de NaCl: metal base (MB); zona termicamente afetada à 14 mm do centro da junta soldada (ZTA 3); zona termicamente afetada à 10 mm do centro da junta soldada (ZTA 2); à 6 mm do centro da junta soldada – (ZTMA/ZTA1); zona de mistura (ZM). (b) Ampliação da região de OCP mostrada em (a).

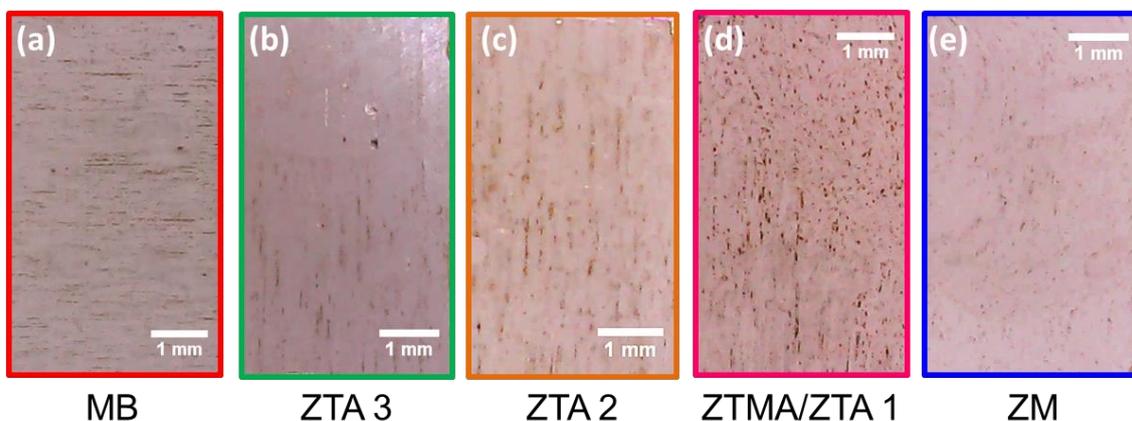


Fonte: Autor da tese.

Considerando a densidade de corrente limite, não foram observadas diferenças significativas entre as zonas, embora para o grupo 2 valores em torno de $8,0 \times 10^{-6} \text{ A/cm}^2$, foram obtidos, e para as demais zonas (grupo 1) um valor médio de $5,5 \times 10^{-6} \text{ A/cm}^2$ foi estimado. Estes valores são muito próximos não caracterizando efeito do tratamento termomecânico nas reações catódicas.

As superfícies das diferentes zonas após o ensaio de polarização catódica são mostradas na Figura 75. Foi observado o ataque relacionado às partículas micrométricas, ricas em cobre, as quais são distribuídas mais homogeneamente na medida em que se aproximam da ZM. Conforme discutido anteriormente, o ataque que resulta em trincheiras, associado às partículas constituintes (catódicas em relação à matriz) é resultado da alcalinização dessas regiões, resultando no ataque da matriz.

Figura 75 - Superfície das diferentes zonas de soldagem por fricção e mistura (FSW) da liga 2198-T8 após polarização catódica: (a) metal base (MB); (b) zona termicamente afetada à 14 mm do centro da junta soldada (ZTA 3); (c) zona termicamente afetada à 10 mm do centro da junta soldada (ZTA 2); (d) zona à 6 mm do centro da junta soldada (ZTMA/ZTA1); (e) zona de mistura (ZM).

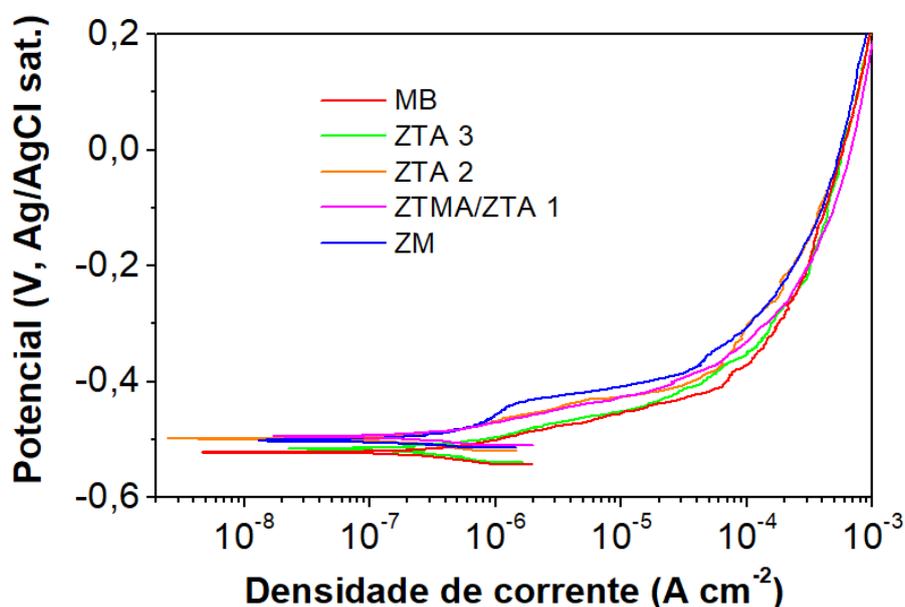


Fonte: Autor da tese.

A Figura 76 apresenta curvas de polarização anódica das diferentes regiões da solda após 30 min de exposição à solução com $0,005 \text{ mol L}^{-1}$ de NaCl. Os resultados mostram que o comportamento eletroquímico das diversas zonas apresentam similaridades quando anodicamente polarizadas. No caso da ZM, há indicação de uma região passiva; todavia, ensaios de imersão no OCP mostraram corrosão localizada e, conseqüentemente, pode ser concluído que o

que se apresenta de fato é uma região “pseudo-passiva”. Esta região “pseudo-passiva” pode ser explicada pela maior proporção de área coberta com filme passivo ou, mesmo, pela presença de um filme óxido de maior resistência sobre uma área de microestrutura mais homogênea.

Figura 76 - Curvas de polarização anódica para diferentes zonas da liga 2198-T8 soldadas por fricção e mistura (FSW) após 30 min de imersão em solução com $0,005 \text{ mol L}^{-1}$ de NaCl: metal base (MB); zona termicamente afetada à 14 mm do centro da junta soldada (ZTA 3); zona termicamente afetada à 10 mm do centro da junta soldada (ZTA 2); à 6 mm do centro da junta soldada (ZTMA/ZTA1); zona de mistura (ZM).

