# UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E DE TECNOLOGIA PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS

AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA À CORROSÃO LOCALIZADA DO ALUMÍNIO EM JUNTAS DISSIMILARES AI-TI SOLDADA POR FRICÇÃO POR PONTO (FSpW)

Guilherme dos Santos Vacchi

São Carlos 2017

# UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E DE TECNOLOGIA PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS

# AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA À CORROSÃO LOCALIZADA DO ALUMÍNIO EM JUNTAS DISSIMILARES AI-TI SOLDADAS POR FRICÇÃO POR PONTO (FSpW)

Guilherme dos Santos Vacchi

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais como requisito parcial à obtenção do título de MESTRE EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS

Orientador: Dr. Vitor Luiz Sordi Coorientador: Dr. Carlos Alberto Della Rovere Agência Financiadora: CAPES

> São Carlos 2017

## DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho a minha esposa e as minhas famílias que sempre me ajudaram e apoiaram para que realizasse este sonho.

## VITAE DO CANDIDATO

Bacharel em Ciência e Engenharia de Materiais pela UFSCar (2014)



#### UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS

Centro de Ciências Exatas e de Tecnologia Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais

#### Folha de Aprovação

Assinaturas dos membros da comissão examinadora que avaliou e aprovou a Defesa de Dissertação de Mestrado do candidato Guilherme dos Santos Vacchi, realizada em 27/03/2017:

Prof. Dr. Vitor Luiz Sordi UFSCar ð Prof. Dr. Sebastião Elias Kuri UFSCar Wel Prof. Dr. Waldek Wladimir Bose Filho USP

· · ·

ii

#### AGRADECIMENTOS

A minha esposa Tássia Vettorassi, por sempre estar ao meu lado, me apoiar e me ajudar nesse período.

As minhas famílias, Vacchi e Vettorassi, por me ajudar a tornar o mestrado uma realidade.

Aos meus amigos do Laboratório de Corrosão – Prof. Munir Rachid, Rodrigo da Silva, Felipe Sverzut Baroni, Maria Eurenice Cronemberger Cristie Luis Kugelmeier e Silvia Midori Higa, por a contribuição e ajuda neste período.

Aos Professores, Dr. Sebastião Elias Kuri, Dr. Carlos Alberto Della Rovere, Dr. Vitor luiz Sordi e Dr. Nelson Alcântara da Graça, pelas orientações, sugestões, ideias e apoio durante o mestrado e na qualificação.

Ao Athos Plaine pelo fornecimento das juntas soldadas necessárias para realizar o mestrado e toda a ajuda durante esses dois anos.

Aos professores, Funcionários, colegas e técnicos do Departamento de Engenharia de Materiais (DEMa-UFSCar), pela colaboração, paciência e conhecimento fornecido para a realização deste trabalho.

A CAPES pelo apoio financeiro.

iv

#### RESUMO

O presente trabalho avaliou o efeito do processo de soldagem FSpW na superfície do alumínio em duas juntas soldadas sobrepostas, a AA6181-T4/Ti-6AI-4V e a AA5754-H22/Ti-6AI-4V. As mudanças microestruturais foram avaliadas por microscopia ótica (MO), microscopia eletrônica de varredura (MEV) e as propriedades mecânicas foram avaliadas por mapeamento de microdureza Vickers. A resistência à corrosão localizada em função do processo de soldagem dos materiais estudados foi avaliada através de testes de polarização potenciodinâmica em solução de 0,01 M de NaCl e 0,1M de sulfato de sódio (Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>). Adicionalmente, ensaios de imersão foram realizados em solução de NaCl e H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (AA6181-T4) e ácido nítrico (70%) (AA5754-H22) afim de avaliar a resistência à corrosão intergranular. As análises de microscopia ótica revelam um processo de recuperação e recristalização na região da zona termicamente afetada (ZTA) para a liga AA5754-H22 e um ligeiro aumento no tamanho de grão nesta região para a liga AA6181-T4, fato que é resultado do ciclo térmico gerado pelo processo de soldagem. Na zona de mistura (ZM) de ambas as ligas, foi possível notar a ocorrência do processo de recristalização dinâmica, devido a deformação em altas temperaturas da soldagem FSpW. As análises de microscopia eletrônica mostram a presença de precipitados AI (Fe, Mn, Mg, Si) e Mg<sub>2</sub>Si em ambas as ligas, e que o processo de soldagem promove uma quebra destes precipitados na ZM. As análises de polarização potenciodinâmica mostram que o potencial de corrosão (Ecorr) para todas as regiões de soldagem são similares. Por outro lado, a ZM apresenta um potencial de pite (Epite) mais nobre para ambas as ligas. Os ensaios de imersão não revelam a presença de corrosão intergranular em nenhuma das regiões soldadas na liga AA5754-H22, enquanto que para a liga AA6181-T4, foi possível notar a presença de um leve ataque corrosivo na superfície de todas as regiões de soldagem.

**Palavras-chave**: Soldagem por fricção por ponto; FSpW; juntas dissimilares; ligas de alumínio; dureza; corrosão por pites.

vi

# EVALUATION OF LOCALIZED CORROSION RESISTANCE OF ALUMINUM IN DISSIMILAR JOINTS AL-TI WELDED BY FRICTION SPOT WELDING (FSpW)

### ABSTRACT

The work evaluated the effect of the FSpW welding process on the aluminum surface in two overlapping welded joints, AA6181-T4/Ti-6AI-4V and AA5754-H22/Ti-6AI-4V. The microstructural changes were evaluated through optical microscopy (OM), scanning electron microscopy (SEM) and the mechanical properties were evaluated through Vickers microhardness mapping. The localized corrosion resistance as a function of the welding process was assessed through potentiodynamic polarization tests in a 0.01 M NaCl solution and 0.1 M sodium sulfate (Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>). Additionally, immersion tests in NaCl and H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> solution (AA6181-T4) and nitric acid (70%) (AA5754-H22) were conducted to evaluate the resistance to intergranular corrosion. Optical microscopy revealed a recrystallization and recovery process in the heat-affected zone (HAZ) region for the AA5754-H22 alloy and a slight increase in grain size in this region for the AA6181-T4 alloy, resulting from the thermal cycle generated by the welding process. It was possible to observe the occurrence of the dynamic recrystallization process inside both alloys stir zone (SZ) due to the high temperature deformation of FSpW welding. Scanning electron microscopy analysis shows the presence of AI (Fe, Mn, Mg, Si) and Mg<sub>2</sub>Si precipitates in both alloys, and that the welding process stimulates a breakdown of these precipitates in the SZ. Potentiodynamic polarization analysis show that the corrosion potential (E<sub>corr</sub>) for all welding regions are similar. However, the SZ has nobler pitting potential (Epit) for both alloys. Immersion tests do not reveal the presence of intergranular corrosion in any welded region of the AA5754-H22 alloy, whereas for the AA6181-T4 alloy, presence of a slight corrosive attack on the surface of all welding regions was noted.

**Keywords:** Friction spot welding; FSpW; Dissimilar joint; aluminum alloys; Hardness; Pitting corrosion.

viii

# ÍNDICE DE ASSUNTOS

FOLHA DE APROVAÇÃO	i
AGRADECIMENTOS	iii
RESUMO	v
ABSTRACT	. vii
ÍNDICE DE ASSUNTOS	ix
ÍNDICE DE TABELAS	xi
ÍNDICE DE FIGURAS	xiii
SÍMBOLOS E ABREVIAÇÕES	xix
1 INTRODUÇÃO	1
2 OBJETIVO GERAL	3
2.1 Objetivos específicos	3
3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	5
3.1 Alumínio e suas ligas	5
3.1.1 Liga da série 6XXX	6
3.1.2 Liga da série 5XXX	9
3.2 Soldagem por fricção por ponto (FSpW)	13
3.2.1 Princípio do processo de soldagem	14
3.2.2 Regiões de soldagem	15
3.3 Juntas soldadas dissimilares entre alumínio e titânio	16
3.4 Evolução microestrutural	19
3.5 Corrosão de Al e suas ligas	22
3.6 Corrosão de ligas de alumínio soldadas no estado sólido	31
4 MATERIAIS E MÉTODOS	35
4.1 Materiais	35
4.2 Caracterização microestrutural	38
4.2.1 Microscopia Ótica (MO) e Microscopia eletrônica de varredura (MEV)	38
4.3 Mapeamento da dureza	39

4.4	Ensaio de Imersão	10
4.5	Ensaios eletroquímicos2	12
4.5.1	Polarização potenciodinâmica	13
5 RE	SULTADOS E DISCUSSÕES	15
5.1 J	unta AA6181-T4/Ti-6AI-4V	15
5.1.1	Caracterização microestrutural	15
5.1.2	Ensaios eletroquímicos	51
5.1.3	Ensaios de imersão5	58
5.2 J	unta AA5754-H22/Ti-6AI-4V6	31
5.2.1	Caracterização microestrutural6	31
5.2.2	Ensaios eletroquímicos6	37
5.2.3	Ensaios de imersão7	73
6 CC	DNCLUSÕES	77
6.1 J	unta AA6181-T4/Ti-6AI-4V7	77
6.2 J	unta AA5754-H22/Ti-6AI-4V7	78
7 SL	JGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	79
8 RE	EFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	31

х

# ÍNDICE DE TABELAS

Pag.
Tabela 3.1 Nomenclatura convencionada pela Aluminum Association para as
ligas de alumínio na forma de chapas e placas [7]5
Tabela 3.2 Composição química nominal da liga AA6181 [12]
Tabela 3.3 Propriedades físicas da liga AA6181 [14]9
Tabela 3.4 Composição química nominal da liga AA5754 [12]
Tabela 3.5 Propriedades físicas da liga AA5754 [14] 12
Tabela 4.1 Composição química das ligas de alumínio (% em peso)
Tabela 4.2 Composição química da liga de titânio (% em peso)
Tabela 4.3 Parâmetros de soldagem utilizados no processo de soldagem FSpW.
Tabela 5.1 Análise de EDS das regiões destacadas na Figura 5.3 (d-f) 49
Tabela 5.2 Parâmetros eletroquímicos das diferentes regiões de soldagem da
liga AA6181 obtidos a partir das curvas de polarização potenciodinâmica 53
Tabela 5.3 Análise por EDS das regiões indicadas na Figura 5.7 (a-c) 58
Tabela 5.4 Análise por EDS das regiões indicadas na Figura 5.8 (d-f) 60
Tabela 5.5 Análise de EDS das regiões destacadas na Figura 5.12 (d-f) 65
Tabela 5.6 Parâmetros eletroquímicos das diferentes regiões de soldagem da
liga AA5754 obtidos a partir das curvas de polarização potenciodinâmica 70
Tabela 5.7 Análise por EDS das regiões indicadas na Figura 5.16 (a-e) 73
Tabela 5.8 Análise por EDS das regiões indicadas na Figura 5.17(d-f)74

xii

## ÍNDICE DE FIGURAS

Pag.
Figura 3.1 Diagrama de equilíbrio pseudo-binário Al-Mg2Si [8]7
Figura 3.2 Microestrutura da liga AA6181 na condição laminada: (a) direção
longitudinal à laminação e (b) direção transversal à de laminação [13]
Figura 3.3 Diagrama de fase Al-Mg [6] 10
Figura 3.4 Microestrutura da superfície do metal de base da liga 5754: (a) grãos
recristalizados de alumínio (microscopia ótica) (MO) e (b) intermetálicos
precipitados na matriz (microscopia eletrônica de varredura) (MEV) [20] 12
Figura 3.5 Ferramentas utilizadas na soldagem FSpW [2]
Figura 3.6 Desenho esquemático indicando as etapas do processo FSpW [2].
Figura 3.7 Desenho esquemático das diferentes regiões de soldagem de uma
junta soldada pelo processo FSpW cortada na secção transversal [14] 16
Figura 3.8 Representação da camada de intermetálico (TiAl3) formado na
interface da junta soldada AI-Ti (a) e mapeamento de dureza realizado na secção
transversal da solda (b) [4] 18
Figura 3.9 Ciclo térmico gerado pelo processo FSpW para a junta soldada
AA6181-T4/Ti-6Al-4V (a) e AA5754-H22/Ti-6Al-4V (b) [14]
Figura 3.10 Imagens de microscopia eletrônica de varredura (TEM) para distintas
regiões de soldagem (a) e a variação de dureza ao longo da junta soldada (b)
[38]
Figura 3.11 Valores de dureza obtidos para a secção transversal das ligas
AA5083-O e AA5083-H321 soldadas por FSW [24]

