

Copyright 2016, ABRACO

Trabalho apresentado durante o INTERCORR 2016, em Búzios/RJ no mês de maio de 2016. As informações e opiniões contidas neste trabalho são de exclusiva responsabilidade do(s) autor(es).

# Estudo do comportamento eletroquímico das regiões (MB, ZTA e ZM) soldadas por FSW da liga AA2024/AA7475 utilizando microcélula eletroquímica

<u>Haroldo Marques Gonçalves</u><sup>a</sup>, Assis Vicente Benedetti<sup>b</sup>, Adriano Heleno Akita<sup>c</sup>, Cecílio Sadao Fugivara<sup>d</sup>

## Abstract

The FSW (Friction Stir Welding) is a welding technique in the solid state, which was initially used in aluminum alloys because of the difficulty of welding by conventional melting processes. The potentiodynamic polarization measurements were performed in a three electrodes microcell. The sample were: AA2024 and AA7475 alloys, and a solder FSW AA2024/AA7475 with different regions: BM (Base Metal); HAZ (heat-affected zone) and MZ (mixing zone). The potentiodynamic polarization were performed from - 0.100 to + 0.200 V / Eocp in NaCl 0.01 mol  $1^{-1}$  at to 0.167 mVs<sup>-1</sup>. The optical micrographs (OM) were taken using an optical microscopy and secondary electron image (SEI) using a scanning electron microscopy (SEM) coupled to a X-ray energy dispersive spectrometer (EDS) for elemental analyses, after the sample immersion in the solution for 4 hours. The ZM showed the higher current density, while MB AA2024 region seemed to the microscopic analysis.

Keywords: Base Metal, Zone Thermally Affected, Mixing Zone and Friction Stir Welding.

## Resumo

Nesse trabalho foi feito um estudo em ligas de AA2024 e AA7475 soldadas por FSW (Friction Stir Welding), que é uma técnica de soldagem no estado sólido que pode substituir a soldagem destas ligas pelos processos de fusão convencional. As medidas de polarização potenciodinâmica foram realizadas em microcélula de três eletrodos e as medidas foram nas regiões da solda FSW AA2024/AA7475, no metal base (MB) AA2024 e AA7475. Também foram feitas medidas na ZTA (Zona Termicamente Afetada) próximas aos metais base e ZM (Zona de Mistura). As medidas de polarização potenciodinâmica foram realizadas de necesidas de necesidas de necesidas entre - 0,100 a + 0,200 V/Eca em meio de NaCl 0,01 mol l<sup>-1</sup> a 0,167 mVs<sup>-1</sup>. Foram realizadas medidas de microscopia óptica (MO) e microscopia eletrônica de varredura (MEV) com análise elementar por espectroscopia de energia dispersiva de raios-X (EDS) após imersão da amostra no meio citado por 4 horas. As medidas de polarizações mostraram que a ZM foi a região que houve maior densidade de corrente de corrosão,

<sup>&</sup>lt;sup>a</sup> Doutorando em Química – IQ/UNESP

<sup>&</sup>lt;sup>b</sup> Docente – IQ/UNESP

<sup>&</sup>lt;sup>c</sup> Pós-doutorando em Química – IQ/UNESP

porém a região MB AA2024 pareceu mais atacada de acordo com as análises microscópicas.

**Palavras-chave**: Metal Base, Zona Termicamente Afetada, Zona de Mistura e Friction Stir Welding.

### Introdução

A dificuldade de obtenção de soldas com alta resistência mecânica à fratura e a fadiga nas ligas de alumínio, tais como as séries 2XXX e 7XXX, tem inibido o uso de juntas soldadas nas estruturas aeronáuticas. Estas ligas de alumínio são geralmente classificadas como não recomendadas para soldagem devido aos problemas como trincas de solidificação e porosidade na zona de fusão [1,2]. Nesses casos, as propriedades mecânicas da junta são bastante inferiores quando comparadas com a do metal base.

O processo por FSW (Friction Stir Welding) trata-se de uma soldagem no estado sólido, inicialmente utilizada nas ligas de alumínio devido à dificuldade de soldagem destas ligas pelos processos de fusão convencionais. Inúmeros trabalhos têm demonstrado que esta técnica pode ser utilizada em ligas de alumínio, cobre, titânio, magnésio, zinco, aço e materiais como plástico entre outros [3-6]. Entre as muitas aplicações destacam-se as indústrias marítimas, aeroespaciais, automotivas e outras [7,8].