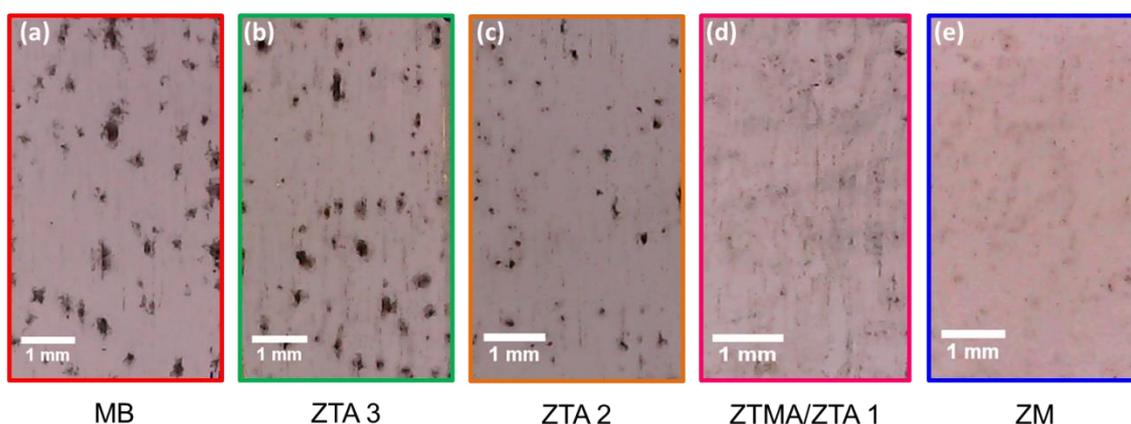


Fonte: Autor da tese.

As superfícies das diferentes zonas após a realização do ensaio de polarização anódica são mostradas na Figura 77. Observa-se que, embora o MB apresente maior superfície corroída dentre as regiões apresentadas, as densidades de corrente anódicas obtidas pela curva de polarização não identificam estas diferenças. Isso mostra que de fato, os ensaios eletroquímicos convencionais apresentam limitações para investigação da suscetibilidade à corrosão localizada das ligas Al-Cu-Li. Por outro lado, a pseudo-passividade observada na curva de polarização da ZM pode ser justificada pela maior área de filme óxido preservado na superfície da ZM após ensaio. Comparando-se as diferentes zonas é possível afirmar que a severidade do ataque aumenta em função da distância ao centro da junta soldada. Esta relação foi observada em

todos os ensaios realizados expondo todas as zonas da amostra simultaneamente. Entretanto, a classificação em dois grupos, proposta a partir dos resultados de polarização catódica, no qual o grupo 1 contempla apenas o MB e a ZTA 3, merece especial consideração após análise da superfície corroída. Neste caso, a Figura 77 mostrou que a superfície da ZTA 2 apresenta características similares às do grupo 1, embora em menor intensidade. Este resultado indica que não ocorre dissolução total da fase T1 na ZTA 2, entretanto, a redução de seu teor contribui na redução da dureza e maior potencial (OCP) nessa região. É evidente a diminuição no número de locais de CLS com a distância do MB até a ZM.

Figura 77 - Superfície das diferentes zonas de soldagem por fricção e mistura (FSW) da liga 2198-T8 após polarização anódica: (a) metal base (MB); (b) zona termicamente afetada à 14 mm do centro da junta soldada (ZTA 3); (c) zona termicamente afetada à 10 mm do centro da junta soldada (ZTA 2); (d) à 6 mm do centro da junta soldada (ZTMA/ZTA1); (e) zona de mistura (ZM).

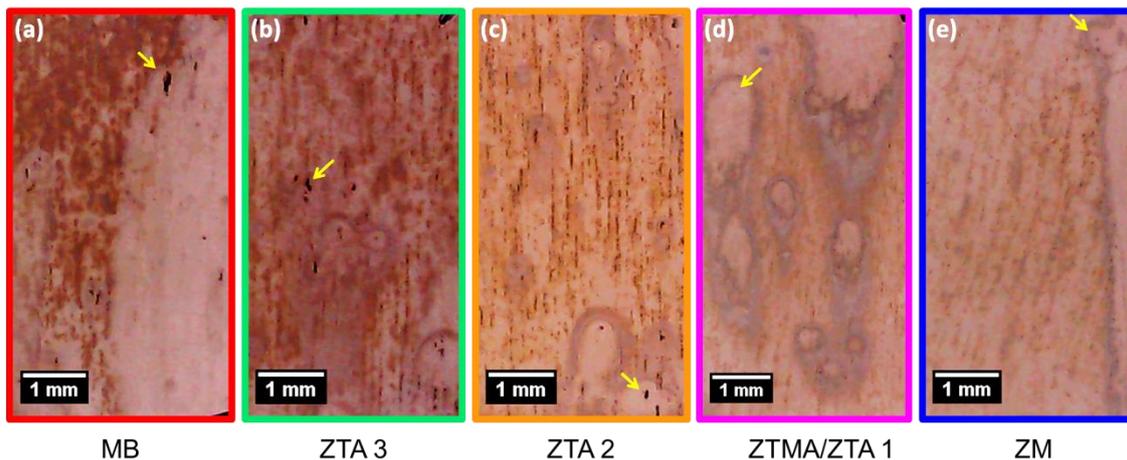


Fonte: Autor da tese.

A Figura 78 apresenta a superfície das diferentes zonas (LR) após 4 h de exposição à solução com $0,005 \text{ mol L}^{-1}$, mostrando o ataque relacionado às partículas constituintes e a CLS (esta última indicada por setas). É observado que, em todas as zonas, a CLS ocorre, comprovando que, quando expostas individualmente, todas as zonas desenvolvem esta forma de ataque severo, mesmo quando não polarizadas. Além disso, conforme já indicado pelos resultados de SVET das zonas isoladas (Figuras 65 e 71), os locais de CLS evoluem de maneira independente, resultando em diferentes tamanhos em uma mesma amostra. Convém ressaltar que, de maneira geral, as dimensões

das áreas anódicas da CLS diminuem na medida em que se aproximam da ZM. Esta tendência também foi observada nas amostras após polarização anódica.