Figura 3.12 Diagrama de equilíbrio potencial-pH para o sistema alumínio-água a
25°C [43]
Figura 3.13 Microestruturas de ligas da série 6xxx (AA6061-T6) em (a) e da série
5xxx (AA5083-O) em (b) [47][45]24
Figura 3.14 Micrografias de MEV para ligas de Al-Fe contendo: 0,04 % em peso
de Fe (a) e 0,11 % em peso de Fe (b) [48]25
Figura 3.15 (a) Imagem de MEV obtida para a amostra AA5083 após imersão de
6 h em solução aerada de 3,5% NaCl (b) Detalhes da região corroída (c) EDS do
precipitado destacado em (b) [51]26
Figura 3.16 Mecanismo proposto para nucleação de pites nas regiões adjacentes
aos precipitados ricos em Fe [52]27
Figura 3.17 Mecanismos de corrosão para a liga Al-Si. Em (a) Material
deformado severamente e em (b) como fundido [53]28
Figura 3.18 Esquema do mecanismo de corrosão nas partículas de Mg2Si [54].
Figura 3.19 Simulação do perfil de temperatura máxima atingida em cada região
a partir do centro da região soldada por FSW [55]32
Figura 4.1 Fluxograma das atividades experimentais desenvolvidas durante este
trabalho
Figura 4.2 Junta AA6181-T4/Ti-6AI-4V como recebida: (a) topo da solda; (b)
detalhe da região soldada; (c) imagem transversal da junta soldada37
Figura 4.3 Junta AA5754-H22/Ti-6AI-4V como recebida: (a) topo da solda; (b)
detalhe da região soldada; (c) imagem transversal da junta soldada37
Figura 4.4 Representação do corte transversal e dos corpos de prova utilizados
para microscopia ótica

Figura 4.5 Região onde foi realizado o mapeamento de dureza. (a) superfície da
liga AA6181 e (b) superfície da liga AA5754 39
Figura 4.6 Corpo de prova (liga AA6181) utilizado para a realização do ensaio de
corrosão intergranular 41
Figura 4.7 Corpo de prova (liga AA5754) utilizado para a realização do ensaio de
corrosão intergranular 42
Figura 4.8 Vista esquemática da célula eletroquímica (a), eletrodo de trabalho
(b) e sistema que foram utilizados na realização dos ensaios eletroquímicos (c).
Figura 5.1 Imagem macroscópica da superfície da junta soldada AA6181-T4/Ti-
6AI-4V
Figura 5.2 Microscopia ótica das distintas regiões de soldagem: (a) MB, (b) ZTA,
(c) ZTMA e (d) ZM 47
Figura 5.3 Imagem de microscopia eletrônica das distintas regiões de soldagem:
(a) e (d) MB; (b) e (e) ZTA; (c) e (f) ZM 49
Figura 5.4 Mapeamento de microdureza Vickers na superfície da liga AA6181-
T451
Figura 5.5 Curvas de polarização potenciodinâmica obtidas em solução de
0,01M de NaCI e 0,1M de Na2SO4 para as diferentes regiões de soldagem da
liga AA6181 52
Figura 5.6 Potencial de corrosão (Ecorr) e potencial de pite (Epite) para as
diferentes regiões de soldagem da liga AA618154
Figura 5.7 Morfologia dos pites formados na superfície da liga AA6181 após o
ensaio de polarização potenciodinâmica em solução 0,01 M NaCl e 0,1 M

Na2SO4 nas diferentes regiões de soldagem: MB (a), ZTA/ZTMA (b) e ZM (c e
d)
Figura 5.8 MEV do aspecto superficial da liga de alumínio AA6181 soldada por
FSpW após o ensaio de imersão em solução de peróxido de hidrogênio (H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> )
e cloreto de sódio (NaCl): MB ((a) e (d)), ZTA ((b) e (e)) e ZM ((c) e (f))59
Figura 5.9 MEV do aspecto transversal da liga de alumínio AA6181 soldada por
FSpW após o ensaio de imersão em solução de peróxido de hidrogênio (H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> )
e cloreto de sódio (NaCl): MB ((a) e (d)), ZTA ((b) e (e)) e ZM ((c) e (f))61
Figura 5.10 Imagem macroscópica da superfície da junta soldada AA5754-
H22/Ti-6Al-4V
Figura 5.11 Microscopia ótica das distintas regiões de soldagem: (a) MB, (b) ZTA,
(c) ZTMA e (d) ZM63
Figura 5.12 Imagem de microscopia eletrônica das distintas regiões de
soldagem: (a) e (d) MB; (b) e (e) ZTA; (c) e (f) ZM65
Figura 5.13 Mapeamento de microdureza Vickers na superfície da liga AA5754-
H2267
Figura 5.14 Curva de polarização potenciodinâmica obtida em solução de 0,01M
de NaCl e 0,1M de Na2SO4 para as diferentes regiões de soldagem da liga
AA575469
Figura 5.15 Potencial de corrosão (Ecorr) e potencial de pite (Epite) para as
diferentes regiões de soldagem da liga AA575470
Figura 5.16 Morfologia dos pites formados na superfície da liga AA5754 após o
ensaio de polarização potenciodinâmica em solução 0,01 M NaCI e 0,1 M
Na2SO4 nas diferentes regiões de soldagem: MB (a e b), ZTA (c e d) e ZM (e).

Figura 5.17 MEV do aspecto superficial da liga de alumínio AA5754 soldada por
FSpW após o ensaio de imersão em ácido nítrico (70%): MB ((a) e (d)), ZTA ((b)
e (e)) e ZM ((c) e (f))
Figura 5.18 MEV do aspecto da secção transversal da liga de alumínio AA5754
soldada por FSpW após o ensaio de imersão em ácido nítrico (70%): MB ((a) e
(d)), ZTA ((b) e (e)) e ZM ((c) e (f))75

xviii

## SÍMBOLOS E ABREVIAÇÕES

E<sub>pite</sub> potencial de pite E<sub>corr</sub> potencial de corrosão FSpW soldagem por fricção por ponto MO microscopia ótica MEV microscopia eletrônica de varredura MB metal de base ZTA zona termicamente afetada ZTMA zona termo-mecanicamente afetada ZM zona de mistura

### Letras gregas

- $\beta$  fase beta (Mg<sub>2</sub>Si) na liga 6xxx
- $\beta$  fase beta (Al<sub>3</sub>Mg<sub>2</sub>) na liga 5xxx

хх

### 1 INTRODUÇÃO

É perceptível na evolução da indústria a tentativa de uma produção mais sustentável, que alie a qualidade dos produtos com a preservação do meio ambiente. Em um mesmo sentido, essa evolução visa reduzir tanto os custos de produção como de manutenção, fatores importantes para a indústria automobilística, aeronáutica e aeroespacial. Para isso, os materiais devem possuir baixa densidade, alta resistência mecânica e boa resistência à corrosão, sendo possível desta maneira, a produção de peças mais leves com uma durabilidade maior.

As ligas de alumínio (Al) e de titânio (Ti) possuem estas características, apresentando baixa densidade quando comparado com as ligas de ferro (Fe), 2,9 g/cm<sup>3</sup> (Al) e 4,5 g/cm<sup>3</sup> (Ti) ante os 7.9 g/cm<sup>3</sup> do Fe. A resistência mecânica do Al pode variar entre 45 a 700 MPa, enquanto que a do Ti varia entre 200 e 1300 MPa. Além das ligas de Ti possuírem uma resistência mecânica mais elevada, elas apresentam uma maior resistência à corrosão que o alumínio, pois o óxido formado na superfície do Ti permanece estável em uma maior variedade de ambientes, como por exemplo soluções salinas, o que proporciona uma maior durabilidade ao componente produzido com este material [1].

No entanto, a produção de uma peça de Ti tem um custo maior que a mesma peça produzida em Al. No sentido de encontrar um meio termo, entre a maior durabilidade do Ti e o baixo custo do Al, a indústria vem desenvolvendo as chamadas estruturas multicomponentes de Al-Ti para serem aplicadas por exemplo na fuselagem de aviões. Estas estruturas são chapas de alumínio e titânio sobrepostas soldadas por ponto ou de maneira contínua. Entretanto, a união de materiais com características químicas e físicas tão distintas é um desafio para a indústria. No caso da soldagem por ponto, os processos mais utilizados atualmente para união de materiais dissimilares, como o Al-Ti, apresentam um gasto energético elevado (Soldagem por resistência) ou aumentam o peso da estrutura (rebitagem).

Uma alternativa para estes processos, é um processo de solda-ponto desenvolvido na Alemanha no instituto HZG - *Helmholtz Zentrum Geesthacht* em

2005 chamado soldagem por fricção por ponto (FSpW, do inglês *Friction Spot Welding*). A soldagem FSpW ocorre no estado sólido e cada junta soldada, sendo materiais dissimilares ou não, requer parâmetros de soldagem específicos a fim de garantir a soldabilidade e que as propriedades mecânicas obtidas sejam satisfatórias. Nesse sentido, estudos recentes [2][3][4] otimizaram os parâmetros de soldagem para juntas dissimilares AI-Ti (AA6181/Ti-6AI-4V e AA5754/Ti-6AI-4V) a fim de obter os maiores valores de resistência mecânica e observaram que mudanças microestruturais ocorriam apenas na chapa de alumínio da junta soldada AI-Ti. Estas alterações podem reduzir a resistência à corrosão localizada da superfície do alumínio que permanecerá exposta ao ambiente, possibilitando uma falha prematura da junta soldada AI-Ti.

Na literatura são encontrados muitos estudos que avaliam a influência da soldagem no estado sólido na resistência à corrosão em juntas de topo, chapas soldadas lado a lado, entretanto, poucos trabalhos avaliando juntas sobrepostas, chapas soldadas uma sobre a outra, principalmente em juntas de Al-Ti soldadas por FSpW. Deste modo, os fatores descritos acima são a motivação para o desenvolvimento deste trabalho.

### 2 OBJETIVO GERAL

O objetivo deste trabalho é avaliar a influência do processo de soldagem FSpW sobre a resistência à corrosão localizada na superfície do alumínio das juntas dissimilares AA6181/Ti-6AI-4V e AA5754/Ti-6AI-4V.

### 2.1 Objetivos específicos

- Caracterizar as diferentes regiões de soldagem do alumínio das juntas AA6181/Ti-6AI-4V e AA5754/ Ti-6AI-4V soldadas pelo método FSpW por meio de microscopia ótica e eletrônica.
- Avaliar a resistência mecânica ao longo da junta soldada por meio de medidas de microdureza Vickers.
- Caracterizar a resistência à corrosão localizada nas diferentes regiões da junta soldada por meio de ensaios de imersão padronizados para cada liga de alumínio.
- Caracterizar a resistência à corrosão localizada nas diferentes regiões da junta soldada por meio de ensaios de polarização potenciodinâmica.

## **3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA**

Este capítulo apresenta a revisão bibliográfica sobre o assunto proposto ao trabalho. Inicialmente é apresentada uma visão geral sobre o alumínio e um detalhamento maior sobre as ligas utilizadas neste estudo. Posteriormente, é abordado o processo de soldagem por fricção por ponto. Por fim, são descritas a corrosão do alumínio e a corrosão do alumínio em juntas soldadas por processos de soldagem no estado sólido.

### 3.1 Alumínio e suas ligas

O alumínio (AI) é o metal não ferroso mais utilizado no mundo, com um consumo anual por volta de 58 milhões de toneladas em 2016 [5]. Esse elevado consumo deve-se às suas características, como baixa densidade (um terço da densidade do Fe), uma ampla faixa de propriedades mecânicas (de 45 a 700MPa), resultando em elevados valores de resistência específica, assim como uma boa resistência à corrosão [6]. Este fato está relacionado com a variedade de elementos de liga que o AI consegue se combinar e aos diversos tipos de tratamentos termomecânicos aos quais as suas ligas podem ser submetidas, produzindo uma vasta variedade de ligas de alumínio possíveis de serem fabricadas. A Tabela 3.1 apresenta a classificação das ligas de AI baseadas no principal elemento de liga [7].

