

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).

Influência dos parâmetros de soldagem FSW sobre o comportamento de corrosão da liga AA2024-T3

¹Rocio del Pilar Bendezu Hernandez, ²Camila Molena de Assis, ³Diego Fabri Abrahão, ⁴Vincent Vivier, ⁵Hercílio Gomes de Melo

Abstract

Friction stir welding (FSW) is a joining process adapted for Al alloy with high mechanical resistance. The process uses a rotating cylindrical shaped shouldered tool, provided with a pin with special profile. The rotating pin penetrates the joint region between the parts and is displaced along it with constant speed. The energy generated by the friction is sufficient to cause the formation of a "softened" metal zone allowing the junction and creating regions with different microstructures. The aspects that govern the properties of the weld are the heat generation in the molten material and the metal flow around the pivot pin. These are governed by the welding parameters, including the force exerted by the tool on the material, the pin geometry and the travel and the rotation speed of the tool. In this work, EIS and polarization curves were used to investigate the influence of the tool rotation speed (ω) on the corrosion behavior of the weld zone of aluminum alloy 2024-T3 joined by FSW. Microstructural characterization of each region of the weld was performed by optical and scanning electron microscopy and microhardness tests. All techniques have clearly shown that the reactivity of the different welding regions, and that the location of the most reactive region depends on the welding parameters. This response is associated with variations in the microstructure of the weld region.

Keywords: AA 2024-T3, FSW, EIS, microhardness.

Resumo

A soldagem por fricção (Friction Stir Welding - FSW) é um processo de junção que se adapta às ligas de Al de elevada resistência mecânica. No processo utiliza-se uma ferramenta rotatória de formato cilíndrico dotada de um pino com perfil especial. O pino rotatório penetra na região de junção entre as peças e é deslocado ao longo desta com velocidade constante. A energia gerada pela fricção do ombro, *shoulder*, da ferramenta contra a peça é suficiente para causar a formação de uma zona de metal "amolecido", permitindo a junção e criando regiões

¹Dra-Estudante –EscolaPolitécnica da USP

²Dra-Estudante - Escola Politécnica da USP

³Graduação-Estudante - Escola Politécnica da USP

⁴Ph. D-Prof. Dr. - Université Pierre et Marie CURIE (PARIS VI)

⁵Ph.D-Prof. Dr - Escola Politécnica da USP

com características microestruturais diferentes. Os aspectos que governam as propriedades da solda são a geração de calor no material amolecido e o fluxo de metal em torno do eixo do pino giratório. Estes são governados pelos parâmetros de soldagem, que incluem a força exercida pela ferramenta sobre o material, a geometria do pino e a velocidade de deslocamento e de rotação da ferramenta. Neste trabalho foram utilizadas técnicas eletroquímicas para estudar o efeito da velocidade de rotação da ferramenta (ω) sobre o comportamento de corrosão da região de solda da liga AA2024-T3 soldada por FSW. A caracterização microestrutural de cada região da solda foi realizada por microscopia óptica e eletrônica de varredura e por ensaios de microdureza. Todas as técnicas mostraram claramente que as reatividades das diferentes regiões de solda diferem entre si, e que a localização da região mais reativa depende dos parâmetros de soldagem. Esta resposta está associada a variações na microestrutura da região de solda.

Palavras-chave: AA 2024-T3, FSW, EIS, microdureza

Introdução

A soldagem por fricção (FSW) é um processo de soldagem em estado sólido no qual a junção ocorre devido à formação de uma zona de metal amolecido (*plasticized metal*) originada pelo calor de fricção de uma ferramenta rotatória mantida em contato por elevada pressão normal com as partes a serem soldadas (1). Por não envolver fusão e solidificação, a solda resultante oferece diversas vantagens sobre àquelas obtidas por metodologias a arco tradicionais, tais como: melhor retenção das propriedades mecânicas, menores distorções e tensões residuais, bem como menor quantidade de defeitos (2). A soldagem FSW é realizada utilizando uma ferramenta rotatória não consumível composta de uma base em formato cilíndrico, denominada *shoulder*, que possui em sua extremidade um pino protuberante de perfil especial, o qual penetra lentamente na linha da junta realizando um furo na peça (3). O ombro da ferramenta entra em contato com a superfície das peças, e seu movimento rotatório as aquece, amolecendo o metal e provocando sua extrusão em torno do eixo do pino. Durante a soldagem três zonas diferentes são geradas: o cordão de solda ou *nugget*, a zona termomecanicamente afetada (*thermomechanically affected zone* - TMAZ) e a zona termicamente afetada (*heat affected zone* - HAZ). A primeira e a terceira são características de qualquer processo de soldagem envolvendo fluxo de calor, enquanto a segunda é criada na região de contato das peças com o ombro (*shoulder*) rotatório da ferramenta que exerce a pressão de forjamento normal sobre as mesmas, sem, no entanto, penetrá-las.

Na FSW os aspectos que governam a qualidade da soldagem são a geração de calor no material amolecido e o fluxo de metal em torno do eixo do pino da ferramenta giratória. Estes são governados pelos parâmetros de soldagem, que incluem a força exercida pela ferramenta sobre o material, a geometria da ferramenta e sua velocidade de deslocamento e de rotação, sendo também dependente do tipo de material que está sendo soldado (4). O presente trabalho tem por objetivo avaliar o efeito da velocidade de rotação da ferramenta (ω), sobre o comportamento de corrosão da região de solda da liga de alumínio 2024-T3 soldada por FSW. O estudo foi associado a uma detalhada caracterização microestrutural das diferentes regiões do material soldado, visando correlacionar o comportamento de corrosão observado com as alterações microestruturais ocasionadas pela variação na velocidade de rotação da ferramenta.

Metodologia

O material utilizado neste trabalho foi a liga de alumínio 2024-T3 cuja composição nominal está apresentada na Tabela 1

Tabela 1 - Composição nominal da liga AA2024 T3

% Massa dos elementos									
Al	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Outros
Restante	0,5-1,2	0,7	3,9-5,0	0,4-1,2	0,2-0,8	0,1	0,25	0,15	0,15

As chapas soldadas por FSW foram produzidas pela EMBRAER com diferentes velocidades de rotação da ferramenta mantendo a velocidade de deslocamento constante. Por se tratar de um procedimento industrial, os valores dos parâmetros não são diretamente fornecidos. A Tabela 2 apresenta as relações entre as velocidades de rotação utilizadas nos diferentes procedimentos investigados, juntamente com a designação que será utilizada para identificá-las através de todo o texto.

Tabela 2 - Parâmetros de processamento de FSW

Designação	Rotação	Velocidade
EA	0,82 ω	v
EB	ω	v
EC	1,18 ω	v

Caracterização microestrutural.

Microscopia ótica:

Para a avaliação microestrutural macroscópica de cada uma das regiões da solda utilizou-se um microscópio óptico Olympus 60M. Para as observações, os corpos de prova tiveram as superfícies tratadas com lixas d'água de carbeto de silício (granos #600, #800, #1200, #2500 e #4000) em politriz e foram polidas com pasta de diamante de 3 e 1 μm . Entre as diferentes etapas de lixamento os corpos de prova eram lavados abundantemente com água deionizada, e com álcool entre as etapas de polimento. Ao final do procedimento era realizada lavagem com álcool e secagem com jato de ar quente.

Para revelar a microestrutura de cada zona individual da solda utilizou-se ataque metalográfico com reagente de Keller (1 ml de ácido fluorídrico 40 p%, 1,5ml ácido clorídrico 35 p%, 2,5 ml de ácido nítrico 68 p% e 95 ml de água destilada).

Observações por microscopia óptica foram também realizadas após ensaios de imersão em solução de NaCl 0,1M.

Microscopia Eletrônica de Varredura com Análise por Energia Dispersiva de Raios-X (MEV-EDS)

As observações foram realizadas utilizando um microscópio eletrônico JEOL- JBM-7401F. Foram analisadas amostras polidas sem e após imersão em solução de NaCl 0,1 M, e amostras atacadas com o reagente de Keller.