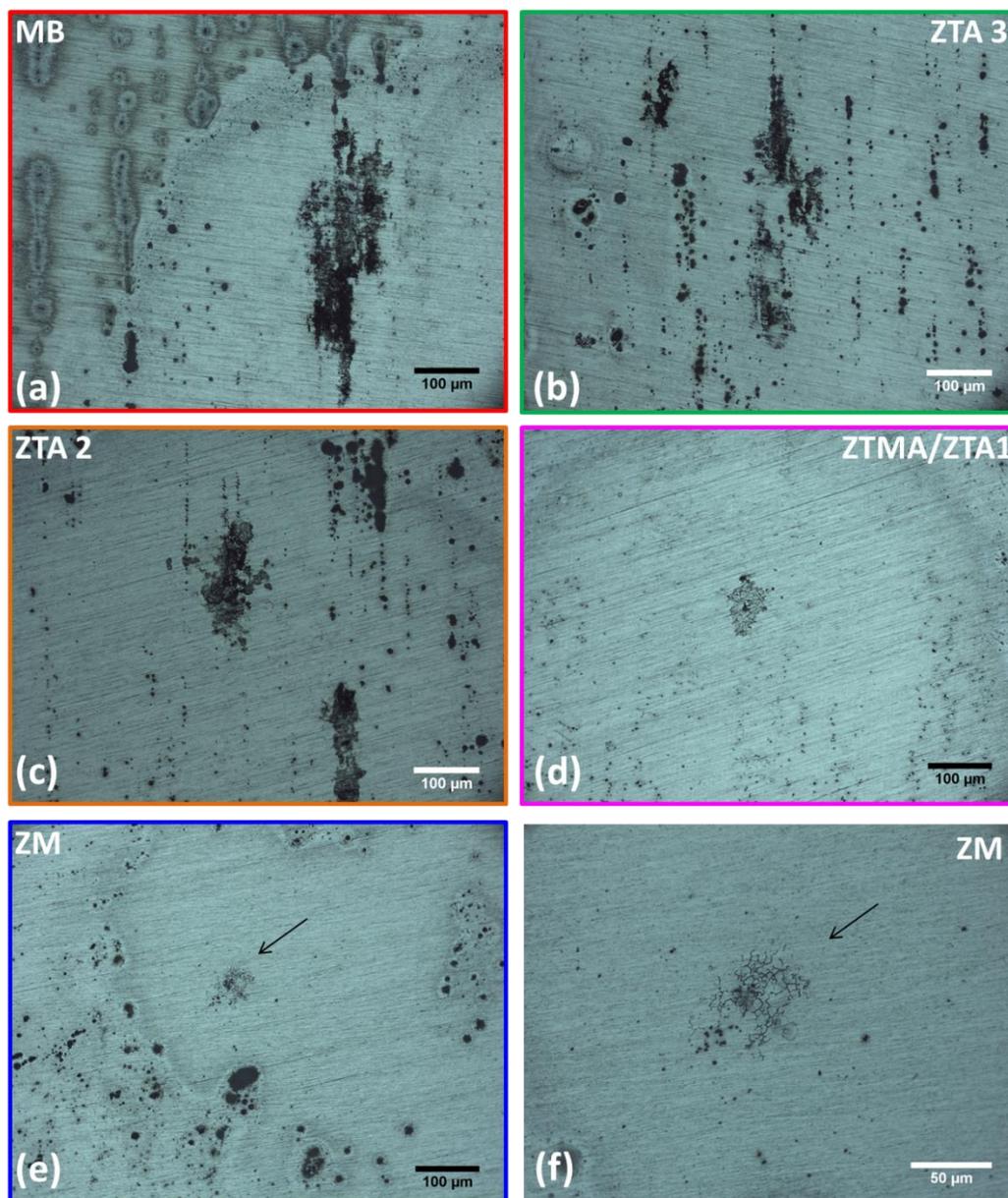
Figura 78 - Superfície das diferentes zonas da liga 2198-T8 soldada por fricção e mistura (FSW) após 4 h de exposição à solução com $0,005 \text{ mol L}^{-1}$ de NaCl: (a) metal base (MB); (b) zona termicamente afetada à 14 mm do centro da junta soldada (ZTA 3); (c) zona termicamente afetada à 10 mm do centro da junta soldada (ZTA 2); (d) à 6 mm do centro da junta soldada (ZTMA/ZTA1); (e) zona de mistura (ZM).



Fonte: Autor da tese.

A Figura 79 apresenta os locais de CLS indicados pelas setas na Figura 78 em maior magnificação. Os detalhes da morfologia dos locais anódicos relacionados à CLS permitem distinguir dois tipos de ataque: intragranular (composto por MB, ZTA 3 e ZTA 2) e intergranular (composto por ZTMA/ZTA1 e ZM). Embora a caracterização por TEM não tenha sido realizada em todas as regiões, os perfis de dureza e temperatura (Figura 45) auxiliam na compreensão das transformações das demais regiões de soldagem. Assim, é possível afirmar que a suscetibilidade à CLS (relacionada à atividade da fase T1) da liga 2198-T8 soldada por FSW diminui na medida em que se aproxima ao centro da junta soldada, devido às altas temperaturas atingidas e dissolução da principal fase endurecedora, fase T1. Entretanto, em regiões mais próximas ao centro (nas quais a dissolução da fase T1 é favorecida), a CLS também ocorre, porém, neste caso associada à atividade das fases T2/TB.

Figura 79 - Corrosão localizada severa (CLS) após 4 h de exposição à solução com $0,005 \text{ mol L}^{-1}$ de NaCl: (a) metal base (MB); (b) zona termicamente afetada à 14 mm do centro da junta soldada (ZTA 3); (c) zona termicamente afetada à 10 mm do centro da junta soldada (ZTA 2); (d) à 6 mm do centro da junta soldada (ZTMA/ZTA1); (e) zona de mistura (ZM). As imagens correspondem aos locais apontados pelas setas na Figura 78.

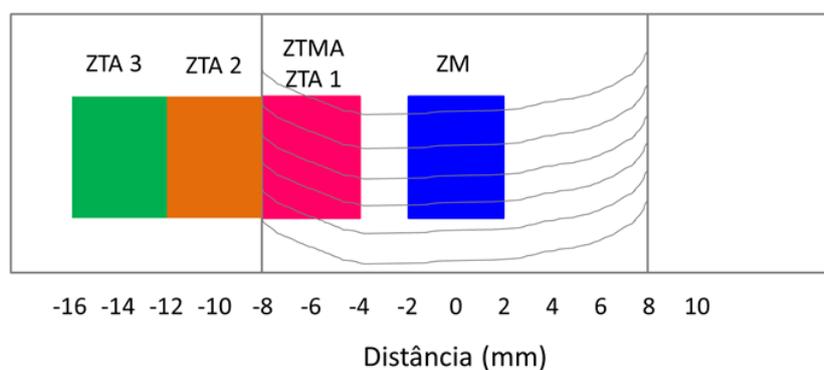


Fonte: Autor da tese.

A Figura 80 indica a localização das regiões avaliadas nesta seção enquanto a Tabela 17 resume as principais diferenças observadas quando as zonas no lado de retrocesso da liga 2198-T8 soldada por FSW são avaliadas separadamente. Embora a caracterização microestrutural por TEM não tenha sido realizada na ZTA 3 e ZTA 2, devido às similaridades observadas com o

MB, acredita-se que a principal fase relacionada ao ataque nessas regiões seja a fase T1. Por outro lado, o perfil de dureza revela que houve significativa redução dessa fase na ZTA 2, refletindo no aumento do potencial dessa região. Assim, é observado que a presença de menor quantidade de fase T1, comparativamente ao MB, contribui para o aumento do potencial da liga. Considerando a região ZTMA/ZTA1, as características do ataque foram similares ao observado para a ZM, além disso, altas temperaturas e baixa dureza foram constatadas nessa região. Assim, a CLS nessa região foi associada à fase T2/TB.

Figura 80 - Diagrama esquemático (superfície superior) mostrando as diferentes zonas de soldagem avaliadas de maneira isolada no lado de retrocesso da liga 2198-T8 soldada por fricção e mistura.



Fonte: Autor da tese.

Tabela 17 - Resumo das principais informações obtidas neste trabalho para as diferentes zonas (lado de retrocesso) da liga 2198-T8 soldada por fricção e mistura quando avaliadas isoladamente. As análises do metal base (MB) foram realizadas em uma amostra não submetida ao processo de soldagem.