Tabela 3.1	Nomenclatura	convencionada	pela A	luminum .	Association	para	as
	ligas de alumír	nio na forma de o	chapas	e placas	[7].		

Principal elemento de liga	Nomenclatura
Mínimo de 99% de Alumínio (em peso)	1XXX
Cobre (Cu)	2XXX
Manganês (Mn)	3XXX
Silício (Si)	4XXX
Magnésio (Mg)	5XXX
Magnésio (Mg) e Silício (Si)	6XXX
Zinco (Zn)	7XXX
Outros elementos majoritários	8XXX

O primeiro dígito deste sistema de classificação indica qual elemento de liga está presente em maior quantidade. O segundo dígito está relacionado a possíveis modificações na composição original da liga. Caso seja zero, trata-se da liga originalmente desenvolvida e se houver, quaisquer alterações, serão adicionados um número inteiro de 1 a 9. Os dois últimos dígitos servem para diferenciar as ligas dentro de cada grupo ou indica o seu grau de pureza.

Nota-se que a grande diversidade de ligas e as suas propriedades tornaram este material muito atrativo para a indústria de transportes, como a automobilística, aeronáutica e aeroespacial. Neste setor industrial, a seleção das ligas de Al para aplicação em estruturas e componentes sempre foi um fator importante, de forma que um pequeno número de ligas já se concentra em uma ampla variedade de atividades. Nesse sentido, em aplicações onde a conformabilidade após prensagem é necessária, a escolha mais adequada será uma das ligas da série 6xxx. No entanto, para chapas estruturais, onde a resistência mecânica, absorção de energia de impacto e um bom desempenho em estampagem profunda são importantes, a série 5xxx é a mais indicada [1].

### 3.1.1 Liga da série 6XXX

Nas ligas da série 6xxx, os principais elementos de liga são o magnésio (Mg) e o silício (Si), que se combinam para formar o intermetálico Mg<sub>2</sub>Si através de um tratamento térmico de envelhecimento, que é o principal responsável pelo endurecimento destas ligas. A Figura 3.1 apresenta o diagrama de equilíbrio pseudo-binário Al-Mg<sub>2</sub>Si e é possível observar que a solubilidade do Mg<sub>2</sub>Si (segunda fase  $\beta$ ) cresce com o aumento da temperatura. Desta maneira, através do tratamento térmico de solubilização e envelhecimento é possível controlar a precipitação da segunda fase ( $\beta$ ) a partir de uma solução sólida supersaturada. Este processo visa a formação de precipitados finos coerentes (entre 20 e 100nm) e uniformemente distribuídos ao longo da matriz, e desta forma, resultam em um aumento significativo na dureza do material [8] [9]. Em adição, a presença de impurezas como o Fe e o manganês (Mn) favorece a formação de outros

compostos intermetálicos com o Mg e Si, como o Al (Fe, Mn, Mg, Si), que não contribuem para o aumento na dureza nestas ligas [10].



Figura 3.1 Diagrama de equilíbrio pseudo-binário Al-Mg2Si [8].

Esta classe de ligas de Al além de possuir a capacidade de endurecimento por precipitação, também apresenta boa soldabilidade, extrusabilidade e uma boa resistência à corrosão, o que justificam o seu uso mais frequente na indústria [11].

### 3.1.1.1 Liga 6181-T4

A composição química nominal da liga AA6181-T4 de acordo com *a American Society for Metals* (ASM) está descrito na Tabela 3.2.

Composição (% em peso)									
Liga	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Al
6181	0,8-1,2	0,45	0,10	0,15	0,6-1,0	0,10	0,20	0,10	Bal

Tabela 3.2 Composição química nominal da liga AA6181 [12].

Pode-se destacar a presença de Mg (0,6 - 1,0) e Si (0,8 - 1,2), que são elementos necessários para ser classificada como uma liga da série 6xxx e também para a formação do intermetálico Mg<sub>2</sub>Si. A Figura 3.2 apresenta a microestrutura típica da direção longitudinal e transversal à de laminação da liga AA6181. Note que na direção transversal os grãos possuem uma aparência mais equiaxial do que na direção longitudinal.



Figura 3.2 Microestrutura da liga AA6181 na condição laminada: (a) direção longitudinal à laminação e (b) direção transversal à de laminação [13].

A Tabela 3.3 apresenta as propriedades físicas da liga de alumínio AA6181. Nota-se que a temperatura *solidus* da liga de AI é de 595 °C, e, portanto, os processos de soldagem no estado sólido não deverão ultrapassar essa temperatura, a fim de impedir a formação de qualquer proporção de fase líquida durante a soldagem.

Propriedades físicas da liga AA6181	
Temperatura Solidus (ºC)	595
Temperatura Liquidus (°C)	650
Capacidade de calor específico (J/Kg.K)	896
Coeficiente de expansão térmica (x10 <sup>3</sup> )	23,6
Densidade (g/cm <sup>3</sup> )	2,7
Condutividade térmica (W/m-K)	154

Tabela 3.3 Propriedades físicas da liga AA6181 [14].

A principal utilização desta liga é na indústria automotiva, devido ao bom desempenho mecânico obtido através do tratamento térmico e a facilidade desta liga ser reciclada [13]. O tratamento térmico T4 utilizado na liga deste estudo, indica que um tratamento térmico de solubilização e um envelhecimento natural foi aplicado ao material. Em geral, a temperatura de solubilização utilizada para esta liga é em torno de 515 °C e o envelhecimento natural não demora mais de 4 a 5 dias para estabilizar [6].

### 3.1.2 Liga da série 5XXX

Esta classe apresenta teores em peso de Mg entre 0,5 – 6,0%, sendo a mais importante entre as ligas não tratáveis termicamente. Este fato está associado a boa combinação entre resistência mecânica, resistência à fadiga, resistência à corrosão e conformabilidade, além de serem as mais leves devido apenas a presença de Mg na composição química, o que fez com que fosse aplicada nas indústrias automobilística, naval e aeroespacial [15] [16].

A Figura 3.3 mostra o diagrama de fase do binário Al-Mg. Neste diagrama é possível observar que o Mg possui elevada solubilidade no Al, aproximadamente 14,9 % a 450 °C, mas reduz para 1,7% à temperatura ambiente [6]. Entretanto, a microestrutura destas ligas são muito complexas, já que a presença de impurezas como o Fe, Mn e Si podem resultar na precipitação de compostos intermetálicos e dispersóides (partículas submicrométricas), tais como Al<sub>6</sub> (Fe, Mn), Al<sub>12</sub> (Fe, Mn)<sub>3</sub> Si e Mg<sub>2</sub>Si que retardam a recristalização e o crescimento de grão, e que, em geral, melhoram a ductilidade do produto final [6].



Figura 3.3 Diagrama de fase Al-Mg [6].

Nas ligas da série 5xxx, a resistência mecânica se desenvolve através de encruamento, solução sólida e em menor escala pelo refino de grão. O Mg contribui no desenvolvimento e na manutenção da deformação da rede cristalina durante o processo de encruamento nestas ligas, tendo um efeito importante no aumento da resistência através da redução da tendência à recuperação dinâmica e no rearranjo das discordâncias [17]. Entretanto, a presença do Mg em excesso nestas ligas, teores acima de 3%, aumenta a probabilidade da formação da fase β (Al<sub>3</sub>Mg<sub>2</sub>) [12]. Esta fase está relacionada com a redução do efeito endurecedor do Mg nestas ligas, devido a diminuição da quantidade deste elemento em solução sólida na matriz, e no aumento da suscetibilidade à corrosão intergranular e sob tensão, resultado da precipitação preferencial no contorno de grão durante uma prolongada exposição em temperaturas entre 50 e 200 °C [18].
#### 3.1.2.1 Liga 5754-H22

A liga AA5754-H22 foi desenvolvida para aplicação na indústria automobilística, naval e aeroespacial e possui composição química de acordo com a ASM é apresentada na Tabela 3.4.

Tabela 3.4 Composição química nominal da liga AA5754 [12].

Composição (% em peso)										
Liga	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Mn + Cr	Al
5754	0,40	0,40	0,10	0,50	2,6-3,6	0,30	0,20	0,15	0,10-0,6	Bal

A quantidade de Mg (entre 2,6 e 3,6% em peso) promove um endurecimento por solução sólida, assim como por processamento mecânico e refinamento de grão [19]. Como a quantidade de Mg pode exceder 3%, existe a possibilidade da formação do intermetálico Al<sub>3</sub>Mg<sub>2</sub> dependendo da temperatura e tempo de exposição em serviço, o que pode tornar o material suscetível à corrosão sob tensão e/ou intergranular. Além disso, a presença de impurezas, como o Fe, Mn e o Si, promove a precipitação de intermetálicos indesejáveis, conforme pode ser observado na Figura 3.4, pois não contribuem para o aumento na dureza e podem ser regiões preferenciais para início de corrosão localizada.



Figura 3.4 Microestrutura da superfície do metal de base da liga 5754: (a) grãos recristalizados de alumínio (microscopia ótica) (MO) e (b) intermetálicos precipitados na matriz (microscopia eletrônica de varredura) (MEV) [20].

A Tabela apresenta as propriedades físicas da liga de alumínio AA5754. Como na liga AA6181 a temperatura máxima do processo de soldagem não pode exceder a temperatura *solidus* (595 °C), para não formar nenhuma porção líquida durante a soldagem.

Propriedades físicas da liga AA5754	
Temperatura Solidus (°C)	595
Temperatura Liquidus (°C)	645
Capacidade de calor específico (J/Kg.K)	897
Coeficiente de expansão térmica (x10 <sup>3</sup> )	23,6
Densidade (g/cm <sup>3</sup> )	2,69
Condutividade térmica (W/m-K)	135
Condutividade elétrica (%IACS)	34

Tabela 3.5 Propriedades físicas da liga AA5754 [14].

Esta liga é tipicamente utilizada na forma de chapas para fins estruturais, como na construção de navios, carroceria de veículos, rebites, equipamentos para indústria de pesca, máquinas para processamento de alimentos, soldas químicas e estruturas nucleares [21]. Esta liga possui tratamento H22, o que significa que a liga de alumínio foi deformada a frio e parcialmente recozida até uma resistência à tração de um quarto da resistência da que é produzida pelo tratamento de encruamento a frio mais duro (H28) [22]. Esta condição é a que

apresenta a melhor resistência à corrosão e estampabilidade combinados com resistência mecânica superior ao obtido na totalmente recozido [23].

#### 3.2 Soldagem por fricção por ponto (FSpW)

A soldagem no estado sólido foi desenvolvida pelo The Welding Institute (TWI) na Inglaterra com a tecnologia de soldagem por fricção e mistura (FSW, do inglês *friction sitr welding*) em 1991. Este processo de soldagem linear ocorre em temperaturas na qual não ocorra nenhuma formação de líquido no material, sendo que durante a soldagem, o calor é gerado pelo atrito entre uma ferramenta não consumível e a superfície da peça a ser soldada. Como a união ocorre no estado sólido, problemas de soldagem que ocorrem durante a solidificação, como trincamento a quente e porosidade, foram resolvidos por meio deste processo [24]. Desde então, foi possível realizar a união de diversos tipos de metais, como os aços, metais não ferrosos e metais dissimilares, até materiais considerados não soldáveis antigamente, como as ligas de alumínio da série 2xxx e 7xxx, foram soldados com sucesso [25].

Entretanto, o processo FSW não permite a utilização em processos de uniões pontuais de chapas sobrepostas. Para isso, o instituto alemão Helmholts-Zentrum Geesthacht (HZG) desenvolveu uma derivação do FSW, chamado processo de soldagem por fricção por ponto (FSpW). Este processo tem elevada eficiência energética, elevada velocidade de soldagem, reprodutibilidade, compatibilidade ambiental e boa qualidade superficial, o que resulta em uma alternativa mais vantajosa aos processos de soldagem por resistência (RSW, do inglês *Resistance spot welding*), que tem um elevado custo operacional, assim como ambas produzem juntas com propriedades mecânicas inferiores [26] [27] [28].