Ensaio eletroquímico.

Para os ensaios eletroquímicos, os eletrodos de trabalho tiveram as superfícies tratadas com lixa d'água de carbeto de silício (granos #600) em uma politriz, sendo deixados expostos ao ar por um período de 24 horas para estabilização da camada passiva.

Para isolar as diferentes regiões de solda foi construída uma microcélula, com área exposta de 0,031 cm².

Todos os ensaios eletroquímicos foram realizados em triplicata, tanto no metal base como em cada uma das diferentes regiões da solda: *nugget*, TMAZ e HAZ. Foram avaliadas as respostas dos lados do avanço e do retrocesso. A Figura 1 apresenta uma imagem da região de solda com a marcação de todas as regiões ensaiadas.

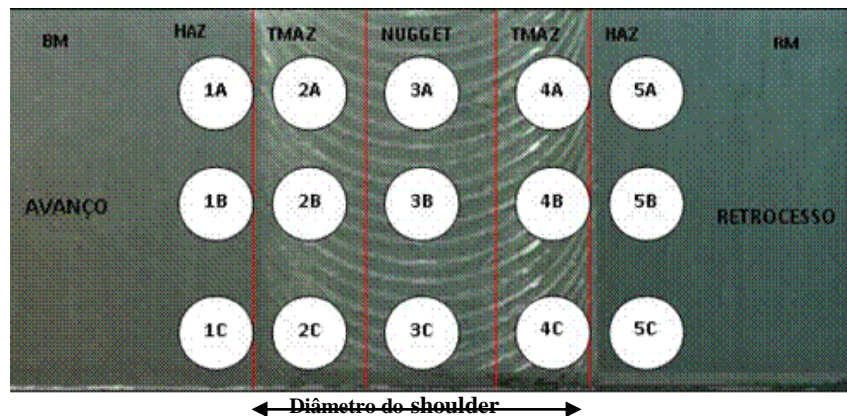


Figura 1 - Esquema de onde foram realizados os ensaios eletroquímicos nas diferentes regiões da solda FSW. Os termos avanço e retrocesso estão relacionados ao sentido de rotação da ferramenta em relação à direção de deslocamento desta.

Os ensaios eletroquímicos foram realizados utilizando um sistema com três eletrodos constando de um microeletrodo de referência de Ag/AgCl(KCl sat.), e de uma folha de Pt como contra eletrodo. Sendo o eletrodo de trabalho constituído pela região delimitada pela célula.

Os ensaios de espectroscopia de impedância eletroquímica (EIS) foram realizados no potencial de circuito aberto (PCA) utilizando um potenciostato (AUTOLAB 70896) acoplado a um analisador de resposta em frequência (FRA2). Os diagramas foram adquiridos após 1 hora de estabilização do PCA, em meio de NaCl 0,1 M. O intervalo de frequência foi de 10⁴ Hz a 10⁻¹ Hz com aquisição de 10 pontos por década logarítmica, e amplitude de perturbação de 10 mV (rms).

As curvas de polarização anódica foram obtidas em um potenciostato AUTOLAB 70896 após uma hora de estabilização do PCA. A varredura foi realizada no intervalo entre -0,03 V a +1,5 V vs. PCA com velocidade de varredura de 0,5 mV/s.

Ensaio de corrosão utilizando solução contendo ágar-ágar e indicadores de pH

Este procedimento foi empregado com o objetivo de identificar macroscopicamente a suscetibilidade à corrosão do metal base e das diferentes regiões de solda, e seguir sua evolução em função do tempo de exposição a um ambiente corrosivo.

A solução de ágar-ágar foi preparada misturando-se 2,5 g deste componente em 100 ml de solução de NaCl 0,7M contendo 7ml indicador universal de pH. Para a realização do ensaio, amostras polidas contendo todas as regiões da solda eram colocadas em uma placa de Petri sendo recobertas com a solução de ágar-ágar com uma espessura entre 1 e 2 mm. As modificações na coloração da solução sobre a superfície da liga foram registradas fotograficamente por 24 horas.

Ensaio de Microdureza

Os perfis de microdureza foram obtidos para as amostras com as diferentes velocidades de rotação: EA (v , $0,82\omega$) (A), EB (v , ω) (B) e EC (v , $1,18\omega$)

Os perfis de microdureza Hv 0,3 (peso de 300 g) foram obtidos na superfície através de toda a região de solda utilizando o equipamento Micro Hardness tester HMV (Shimadzu), com passo de 0,2 mm.

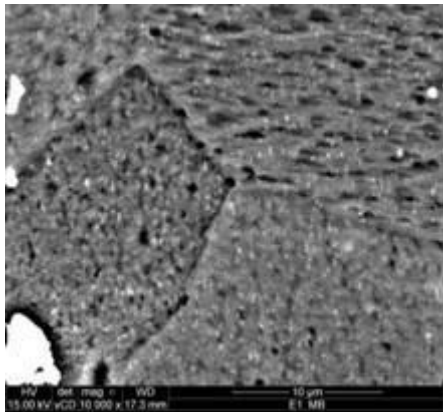
Resultados

Caracterização microestrutural da liga soldada na condição EB

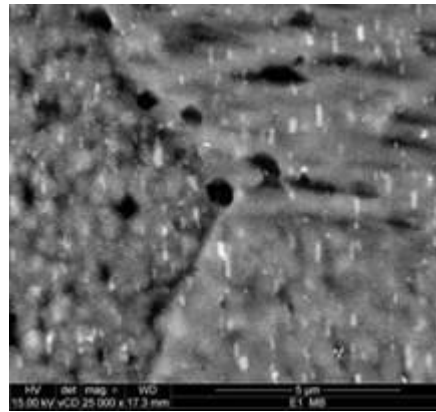
A Figura 2 apresenta a distribuição dos precipitados submicrométricos no metal base, em zona não afetada pelo calor, após ataque com reagente de Keller. Na Figura 2(A) observa-se que as partículas se encontram distribuídas de forma regular no interior dos grãos da amostra. Nesta região do metal não foi possível identificar nem tendência ao coalescimento das partículas nem precipitação preferencial ao longo dos contornos de grão (Figura 2(B)). Devido às dimensões reduzidas dos precipitados não foi possível realizar análise da composição por EDS, entretanto, os estudos disponíveis na literatura indicam que as partículas responsáveis pelo endurecimento da liga de Al 2024-T3 é a fase S(S), cuja composição é Al_2CuMg (5-7). A literatura reporta que a dimensão destas partículas pode atingir centenas de nanômetros (8), que corresponde às dimensões visualizadas na Figura 2(B). Na Figura 3 são apresentadas micrografias obtidas na região da TMAZ da liga soldada por FSW. Comparando estas imagens com aquelas apresentadas na Figura 2 é possível observar que os precipitados submicrométricos estão distribuídos de modo menos homogêneo nesta zona. Verifica-se também uma tendência a alinhamento na região de contornos de grão (regiões com círculos vermelhos nas Figuras 3(A) e (B)), assim como uma leve tendência ao coalescimento dos precipitados.

As micrografias por FE-SEM da região do *nugget* após ataque com reagente de Keller estão apresentadas na Figura 4. Apesar do forte ataque, na Figura 4(A), é possível observar que os grãos são arredondados, com diâmetro aproximado de $5\mu m$. Devido ao processo de recristalização dinâmica, nesta região os grãos são equiaxiais com aspecto arredondado (4), com tamanhos reportados que variam entre 2 e $5\mu m$, dependendo das condições de soldagem

(7;9;10), o que está de acordo com o observado. Entretanto, devido ao forte ataque nos contornos de grão não foi possível definir se existe ou não a tendência para aglomeração de precipitados nesta região. No entanto, a micrografia da Figura 4(B), obtida com maior magnitude, indica que os precipitados estão distribuídos randomicamente no interior dos grãos, o que, segundo Rhodes *et al.* (1997) (11) sugere a solubilização dos precipitados originais durante a soldagem e posterior reprecipitação, porém, aparentemente, em uma densidade menor que no metal base (comparar com a Figura 2(B)).