	ZM	ZTMA/ZTA1	ZTA 2	ZTA 3	MB
Faixa de temperatura (°C)	449-550	280-401	184-280	132-184	-
Microdureza Vickers (média) HV	121,38	121,51	134,18	154,45	158,12
Potencial em circuito aberto (V Ag/AgCl)	-0,495	-0,494	-0,486	-0,541	-0,541
Morfologia da corrosão localizada severa (CLS)	Intergranular	Intergranular	Intragranular	Intragranular	Intragranular
Fase associada à CLS	T2/TB	T2/TB	T1	T1	T1

Fonte: Autor da tese.

6 CONCLUSÕES

Neste trabalho o efeito do processo de soldagem por fricção e mistura (FSW) na microestrutura e resistência à corrosão da liga 2198-T8 foi estudado. Os resultados obtidos permitiram as seguintes conclusões:

A liga apresenta 2 tipos de corrosão localizada; um tipo de ataque associado às partículas constituintes, (CL), e outro tipo, chamado de corrosão localizada severa (CLS), relacionado aos precipitados nanométricos. Ambos os tipos de corrosão foram observados em meios de elevada e baixa agressividade. A CLS está relacionada à maior densidade de corrente comparada à corrosão localizada (CL).

O processo de soldagem FSW causou variações importantes na microestrutura, alterando a resistência à corrosão da junta soldada. Foi observada correlação inversa entre a microdureza e a resistência à CLS, a qual foi relacionada à concentração da fase T1 nas diferentes zonas.

Os ensaios realizados com as diferentes zonas revelaram diferenças significativas de potencial, o que explica o acoplamento galvânico observado quando todas as zonas são expostas simultaneamente ao meio de ensaio.

O metal base (MB) e a zona de mistura (ZM), testados isolados, apresentaram comportamentos muito diversos, o que foi explicado pela diferença na microestrutura destas duas zonas. As regiões expostas às maiores temperaturas apresentaram comportamento catódico em relação às expostas às menores temperaturas ou não afetadas termicamente.

No caso de exposição da ZM isoladamente, além da corrosão localizada, esta apresentou também CLS a qual foi associada à presença das fases T2/TB nos contornos de grão. Entretanto, a densidade de corrente associada à CLS na ZM foi sempre inferior à relacionada com a CLS no MB, região na qual a fase T1 foi abundante.

7 TRABALHOS FUTUROS

Desenvolver tratamentos superficiais a fim de melhorar a resistência à corrosão da liga, seja soldada por FSW ou não.

Investigar e caracterizar as camadas resultantes dos tratamentos superficiais avaliando a relação entre as diferentes zonas, afetadas ou não pela soldagem, e as características das camadas, seja morfológica ou de proteção contra a corrosão.

Realizar tratamentos térmicos na amostra soldada e avaliar o efeito na resistência à corrosão.

8 REFERÊNCIAS

- [1] CAMPBELL, F. C. Aluminum. In: CAMPBELL, F. C. (Ed.). . **Manufacturing Technology for Aerospace Structural Materials**. Oxford: Elsevier Science, 2006. p. 15–92.
- [2] VARGEL, C.; JACQUES, M.; SCHMIDT, M. P. Chapter A.3 - The Metallurgy of Aluminium. **Corrosion of Aluminium**, p. 23–57, 2004.
- [3] NISKANEN, P. et al. Corrosion of aluminum alloys containing lithium. **Corrosion Science**, v. 22, n. 4, p. 283–304, 1982.
- [4] POLMEAR, I. J. Aluminium Alloys--A Century of Age Hardening. **Materials forum**, v. 28, p. 1–14, 2004.
- [5] DURSUN, T.; SOUTIS, C. Recent developments in advanced aircraft aluminium alloys. **Materials and Design**, v. 56, p. 862–871, 2014.
- [6] PRASAD, K. S.; N.E., P.; A.A., G. **Aluminum–Lithium Alloys**. Butterworth ed. [s.l: s.n.].
- [7] PACCHIONE, M.; TELGKAMP, J. Challenges of the Metallic Fuselage. **25Th International Congress of the Aeronautical Sciences**, p. 451–1, 2006.
- [8] BUCHHEIT, R. G. A Compilation of Corrosion Potentials Reported for Intermetallic Phases in Aluminum Alloys. **Journal of The Electrochemical Society**, v. 142, n. 11, p. 3994, 1995.
- [9] MA, Y. et al. Localized corrosion in AA2099-T83 aluminum-lithium alloy: The role of intermetallic particles. **Materials Chemistry and Physics**, v. 161, p. 201–210, 2015.
- [10] HUGHES, A. E. et al. High Strength Al-Alloys: Microstructure, Corrosion and Principles of Protection. In: AHMAD, Z. (Ed.). . **Recent Trends in Processing and Degradation of Aluminium Alloys**. Rijeka: Intech, 2011. p. 223–262.
- [11] CAVALIERE, P. et al. 2198 Al-Li plates joined by Friction Stir Welding: Mechanical and microstructural behavior. **Materials and Design**, v. 30, n. 9, p. 3622–3631, 2009.
- [12] MILAGRE, M. X. et al. On the microstructure characterization of the AA2098-T351 alloy welded by FSW. **Materials Characterization**, v. 140, n. March, p. 233–246, 2018.

- [13] MACHADO, C. DE S. C. et al. **Corrosion behavior of AA2198-T8 friction stir welded alloy**. Proceedings of the European Corrosion Congress. **Anais...**2018
- [14] ARAUJO, J. V. DE S. et al. On the severe localized corrosion susceptibility of the AA2198-T851 alloy. **Corrosion Science**, v. 133, n. December 2017, p. 132–140, 2018.
- [15] DONATUS, U. et al. On the AA2198-T851 alloy microstructure and its correlation with localized corrosion behaviour. **Corrosion Science**, v. 131, p. 300–309, 2018.
- [16] LUO, C. et al. Characterization of Localized Corrosion in an Al-Cu-Li Alloy. **Surface and Interface Analysis**, v. 25, n. 5, p. 1811–1819, 2016.
- [17] ARAUJO, J. V. DE S.; MILAGRE, MARIANA XAVIER MACHADO, C. DE S. C.; QUEIROZ, FERNANDA MARTINS COSTA, I. Estudo da influência dos tratamentos termomecânicos T8 e T851 na microestrutura e na resistência à corrosão da liga AA2198. **Corrosão & Proteção**, v. 63, p. 32–44, 2018.
- [18] THREADGILL, P. L. et al. Friction stir welding of aluminium alloys. **International Materials Reviews**, v. 54, n. 2, p. 49–93, 2009.
- [19] CAMPBELL, F. **Manufacturing technology for aerospace structural materials**. [s.l.] Elsevier Science, 2006.
- [20] CHAO, Y. J.; QI, X.; TANG, W. Heat Transfer in Friction Stir Welding—Experimental and Numerical Studies. **Journal of Manufacturing Science and Engineering**, v. 125, n. 1, p. 138, 2003.
- [21] RAMBABU, P. et al. Aluminium alloys for aerospace applications. In: **Aerospace Materials and Material Technologies Volume 1: Aerospace Materials**. [s.l: s.n.]. v. 1p. 29–52.
- [22] MISHRA, R. S.; MA, Z. Y. Friction stir welding and processing. **Materials Science and Engineering R: Reports**, v. 50, n. 1–2, p. 1–78, 2005.
- [23] THOMAS, W. M. et al. **Friction Stir Butt Welding**Friction Welding, 1991.
- [24] MILAGRE, M. X. et al. On the microstructure characterization of the AA2098-T351 alloy welded by FSW. **Materials Characterization**, v. 140, n. February, p. 233–246, 2018.
- [25] PROTON, V. et al. Influence of Post-Welding Heat Treatment on the Corrosion Behavior of a 2050-T3 Aluminum-Copper-Lithium Alloy Friction Stir