### 3.2.1 Princípio do processo de soldagem

O processo FSpW fundamenta-se na união pontual de chapas sobrepostas no estado sólido sem furo residual, executado por uma ferramenta cilíndrica não consumível composta por três componentes móveis com sistemas de atuação independentes: anel de fixação, camisa e pino. O anel de fixação é importante para manter o contato entre as chapas durante a soldagem e para evitar a perda de material (rebarba). A camisa e o pino rotacionam e podem penetrar no material de forma independente. A Figura 3.5 apresenta as ferramentas utilizadas no processo de soldagem FSpW.





A Figura 3.6 apresenta o esquema do processo de soldagem que foi utilizado na união das juntas utilizadas neste estudo. No estágio um, o anel de fixação pressiona ambas as chapas, superior e inferior, enquanto que o pino e a camisa começam a rotacionar até atingir uma velocidade pré-estabelecida (velocidade de rotação). No estágio dois, a camisa penetra na chapa superior até atingir uma profundidade especificada (profundidade de penetração) no procedimento de soldagem, deslocando um volume de material plastificado pelo calor para a cavidade que foi criada pela retração do pino. Neste estágio, a camisa e o pino ficam rotacionando por um determinado tempo, chamado de tempo de permanência ou tempo de mistura, que visa melhorar e assegurar a mistura do material plastificado. No estágio três, tanto a camisa quanto o pino voltam as suas posições iniciais (nível da superfície da chapa) e o volume de material plastificado é pressionado pelo pino para dentro da solda a fim de preencher o espaço deixado pela retração da camisa. Por fim, no estágio quatro, o anel de fixação junto com a camisa e pino são retirados da chapa e no local fica o botão de solda completamente preenchido com um mínimo ou nenhum recuo da superfície [29].



Figura 3.6 Desenho esquemático indicando as etapas do processo FSpW [2].

## 3.2.2 Regiões de soldagem

A macroestrutura resultante da soldagem pelo processo FSpW apresenta diferenças em relação a outros processos de soldagem no estado sólido e pode ser dividida em regiões segundo o desenho esquemático da secção transversal apresentado na Figura 3.7. Nota-se a existência de quatro regiões: O metal de base (MB), a zona termicamente afetada (ZTA), a zona termomecanicamente afetada (ZTMA) e a zona de mistura (ZM). Cada uma destas regiões apresentam diferentes características mecânicas e físicas, e que dependem dos parâmetros de processo que foram escolhidos para a confecção da junta soldada [30].



Figura 3.7 Desenho esquemático das diferentes regiões de soldagem de uma junta soldada pelo processo FSpW cortada na secção transversal [14].

O MB é a região mais distante da região soldada e não sofre influência nem do calor nem da deformação gerada pelo processo de soldagem, portanto, as características microestruturais permanecem inalteradas.

A ZTA é a região que sofre a influência apenas do ciclo térmico proveniente do processo de soldagem. Nesta região, as alterações metalúrgicas, como recuperação, recristalização e crescimento de grão, são dependentes apenas do ciclo térmico. Também é possível ocorrer mudanças no formato e no tamanho dos precipitados existentes na liga soldada.

A ZTMA é a região de transição entre a ZTA e a ZM. Nesta região tanto o ciclo térmico como a deformação imposta pelo processo de soldagem agem sobre a microestrutura promovendo uma deformação e um alongamento dos grãos.

A ZM é a região central da solda e apresenta um alto grau de deformação e aquecimento, sendo suficientes para recristalizar o material dinamicamente. Portanto, esta região é composta por pequenos grãos recristalizados e equiaxiais.

## 3.3 Juntas soldadas dissimilares entre alumínio e titânio

A união de materiais dissimilares permite uma combinação entre as propriedades e as características de cada um deles. Nesse sentido, a soldagem

entre alumínio (AI) e o titânio (Ti) busca equilibrar as características destes materiais, reduzindo o custo e o peso pela adição do AI, mantendo a resistência mecânica e a resistência à corrosão através do Ti. Entretanto, as diferenças químicas e físicas entre esses materiais dificultam a união, principalmente a soldagem por fusão, pois ocorre a formação de intermetálicos frágeis nas interfaces dessas juntas.

Processos de união utilizados atualmente para unir o Al com o Ti são principalmente por junção mecânica, como a rebitagem, entre duas ou mais peças [31]. Este processo possui boa aceitação na indústria e apresenta algumas vantagens interessantes, como a possibilidade de unir quaisquer tipos materiais mesmo sem apresentarem compatibilidade química e também existe a possibilidade da reciclagem após o uso. Entretanto, o aumento de peso na estrutura pela adição de material e a formação de concentradores de tensões e redução da resistência à corrosão localizada são indesejáveis, o que torna necessário o desenvolvimento de processos que superem estas deficiências. Desta maneira, um dos processos que se destacam é a soldagem no estado sólido, como os processos de soldagem por fricção [32] [33]. Estes processos são utilizados principalmente para a soldagem de juntas de topo, lado a lado, e visam a soldagem de um cordão de solda contínuo.

Entretanto, a substituição de processos de uniões pontuais, como a rebitagem e a soldagem por resistência (RSW), também são necessárias. Nesse sentido, o processo de soldagem *Friction Spot welding*(FSpW) foi desenvolvido. Este processo realiza a soldagem de juntas sobrepostas, uma sobre a outra, através de uniões pontuais. A configuração de juntas sobrepostas permite combinar propriedades de materiais, como a resistência mecânica e à corrosão do Ti e o baixo custo e peso do Al. Outro fator relacionado a chapas sobrepostas é o fato de evitar o aparecimento de células galvânicas entre materiais ou ligas dissimilares como ocorre em juntas de topo (lado a lado), devido ao fato de que cada material fica exposto a ambientes separados.

Este processo de soldagem, FSpW, obteve resultados satisfatórios na soldagem de materiais dissimilares, como Al-Al, Al-Mg, Al-Aço, entre outros [34][35]. Como cada material possui características e propriedades específicas

diferentes, existe a necessidade de estudos que visam avaliar uma ampla combinação dos parâmetros de processo para obter e garantir as melhores propriedades mecânicas para cada nova união entre materiais distintos. Nesse sentido, os estudos realizados por Athos e colaboradores [2][3][36] foram importantes para encontrar a melhor combinação entre propriedade mecânica e parâmetro de soldagem de duas novas juntas dissimilares sobrepostas de Al-Ti, AA6181-T4/Ti-6Al-4V e AA5754-H22/Ti-6Al-4V. Os autores observaram que a união entre as chapas de Al e de Ti se dava pela formação de uma intermetálico (TiAl<sub>3</sub>) e que após um mapeamento de dureza das secções transversais, não foi encontrada variação no valor da dureza na chapa do Ti, sendo concluído pelos autores, que o processo de soldagem promoveu pouca ou nenhuma mudança microestrutural na chapa do Ti. A Figura 3.8 apresenta a camada de intermetálico (TiAl<sub>3</sub>) que é formado na interface da junta soldada Al-Ti (a) e o mapeamento de dureza realizado na secção transversal da solda (b). Estes resultados indicam que a soldagem da junta sobreposta Al-Ti por meio do processo FSpW não promoveu alterações microestruturais significativas na chapa do Ti devido ao fato dos valores de dureza obtidos na secção transversal permanecer inalterados. Assim sendo, o presente trabalho, que é uma continuidade do trabalho realizado por Athos e colaboradores [4][36], será focado principalmente na resistência à corrosão da superfície do Al.



Figura 3.8 Representação da camada de intermetálico (TiAl<sub>3</sub>) formado na interface da junta soldada AI-Ti (a) e mapeamento de dureza realizado na secção transversal da solda (b) [4].

#### 3.4 Evolução microestrutural

A evolução microestrutural é dependente do ciclo térmico imposto pelo processo de soldagem. Dessa maneira, conhecer as temperaturas atingidas em cada região e o tempo de exposição fornecerá dados importantes para analisar as possíveis mudanças microestruturais no material. Athos e colaboradores durante o seu trabalho avaliaram um ciclo térmico gerado pelo processo de soldagem FSpW para as juntas AA6181-T4/Ti-6AI-4V (a) e AA5754-H22/Ti-6AI-4V (b), que é apresentado na Figura 3.9. Nota-se na Figura 3.9 (a) que os termopares foram posicionados nas regiões do pino, camisa e anel de fixação e as temperaturas atingiram um máximo de 540 °C no pino, 519 °C na camisa e 376 °C no anel de fixação para uma rotação de 2500 rpm e tempo de mistura de 3 s. Na Figura 3.9 (b), é possível observar três condições de tempo de mistura, 2 s, 5 s e 8 s, sendo que a temperatura foi medida na região do pino e que a rotação das ferramentas foi de 2000 rpm. Estas temperaturas são inferiores as temperaturas solidus destas ligas, 595 °C para ambas as ligas [6].



Figura 3.9 Ciclo térmico gerado pelo processo FSpW para a junta soldada AA6181-T4/Ti-6AI-4V (a) e AA5754-H22/Ti-6AI-4V (b) [14].

Em ligas de alumínio endurecidas por precipitação, como as ligas da série 6xxx, estas temperaturas podem promover modificações na microestrutura e nas propriedades nestas regiões. Gallais e colaboradores [37] avaliaram a precipitação na liga AA6056 soldada por FSW e observaram que por volta de 200 °C ocorreu a dissolução das zonas de Guinier-Preston (GP), que são grupos

de soluto enriquecidos ordenados e coerentes com a matriz, e que podem apresentar um ou dois planos de átomos de espessura. Esta dissolução é seguida por uma precipitação das fases endurecedoras  $\beta$ ",  $\beta$ ' e a fase Q em temperaturas variando entre 230 a 350 °C, sendo que a fase Q só estará presente caso exista a adição de cobre (Cu) nas ligas. Estes precipitados ( $\beta$ ",  $\beta$ ' e Q) são semicoerentes com a matriz, e a sua contribuição nos valores de dureza são menores que as zonas de GP. Em temperaturas na ordem de 450 °C ocorre a precipitação da fase  $\beta$  e a sua dissolução ocorre em temperaturas em torno de 550 °C [37]. De acordo com o ciclo térmico apresentado na Figura 3.9 (a) notase que as temperaturas atingidas durante o processo de soldagem FSpW (temperatura máxima de 550 °C) são suficientes para causar modificações na microestrutura e nas suas propriedades da liga AA6181-T4 baseado nos resultados obtidos por Gallais e colaboradores [37] para a liga AA6056 soldada pelo processo FSW. A Figura 3.10 mostra a influência das modificações microestruturais para a liga endurecida artificialmente 6063 soldada por FSW na dureza obtido para as diferentes regiões de soldagem durante um estudo realizado por Sato e colaboradores [38]. É possível observar através das imagens de MEV que conforme os precipitados vão coalescendo, o valor da dureza vai diminuindo até atingir um mínimo, na região C. Sendo que a região da solda (região destacado por D), os precipitados foram dissolvidos e ocorre um leve aumento na dureza por solução sólida. Entretanto, para as ligas endurecidas naturalmente, como a liga AA6061-T4, Shen e colaboradores [39] ao avaliar a microestrutura e as propriedades mecânicas de uma junta soldada por FSpW desta liga, observaram um aumento na dureza na região da solda, que associaram à redução do tamanho de grão devido ao mecanismo de recristalização dinâmica que ocorre nesta região. No entanto, este aumento na dureza da zona de mistura não é observado para a liga AA6063 endurecida artificialmente, conforme observado na Figura 3.10, o que mostra que outros mecanismos podem estar envolvidos neste aumento da dureza. Neste caso, um outro mecanismo de endurecimento que pode estar associado é a precipitação que ocorre naturalmente na liga AA6061, o que promove um endurecimento na

zona de mistura, e que no caso da liga AA6063, este endurecimento necessita de um tratamento térmico.



Figura 3.10 Imagens de microscopia eletrônica de varredura (TEM) para distintas regiões de soldagem (a) e a variação de dureza ao longo da junta soldada (b) [38].