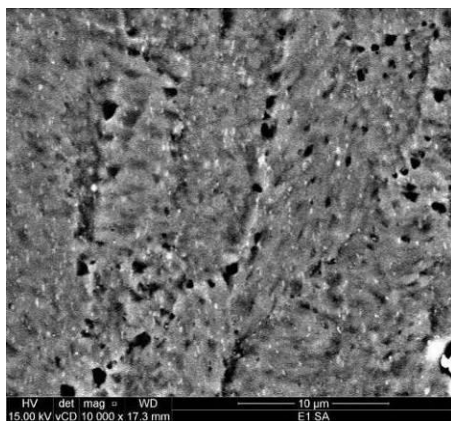


(A)

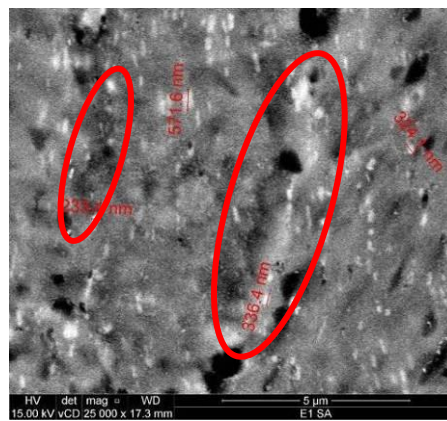


(B)

Figura 2 - Micrografias obtidas por FE-SEM de zona não afetada pelo calor da liga AA 2024-T3 após ataque com reagente de Keller.

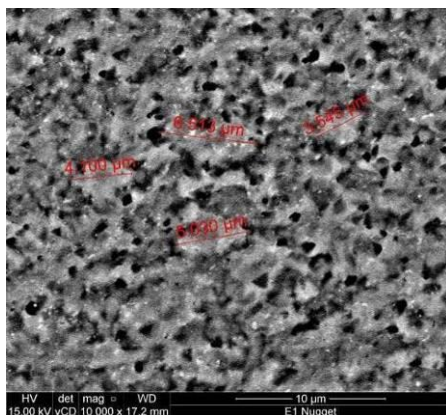


(A)

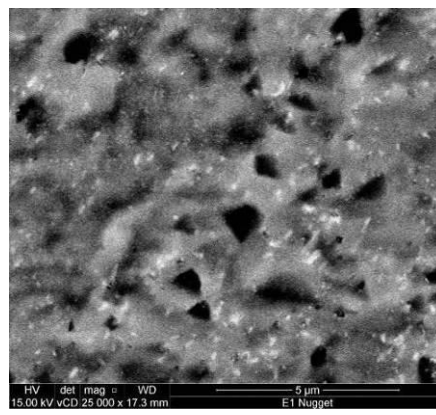


(B)

Figura 3- Micrografias obtidas por FE-SEM da TMAZ da liga AA 2024-T3 após ataque com reagente de Keller.



(A)



(B)

Figura 4 - Micrografias obtidas por FE-SEM do nugget da liga AA 2024-T3 soldada por FSW após ataque com reagente de Keller.

Microscopia óptica após ataque com reagente de Keller

A amostra EB (v, ω) foi escolhida para exemplificar a estrutura dos grãos nas diferentes regiões de solda. A Figura 5(A) apresenta a imagem obtida por microscopia óptica da superfície da HAZ. Os grãos desta região são semelhantes aos do metal base (não apresentado), indicando que o ciclo térmico ao qual foi submetida esta zona não é suficiente para provocar modificações no tamanho dos grãos. Na Figura 5(B) é apresentada a imagem por microscopia óptica da região limite entre a TMAZ (região à esquerda) e o nugget (região à direita) no lado do avanço da ferramenta. Na região representativa da TMAZ, à esquerda da micrografia, devido à intensa deformação plástica imposta pelo movimento rotatório do ombro (*shoulder*) da ferramenta contra a superfície do metal e às temperaturas relativamente elevadas atingidas nesta região os grãos são alongados. Estes se tornam mais finos à medida que a imagem se aproxima do *nugget* (região na extremidade direita da imagem), mostrando uma clara separação entre as duas regiões. Para a Figura 5(C) representativa da região limite entre o *nugget* (à esquerda da imagem) e o lado do retrocesso da ferramenta na TMAZ (região à direita da imagem), observa-se que os grãos são menos alongados no interior do *nugget* e que o limite entre as duas regiões é menos definido que aquele apresentado na Figura 5(B). Finalmente, na região do *nugget* (Figura 5(D)), devido ao pequeno tamanho dos grãos e ao aumento utilizado, a imagem se apresenta sem padrão definido, sendo, no entanto, semelhante ao obtido por outros autores (Bouchet, 2011a).

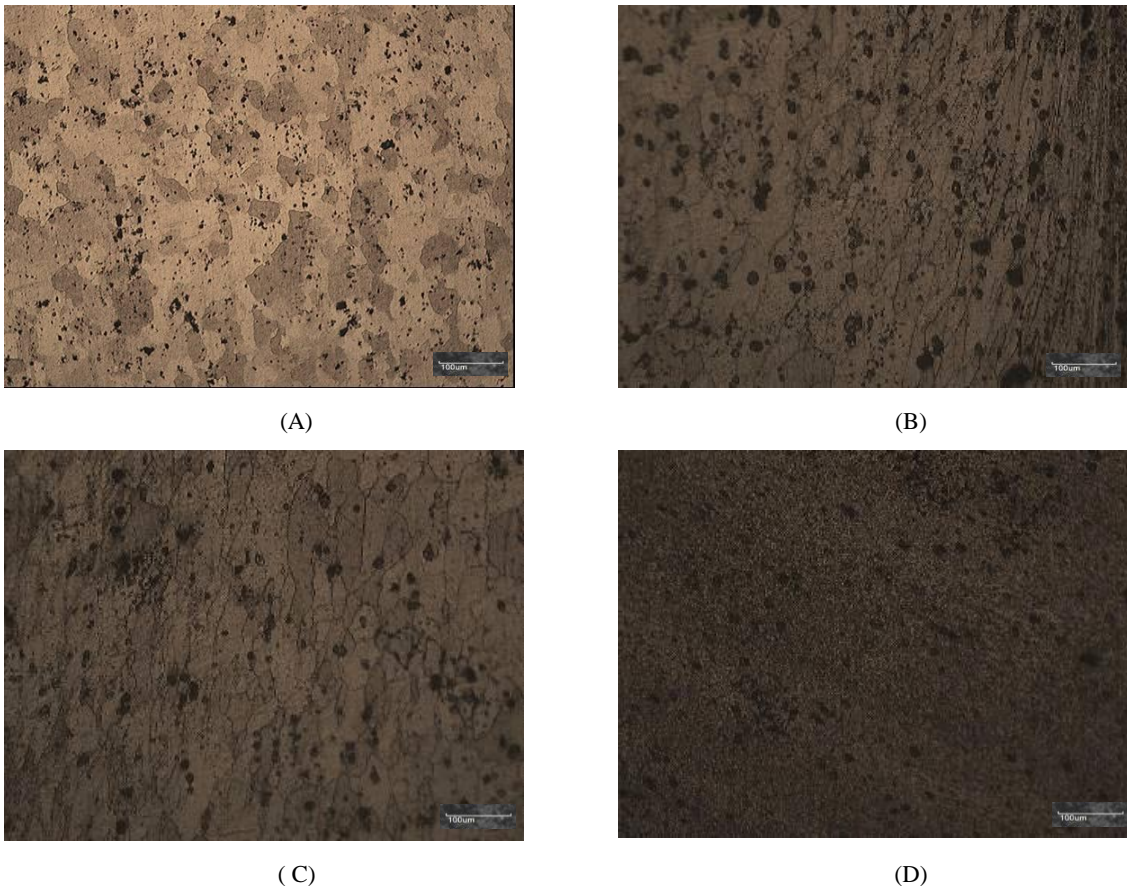


Figura 5 - Microscopia óptica da superfície da liga de alumínio 2024-T3 soldada por FSW. Condição de soldagem EB (v, ω): (A) HAZ, (B) TMAZ (lado do avanço) -*nugget*; (C) *nugget*-TMAZ (lado do retrocesso); (D) *nugget*. Ataque com reagente de Keller.