Welding Joint. **Journal of The Electrochemical Society**, v. 158, n. 5, p. C139, 2011.

[26] ZHANG, X. et al. Corrosion Behavior of Friction Stir Welded 2A97 Al-Cu-Li alloy. **Corrosion**, v. 73, n. 8, p. 988–997, 2017.

[27] JARIYABOON, M. et al. The effect of welding parameters on the corrosion behaviour of friction stir welded AA2024-T351. **Corrosion Science**, v. 49, n. 2, p. 877–909, 2007.

[28] ABREU, C. P. DE et al. Multiscale Electrochemical Study of Welded Al Alloys Joined by Friction Stir Welding. **Journal of The Electrochemical Society**, v. 164, n. 13, p. C735–C746, 2017.

[29] MILAGRE, M. X. et al. **Exfoliation susceptibility of aluminum alloys joined by friction stir welding (FSW)**. Proceedings of the European Corrosion Congress. **Anais...**2018

[30] CORRAL, J. et al. Corrosion of friction-stir welded aluminum alloys 2024 and 2195. **Journal of Materials Science Letters**, v. 19, n. 23, p. 2117–2122, 2000.

[31] HU, W.; MELETIS, E. I. Corrosion and Environment-Assisted Cracking Behavior of Friction Stir Welded Al 2195 and Al 2219 Alloys. **Materials Science Forum**, v. 331–337, p. 1683–1688, 2000.

[32] VARGEL, C. The Advantages of Aluminium. In: **Corrosion of Aluminium**. [s.l: s.n.]. p. 9–16.

[33] ABNT. **NBR 6835 Alumínio e suas ligas - Classificação das têmperas**. [s.l: s.n.].

[34] MA, Y. et al. Influence of thermomechanical treatments on localized corrosion susceptibility and propagation mechanism of AA2099 Al – Li alloy. **Transactions of Nonferrous Metals Society of China**, v. 26, p. 1472–1481, 2016.

[35] GAO, C. et al. Effect of thermo-mechanical treatment process on microstructure and mechanical properties of 2A97 Al-Li alloy. **Transactions of Nonferrous Metals Society of China (English Edition)**, v. 24, n. 7, p. 2196–2202, 2014.

[36] ZHANG, S. FEI et al. Ageing response of a Al-Cu-Li 2198 alloy. **Materials and Design**, v. 63, p. 368–374, 2014.

- [37] LI, H. YING et al. Exfoliation corrosion of T6- and T8-aged AlxCu_yLi_z alloy. **Transactions of Nonferrous Metals Society of China**, v. 18, n. 4, p. 778–783, 2008.
- [38] SUKIMAN, N. L. et al. Durability and Corrosion of Aluminium and Its Alloys: Overview, Property Space, Techniques and Developments. In: **Aluminium Alloys - New Trends in Fabrication and Applications**. [s.l: s.n.]. p. 47–97.
- [39] PRASAD, N. E.; RAMACHANDRAN, T. R. **Phase Diagrams and Phase Reactions in Al-Li Alloys**. [s.l.] Elsevier Inc., 2013.
- [40] BIRBILIS, N.; BUCHHEIT, R. G. Electrochemical Characteristics of Intermetallic Phases in Aluminum Alloys. **Journal of The Electrochemical Society**, v. 152, n. 4, p. B140, 2005.
- [41] TSIVOULAS, D. et al. Effects of Combined Zr and Mn Additions on Dispersoid Formation and Recrystallisation Behaviour of AA2198 Sheet. **Advanced Materials Research**, v. 89–91, p. 568–573, 2010.
- [42] CHEN, B. et al. Corrosion behavior of 2099 Al-Li alloy in NaCl aqueous solution. **Journal of Materials Research**, v. 29, n. 12, p. 1344–1353, 2014.
- [43] ARAÚJO, J. V. D. S. et al. **EIS Study of the Microstructure Influence on the Corrosion Behaviour of AA 2198-T3 Compared To AA 2198- T851 Alloy**. XXX International Conference on Surface Modification Technologies. **Anais...**2016
- [44] HAN, J. et al. Microstructural evolution, mechanical property and thermal stability of Al-Li 2198-T8 alloy processed by high pressure torsion. **Materials Science and Engineering A**, v. 651, p. 435–441, 2016.
- [45] DECREUS, B. et al. On the role of microstructure in governing fracture behavior of an aluminum-copper-lithium alloy. **Materials Science and Engineering A**, v. 586, p. 418–427, 2013.
- [46] ZOU, Y.; CHEN, X. Corrosion behavior of 2198 Al – Cu – Li alloy in different aging stages in 3.5 wt % NaCl aqueous solution. **Journal of Materials Research**, p. 1–12, 2018.
- [47] DORIN, T.; VAHID, A.; LAMB, J. Aluminium Lithium Alloys. In: **Fundamentals of Aluminium Metallurgy**. [s.l.] Elsevier Ltd., 2018. p. 387–438.
- [48] DORIN, T. et al. Quantitative description of the T₁ formation kinetics in an

Al–Cu–Li alloy using differential scanning calorimetry, small-angle X-ray scattering and transmission electron microscopy. **Philosophical Magazine**, v. 94, n. 10, p. 1012–1030, 2014.

[49] ARAUJO, J. V. DE S. et al. Thermomechanical treatment and corrosion resistance correlation in the AA2198 Al – Cu – Li alloy. **Corrosion Engineering, Science and Technology**, p. 1–12, 2019.

[50] 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.

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

[52] STEUWER, A. et al. A combined approach to microstructure mapping of an Al-Li AA2199 friction stir weld. **Acta Materialia**, v. 59, n. 8, p. 3002–3011, 2011.

[53] WANHILL, R. J. H.; BRAY, G. H. Aerostructural Design and Its Application to Aluminum - Lithium Alloys. In: PRASAD, N. E.; GOKHALE, A.; WANHILL, R. J. H. (Eds.). . **Aluminum - Lithium Alloys: Processing, Properties, and Applications**. Oxford: Elsevier Inc., 2014. p. 27–58.