Já em ligas da série 5xxx, que são ligas endurecidas por deformação, as temperaturas atingidas em cada região de soldagem podem promover recuperação, recristalização e crescimento de grão, levando a uma perda da dureza do material. A Figura 3.11 apresenta os valores de dureza obtido para as ligas AA5083-O e AA5083-H321 soldadas por FSW. Nota-se que a liga AA5083-H321 apresenta uma queda na dureza conforme se aproxima da região soldada, este fato segundo Threadgill e colaboradores [24] está associado a perda do trabalho de deformação devido ao ciclo térmico imposto pelo processo de soldagem, e como a liga AA5083-O é totalmente recozida, não é possível observar uma variação de dureza na zona termicamente afetada (ZTA).

Como foi observado na Figura 3.11, as características do MB são importantes para a determinação da influência do ciclo térmico, no caso das ligas totalmente recozidas (condição –O), pouca ou nenhuma influência é observado, enquanto que em ligas deformadas, pode resultar em mudanças microestruturais. Sabe-se que quanto maior a deformação imposta, maior será a dureza e a energia armazenada na estrutura, portanto, ligas mais endurecidas necessitam de uma energia menor para sofrer recuperação, recristalização e crescimento de grão. Esse fato fica evidenciado nos trabalhos de Frankel e colaboradores [40] e Débora e colaboradores [41]. Frankel e colaboradores [40] avaliando a microestrutura e a dureza da liga AA5454-H34 soldada por FSW, observaram uma queda na dureza na ZTA, resultado da microestrutura recristalizada encontrada nesta região. Enquanto que Débora e colaboradores [41] avaliando a microestrutura da liga AA5754-H111, condição de deformação mais branda que a –H34, soldada por FSPW, não identificaram a presença de recristalização na ZTA.



Figura 3.11 Valores de dureza obtidos para a secção transversal das ligas AA5083-O e AA5083-H321 soldadas por FSW [24].

## 3.5 Corrosão de Al e suas ligas

O alumínio geralmente apresenta uma elevada resistência à corrosão em atmosferas naturais, água natural, água salgada, alguns tipos de solos e produtos químicos, assim como produtos alimentícios. Por conta disso, as suas ligas são amplamente utilizadas em diversos tipos de seguimentos industriais, como o setor de transportes, a indústria de bebidas, em indústrias químicas, entre outras. Esta elevada resistência à corrosão está relacionada a formação de uma camada de óxido (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) protetora na superfície do alumínio. Esta camada permanece protegendo o alumínio em uma ampla faixa de potencial dentro da região de pH entre 4 a 8,5, como apresentado no diagrama de Pourbaix [42] da Figura 3.12.



Figura 3.12 Diagrama de equilíbrio potencial-pH para o sistema alumínio-água a 25°C [43].

De acordo com Smialowska e colaboradores [44], a presença de intermetálicos na matriz da liga de alumínio reduz significativamente a resistência à corrosão localizada e o comportamento destes precipitados dependem principalmente da diferença de potencial entre eles e a matriz de Al. Desta maneira, intermetálicos que apresentam um potencial mais nobre que a matriz atuam como cátodos, o que faz com que a matriz de Al dissolva preferencialmente. Caso contrário, agiriam como ânodo, resultando na sua dissolução ao invés da matriz.

Nesse sentido, a presença ou adição de elementos de liga pode favorecer a precipitação destes intermetálicos, o que reduziria a resistência à corrosão localizada da liga de alumínio. De acordo com Donatus e colaboradores [45], avaliando a suscetibilidade a corrosão de uma junta dissimilar entre uma liga da série 6xxx, AA6082, e uma liga da série 5xxx, AA5083, soldada por FSW, observaram precipitados ricos em Fe e o intermetálico Mg<sub>2</sub>Si em ambas as ligas e o precipitado Al<sub>3</sub>Mg<sub>2</sub> apenas na liga AA5083. Esta última fase, geralmente está presente quando uma liga com teores em peso de Mg acima de 3% fica exposta em temperaturas entre 50 e 200 °C durante tempos prolongados [46]. A Figura 3.13 apresenta microestruturas de ligas de alumínio das séries 6xxx e 5xxx, onde é possível observar precipitados ricos em Fe, região A na Figura 3.13(a) e precipitados mais claros na Figura 3.13(b), e o intermetálico Mg<sub>2</sub>Si, sendo os precipitados mais escuros tanto na Figura 3.13(a) como na Figura 3.13(b).



Figura 3.13 Microestruturas de ligas da série 6xxx (AA6061-T6) em (a) e da série 5xxx (AA5083-O) em (b) [47][45].

Primeiro, os precipitados de Fe, descritos acima, estão sempre presentes na microestrutura quando o teor em peso de Fe é maior que 0,04%, conforme observaram Ambat e colaboradores [48] ao avaliarem o efeito na resistência à corrosão de intermetálicos em ligas contendo diferentes concentrações de Fe. A Figura 3.13 apresenta a dependência da precipitação de intermetálicos ricos em Fe com a composição da liga. Além disso, dependendo da composição da liga de alumínio, outros elementos químicos podem estar presentes neste precipitado, como o Mg, o Mn e o Si.



Figura 3.14 Micrografias de MEV para ligas de AI-Fe contendo: 0,04 % em peso de Fe (a) e 0,11 % em peso de Fe (b) [48].

Do ponto de vista do comportamento corrosivo, a literatura mostra que estes precipitados ricos em Fe apresentam um comportamento catódico com relação a matriz de AI. Yasakau e colaboradores [49], avaliando os precipitados existentes na matriz da liga de alumínio AA5083, identificaram o potencial Volta e observaram que estes precipitados ricos em Fe apresentavam potenciais maiores que a matriz de AI, portanto, apresentam um caráter catódico com relação a matriz de AI. Corroborando com os resultados acima, Birbilis e colaboradores [50] observaram que o precipitado rico em Fe também apresentava um comportamento catódico ao avaliar as características eletroquímicas deste intermetálico. A Figura 3.15 mostra a dissolução preferencial da matriz de AI da liga AA5083 adjacente ao precipitado rico em Fe, resultado do comportamento catódico deste intermetálico com relação a matriz de AI da liga AA5083 adjacente ao precipitado rico em Fe, resultado no estudo realizado por Aballe e colaboradores [51]. Note que neste caso, o precipitado também possui cromo (Cr), pois na composição da liga este elemento estava presente.



Figura 3.15 (a) Imagem de MEV obtida para a amostra AA5083 após imersão de 6 h em solução aerada de 3,5% NaCI (b) Detalhes da região corroída (c) EDS do precipitado destacado em (b) [51].

O mecanismo de corrosão para estes precipitados foi proposto por Park e colaboradores [52] que avaliando a influência dos intermetálicos ricos em Fe na nucleação preferencial de pites em soluções aeradas de NaCl, observaram que em estágios iniciais a dissolução ao redor dos precipitados era independente do tamanho deles, entretanto em estágios posteriores, se torna dependente do tamanho do intermetálico.

Neste modelo, os intermetálicos suportam a redução catódica do oxigênio o que resulta em um aumento do pH localmente, como demonstrado na Figura 3.16. A matriz de alumínio, então, começa a dissolver lentamente nesta solução alcalina, formando pequenas cavidades ao redor dos intermetálicos, Figura 3.16 (b). Em estágios posteriores, a dissolução da matriz de alumínio, formando Al<sup>+3</sup>, ocorre mais rapidamente que a reação de formação do hidróxido (Al(OH)<sub>3</sub>). Desta forma, parte dos íons Al<sup>+3</sup> começa a sofrer hidrólise (Al<sup>+3</sup> + 3H<sub>2</sub>O  $\rightarrow$ Al(OH)<sub>3</sub> + 3/2 H<sub>2</sub>), tornando essa região ácida, ou menos básica. Isso permite atingir que as condições necessárias para a formação dos pites estáveis sejam atingidas, Figura 3.16 (c). Esta acidificação, faz com que as regiões corroídas próximas se tornem dependentes dos elétrons provenientes das reações anódicas nesta região mais ácida, cessando as suas próprias reações anódicas de dissolução. Estas regiões anódicas ácidas são mais comuns em precipitados maiores, pois a relação local entre área anódica e catódica será menor nestas regiões, o que favorece a nucleação de pites ao redor destes precipitados. Na Figura 3.16 (d), nota-se que a dissolução da matriz adjacente foi tão intensa que ocorreu um destacamento do precipitado, resultando na formação de pites nessa região.



Figura 3.16 Mecanismo proposto para nucleação de pites nas regiões adjacentes aos precipitados ricos em Fe [52].

Outro modelo semelhante foi proposto por Jiang e colaboradores [53] que ao avaliarem a resistência à corrosão de uma liga de Al-Si processada por deformação plástica severa e como fundida, observaram que a superfície do alumínio apresenta comportamento diferente de acordo com o tamanho dos precipitados quando em soluções salinas. A Figura 3.17 apresenta o mecanismo de corrosão proposto pelos autores. Na Figura 3.17 (a) é mostrado a sequência de corrosão em precipitados pequenos (pós deformação plástica severa) e na Figura 3.17(b) para precipitados grandes (como fundido). Segundo os autores, no estágio inicial ocorre a dissolução da camada passiva na superfície do precipitado, independente do tamanho deste. Entretanto, no estágio seguinte, ocorre a formação de microcélulas galvânicas entre precipitados menores e a matriz de Al, enquanto que nos precipitados maiores, a corrosão por pites se

inicia. No último estágio, a superfície dos precipitados pequenos apresenta uma corrosão uniforme devido à formação de células galvânicas fracas, devido à relação entre a área anódica e catódico ser grande, enquanto que nos precipitados maiores, essa relação é pequena, o que favorece a dissolução da matriz adjacente e a continuação da corrosão por pites.



Figura 3.17 Mecanismos de corrosão para a liga Al-Si. Em (a) Material deformado severamente e em (b) como fundido [53].

Outro precipitado, descrito acima, são os ricos em Mg e Si, o Mg<sub>2</sub>Si, que estão presentes nas ligas da série 6xxx e 5xxx e apresentam um comportamento corrosivo que é dependente do teor de Mg no precipitado. A Figura 3.18 apresenta o esquema do mecanismo de corrosão associado a estas partículas proposto por Zeng e colaboradores [54], que avaliando o mecanismo de corrosão

associado ao precipitados Mg<sub>2</sub>Si e as partículas ricas em Si em ligas da série 6xxx, observaram que no início o precipitado Mg<sub>2</sub>Si apresentava um comportamento anódico com relação a matriz de alumínio, entretanto, a dissolução seletiva do Mg, promoveu um enriquecimento de Si nestas partículas. Este enriquecimento, segundo os autores, foi suficiente para uma mudança no comportamento do precipitado, passado de anódico para catódico, resultando na dissolução da matriz de alumínio adjacente a estes precipitados ricos em Si.



Figura 3.18 Esquema do mecanismo de corrosão nas partículas de Mg2Si [54].

Outro resultado observado pelos autores é com relação ao balanceamento na composição entre Mg e Si. Este balanceamento é importante para saber se após a formação do Mg<sub>2</sub>Si, terá alguma porcentagem destes elementos sem formar precipitados. O número ideal é que a relação entre porcentagem em peso de Mg e Si seja 1,73. Caso a liga possua um valor inferior a este número, significa que uma porcentagem de Si ficará livre na matriz e existirá a possibilidade de formar intermetálicos rico em Si. Estes intermetálicos apresentam um comportamento catódico com relação a matriz, que será dissolvida preferencialmente [54]. Além disso, a presença destes precipitados acelera tanto a dissolução do Mg nos precipitados Mg<sub>2</sub>Si como a mudança no comportamento corrosivo. Este fato, pode influenciar na resistência à corrosão intergranular nestas ligas da série 6xxx, pois mesmo que não ocorra a precipitação uniforme do Mg<sub>2</sub>Si no contorno de grão, a presença de precipitados ricos em Si pode favorecer o aparecimento de um canal de corrosão contínuo nos contornos devido à aceleração da dissolução da matriz adjacente.