A liga AA2024 possui tensão em têmpera T351 e T4 é igual ou superior as resistências de aços doces (aço com baixo teor de carbono). A liga apresenta boas características de usinabilidade, capacidade de acabamento superficial e perfuração profunda [9-11]. As têmperas T6 e T851 oferecem ambas uma melhora na resistência e um aumento na resistência a corrosão por tensão, acima das têmperas T4 e T351.

Já a liga AA7475 tem aplicações que exigem uma combinação de alta resistência, tenacidade à fratura superior e resistência à fadiga e propagação de fissura. A resistência à corrosão e o comportamento a fadiga da liga AA7475 são iguais e, em alguns casos, melhor do que muitas das atuais ligas aeroespaciais com alta resistência tais como 7075, 7050 e 2024 [12-14].

O presente trabalho tem por objetivo estudar a corrosão das regiões (MB, ZTA e ZM) soldadas por FSW da liga AA2024/AA7475 utilizando microcélula eletroquímica, obtendo-se as medidas de potencial de circuito aberto (OCP) e polarização potenciodinâmica (CP). A caracterização morfológica foi feita através de microscopia óptica (OM) e microscopia eletrônica de varredura (SEM) com a análise elementar por espectroscopia de energia dispersiva de raios-X (EDX).

#### Metodologia

- Preparação da superfície

A superfície das amostras foram feitas inicialmente por polimento com lixas de granulometria 600 e 1200, seguidas com polimento em suspensão de diamante de 1  $\mu$ m (BUEHLER) umedecidos em fluído lubrificante METADI FLUID (BUEHLER).

Por fim, para limpar os resíduos do próprio substrato e da lixa foi utilizado um banho de ultrassom por dez minutos com os substratos mergulhados em isopropanol e posteriormente secos com ar quente. - Revelação das regiões: MB, ZTA e ZM

A revelação da estrutura, foi realizada utilizando o reagente de Tucker, que consiste de 15 ml de HF, 45 ml de HCl, 15 ml de HNO<sub>3</sub> e 25 ml de água na temperatura ambiente, e ataque por imersão de 15 segundos.

- Microcélula eletroquímica

A figura 1 mostra a microcélula utilizada nas medidas eletroquímicas e contém na base um capilar de PTFE com diâmetro interno de 300  $\mu$ m (Figura 1), uma espiral de Pt como eletrodo auxiliar e um mini eletrodo de referência Ag/AgCl, KCl<sub>sat.</sub> posicionado acima do capilar de PTFE.



Figura 1 - Microcélula de aproximadamente 4 cm.

- Caracterização eletroquímica

As medidas de potencial de circuito aberto e curvas de polarização potenciodinâmica foram obtidas no Potenciostato/Galvanostato, Reference 600 da Gamry Instruments. As curvas de polarização potenciodinâmica foram obtidas a  $0,167 \text{ mVs}^{-1}$  e variando o potencial entre – 0,100 a + 0,200 V em relação ao potencial de circuito aberto (Eca). A amostra imersa em solução de NaCl  $0,010 \text{ mol} \text{ l}^{-1}$  foi analisada posicionando o microcapilar em cinco diferentes zonas (figura 2): na zona ZM e MB entre AA2024/AA7475 e na região ZTA. Antes e após o registro das CP, foram registradas imagens da superfície da amostra usando um microscópio metalográfico Kozo com câmera digital DCMC310.

#### Resultados e discussão

- Regiões MB, ZTA e ZM da liga AA2024/AA7475

As medidas eletroquímicas foram realizadas em NaCl 0,010 mol l<sup>-1</sup> nas regiões (MB, ZTA e ZM) soldadas por FSW da liga AA2024/AA7475 marcadas com círculo vermelho de acordo com a figura 2.



Figura 2 - Macrografia da seção transversal soldada. Os círculos indicam regiões de medidas da microcélula.

- Polarização Potenciodinâmica

A figura 3 mostra Podemos visualizar as curvas de polarização potenciodinâmica na Figura 3.



Figura 3 - Curvas de polarização das ligas AA2024 e AA747 nas regiões MB, ZTA e ZM.

Os resultados de: corrente de corrosão (icorr), potenciais de corrosão (Ecorr) das ligas AA2024 e AA747 nas regiões MB, ZTA e ZM podem ser visualizados na tabela 3.