[54] SAHA, B. Ā. et al. **Airworthiness Certification of Metallic Materials**. [s.l.] Elsevier Inc., 2014.

[55] CONSTELLIUM. **Products and solutions**. Disponível em: <<https://www.constellium.com/markets-applications/aerospace/products-and-solutions>>. Acesso em: 1 mar. 2019.

[56] PRASAD, N. E.; RAMACHANDRAN, T. R. Phase Diagrams and Phase Reactions in Al-Li Alloys. In: PRASAD, N. E.; GOKHALE, A.; WANHILL, R. J. H. (Eds.). . **Aluminum - Lithium Alloys: Processing, Properties, and Applications**. Oxford: Elsevier Inc., 2014. p. 61–97.

[57] AEROSPACE, A. G. Aerospace research at Alcan , Voreppe. p. 34–36, [s.d.].

[58] WANHILL, R. J. H. **Aerospace Applications of Aluminum - Lithium Alloys**. [s.l.] Elsevier Inc., 2014.

[59] RAMBABU, P. et al. Aluminium alloys for aerospace applications. In: **Aerospace materials and material technologies**. [s.l.] Springer, 2017. p. 29–72.

- [60] NIEDZINSKI, M.; THOMPSON, C. Airware 2198 Backbone of the Falcon Family of SpaceX Launchers. **Light Metal Age**, v. 68, p. 6–7, 2010.
- [61] ASSOCIATION, T. A. **International Alloy Designations and Chemical Composition Limits for Wrought Aluminum and Wrought Aluminum Alloys**. [s.l: s.n.].
- [62] STEGLICH, D.; WAFAI, H.; BESSON, J. Interaction between anisotropic plastic deformation and damage evolution in Al 2198 sheet metal. **Engineering Fracture Mechanics**, v. 77, n. 17, p. 3501–3518, 2010.
- [63] ALEXOPOULOS, N. D. et al. Fatigue behavior of the aeronautical Al-Li (2198) aluminum alloy under constant amplitude loading. **International Journal of Fatigue**, v. 56, p. 95–105, 2013.
- [64] CHEN, J. et al. Plastic flow and ductile rupture of a 2198 Al-Cu-Li aluminum alloy. **Computational Materials Science**, v. 50, n. 4, p. 1365–1371, 2011.
- [65] WIDENER, C.; LAM, T. J.; BURFORD, D. **Corrosion in 2XXX-T8 aluminum alloys**. 5th Symposium on Friction Stir Welding and Processing held at the TMS 2009 Annual Meeting and Exhibition. **Anais...2009**
- [66] MORETO, J. A. et al. Corrosion behavior of Al and Al-Li alloys used as aircraft materials. **Corros. Prot. Mater**, v. 31, n. 34, p. 60–64, 2012.
- [67] MORETO, J. A. et al. 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.
- [68] ALEXOPOULOS, N. D. et al. **Mechanical properties degradation of (Al-Cu-Li) 2198 alloy due to corrosion exposure**. Procedia Structural Integrity. **Anais...Elsevier B.V., 2016Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.prostr.2016.06.077>>**
- [69] KHALILABAD, M. et al. Effect of tool geometry and welding speed on mechanical properties of dissimilar AA2198 – AA2024 FSWed joint. **Journal of Manufacturing Processes**, v. 34, n. June, p. 86–95, 2018.
- [70] PRASAD, K. S.; PRASAD, N. E.; GOKHALE, A. A. Microstructure and Precipitate Characteristics of Aluminum - Lithium Alloys. In: **Aluminum - Lithium Alloys**. [s.l.] Elsevier Inc., 2014. p. 99–137.
- [71] GAYLE, F. W.; HEUBAUM, F. H.; PICKENS, J. R. Structure and properties during aging of an ultra-high strength Al-Cu-Li-Ag-Mg alloy. **Scripta**

Metallurgica et Materiala, v. 24, n. 1, p. 79–84, 1990.

[72] HUANG, W. et al. Correlation between localized plastic deformation and localized corrosion in AA2099 aluminum-lithium alloy. **Surface and Interface Analysis**, v. 48, n. 8, p. 838–842, 2016.

[73] ZHANG, X. et al. Corrosion behaviour of 2A97-T6 Al-Cu-Li alloy: The influence of non-uniform precipitation. **Corrosion Science**, v. 132, n. May 2017, p. 1–8, 2018.

[74] YOSHIMURA, R. et al. Transmission electron microscopy study of the evolution of precipitates in aged Al-Li-Cu alloys: The θ' and T1 phases. **Acta Materialia**, v. 51, n. 14, p. 4251–4266, 2003.

[75] MA, Y. et al. Crystallographic defects induced localised corrosion in AA2099-T8 aluminium alloy. **Corrosion Engineering, Science and Technology**, v. 50, n. 6, p. 420–424, 2015.

[76] HÄUSLER, I. et al. Precipitation of T1 and θ' Phase in Al-4Cu-1Li-0.25Mn During Age Hardening: Microstructural Investigation and Phase-Field Simulation. **Materials**, v. 10, n. 2, p. 117, 2017.

[77] AHMADI, S. et al. A calorimetric study on the precipitation of T1 phase during the ageing of an Al-Li-Cu-Zr alloy. **Defect and Diffusion Forum**, v. 273–276, p. 14–17, 2008.

[78] LAKSHMINARAYANAN, A. K.; BALASUBRAMANIAN, V.; ELANGO VAN, K. Effect of welding processes on tensile properties of AA6061 aluminium alloy joints. **International Journal of Advanced Manufacturing Technology**, v. 40, n. 3–4, p. 286–296, 2009.

[79] MALARVIZHI, S.; BALASUBRAMANIAN, V. Effect of welding processes on AA2219 aluminium alloy joint properties. **Transactions of Nonferrous Metals Society of China (English Edition)**, v. 21, n. 5, p. 962–973, 2011.

[80] JOLU, T. LE; MORGENEYER, T. F.; GOURGUES-LORENZON, A. F. Effect of joint line remnant on fatigue lifetime of friction stir welded Al–Cu–Li alloy. **Science and Technology of Welding and Joining**, v. 15, n. 8, p. 694–698, 2010.

[81] TWI. **A “hole” new technique for friction stir welding**. Disponível em: <<https://www.twi-global.com/news-events/connect/2008/january-february-2008/a-hole-new-technique-for-friction-stir-welding/>>.