Por último, o precipitado Al<sub>3</sub>Mg<sub>2</sub>, conforme descritos acima, está presente apenas em ligas da série 5xxx com teores em peso de Mg acima de 3% dependendo da temperatura e tempo de exposição durante a aplicação. Este precipitado apresenta um comportamento anódico com relação a matriz de alumínio e a sua precipitação ocorre preferencialmente nos contornos de grão. Searle e colaboradores [46] avaliando a resistência a corrosão sob tensão em uma liga AA5083 sensitizada, observaram que a corrosão intergranular está associada a presença de um filme continuo de Al<sub>3</sub>Mg<sub>2</sub> ao longo dos contornos de grão.

Por meio de medidas eletroquímicas, como polarização potenciodinâmica, é possível avaliar a influência dos precipitados descritos acima no comportamento corrosivo da liga de alumínio. A análise da distribuição, do tamanho e localidade dos precipitados será importante para avaliar os resultados obtidos por meio das medidas eletroquímicas. Sabe-se que o precipitado rico em Fe apresenta um comportamento catódico, o Mg<sub>2</sub>Si apresenta um comportamento anódico e depois catódico, enquanto que o Al<sub>3</sub>Mg<sub>2</sub> apresenta um comportamento anódico. A presença e a fração volumétrica destes precipitados na matriz influenciarão nas taxas de reações anódicas e catódicas na matriz que serão medidas durante os ensaios eletroquímicos e na obtenção de parâmetros eletroquímicos como o potencial de corrosão (E<sub>corr</sub>) e potencial de Pite (E<sub>pite</sub>).

O E<sub>corr</sub> é obtido a partir da estabilização entre as taxas de reações anódicas e catódicas presentes ao longo de toda a região analisada. Portanto, do ponto de vista do E<sub>corr</sub>, a fração volumétrica de cada precipitado poderá influenciar na estabilização e valor obtido do E<sub>corr</sub>, logo maiores frações de precipitados catódicos tendem a resultar em um valores mais nobres de E<sub>corr</sub>, enquanto que precipitados anódicos tendem a deslocar o E<sub>corr</sub> para valores mais negativos [51].

No caso do E<sub>pite</sub>, o tamanho dos precipitados é mais importante do que a fração volumétrica dos mesmos, pois este parâmetro se concentra em medir a mudança brusca na densidade de corrente com uma pequena variação de potencial. Desta maneira, de acordo com os mecanismos de corrosão descritos acima (Figura 3.16 e Figura 3.17), quanto maior os precipitados mais rápido será

formado um pite, resultando em valores de E<sub>pite</sub> menos nobres. Enquanto que em precipitados pequenos, será mais difícil a formação de pites, o que resulta em valores de E<sub>pite</sub> mais nobres para essas regiões.

### 3.6 Corrosão de ligas de alumínio soldadas no estado sólido

Os estudos recentes envolvendo corrosão em juntas soldadas por processos no estado sólido, se concentram principalmente no processo de soldagem FSW. Este processo de soldagem é um processo linear, e mesmo sendo no estado sólido, apresenta diferenças para processos de soldagem pontuais, como o processo FSpW, portanto, este fato justifica e torna importante o presente estudo.

O processo, FSpW, sendo no estado solido não apresenta os problemas decorrentes da soldagem por fusão relacionados, principalmente, com a solidificação do metal líquido, como segregação, trincas, entre outros. Entretanto, como qualquer soldagem, este processo também apresenta ciclos térmicos, que podem modificar a resistência à corrosão nas diferentes regiões de soldagem. Nesse sentido, é importante conhecer a microestrutura do metal base (MB), quais os tipos, a distribuição e o tamanho dos precipitados encontrados na matriz, assim como se a liga é endurecida por precipitação ou por deformação, para poder entender o efeito do ciclo térmico na microestrutura do material.

Desta maneira, na secção anterior foram apresentados os precipitados que geralmente são encontrados nas ligas da série 6xxx e 5xxx, como os ricos em Fe, Mg<sub>2</sub>Si e o Al<sub>3</sub>Mg<sub>2</sub> dependendo das condições de serviço. Como o Al possui elevada condutividade térmica e as temperaturas atingidas pelo processo de soldagem FSpW são elevadas, em torno de 550 °C, os precipitados Mg<sub>2</sub>Si e Al<sub>3</sub>Mg<sub>2</sub> podem sofrer a influência do ciclo térmico imposto pelo processo de soldagem. Nesse sentido, Frigaard e colaboradores [55] propuseram um modelo para o fluxo de calor para as regiões adjacente a soldagem FSW a partir de medidas de temperatura utilizando termopares e simularam um perfil de temperatura máxima atingida para cada região de soldagem ao longo de 20 mm,

que está apresentado na Figura 3.19. Nota-se que a temperatura de 200 °C observada já é suficiente para modificar a microestrutura de ligas de alumínio, conforme observado por Edwards e colaboradores [9] que avaliaram a sequência de precipitação da liga AA6061 utilizando calorímetro diferencial de varredura (DSC), e que a partir desta temperatura (200 °C) já observaram mudanças microestruturais (coalescimento das zonas de GP), e em temperaturas maiores, da ordem de 450 °C, notaram a ocorrência da precipitação da fase Mg<sub>2</sub>Si.



Figura 3.19 Simulação do perfil de temperatura máxima atingida em cada região a partir do centro da região soldada por FSW [55].

De acordo com Svenningsen e colaboradores [56], que para avaliar o efeito do tratamento térmico em alta temperatura na resistência à corrosão intergranular de uma liga AIMgSi(Cu), utilizaram uma simulação computacional do resfriamento desta liga e encontraram que a fase Mg<sub>2</sub>Si inicia a sua formação em 500 °C e atinge um máximo a 330 °C. Estas temperaturas são alcançadas durante o processo de soldagem FSpW, conforme observado na Figura 3.9. Portanto, nas regiões mais afastadas, como a ZTA, as temperaturas alcançadas podem ser suficientes para promover uma precipitação ou um coalescimento dos precipitados Mg<sub>2</sub>Si e Al<sub>3</sub>Mg<sub>2</sub>, podendo resultar em uma variação nas propriedades de resistência à corrosão localizada nesta região. Esta variação causaria uma diminuição do Ecorr obtido para esta região em relação ao MB, devido ao aumento nas taxas de reações anódicas a partir do crescimento da fração volumétrica dos precipitados anódicos. Assim como uma possível diminuição na resistência à corrosão localizada, no caso das ligas da série 5xxx, caso ocorrer a precipitação do Al<sub>3</sub>Mg<sub>2</sub> nos contornos de grão.

Enquanto que nas regiões soldadas mais centrais, como a ZM e a ZTMA, as temperaturas alcançadas, da ordem de 550 °C, podem ser suficientes para promover uma solubilização destes precipitados, o que poderia alterar a sua resistência à corrosão localizada. De acordo com Dilip e colaboradores [57] que ao avaliarem a microestrutura de uma junta dissimilar AA2219 e AA5083 soldada por FSW não observaram precipitados endurecedores na ZM e justificaram que a alta taxa de resfriamento envolvida no processo de soldagem nesta região não permitiu que a reprecipitação de Mg<sub>2</sub>Si e Al<sub>3</sub>Mg<sub>2</sub> ocorresse. Nestas regiões, pelo fato de não ter a presença destes precipitados, espera-se que somatória de todas as reações anódicas na matriz seja menor, o que resultaria em um aumento no E<sub>corr</sub> obtido nestas regiões.

No entanto, como a fração volumétrica destes precipitados pode ser muito menor que a fração volumétrica dos precipitados ricos em Fe, o que tornaria a contribuição na resistência à corrosão localizada muito pequena e difícil de ser analisada. Segundo Donatus e colaboradores [45], avaliando a suscetibilidade a corrosão de uma junta dissimilar entre AA5083 e AA6082 soldada por FSW, observaram que a maior influência na resistência à corrosão localizada era dos precipitados ricos em Fe, que apresentavam os maiores tamanhos e as maiores frações volumétricas entre os precipitados encontrados na matriz.

Estes precipitados ricos em Fe, apresentam temperaturas *solvus* entre 575 e 635 °C, e portanto, não seria solubilizado pois durante o processo de soldagem estas temperaturas não são alcançadas, o que faria com que a sua fração volumétrica permanecer igual nas diferentes regiões de soldagem [58]. Entretanto, o processo de deformação em alta temperatura gerado pela rotação da camisa e do pino promove uma quebra destes precipitados na ZM, podendo atingir tamanhos tão pequenos que dificultam a contagem da fração por meio de MEV [59]. Além disso, o processo de soldagem produz uma melhor distribuição dos precipitados com relação ao MB, o que diminui a intensidade das células galvânicas e as interações entre elas.

Portanto, os precipitados encontrados nas ligas das séries 6xxx e 5xxx (ricos em Fe, Mg<sub>2</sub>Si e Al<sub>3</sub>Mg<sub>2</sub>) podem influenciar as propriedades de resistência à corrosão localizada e as características específicas do processo de soldagem FSpW também. Desta maneira, o presente trabalho é importante para avaliar a viabilidade do processo de soldagem FSpW de uma junta dissimilar Al-Ti do ponto de vista da resistência à corrosão localizada das diferentes regiões de soldagem.

# 4 MATERIAIS E MÉTODOS

O fluxograma da Figura 4.1 apresenta esquematicamente os ensaios experimentos que foram realizados durante o desenvolvimento deste trabalho.



Figura 4.1 Fluxograma das atividades experimentais desenvolvidas durante este trabalho

## 4.1 Materiais

Neste trabalho foram utilizadas duas juntas soldadas de maneira sobreposta pelo método FSpW de Al-Ti, sendo uma junta das ligas AA6181-T4/Ti-6Al-4V e a outra AA5754-H22/Ti-6Al-4V. As chapas utilizadas da liga AA6181 apresentam 1,5 mm de espessura e a condição T4 indica que o material foi solubilizado e envelhecido naturalmente. Enquanto que as chapas da liga AA5754 apresentam 2,0 mm de espessura e a condição H22 indica que o material foi endurecido por deformação e parcialmente recozido. A liga de Ti-6Al-4V, com espessuras de 1,5 mm (AA6181) e 2,5 mm (AA5754), apresentava-se na condição forjada e recozida a 190 °C durante 6 horas e resfriada ao ar. A Tabela 4.1 apresenta a composição química (porcentagem em peso) das ligas de Al e a Tabela 4.2 mostra a composição química pelos fabricantes destes materiais.

Matarial	Elemento (% em peso)								
	AI	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	
AA5754-H22	Bal.	0,15	0,2	0,05	0,08	3,1	0,012	0,01	
AA6181-T4	Bal.	0,85	0,25	0,06	0,09	0,74	0,013	0,012	

Tabela 4.1 Composição química das ligas de alumínio (% em peso).

Tabela 4.2 Composição química da liga de titânio (% em peso).

Material		Elemento (% em peso)							
	Ti	AI	Fe	V	С	0	Ν	Н	
Ti-6Al-4V	Bal.	6,25	0,14	3,91	0.023	0,126	0,003	0,002	

As juntas soldadas foram fornecidas pelo instituto de pesquisa alemão HZG. Na confecção das juntas soldadas foram utilizados os parâmetros de soldagem descritos na Tabela 4.3. Estes parâmetros foram escolhidos após a realização de um estudo prévia realizado pelo Athos Plaine e colaboradores [14], que identificaram estes parâmetros como os que apresentaram as melhores propriedades após a soldagem.

	Juntas soldadas					
Parâmetros de soldagem	AA6181/Ti-6AI-4V	AA5754/Ti-6AI-4V				
Velocidade de rotação (RPM)	2500	2000				
Profundidade da penetração (mm)	1,4	1,8				
Tempo de mistura (s.)	3	2				
Pressão do anel (kN)	12	12				
Ø Anel de fixação (mm)	18	18				
Ø Luva (mm)	9	9				
Ø Pino (mm)	6,4	6				

Tabela 4.3 Parâmetros de soldagem utilizados no processo de soldagem FSpW.

Neste estudo foi avaliada a influência do processo de soldagem FSpW na resistência à corrosão apenas na superfície do AI soldado, pois conforme descrito anteriormente, a superfície da liga de Ti não sofreu alterações

microestruturais significativas [4]. A Figura 4.2 e Figura 4.3 mostram as juntas soldadas AA6181-T4/Ti-6AI-4V e a AA5754-H22/Ti-6AI-4V como recebidas, respectivamente. A junta AA6181-T4/Ti-6AI-4V apresenta dimensões de 49,0 por 26,0 mm, enquanto que a junta AA5754-H22/Ti-6AI-4V possui dimensões de 47,0 mm por 26,0 mm.