Determinação da dureza através do cordão de solda

A Figura 6 apresenta os perfis de dureza através do cordão de solda e da região afetada pelo calor para as soldas produzidas com as três diferentes velocidades de rotação da ferramenta: EA ($v, 0,82 \omega$), EB (v, ω), EC ($v, 1,18 \omega$). Os resultados mostram que a dureza varia através da região de solda, e que esta é afetada pela velocidade de rotação da ferramenta, o que está associado às diferenças no aporte térmico para cada uma das condições: maior velocidade de rotação implicando em maior elevação da temperatura, considerando que a velocidade de deslocamento da ferramenta permanece constante. Verifica-se também que a localização da região com menor dureza depende da condição de soldagem. Finalmente, observa-se que para uma determinada velocidade de rotação da ferramenta o perfil de dureza se apresenta ligeiramente assimétrico em relação ao centro do cordão de solda, região do *nugget*, sendo diferente para uma mesma região no lado do avanço e do retrocesso da ferramenta.

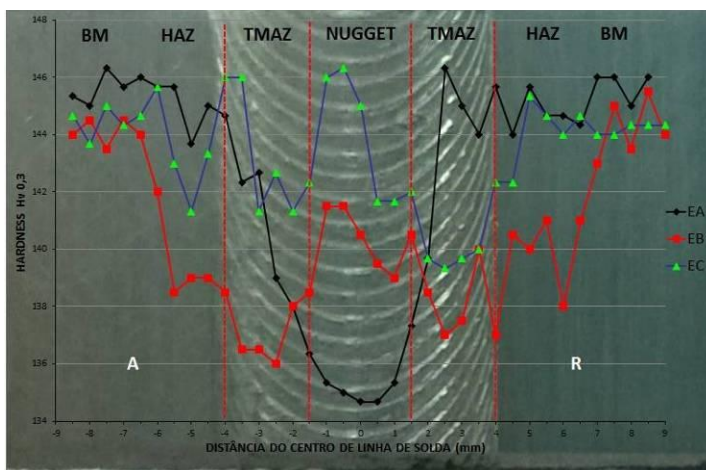


Figura 6.- Perfis de dureza através das regiões afetadas pela soldagem por FSW com diferentes velocidades de rotação: EA ($v, 0,82 \omega$); EB (v, ω); EC ($v, 1,18 \omega$).

Os resultados apresentados na Figura 6 mostram que a localização da região com menor dureza é fortemente dependente da velocidade de rotação. Assim, para a condição EA ($v, 0,82 \omega$) o *nugget* é a região mais macia, para a EB (v, ω), esta se encontra na TMAZ lado do avanço (com valor ligeiramente inferior ao lado do retrocesso) e para a EC ($v, 1,18 \omega$) no lado do retrocesso. Os resultados encontrados estão de acordo com os estudos de Jariyaboon *et al.* (2007) (12) que verificaram uma dependência entre o local de menor dureza na região de solda e as condições de soldagem. Estes autores (12) também observaram que a região do *nugget* apresentava menor dureza para a condição de soldagem com menor aporte térmico, e que, na condição de soldagem com maior aporte térmico a região mais macia era a TMAZ.

Identificação da região mais suscetível à corrosão na liga Al 2024-T3 com gel de ágar-ágar contendo NaCl e indicador universal de pH.

Com a finalidade de identificar macroscopicamente a região mais suscetível à corrosão, amostras da liga soldada nas condições EA ($v, 0,82 \omega$), EB (v, ω) e EC ($v, 1,18 \omega$) foram recobertas com solução contendo ágar-ágar, NaCl e indicador universal de pH. A Figura 7 (A) apresenta a evolução da corrosão durante 24 horas para a liga soldada na condição EA. Verifica-se que, após apenas 1 hora de ensaio, a atividade anódica começa a se desenvolver na

região limítrofe entre a HAZ e a TMAZ, no lado do avanço, logo se estendendo para a região do *nugget* (2 horas) e, finalmente, para toda a região afetada termicamente. Durante todo o processo, o metal base se comportou como região catódica. Os resultados para os testes com as amostras soldadas com os parâmetros EB e EC estão apresentados, respectivamente, nas Figuras 7(B) e 7(C). Para a amostra soldada com a condição EB (Figura 7(B)) a atividade anódica começa a se desenvolver após uma hora de ensaio nas regiões limite entre a HAZ e a TMAZ, tanto do lado do avanço como do lado do retrocesso. Apenas depois de 12 horas esta começa a se espalhar para a região do *nugget*. Como para a amostra EA, o metal base apresentou comportamento catódico.

Para a amostra produzida com a condição de soldagem EC (Figura 7(C)), no início do período de exposição (1h) não foi possível identificar claramente uma região anódica preferencial. Porém a região marcada com um círculo indica o início de atividade anódica um pouco mais intensa na região limite entre a HAZ e a TMAZ do lado do retrocesso. A partir de 6 horas de ensaio uma região catódica começa a ser claramente definida sobre o metal base. Ao final do período de 24 horas de ensaio observa-se que a região anódica se concentra na região de solda, porém, aparentemente, de modo mais intenso sobre a região do retrocesso

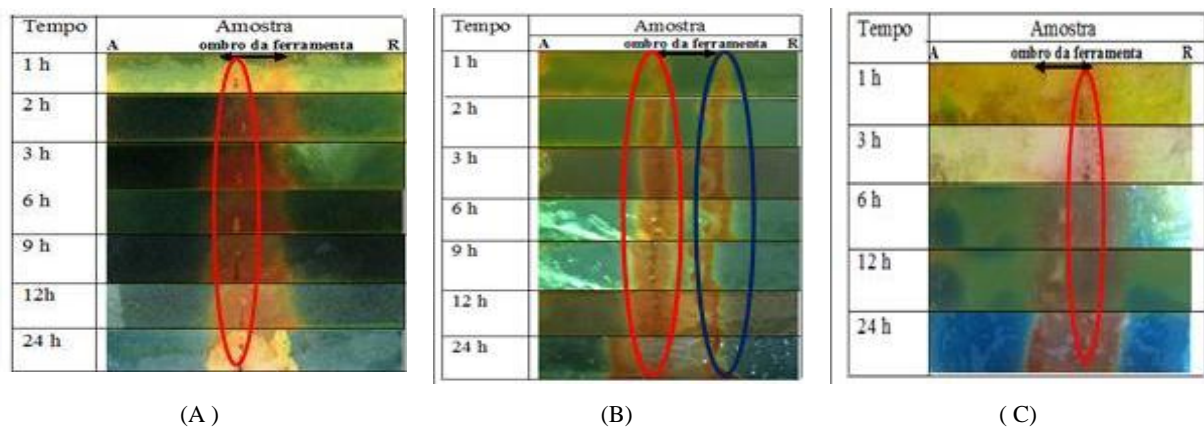


Figura 7 - Teste de visualização com ágar-ágar e indicadores de pH sobre a superfície da liga de alumínio 2024-T3 soldada por FSW na condição EA ($v, 0,82\omega$) (A), EB (v, ω) (B) e EC ($v, 1,18\omega$) (C). “A” e “R” se referem, respectivamente, ao lado do avanço e do retrocesso.