	MB2024	MB7475	ZTA2024	ZTA7475	ZM	
icorr (µA cm <sup>-2</sup> )	0,046	0,024	0,073	0,036	0,076	
Ecorr (mV)	- 610	- 460	- 724	- 520	- 670	

Tabela 3 - Valores de icorr e Ecorr das ligas AA2024 e AA7475 nas regiões MB, ZTA e ZM

A densidade de corrente de corrosão foi maior para a ZM, assim como obteve um menor valor de potencial de corrosão, possivelmente por ser a zona mais afetada no processo de soldagem, termicamente e mecanicamente. As zonas termicamente afetadas ZTA 2024 e ZTA 7475 apresentaram maiores icorr em relação ao seu metal base de origem como MB 2024 e MB 7475 e menores potenciais de corrosão possivelmente devido ao tratamento térmico anticorrosivo presente na liga AA7475 [19,20] de acordo com a literatura presente na introdução.

#### - MO

A Figura 4 contém as imagens de MO da superfície das ligas AA2024 e AA7475 nas regiões MB, ZTA e ZM, após os experimentos de OCP e CP, respectivamente. Pode-se observar que houve uma intensa corrosão por pite nas regiões analisadas (MB, ZTA e ZM) para as ligas AA2024 e AA7475. Sendo mais expressiva visualmente na ZTA2024 figura 4 (A) e ZM figura 4 (C), que pode ser atribuído a presença de cobre em sua composição, de acordo com a análise por EDS na figura 6 (A) e (C). No MB e ZTA da liga AA7475 a corrosão foi menos aparente em relação a AA2024 de acordo a figura 4 (C).



Figura 4 - Micrografia após os ensaios na microcélula magnificação de 40 X. MB 2024 (A), ZTA 2024 (B), ZM (C), MB 7475 (D) e ZTA 7475 (E).

#### - MEV

As análises por microscopia eletrônica de varredura das ligas AA2024 e AA7475 nas regiões MB, ZTA e ZM encontram-se na figura 5. Na região MB2024 (figura 5a) houve alguns pontos de corrosão por pites, sendo que podemos observar que eles se formaram em maior quantidade na ZTA2024 (figura 5b), onde possivelmente se deve pelo fato de essa região ser afetada termicamente. A região MB7475 (figura 5c) apresentou alguns pites mas intensos em relação a MB7475, que pode ser atribuído ao tratamento térmico da liga no seu processo de fabricação. E na ZTA7475 (figura 5d) houve alguns pontos de corrosão por pites mas predominou a corrosão generalizada. A ZM (figuras 5e e 5f) apresentou corrosão generalizada, processo esse que pode ser atribuído ao processo de soldagem e mistura que ocorre nessa região, onde os grãos são dinamicamente recristalizados.



Figura 5 – Microscopias MEV após imersão de 4 h em NaCl 3,5 % magnificação de 10.000 X. (A) MB 2024, (B) ZTA 2024, (C) MB 7475, (D) ZTA 7475, (E) ZM, (F) ZM 25.000 X.

- EDX

As análises elementares por EDX, podem ser visualizadas na figura 6. Foi confirmada a presença de Cu na região MB2024 (figura 6 a), ZTA2024 (figura 6b), como prescrito na literatura [9] que possivelmente contribuiu para a corrosão na região e na ZM (figura 6c), que pode ser atribuído ao processo de fricção e mistura trazendo Cu para tal zona. Já na região MB7475 (figura 6d) e ZTA 7475 (figura 6e) foi confirmado a presença de Zn, como descrito na introdução [13].



Figura 6 - Análise EDS após imersão de 4 h em NaCl 3,5 %. MB 2024 (A), ZTA 2024 (B), ZM (C), MB 7475 (D), ZTA 7475 (D) e (E) ZM.

#### Conclusões

Através das medidas de polarização potenciodinâmica nas ligas AA2024 e AA7475 nas regiões MB, ZTA e ZM, pode-se notar que a ZM apresentou maior densidade de corrente de corrosão em relação as demais regiões. Que é a região onde os grãos são dinamicamente recristalizados, mostrando que esta é mais suscetível a corrosão em relação as outras regiões ZTA e MB. Já a liga AA2024 apresentou maior densidade de corrente de corrosão, tanto no metal base quanto na ZTA em relação a liga AA7475, possivelmente devido ao tratamento térmico da última e ao cobre presente na liga AA2024.

#### **Referências bibliográficas**

(1) AKITA, A. H., BARRAGAN, J. T. C., FUGIVARA, C. S., BENEDETTI, A. V. **Química Nova**, v.35, p.218 - 222,2012.