Figura 4.2 Junta AA6181-T4/Ti-6AI-4V como recebida: (a) topo da solda; (b) detalhe da região soldada; (c) imagem transversal da junta soldada.



Figura 4.3 Junta AA5754-H22/Ti-6AI-4V como recebida: (a) topo da solda; (b) detalhe da região soldada; (c) imagem transversal da junta soldada.

# 4.2 Caracterização microestrutural

A caracterização microestrutural dos corpos de prova foi realizada pelas seguintes técnicas:

- Microscopia ótica (MO) com luz polarizada após o ataque eletrolítico da superfície do AL com a solução Barker's para identificar a microestrutura presente nas regiões de soldagem: MB, ZTA, ZTMA e ZM.
- Mapeamento de microdureza Vickers para avaliar o efeito das mudanças microestruturais na dureza e identificar as transições entre as regiões de soldagem.
- Microscopia eletrônica de varredura (MEV) para avaliar a composição química das fases presentes na microestrutura do AI.

# 4.2.1 Microscopia Ótica (MO) e Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

Para a caracterização microestrutural, os corpos de prova foram previamente cortados na transversal, conforme Figura 4.4. A avaliação será realizada em uma metade, pois a outra metade se comporta como espelho.



Figura 4.4 Representação do corte transversal e dos corpos de prova utilizados para microscopia ótica.

Os corpos de prova foram cuidadosamente lixados até granulação 1500 e polidos com suspensão de alumina 1,0 µm e atacados de maneira eletrolítica com o reagente Barker's (5 mL de HBF<sub>4</sub> em 200 mL H<sub>2</sub>O) à 20 V por 120 s e as microestruturas resultantes foram observadas em MO com luz polarizada.

Para determinar as fases presentes e suas composições químicas em cada uma das distintas regiões de soldagem, os corpos de prova atacados foram repolidos com suspensão de alumina 1,0 µm e analisados em um microscópio eletrônico de varredura da marca FEI Magellan 400 L acoplado com detector de energia dispersiva de raios-X (EDS).

### 4.3 Mapeamento da dureza

Para avaliar a influência do processo de soldagem na dureza ao longo da superfície do Al soldado foi realizado um mapeamento de microdureza Vickers. A Figura 4.5 apresenta a região que foi submetida a este mapeamento em cada uma das juntas soldadas. As impressões foram realizadas com carga de 300 g, um tempo de carregamento de 10 s e espaçamento entre as identações de 0,5 mm. Após a obtenção das medidas, foi construído um mapa utilizando o programa SigmaPlot. Para a realização das análises, a superfície das ligas AA6181 e AA5754 foi lixada até granulação 1200 e polidas com suspensão de alumina 1,0 µm. Um microdurômetro da marca Shimadzu, modelo HMW-2 foi utilizado para a realização das medidas.



Figura 4.5 Região onde foi realizado o mapeamento de dureza. (a) superfície da liga AA6181 e (b) superfície da liga AA5754.

#### 4.4 Ensaio de Imersão

As temperaturas atingidas nas diferentes regiões de soldagem devido ao ciclo térmico imposto pelo processo FSpW, podem aumentar a suscetibilidade à corrosão intergranular nas ligas de alumínio através da precipitação de fases deletérias, como a fase Mg<sub>2</sub>Si nas ligas da série 6xxx e Al<sub>3</sub>Mg<sub>2</sub> nas ligas da série 5xxx. Por esse motivo, é necessário um estudo da influência do processo de soldagem FSpW na resistência à corrosão intergranular na superfície das ligas AA6181 e AA5754 soldadas.

### 4.4.1 Ensaio de corrosão intergranular da liga AA6181-T4

Com o objetivo de avaliar a resistência à corrosão intergranular das diferentes regiões de soldagem da liga AA6181 soldada por FSpW foi realizado ensaio de imersão em solução de peróxido de hidrogênio (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) e cloreto de sódio (NaCl), conforme a norma ASTM G 110 - *Standard Practice for Evaluating Intergranular Corrosion Resistance of Heat Treatable Aluminum Alloys by Immersion in Sodium Chloride* + Hydrogen Peroxide Solution [60].

Para a realização do ensaio foi utilizado como corpo de prova uma junta soldada embutida em resina a frio de maneira que só a superfície da liga AA6181 soldada (dimensões 49,0 mm x 26,0 mm) estivesse em contato com a solução. Após o embutimento, a superfície foi lixada até granulação 1200 e polida com suspensão de alumina 1,0 μm. Posteriormente, o corpo de prova, Figura 4.6, foi submetido a um procedimento de limpeza através da imersão em solução contendo ácido nítrico (70%) e ácido fluorídrico (48%) em temperatura de 93 °C por um minuto. Em seguida, o corpo de prova foi lavado em água e imerso em ácido nítrico (70%) por um minuto. Após esse período, a amostra foi lavada e secada em ar seco.

Após o procedimento de limpeza, o corpo de prova foi imerso imediatamente em solução contendo 57 g de NaCl e 10 mL de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (30%) que foram diluídos em 1,0 L de água, respeitando a relação mínima de solução e área superficial do corpo de prova previsto em norma, 5 mL/cm<sup>2</sup>. O ensaio foi

realizado durante 24 horas na temperatura de 30 °C. Após o ensaio, a superfície e a região transversal foram analisados por MEV.



Figura 4.6 Corpo de prova (liga AA6181) utilizado para a realização do ensaio de corrosão intergranular.

# 4.4.2 Ensaio de corrosão intergranular da liga AA5754-H22

Afim de avaliar a resistência à corrosão intergranular das diferentes regiões de soldagem da liga AA5754 soldada por FSpW foi realizado ensaio de imersão em ácido nítrico (70%), conforme a norma ASTM G 67 -*Standard Test Method for Determining the Susceptibility to Intergranular Corrosion of 5XXX Series Aluminum Alloys by Mass Loss After Exposure to Nitric Acid (NAMLT Test)* [61].

Para a realização do ensaio foram utilizados dois corpos de prova, um do MB e outra da região da solda. Ambos os corpos de prova com dimensões de 20,0 mm x 20,0 mm. Os corpos de prova foram embutidos em resina a frio para somente as suas respectivas superfícies ficassem expostas em solução durante o ensaio. Em seguida, ambos os materiais foram lixados até granulação 1200 e polidos em suspensão de alumina 1,0 µm. A Figura 4.7 apresenta os corpos de prova utilizados no ensaio de imersão. Posteriormente, foi realizado um procedimento de limpeza através de imersão em solução de 5% de hidróxido de sódio (NaOH) à 80 °C por um minuto, seguido por lavagem em água. Na

sequência, os corpos de prova foram imersos por 30 s em ácido nítrico (70%), limpos em água e secos.

Após o procedimento de limpeza, os corpos de prova foram imersos imediatamente em ácido nítrico (70%), respeitando a relação mínima de solução e área superficial da amostra prevista em norma, que é de 30 L/m<sup>2</sup>, e/ou a completa imersão do corpo de prova na solução [61]. O ensaio foi realizado durante 24 horas à 30 °C. Posteriormente, a presença de um ataque intergranular nos materiais estudados, a profundidade do ataque corrosivo e as regiões preferenciais para início deste tipo de corrosão foram analisadas por MEV.



Figura 4.7 Corpo de prova (liga AA5754) utilizado para a realização do ensaio de corrosão intergranular.

## 4.5 Ensaios eletroquímicos

Na realização dos ensaios eletroquímicos foi utilizada uma célula eletroquímica plana de três eletrodos, com área de exposição de 0,215 cm2 (0,523 cm de diâmetro). Foi utilizado um contra-eletrodo de platina (área >5 cm<sup>2</sup>) e um eletrodo de referência de prata/cloreto de prata (Ag/AgCl). Neste tipo de célula eletroquímica, o corpo de prova deve estar plano e um recipiente vazio é fixado através de porcas e arruelas na superfície do corpo de prova. Foi utilizado um O-ring para evitar vazamentos de solução e riscos na superfície durante a montagem da célula.

Foram realizados ensaios eletroquímicos em três distintas regiões, a saber: metal de base (MB), zona termicamente afetada/zona

termomecanicamente afetada (ZTA/ZTMA) e zona de mistura (ZM). Antes de cada medida, os eletrodos de trabalho foram cuidadosamente lixados até granulação 600, limpos com água destilada e imersos na solução de ensaio. A Figura 4.8 ilustra o sistema utilizado na realização dos ensaios eletroquímicos.



Figura 4.8 Vista esquemática da célula eletroquímica (a), eletrodo de trabalho (b) e sistema que foram utilizados na realização dos ensaios eletroquímicos (c).

## 4.5.1 Polarização potenciodinâmica

Para determinar o potencial de corrosão (E<sub>corr</sub>) e o potencial de pite (E<sub>pite</sub>), foram realizados ensaios de polarização potenciodinâmica em solução de 0,01 M de NaCl e 0,1M de sulfato de sódio (Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) a 25 °C. A escolha desta solução foi um importante fator para facilitar a obtenção e identificação dos valores de  $E_{corr}$  e  $E_{pite}$ . Segundo Monetta e colaboradores [62], que avaliando o efeito do tratamento térmico e parâmetros de soldagem no comportamento corrosivo da liga AA6056 soldada por FSW, observaram que em soluções de 3,5% de NaCl aeradas a região passiva era pequena, o que dificultava a distinção entre  $E_{corr}$  e  $E_{pite}$ . Já Lee e colaboradores [63], avaliando o efeito da adição de íons sulfato em solução de 0,01 M de NaCl na corrosão por pite em alumínio puro, observaram um aumento da região passiva, o que proporcionou uma distinção melhor entre  $E_{corr}$  e  $E_{pite}$ . Os autores propuseram que os íons sulfato retardam a incorporação dos íons cloreto no filme passivo, o que resulta no atraso para ocorrer a quebra do mesmo. Devido à alta irreprodutibilidade das curvas potenciodinâmicas, foram feitas 7 medidas para cada região de soldagem. A partir dos valores obtidos foi feita uma tabela e calculado a média e o desvio padrão.

Imediatamente após a imersão do eletrodo de trabalho na solução, iniciouse o ensaio com uma limpeza catódica, onde a superfície foi polarizada catodicamente -1 V<sub>Ag/AgCI</sub> durante 2 minutos para reduzir qualquer óxido formado no ar. Em seguida, a amostra permaneceu por 30 minutos em circuito aberto até atingir um potencial estável. Este potencial foi utilizado como potencial de circuito aberto (E<sub>oc</sub>). Logo após, se iniciou uma varredura de potencial partindo de 300 mV abaixo do E<sub>oc</sub>, no sentido anódico, a uma taxa de 1mV/s, o ensaio foi finalizado após um aumento brusco e repentino na densidade de corrente, para evitar um ataque corrosivo profundo. O potencial na qual ocorreu esse aumento brusco foi definido como E<sub>pite</sub>. Os locais preferenciais de nucleação e a morfologia dos pites após os ensaios foram observados por MEV. As medidas foram realizadas em um potenciostato Gamry, modelo Reference 3000, em conjunto com os softwares DC 105<sup>TM</sup> DC Corrosion, para aquisição dos dados, e Echem Analyst<sup>TM</sup>, para a visualização e tratamento dos dados.

# 5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Neste capitulo são apresentados, inicialmente, os resultados experimentais da caracterização microestrutural das juntas soldadas de forma separada. A seguir, são apresentados os resultados experimentais dos ensaios eletroquímicos e os ensaios de imersão realizados para cada junta soldada. As juntas soldadas serão analisadas separadamente por se tratarem de ligas de alumínio com diferentes classes e mecanismos de endurecimento.

### 5.1 Junta AA6181-T4/Ti-6AI-4V.

### 5.1.1 Caracterização microestrutural

#### 5.1.1.1 Microscopia ótica (MO) e eletrônica (MEV)

A Figura 5.1 mostra a macroestrutura da superfície do Al da junta AA6181-T4/Ti-6AI-4V cortada longitudinalmente na secção transversal, onde é possível notar quatro diferentes regiões: Metal de base (MB), Zona termicamente afetada (ZTA), Zona termo-mecanicamente afetada (ZTMA) e a zona de mistura (ZM), que compreende a região de mistura da camisa e do pino.