Ensaio eletroquímico

Solda produzida na condição EA: ($v, 0,82 \omega$)

Os diagramas de impedância após uma hora de imersão em solução de NaCl 0,1 M para as diferentes regiões da solda da liga 2024-T3 soldada na condição EA são apresentados na Figura 8. Todos os diagramas são caracterizados por apenas um arco capacitivo achatado, cujo ângulo de fases apresenta-se relativamente alargado. Esta constante de tempo pode ser atribuída à resposta mista da fina camada de óxido presente na superfície da liga em série com a resistência de transferência de cargas (13). As respostas de impedância para todas as regiões da solda foram inferiores às do metal base, e também apresentaram diferenças significativas entre si. Verifica-se que o maior valor de impedância correspondeu ao *nugget*, enquanto os menores valores de impedância foram verificados para a HAZ e para a TMAZ do lado do avanço. Os resultados obtidos com esta técnica apresentaram-se concordantes com o teste de visualização com ágar-ágar, apresentados na Figura 7(A). Os resultados dos ensaios de impedância mostram também que, excetuando a resposta do *nugget*, que apresenta estrutura

de grãos diferente devido ao processo de recristalização dinâmica, a região com menor impedância corresponde àquela com menor dureza (Figura 6).

As curvas de polarização anódica para as diferentes regiões de solda na condição EA em solução de NaCl 0,1 M estão apresentadas na Figura 9. Observa-se que as respostas exibidas pelas diferentes zonas foram bastante diferentes entre si, indicando que as regiões são ativadas diferentemente.

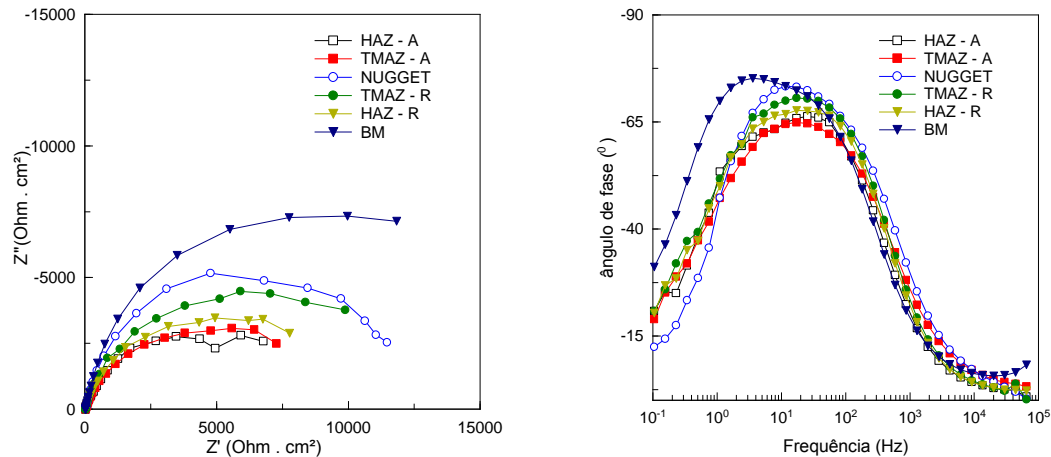


Figura 8 - Diagramas de impedância em solução de NaCl 0,1 M para as diferentes regiões de solda da liga de alumínio 2024-T3 soldada por FSW. Condição de soldagem: EA (v , $0,82\omega$). BM - base metálica; HAZ - A - zona termicamente afetada no lado do avanço; TMAZ - A - zona termomecanicamente afetada lado do avanço; *nugget*; TMAZ - R zona termomecanicamente afetada no lado do retrocesso; HAZ - R - zona termicamente afetada no lado do retrocesso.

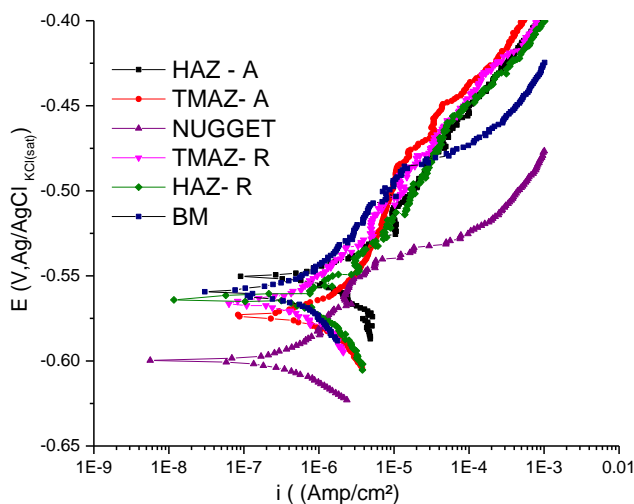


Figura 9 - Curvas de polarização anódica em solução de NaCl 0,1 M para as diferentes regiões de solda da liga de alumínio 2024-T3 soldada por FSW. Condição de soldagem: EA (v , $0,82\omega$). BM - base metálica; HAZ - A - zona termicamente afetada no lado do avanço; TMAZ - A - zona termomecanicamente afetada lado do avanço; *nugget*; TMAZ - R zona termomecanicamente afetada no lado do retrocesso; HAZ - R - zona termicamente afetada no lado do retrocesso.

Solda produzida na condição EB (v , ω)

Os diagramas de impedância após uma hora de imersão em solução de NaCl 0,1 M para o metal base e para as diferentes regiões da solda da liga 2024-T3 soldada na condição EB são apresentados na Figura 10. Assim como para a condição anterior, os diagramas de Nyquist são constituídos por apenas um arco capacitivo achatado. Entretanto, os diagramas de ângulo de fases associados às diferentes regiões de solda se apresentaram bastante deformados,

indicando a sobreposição de constantes de tempo e dando suporte à hipótese de que este representa a resposta mista da camada de óxido em série com a resistência de transferência de cargas. Assim como para a amostra anterior, a resposta de impedância do metal base foi superior à de todas as regiões de solda, e, dentre estas, o *nugget* apresentou o maior valor de impedância. Os resultados mostram ainda que as regiões com menores valores de impedância, e, portanto, menos resistentes à corrosão, encontram-se nas zonas afetadas pelo calor, HAZ e TMAZ, do lado do avanço, o que está de acordo com os testes de visualização com ágar-ágar. Estas regiões também apresentaram dureza ligeiramente inferior (Figura 6).

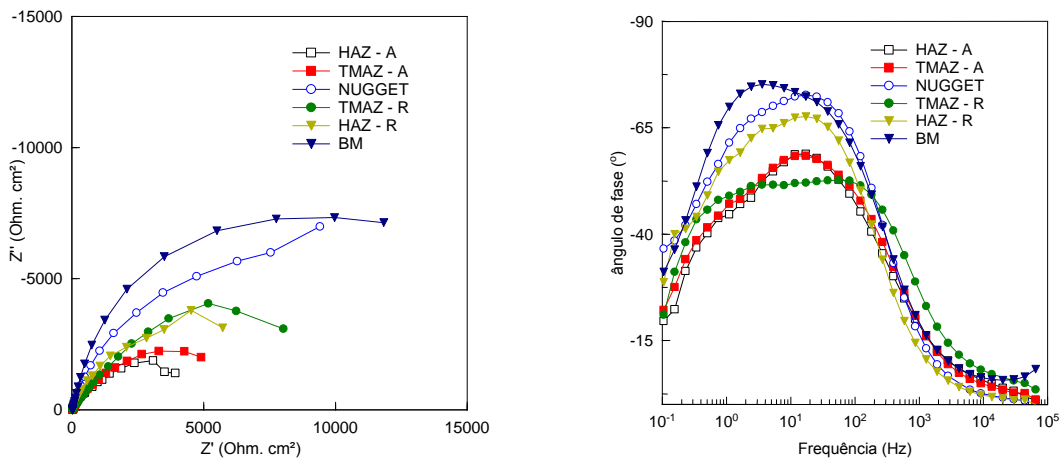


Figura 10 - Diagramas de impedância em solução de NaCl 0,1 M para as diferentes regiões de solda da liga de alumínio 2024-T3 soldada por FSW. Condição de soldagem: EB (v, ω). BM - base metálica; HAZ - A - zona termicamente afetada no lado do avanço; TMAZ - A - zona termomecanicamente afetada lado do avanço; *nugget*; TMAZ - R zona termomecanicamente afetada no lado do retrocesso; HAZ - R - zona termicamente afetada no lado do retrocesso.