- [82] UEMATSU, Y. et al. Effect of re-filling probe hole on tensile failure and fatigue behaviour of friction stir spot welded joints in Al-Mg-Si alloy. **International Journal of Fatigue**, v. 30, n. 10–11, p. 1956–1966, 2008.
- [83] AMBRIZ, R. R.; MAYAGOITI, V. Welding of Aluminum Alloys. **Recent Trends in Processing and Degradation of Aluminium Alloys**, n. 1, p. 63–86, 2011.
- [84] DAWES, C. J. **Developing a metal joining process for fabricating airframes**. International Air and Space Symposium and Exposition. **Anais...**2003
- [85] CRUZ, M. F.; MOURA NETO, C. **Friction stir welding – review: Potencial de aplicação na indústria aeroespacial**. XI Simpósio de Aplicações Operacionais em Áreas de Defesa. **Anais...**2009
- [86] MISHRA, R. S.; DE, P. S.; KUMAR, N. **Friction Stir Welding and Processing**. [s.l: s.n.].
- [87] THOMAS, W. .; NICHOLAS, E. . Friction stir welding for the transportation industries. **Materials & Design**, v. 18, n. 4–6, p. 269–273, 1997.
- [88] SACCON, V. T. **Investigação microestrutural e estudo das propriedades mecânicas da liga de alumínio AA2139 T3 e T8 soldadas por Friction Stir Welding - FSW**. 2011. 89 f. 2011.
- [89] FARNEZE, H. N. et al. Effects of Thermal Aging on Microstructure and Corrosion Resistance of AISI 317L Steel Weld Metal in the FSW Process. **Materials Research**, v. 18, p. 98–103, 2015.
- [90] MAHONEY, M. W. et al. Properties of friction-stir-welded 7075 T651 aluminum. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 29, p. 1955–1964, 1998.
- [91] SHUKLA, A. K.; BAESLACK, W. A. Study of microstructural evolution in friction-stir welded thin-sheet Al-Cu-Li alloy using transmission-electron microscopy. **Scripta Materialia**, v. 56, n. 6, p. 513–516, 2007.
- [92] RAO, J. et al. Where Does the Lithium Go ? – A Study of the Precipitates in the Stir Zone of a Friction Stir Weld in a Li-containing 2xxx Series Al Alloy. **Advanced engineering materials**, n. 4, p. 298–303, 2010.
- [93] FONDA, R. W.; BINGERT, J. F. Precipitation and grain refinement in a 2195 Al friction stir weld. **Metallurgical and Materials Transactions A:**

- Physical Metallurgy and Materials Science**, v. 37, n. 12, p. 3593–3604, 2006.
- [94] LIU, H. J.; HOU, J. C.; GUO, H. Effect of welding speed on microstructure and mechanical properties of self-reacting friction stir welded 6061-T6 aluminum alloy. **Materials and Design**, v. 50, p. 872–878, 2013.
- [95] MA, Y. E. et al. Effect of welding parameters on mechanical and fatigue properties of friction stir welded 2198 T8 aluminum–lithium alloy joints. **Engineering Fracture Mechanics**, v. 114, p. 1–11, 2013.
- [96] GEUSER, F. DE; MALARD, B.; DESCHAMPS, A. Microstructure mapping of a friction stir welded AA2050 Al-Li-Cu in the T8 state. **Philosophical Magazine**, v. 94, n. 13, p. 1451–1462, 2014.
- [97] VARGEL, C. Types of Corrosion on Aluminium. In: **Corrosion of Aluminium**. [s.l.: s.n.]. p. 113–146.
- [98] RAMANATHAN, L. V. **Corrosão e seu controle**. [s.l.] Hemus, 1997.
- [99] YASAKAU, K. A.; ZHELUDKEVICH, M. L.; FERREIRA, M. G. S. Role of intermetallics in corrosion of aluminum alloys. Smart corrosion protection. In: **Intermetallic Matrix Composites**. [s.l.] Elsevier Ltd., 2018. p. 425–462.
- [100] MILAGRE, M. X. et al. **Comparison of the corrosion resistance of AA2024 and AA2098 alloys in different solutions**. Proceedings of the European Corrosion Congress. **Anais...2018**
- [101] MA, Y. et al. Distribution of intermetallics in an AA 2099-T8 aluminium alloy extrusion. **Materials Chemistry and Physics**, v. 126, n. 1–2, p. 46–53, 2011.
- [102] LUO, C. et al. FIB-SEM investigation on corrosion propagation of aluminium–lithium alloy in sodium chloride solution. **Corrosion Engineering, Science and Technology**, v. 50, n. 5, p. 390–396, 2015.
- [103] LUO, C. et al. Continuous and discontinuous localized corrosion of a 2xxx aluminium-copper-lithium alloy in sodium chloride solution. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 658, p. 61–70, 2016.
- [104] LI, J. F. et al. Study on localized corrosion mechanism of 2195 Al-Li alloy in 4.0% NaCl solution (pH 6.5) using a three-electrode coupling system. **Materials and Corrosion**, v. 56, n. 3, p. 192–196, 2005.
- [105] DONATUS, U. et al. The effect of manufacturing process induced near-surface deformed layer on the corrosion behaviour of AA2198-T851 Al – Cu – Li

alloy. **Corrosion Engineering, Science and Technology**, p. 1–11, 2018.

[106] PROTON, V. et al. The influence of artificial ageing on the corrosion behaviour of a 2050 aluminium-copper-lithium alloy. **Corrosion Science**, v. 80, p. 494–502, 2014.

[107] ZHOU, X. et al. Grain-stored energy and the propagation of intergranular corrosion in AA2xxx aluminium alloys. **Surface and Interface Analysis**, v. 45, n. 10, p. 1543–1547, 2013.

[108] MA, Y. LONG et al. Influence of thermomechanical treatments on localized corrosion susceptibility and propagation mechanism of AA2099 Al–Li alloy. **Transactions of Nonferrous Metals Society of China (English Edition)**, v. 26, n. 6, p. 1472–1481, 2016.

[109] MA, Y. et al. Localised corrosion in AA 2099-T83 aluminium-lithium alloy: The role of grain orientation. **Corrosion Science**, v. 107, p. 41–48, 2016.

[110] DANFORD, M. D.; DING, R. J. **A Study of Friction Stir Welded 2195 Al-Li Alloy by the Scanning Reference Electrode Technique**. [s.l.: s.n.].

[111] ÖTEYAKA, M. Ö.; AYRTÜRE, H. A Study on the Corrosion Behavior in Sea Water of Welds Aluminum Alloy by Shielded Metal Arc Welding , Friction Stir Welding and Gas Tungsten Arc Welding. **International Journal of electrochemical science**, v. 10, p. 8549–8557, 2015.

[112] LUMSDEN, J. B. et al. Intergranular Corrosion Following Friction Stir Welding of Aluminum Alloy 7075-T651. **Corrosion**, v. 55, p. 1127–1135, 1999.

[113] PAGLIA, C. S.; BUCHHEIT, R. G. A look in the corrosion of aluminum alloy friction stir welds. **Scripta Materialia**, v. 58, n. 5, p. 383–387, 2008.

[114] GHARAVI, F. et al. Corrosion behavior of Al6061 alloy weldment produced by friction stir welding process. **Journal of Materials Science and Technology**, v. 4, n. 3, p. 314–322, 2015.

[115] DUDZIK, K.; JURCZAK, W. Influence of friction stir welding on corrosion properties of AW-7020M alloy in sea water. **Advances in Materials Science**, v. 15, n. 43, p. 7–13, 2015.