(2) BENAVIDES, S., LI, Y., MURR L.E., BROWN D., MCCLURE J.C. Scripta Mater. 41 p. 809, 1999.

(3) NANDAN R., DEBROY T., BHADESHIA H.K.D.H. Prog. Mat. Sci., 53, p. 980-1023, 2008.

(4) H. BÖHNI, T. SUTER, A. SCHREYER, Electrochim Acta 40 (1995) 1361.

(5) BARRAGAN, J. T. C., BLANCO, M., BARELLI, N., NNOCE, R. D., FUGIVARA, C. S., FERNÁNDEZ, J., BENEDETTI, A. V. Journal of the Brazilian Chemical Society, v.22, p.2108 - 2114, 2011.

(6) ANDREATTA, F., MATEZANS, I., AKITA, A. H., PAUSSA, L., FEDRIZZI, L., FUGIVARA, C. S., SALAZAR, J. M. G., BENDETTI, A. V. **Electrochimica Acta**. v.55, p.551 - 559, 2009.

(7) FIORAVANTI, A.S. Soldagem por FSW de Ligas de Alumínio ALCLAD AA2024-T3 e AA7075-T6. Porto Alegre, 2008. Dissertação (Mestrado em Química), Universidade Federal do Rio Grande Do Sul, UFRGS.

(8) JÚNIOR, A. R. "Estrutura integral por Soldagem por Atrito "Friction Stir Welding – FSW – Requisitos básicos para o projeto estrutural", Dissertação de Mestrado, ITA, São José dos Campos, 2003.

(9) MATHERS, G., 2002, "The welding of aluminium and its alloys", CRC Press LLC, New York.

(10) TWI, 2007. **"Friction Stir Welding – Equipment"**. Disponível em: <a href="http://www.twi.co.uk/j32k/unprotected/band\_1/fswequip.html">http://www.twi.co.uk/j32k/unprotected/band\_1/fswequip.html</a>. Acesso em: 20 Setembro 2007.

(11) MISHRA, R. S., MA, Z. Y., 2005. "Friction stir welding and processing", Materials Science and Engineering, Volume 50, Pages 1-78.

(12) KASPARY, T. B., 2005. **"Preenchimento do furo remanescente em soldas por fricção com mistura mecânica de reparo em alumínio 6056-T4"**, Dissertação de Mestrado, PPGEM, UFRGS, Porto Alegre.

(13) CHRISTNER, B., 2003. "Enabling technology for an aircraft alternative", Mechanical Engineering Design Magazine, **The American Society of Mechanical Engineers.** Disponível em: <a href="http://www.memagazine.org/medes03/coolweld/cwsidebar.html">http://www.memagazine.org/medes03/coolweld/cwsidebar.html</a>. Acesso em: 25 Setembro 2007.

(14) HITACHI, 2007. "A-train (Advanced commuter & Express train)". Disponível em: < http://www.hitachi-rail.com>. Acesso em: 10 Outubro 2007.

(15) Potomati, Fernanda. Avaliação da qualidade final de juntas dissimilares de ligas de alumínio 2024-6056 e 7075-6056 soldadas por FSW – friction stir welding / Fernanda Potomati. -- São Carlos: UFSCar, 2007.

(16) OERTELT, G.; BABU, S.S.; DAVID, S.A.; KENIK, E.A. **Effect of Thermal Cycling on Friction Stir Weld s of 2195 Aluminum Alloys.** Welding Research Suplement . p. 71-s – 79-s. Março / 2001.

(17) FOFANO, SÓCRATES. Ponte, Haroldo. Avaliação De Técnicas De Monitoração De Corrosão Em Sistema de Água De Resfriamento Contaminada Com Sulfetos, PETROBRAS, 5p, 2010.

(18) AKITA, H.A. Estudo da Corrosão de Aços de Elevado Limite Elástico e das suas Uniões com Metais Duros ou Cermet e com Aço/WC-Co em NaCl 0,6 mol L<sup>-1</sup>. Dissertação de Mestrado. UNESP. Araraquara -SP, 2009.

(19) NOEL, M.; VASU, K. I. Surface effects on simple electron transfer process. In: \_\_\_\_\_. Cyclic voltammetry and the frontiers of electrochemistry. London: Aspect Publications, 1990. cap.11, p. 471-500.

(20) ALCOA, Alumínio e Cia. **Ligas e Têmperas de Extrusão**. https://www.alcoa.com/ brasil/pt/resources/pdf/industria/catalogo\_ligas\_temperas\_2010.pdf > acessado em 15/03/2016.