As curvas de polarização anódica em solução de NaCl 0,1 M para o metal base e para as diferentes regiões de solda produzidas com a condição EB estão apresentadas na Figura 11. Para esta condição de soldagem o *nugget* apresentou comportamento nitidamente melhor que as demais regiões de solda, com menor densidade de corrente de corrosão e menores densidades de corrente passiva. As curvas indicam também que as regiões com menores impedância na Figura 10 (HAZ-A e TMAZ-A) apresentam-se mais despolarizadas.

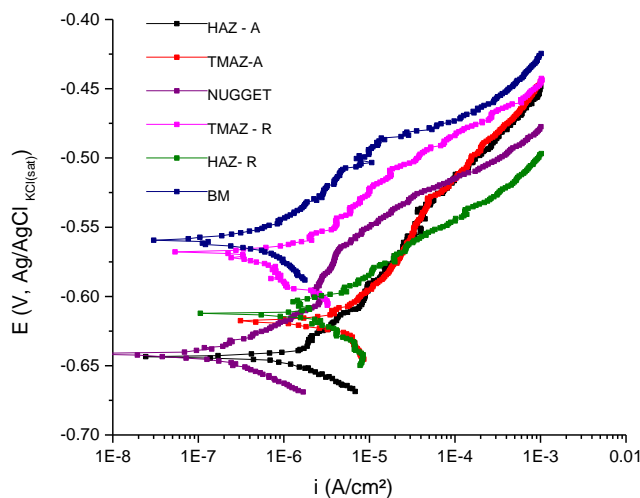


Figura 11 - Curvas de polarização anódica em solução de NaCl 0,1 M para as diferentes regiões de solda da liga de alumínio 2024-T3 soldada por FSW. Condição de soldagem: EB (v, ω). BM - base metálica; HAZ - A - zona termicamente afetada no lado do avanço; TMAZ - A - zona termomecanicamente afetada lado do avanço; *nugget*; HAZ - R - zona termicamente afetada no lado do retrocesso; TMAZ - R zona termomecanicamente afetada no lado do retrocesso.

Solda produzida na condição EC ($v, 1,18 \omega$)

Os diagramas de impedância obtidos após uma hora de imersão em solução de NaCl 0,1 M para o metal base e para as diferentes regiões da solda da liga de alumínio 2024-T3 soldada na condição EC ($v, 1,18 \omega$), apresentados na Figura 12, exibiram as mesmas características daqueles discutidos anteriormente: um único arco capacitivo achatado com diagrama de ângulo de fases alargado. Como para as demais condições de soldagem, as impedâncias nas diferentes regiões de solda também se apresentaram nitidamente inferiores à do metal base, indicando menor resistência à corrosão. Entretanto as impedâncias das zonas afetadas pela soldagem apresentaram valores bastante semelhantes, não permitindo diferenciar de modo inequívoco a região mais sensível ao processo corrosivo. Este resultado corrobora com o que foi observado no teste com a solução de ágar-ágar (Figura 7(C)) que mostrou que as diferentes regiões de solda possuíam suscetibilidade semelhante à corrosão.

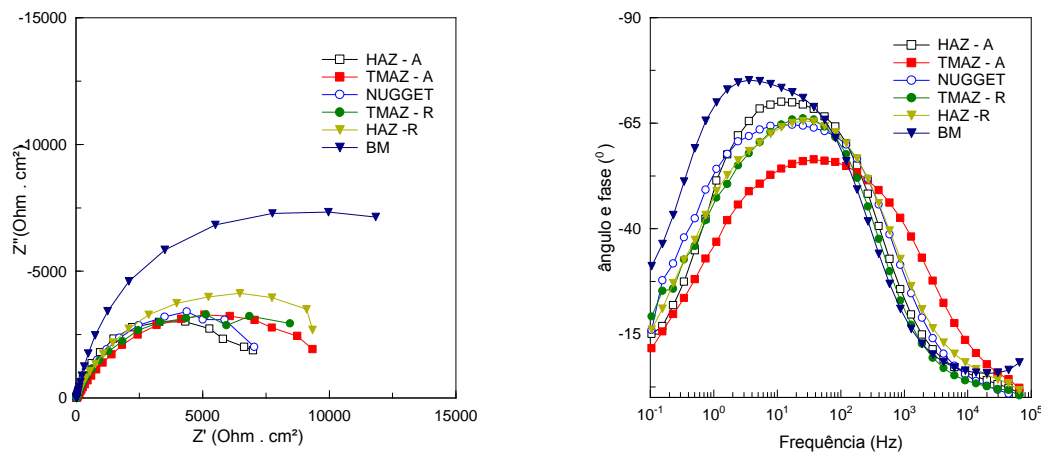


Figura 12 - Diagramas de impedância em solução de NaCl 0,1 M para as diferentes regiões de solda da liga de alumínio 2024-T3 soldada por FSW. Condição de soldagem: EC ($v, 1,18 \omega$). BM - base metálica; HAZ - A - zona termicamente afetada no lado do avanço; TMAZ - A - zona termomecanicamente afetada lado do avanço; *nugget*; TMAZ - R zona termomecanicamente afetada no lado do retrocesso; HAZ - R - zona termicamente afetada no lado do retrocesso.

As curvas de polarização anódica em solução de NaCl 0,1 M para o metal base e para as diferentes regiões de solda produzidas com a condição EC estão apresentadas na Figura 13. Como para as demais condições de soldagem, o resultado destes ensaios não foram muito conclusivos. Assim, as densidades de corrente de corrosão de todas as regiões foram muito semelhantes entre si, observando-se também que, para uma determinada sobretensão as densidades de corrente obtidas são parecidas.

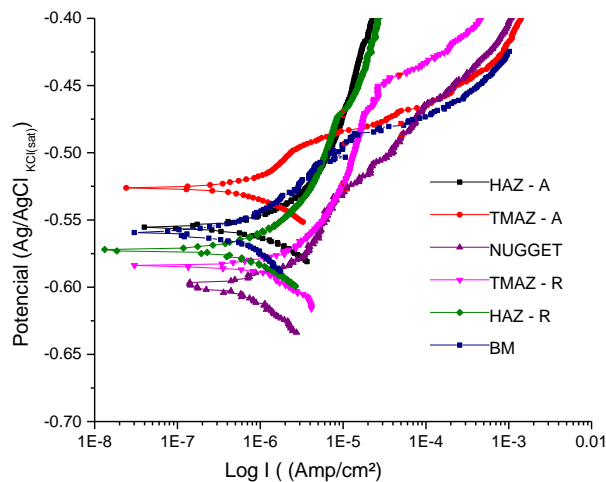
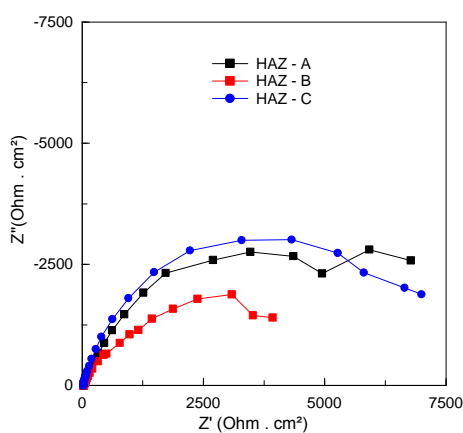


Figura 13 - Curvas de polarização anódica em solução de NaCl 0,1 M para as diferentes regiões de solda da liga de alumínio 2024-T3 soldada por FSW. Condição de soldagem: EC (v , 1,18 ω). BM - base metálica; HAZ - A - zona termicamente afetada no lado do avanço; TMAZ - A - zona termomecanicamente afetada lado do avanço; nugget; TMAZ - R zona termomecanicamente afetada no lado do retrocesso; HAZ - R - zona termicamente afetada no lado do retrocesso.