[116] CORRAL, J. et al. Corrosion of friction-stir welded aluminum alloys 2024 and 2195. **Journal of Materials Science Letters**, v. 19, p. 2117–2122, 2000.

[117] PROTON, V. et al. Characterisation 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.

[118] DONATUS, U. et al. Correlation between corrosion resistance, anodic hydrogen evolution and microhardness in friction stir weldment of AA2198 alloy.

Materials Characterization, v. 144, n. July, p. 99–112, 2018.

[119] BURLEIGH, T. D. Corrosion of Aluminum and Its Alloys. In: **Handbook of Aluminum**, . [s.l: s.n.]. p. 421–463.

[120] LIENGEN, T. et al. Physical and local electrochemical techniques for measuring corrosion rates of metals. In: **Understanding Biocorrosion Fundamentals and Applications**. [s.l: s.n.]. p. 167–190.

[121] BASTOS, A. C. et al. Uma introdução à técnica SVET. **Corros. Prot. Mater**, v. 32, n. 2, p. 50–57, 2013.

[122] KARAVAI, O. **Mapping local corrosion parameters using SVET and SIET**. 2017. 1–232 f. Universidade de Aveiro. 2017.

[123] AMBAT, R.; DWARAKADASA, E. S. Studies on the influence of chloride ion and pH on the electrochemical behaviour of aluminium alloys 8090 and 2014. **Journal of Applied Electrochemistry**, v. 24, n. 9, p. 911–916, 1994.

[124] DONATUS, U. et al. Corrosion and anodizing behaviour of friction stir weldment of AA2198-T851 Al-Cu-Li alloy. **Materials Chemistry and Physics**, v. 219, p. 493–511, 2018.

[125] ASTM G110-92. **Standard Practice for Evaluating Intergranular Corrosion Resistance of Heat Treatable Aluminum Alloys by Immersion in Sodium Chloride + Hydrogen Peroxide Solution**ASTM International. [s.l: s.n.].

[126] ASADI, P.; MAHDAVINEJAD, R. A.; TUTUNCHILAR, S. Simulation and experimental investigation of FSP of AZ91 magnesium alloy. **Materials Science and Engineering A**, v. 528, n. 21, p. 6469–6477, 2011.

[127] MILAGRE, M. X. et al. Comparison of the corrosion resistance of an Al – Cu alloy and an Al – Cu – Li alloy. **Corrosion Engineering, Science and Technology**, p. 1–11, 2019.

[128] JIANG, N.; GAO, X.; ZHENG, Z. Q. Microstructure evolution of aluminum-lithium alloy 2195 undergoing commercial production. **Transactions of Nonferrous Metals Society of China (English Edition)**, v. 20, n. 5, p. 740–745, 2010.

- [129] CHO, A. et al. **Aluminum-Lithium Alloys for Aerospace Applications Workshop: Proceedings of a Workshop Held at NASA**. (B. N. Bhat, T. T. Bales, E. J. Vesely, Eds.) Al-Li Alloy Development at Reynolds Metals Company for Aerospace Applications. **Anais...**Alabama: Marshall Space Flight Center, 1994
- [130] MISHRA, R. S.; SIDHAR, H. Physical Metallurgy of 2XXX Aluminum Alloys. In: **Friction Stir Welding of 2XXX Aluminum Alloys Including Al-Li Alloys**. Oxford: Butterworth-Heinemann, 2017. p. 15–36.
- [131] SCHNEIDER, J. A. et al. TEM study of the FSW nugget in AA2195-TS1. **Journal of Materials Science**, v. 40, n. 16, p. 4341–4345, 2005.
- [132] STARINK, M. J. et al. Microstructure and strengthening of Al-Li-Cu-Mg alloys and MMCS: i. Analysis and modelling of microstructural changes. **Acta Materialia**, v. 47, n. 14, p. 3841–3853, 1999.
- [133] DONATUS, U. et al. Macro and microgalvanic interactions in friction stir weldment of AA2198-T851 alloy. **Journal of Materials Research and Technology**, v. 8, n. 6, p. 6209–6222, 2019.
- [134] GAO, N. et al. Microstructure and precipitation in Al-Li-Cu-Mg-(Mn, Zr) alloys. **Materials Science and Technology**, v. 21, n. 9, p. 1010–1018, 2005.
- [135] GAO, C. et al. Correlation of microstructure and mechanical properties in friction stir welded 2198-T8 Al – Li alloy. **Materials Science & Engineering A**, v. 639, p. 489–499, 2015.
- [136] CALLISTER JR, W. D. **Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução**. [s.l.] LTC, 1999.
- [137] CHEN, P. S.; BHAT, B. N. Time-Temperature-Precipitation Behavior in Al-Li Alloy 2195. **Technical Report**, 2002.
- [138] AHMADI, S. et al. A Calorimetric Study on the Precipitation of T₁ Phase during the Ageing of an Al-Li-Cu-Zr Alloy. **Defect and Diffusion Forum**, v. 273–276, p. 14–17, 2008.
- [139] QIN, H.; ZHANG, H.; WU, H. The evolution of precipitation and microstructure in friction stir welded 2195-T8 Al-Li alloy. **Materials Science and Engineering A**, v. 626, p. 322–329, 2015.
- [140] LI, W.; CALLE, L. **Review of pH and electrochemical responsive materials for corrosion control applications**. NACE - International Corrosion

Conference Series. **Anais...**2014

[141] MACHADO, C. DE S. C. et al. Correlating the modes of corrosion with microstructure in friction stir welded AA2198-T8 alloy in aqueous hydrogen peroxide-chloride medium. **Corrosion**, v. 75, n. 6, p. 628–640, 2019.

[142] GABLE, B. M. et al. The role of plastic deformation on the competitive microstructural evolution and mechanical properties of a novel Al-Cu-Li-X alloy. **Journal of Light Metals**, v. 1, n. 14, p. 1–14, 2001.

[143] LIU, Q.; JUUL JENSEN, D.; HANSEN, N. Effect of grain orientation on deformation structure in cold-rolled polycrystalline aluminium. **Acta Materialia**, v. 46, n. 16, p. 5819–5838, 1998.

[144] KERTZ, J. E.; GOUMA, P. I.; BUCHHEIT, R. G. Localized corrosion susceptibility of Al-Li-Cu-Mg-Zn alloy AF/C458 due to interrupted quenching from solutionizing temperature. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 32, n. 10, p. 2561–2573, 2001.

[145] OBISPO, H. M. et al. Copper deposition during the corrosion of aluminum alloy 2024 in sodium chloride solutions. **Journal of Materials Science**, v. 35, p. 3479–3495, 2000.

[146] LI, J. F. et al. Corrosion mechanism associated with T1 and T2 precipitates of Al-Cu-Li alloys in NaCl solution. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 460, n. 1–2, p. 688–693, 2008.

[147] ZHANG, X. et al. The influence of grain structure on the corrosion behaviour of 2A97-T3 Al-Cu-Li alloy. **Corrosion Science**, v. 116, p. 14–21, 2017.

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.