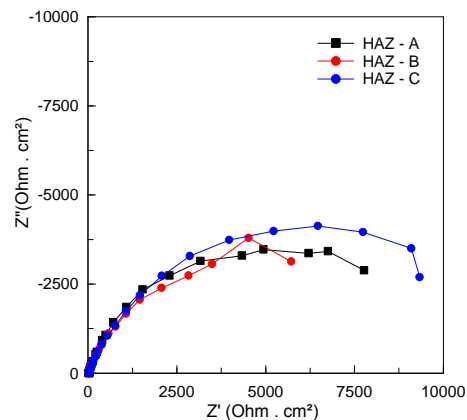
DISCUSSÃO

Os ensaios de visualização da corrosão com a solução contendo ágar-ágar mostraram que a localização da região mais ativa dentro da zona de solda variou com a condição de soldagem, deslocando-se da região limítrofe entre a HAZ e a TMAZ do lado do avanço, para a região limítrofe entre essas duas zonas do lado do retrocesso à medida que o aporte térmico aumenta, ou seja, à medida que aumentou a velocidade de rotação. Os resultados apresentados concordam com os publicados por Jariyaboon *et al.* (2007) (12) que verificaram que a localização da região mais ativa dentro da zona afetada pelo processo de soldagem FSW é dependente dos parâmetros de soldagem. Porém discordam do que foi obtido por estes autores (12) no sentido de que, no presente trabalho, o *nugget* sempre apresentou comportamento mais nobre que as demais regiões de solda. Muito embora, assim como no trabalho de Jariyaboon *et al.* (2007) (12), a HAZ do lado do retrocesso tenha se apresentado ligeiramente mais suscetível à corrosão que as demais zonas afetadas pela soldagem na condição de maior velocidade de rotação, ou seja, quando o aporte térmico é maior.

A Figura 14 apresenta a comparação entre os valores de impedância em solução de NaCl 0,1 M nas diferentes regiões de solda da liga 2024-T3 soldada por FSW em função da velocidade de rotação. Para estas zonas, verifica-se que para cada uma das regiões de solda quanto menor a dureza menor a impedância da região.



(A)



(B)

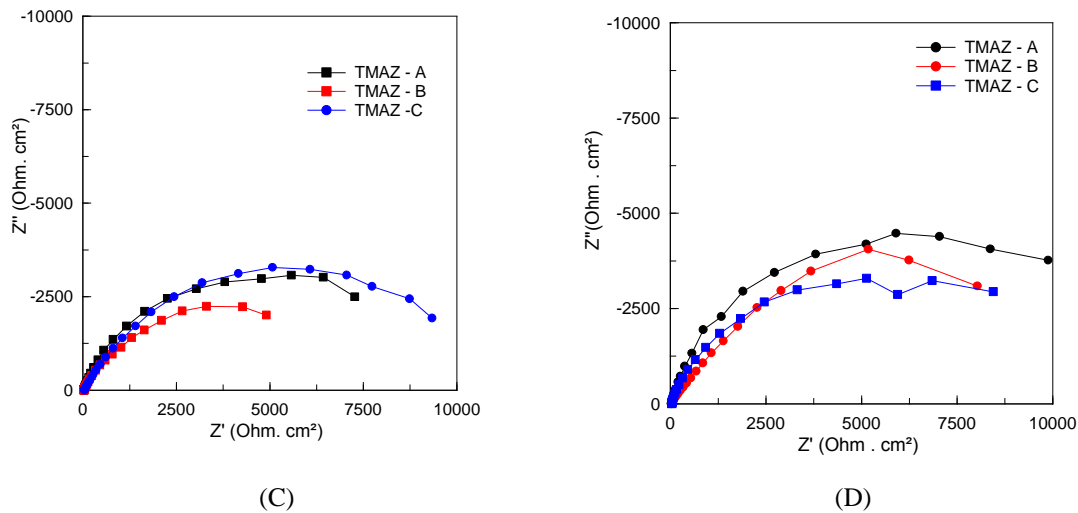


Figura 14 - Comparação da resposta de impedância em NaCl 0,1 M nas diferentes regiões de solda da liga de alumínio 2024-T3 soldada por FSW em função da velocidade de rotação: (A) HAZ – lado do avanço; (B) HAZ – lado do retrocesso; (C) TMAZ – lado do avanço; (D) TMAZ – lado do retrocesso. Na legenda das figuras A, B e C referem-se, respectivamente às condições de soldagem EA (v , 0,82 ω); EB (v , ω) e EC (v , 1,18 ω).

A relação direta entre diminuição de dureza e redução da impedância só não foi obedecida para a região do *nugget*, Figura 15, onde o maior valor de impedância foi obtido para a solda produzida na condição EB (v , ω) (condição de soldagem com aporte de calor intermediário), na qual o valor da dureza foi intermediário, e a menor para a maior velocidade de rotação (EC (v , 1,18 ω)). Sabe-se que as elevadas temperaturas desenvolvidas nesta região provocam a recristalização dinâmica dos grãos (14, 15, 16), os quais aumentam de tamanho com a elevação do aporte térmico provocada pelo aumento da velocidade de rotação da ferramenta (17- 19). De acordo com Ralston, Birbilis e Davies (2010) (20), a velocidade de corrosão de materiais passiváveis diminui com a redução do tamanho de grãos. Levando em consideração apenas o efeito desta variável a resistência à corrosão do *nugget* deve diminuir com o aumento da velocidade de rotação. Entretanto, na região do *nugget*, o processo de recristalização está associado com profundas modificações na distribuição dos precipitados submicrométricos devida ao aquecimento. Segundo Rosen *et al.* (1985) (21) o aquecimento da liga 2024-T3 em temperaturas próximas a 350° C favorece o coalescimento dos precipitados de fase S. Jariyaboon *et al.* (2007) (12) relatam que a suscetibilidade à corrosão intergranular da liga de alumínio 2024-T3 é máxima quando a liga é aquecida próximo a esta temperatura provavelmente devido à formação de zonas de depleção de cobre ao longo dos contornos de grãos devido ao crescimento de precipitados nesta região. Por outro lado, em temperaturas acima de 350° C ocorre a solubilização dos precipitados submicrométricos. De acordo com Jariyaboon *et al.* (2007) (12), isto aumenta a quantidade de Cu em solução sólida na matriz, melhorando também sua distribuição, o que contribui para o aumento da resistência à corrosão da zona do *nugget*. Este processo pode vir acompanhado de um aumento da dureza devido ao envelhecimento natural causado pela precipitação de partículas de endurecimento.

A discussão apresentada nos parágrafos anteriores indica que a resistência à corrosão na região do *nugget* depende de uma complicada relação entre tamanho de grãos e distribuição de precipitados submicrométricos na microestrutura do material recristalizado, os quais possuem efeitos antagônicos sobre a resistência à corrosão da região. Na literatura Sato, Kurihara e Kokawa (2011) (19) observaram um aumento da resistência à corrosão por pites da região do *nugget* com a diminuição do aporte térmico, tendência oposta à observada por Guta,

Das e Pal (2012) (22). Para as condições estudadas neste trabalho a resistência à corrosão do *nugget* foi máxima quando o aporte térmico foi intermediário, condição de soldagem EB (v , ω).

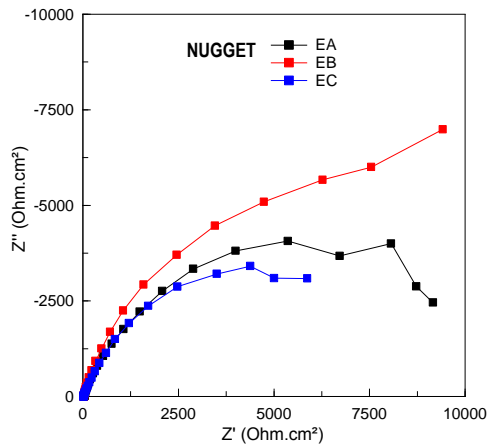


Figura 15 - Comparação da resposta de impedância em NaCl 0,1 M na região do *nugget* da liga de alumínio 2024-T3 soldada por FSW em função da velocidade de rotação

Conclusões

Os resultados deste estudo nos permitem retirar as seguintes conclusões:

- O aquecimento da liga de alumínio 2024-T3 durante o processo de soldagem por FSW provoca profundas modificações na distribuição dos precipitados submicrométricos na microestrutura da liga.
- A resistência à corrosão da região de solda e da zona afetada pelo calor é inferior à do metal base independentemente da velocidade de rotação da ferramenta, como mostrado nos ensaios de impedância e nos ensaios de visualização com gel.
- Das regiões da liga afetada pelo processo de soldagem o *nugget* sempre apresentou maior resistência à corrosão, independentemente da velocidade de rotação empregada.
- Os testes com solução contendo ágar-ágar e indicadores de pH, revelaram que a velocidade de rotação do pino influi na localização da zona da solda com maior suscetibilidade à corrosão. Assim, na soldagem realizada com menor aporte térmico a zona mais sensível à corrosão localizou-se entre a HAZ e a TMAZ do lado do avanço. Com o aumento da velocidade de rotação do pino houve uma tendência de deslocamento da zona mais sensível para esta mesma região, só que do lado do retrocesso.
- Os ensaios de espectroscopia de impedância eletroquímica se mostraram uma ferramenta poderosa para identificar a zona mais sensível à corrosão na liga 2024-T3 soldada por FSW. Os resultados obtidos com esta técnica foram altamente concordantes com os obtidos com a técnica de visualização da corrosão utilizando ágar-ágar.
- Exceto pelo observado na região do *nugget* os resultados dos ensaios de impedância mostraram que a região com menor dureza apresenta a menor resistência à corrosão.

- Dentro das condições empregadas no presente trabalho as curvas de polarização anódica não se mostraram uma metodologia útil para identificar a região mais suscetível à corrosão.

Referências bibliográficas

- (1) MENDEZ, P.F.; EAGAR, T.W. New trends in weldings in the aeronautic industry. 2nd Conference of New Manufacturing Trends, Bilboa, Spain. November, 19-20, 2002.
- (2) SU, J.-Q.; NELSON, T.W.; MISHRA, R.; MAHONEY, M. Microstructural investigation of friction stir welded 7050-T651 aluminium. *Acta Materialia*, 51, 713–729, 2003.
- (3) RADISAVLJEVIC, I.; ZIVKOVIC, A.; RADOVIC, N.; GRABULOV, V. Influence of FSW parameters on formation quality and mechanical properties of Al 2024-T351 butt welded joints. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China* ,23(12), 3525–3539, 2013
- (4) THREADGILL, P.L.; LEONARD, A.J.; SHERCLIFF, H.R.; WITHERS, P.J. Friction stir welding of aluminium alloys. *International Materials Reviews*, 54(2), 49-93, 2009.
- (5) BOUSQUET, E. Durabilité des Assemblages Soudés par Friction Stir Welding (FSW). 2011. Tese. 254 p. L'Université de Bordeaux 1. Bordeaux, França, 21 de Julho de 2011a
- (6) GUILLAUMIN, V.; MANKOWSKI, G. Localized corrosion of 2024 T351 aluminium alloy in chloride media. *Corrosion Science*, 41(3), 421-438, 1998
- (7) SATO, Y.S.; KURIHARA, S.; KOKAWA, H. Systematic examination of precipitation phenomena associated with hardness and corrosion properties in friction stir welded aluminium alloy 2024. *Welding in the World*, 55(11-12), 39-47, 2011
- (8) BOUSQUET, E.; POULON-QUINTIN, A.; PUIGGALI, M.; DEVOS, O.; TOUZET, M. Relationship between microstructure, microhardness and corrosion sensitivity of an AA 2024-T3 friction stir welded joint, *Corrosion Science*, 53, 3026–3034, 2011b.
- (9) GENEVOIS, C.; DESCHAMPS, A.; DENQUIN, A.; DOISNEAU-COTTIGNIES, B. Quantitative investigation of precipitation and mechanical behaviour for AA2024 friction stir welds. *Acta Materialia*, 53, 2447–2458, 2005
- (10) SU, J.-Q.; NELSON, T.W.; MISHRA, R.; MAHONEY, M. Microstructural investigation of friction stir welded 7050-T651 aluminium. *Acta Materialia*, 51, 713–729, 2003.
- (11) RHODES, C.G.; MAHONEY, M.W.; BINGEL, W.H. ; SPURLING, R.A.; BAMPTON, C.C. Effects of friction stir welding on microstructure of 7075 aluminum. *Scripta Materialia* 36, 69-75, 1997.
- (12) JARIYABOON, M.; DAVENPORT, A. J.; AMBAT, R.; CONNOLLY, B. J.; WILLIAMS, S. W.; PRICE, D. A. The effect of welding parameters on the corrosion behaviour of friction stir welded AA2024–T351. *Corrosion Science*, 49, 877–909, 2007.
- (13) QUEIROZ, F.M.; MAGNANI, M.; COSTA I., DE MELO H.G., Investigation of the corrosion behaviour of AA 2024-T3 in low concentrated chloride media. *Corrosion Science*, 50 (9), 2646–2657, 2008.
- (14) BENAVIDES, S., LI, Y., MURR L.E., BROWN D., MCCLURE J.C. Low-temperature friction-stir welding of 2024 aluminum. *Scripta Materialia*, 41, p. 809, 1999.
- (15) JATA, K.V.; SEMIATIN, S.L. Continuous dynamic recrystallization during friction stir welding of high strength aluminum alloys. *Scripta Materialia*, 43, 743–749, 2000.

- (16) MURR, L.E.; LI Y.; FLORES, R.D; TRILLO, E.A. Intercalation vortices and related microstructural features in the friction-stir welding of dissimilar metals. *Material Research Innovations*, 2, 150-63, 1998.
- (17) LI, Y.; MURR, L.E.; MCCLURE, J.C. Flow visualization and residual microstructures associated with the friction-stir welding of 2024 aluminum to 6061 aluminum. *Materials Science and Engineering A* 271, 213–223, 1999.
- (18) KWON, Y.J.; SAITO, N. I. SHIGEMATSU, Friction stir process as a new manufacturing technique of ultrafine grained aluminum alloy. *Journal of Materials Science Letters*. 21, 1473-1476, 2002.
- (19) SATO, Y.S.; KURIHARA, S.; KOKAWA, H. Systematic examination of precipitation phenomena associated with hardness and corrosion properties in friction stir welded aluminium alloy 2024. *Welding in the World*, 55(11-12), 39-47, 2011.
- (20) RALSTON, K.D., BIRBILIS, N., DAVIES, C.H.J. Revealing the relationship between grain size and corrosion rate of metals. *Scripta Materialia*, 63, 1201–1204, 2010.
- (21) ROSEN, M.; IVES, L.; RIDDER, S.; BIANCANIELLO, F.; MEHRABIAN, R. Correlation between Ultrasonic and Hardness Measurements in Aged Aluminum Alloy 2024. *Materials Science and Engineering*, 74, 1-10, 1985
- (22). GUPTA, R. K., DAS, H., PAL, T. K. Influence of Processing Parameters on Induced Energy, Mechanical and Corrosion Properties of FSW Butt Joint of 7475 AA. *Journal of Materials Engineering and Performance*. 21(8), 1645, 2012