Figura 5.1 Imagem macroscópica da superfície da junta soldada AA6181-T4/Ti-6AI-4V.

A Figura 5.2 apresenta em detalhes as regiões do MB (a), ZTA (b), ZTMA (C) e ZM (d) que foram destacadas na Figura 5.1 e identificadas após o mapeamento de dureza. Nota-se que o MB (Figura 5.2 (a)) exibe uma estrutura equiaxial, com os grãos orientados aleatoriamente e com tamanho similar entre eles. Na Figura 5.2 (b), que representa a ZTA, não foi possível visualizar uma mudança microestrutural significativa por meio das imagens de MO, notando-se apenas uma pequena alteração no tamanho dos grãos na ZTA em comparação com o MB[39]. A Figura 5.2 (c) mostra que a ZTMA apresenta uma estrutura distorcida, com os grãos orientados na mesma direção de rotação da camisa, sentido horário, que é o resultado do processo de deformação em alta temperatura que ocorre naquela região [25]. Na Figura 5.2(d), uma microestrutura homogênea pode ser claramente observada, resultado do processo de recristalização dinâmica que ocorre devido a uma deformação em alta temperatura mais intensa nesta região. Além disso, pode ser observado que o tamanho de grão é menor na ZM do que o tamanho de grão do MB. Estes resultados são semelhantes aos obtidos por Sheikhi e colaboradores [64] que avaliaram a influência dos parâmetros de soldagem nas propriedades mecânicas da liga AA6181-T4 soldada por FSW e observaram que em determinadas combinações destes parâmetros, a ZM apresenta uma redução de 40 % no seu
tamanho de grão em comparação ao MB. E Gao e colaboradores [65] avaliando a microestrutura de uma liga Al-Li soldada por FSpW associaram a redução do tamanho de grão na ZM ao processo de recristalização dinâmico que ocorre nesta região.



Figura 5.2 Microscopia ótica das distintas regiões de soldagem: (a) MB, (b) ZTA, (c) ZTMA e (d) ZM.

A Figura 5.3 mostra as imagens de MEV das regiões: MB ((a) e (d)), ZTA ((b) e (e)) e a ZM ((c) e (f)). No MB (Figura 5.3 (a) e (d)) é possível observar dois tipos de precipitados, um com uma coloração mais clara e com maior tamanho e outro mais escuro com menor tamanho, que estão dispersos uniformemente ao longo da matriz. Por meio da análise de composição química por EDS (Tabela 5.1), é possível observar que o precipitado com coloração mais clara é rico em Fe, Si, Mn e Mg, enquanto que os precipitados escuros são ricos em Si e Mg.

A presença de precipitados enriquecidos em Fe, possivelmente pode estar relacionada a composição química do material e o tratamento térmico, devido ao fato de que a liga estudada apresenta um teor em peso de Fe de 0,25 (Tabela 4.1) e a solubilidade máxima deste elemento no Al é de 0,05% em peso a 655°C, o que torna possível a formação destes precipitados durante a solidificação e a dificuldade da sua solubilização durante tratamentos térmicos subsequente devido a sua estabilidade termodinâmica [1][66][48]. Por outro lado, os precipitados escuros são fases Mg<sub>2</sub>Si e são formadas durante a fabricação da liga ou por meio da precipitação coerente de uma solução sólida supersaturada durante o envelhecimento natural em baixas temperaturas, resultando na dureza da liga [1][45].

Na ZTA, Figura 5.3 (b) e (e), é possível observar os mesmos precipitados encontrados no MB. Entretanto, existe um ligeiro aumento no tamanho dos precipitados Mg<sub>2</sub>Si nesta região. Resultados similares foram observados por Donatus e colaboradores [45] e Gallais e colaboradores [37], que trabalhando com a soldagem por fricção de ligas da série 6xxx encontraram um aumento no tamanho dos precipitados na ZTA. Este fato está relacionado ao ciclo térmico imposto pelo processo de soldagem, onde as temperaturas atingem em torno de 450°C, resultando no coalescimento e perda da coerência do Mg<sub>2</sub>Si, e consequentemente, o seu efeito endurecedor [37]. Estas variações podem ser visualizadas mais facilmente por meio de microscopia eletrônica de transmissão (MET), entretanto, esta análise está fora do escopo deste trabalho.

Na ZM, Figura 5.3 (c) e (f), somente é possível observar precipitados de AI (Fe, Si, Mn, Mg), que geralmente apresentam um tamanho menor e são distribuídos mais uniformemente na matriz quando comparado com a ZTA e MB. Este fato é resultado do processo de deformação em alta temperatura gerado pelo processo de soldagem que quebra os precipitados em tamanhos menores. Estes resultados corroboram com os reportados por Yang e colaboradores [59], avaliando uma liga de alumínio da série 2xxx soldada por FSW, identificaram uma redução no tamanho dos precipitados na ZM, que foi associado ao efeito de fragmentação das partículas maiores do MB. Por outro lado, não foi possível visualizar a presença de precipitados Mg<sub>2</sub>Si na ZM por meio das imagens de

MEV e este fato pode estar relacionado a dois fatores: primeiro, a temperatura alcançada nesta região (em torno de 540°C), que é próximo ou superior ao ponto de fusão do Mg<sub>2</sub>Si, e segundo, a quebra dos precipitados em tamanhos muito pequenos, tornando difícil sua detecção por meio de MEV [66][37].



Figura 5.3 Imagem de microscopia eletrônica das distintas regiões de soldagem: (a) e (d) MB; (b) e (e) ZTA; (c) e (f) ZM.

		(	Compo	Procipitados				
Região soldada	Ponto	Al	Mg	Si	Fe	Mn	0	Frecipitados
MB	а	80,22	1,03	5,56	12,72	0,47	-	Al(Fe,Si,Mg,Mn)
MB	b	74,64	10,64	12,17	2,65	0,00	-	Mg <sub>2</sub> Si
ZTA	С	84,27	1,20	6,71	7,35	0,47	-	Al(Fe,Si,Mg,Mn)
ZTA	d	75,38	8,78	10,92	0,72	0,26	3,94	Mg <sub>2</sub> Si
ZM	е	70,22	0,72	7,72	17,55	3,79	-	Al(Fe,Si,Mg,Mn)

Tabela 5.1 Análise de EDS das regiões destacadas na Figura 5.3 (d-f).

# 5.1.1.2 Mapeamento de dureza

A Figura 5.4 apresenta o mapeamento de microdureza Vickers na superfície do Al soldado por FSpW. Através deste mapeamento, não há uma

mudança significativa no valor de dureza (aproximadamente 90 HV<sub>0,3</sub>) entre a região de 0,0 mm e 8,0 mm, portanto, este intervalo foi considerado como MB. A partir da posição 8,0 mm se inicia a região da ZTA com a redução na dureza, devido a influência do ciclo térmico imposto pelo processo de soldagem. O menor valor de dureza observado é de 75 HV<sub>0,3</sub>, sendo atingido na posição de 12,5 mm e o término da ZTA ocorre em torno de 14,0 mm com um ligeiro aumento na dureza. Estes resultados corroboram com as Figura 5.2 e Figura 5.3, assim como com os estudos realizados por Shen e colaboradores [39] para a liga 6061-T4 soldada por FSpW, onde o menor valor de dureza observado na ZTA foi relacionado aos coalescimento dos grãos e a dissolução ou coalescimento do precipitados de Mg<sub>2</sub>Si, resultado do efeito do ciclo térmico imposto pelo processo de soldagem. Entretanto, pelas imagens de MEV (Figura 5.3) não é possível observar um aumento no tamanho dos grãos nem uma mudança significativa no tamanho dos precipitados nesta região.

Na ZTMA (coloração verde entre 14 e 16 mm), é possível observar um pequeno aumento na dureza, da ordem de 10 HV<sub>0,3</sub> em comparação a ZTA. Este fato está diretamente relacionado a intensa deformação plástica causada pela rotação da camisa, que induz a formação de uma estrutura alongada de grãos, e, consequentemente, um aumento na dureza.

Na ZM (coloração laranja entre 16 e 24 mm), o valor de dureza encontrado é ligeiramente superior (95 HV<sub>0,3</sub>) ao encontrado no MB, resultado da deformação em alta temperatura mais intensa nessa região que na ZTMA, que promoveu o aparecimento de uma microestrutura mais refinada, como grãos e precipitados menores, conforme observado nas imagens de MO e MEV (Figura 5.2 e Figura 5.3). Nota-se que o aumento na dureza na ZM pode estar relacionado com a precipitação coerente de precipitados de Mg<sub>2</sub>Si devido o envelhecimento natural que ocorre nesta liga. Resultado semelhante foi observado por Shen e colaboradores [39] para a liga AA6061-T4 soldada por FSpW.



Figura 5.4 Mapeamento de microdureza Vickers na superfície da liga AA6181-T4.

## 5.1.2 Ensaios eletroquímicos

A Figura 5.5 apresenta as curvas de polarização obtidas em solução de 0,01M de NaCl e 0,1M de Na2SO4 para as diferentes regiões de soldagem da liga AA6181. Nota-se que o comportamento anódico e catódico entre as regiões são bastante similares, com valores de densidade de corrente passiva da ordem de 10<sup>-7</sup> e 10<sup>-6</sup> A/cm<sup>2</sup>. Este resultado é similar aos resultados de densidade de corrente passiva reportados por Monetta e colaboradores [62] para a liga AA6065-T4 soldada por FSW.



Figura 5.5 Curvas de polarização potenciodinâmica obtidas em solução de 0,01M de NaCI e 0,1M de Na2SO4 para as diferentes regiões de soldagem da liga AA6181.

A Tabela 5.2 apresenta os valores de E<sub>pite</sub> e E<sub>corr</sub> médios obtidos após ensaios de polarização potenciodinâmica e de forma gráfica na Figura 5.6. Através da Tabela 5.2, nota-se uma grande dispersão dos resultados obtidos para E<sub>corr</sub> e E<sub>pite</sub>, que estão diretamente relacionados com a diferença na quantidade de precipitados em cada região que altera as taxas de reações anódicas e catódicas, aumentando a irreprodutibilidade do ensaio. De acordo com Aballe e colaboradores [51], a redução na área ensaiada pode favorecer o aumento na dispersão dos resultados obtidos, por este motivo neste estudo foram realizadas sete curvas na mesma posição para cada região de soldagem a fim de evitar uma análise equivocada dos resultados obtidos.

Tabela 5.2 Parâmetros eletroquímicos das diferentes regiões de soldagem da liga AA6181 obtidos a partir das curvas de polarização potenciodinâmica.

Região	Metal	de base	Zona tern afet	nicamente ada	Zona de	mistura
Medidas	E <sub>corr</sub> (mV)	E <sub>pite</sub> (mV)	E <sub>corr</sub> (mV)	E <sub>pite</sub> (mV)	E <sub>corr</sub> (mV)	E <sub>pite</sub> (mV)
1	-835	-230	-864	-286	-826	143
2	-837	-253	-815	-221	-803	99
3	-797	-129	-808	-160	-824	80
4	-798	-166	-802	-188	-813	59
5	-810	-229	-845	-215	-781	233
6	-827	-184	-865	-178	-790	170
7	-797	-189	-842	-112	-791	170
Média e	-814	-197	-834	-194	-804	136
desvio	± 18,2	± 42,9	± 25,6	± 54,5	± 17,6	± 60,8



Figura 5.6 Potencial de corrosão (Ecorr) e potencial de pite (Epite) para as diferentes regiões de soldagem da liga AA6181.

Através da Figura 5.6, é possível observar que o valor para o E<sub>corr</sub> não sofreu uma variação significativa em função das diferentes regiões de soldagem, fato que está associado com as taxas de reações anódicas permanecerem essencialmente inalteradas mesmo com as mudanças microestruturais observadas por MO e MEV. El-menshawy e colaboradores [67] avaliando o efeito do envelhecimento em baixas temperaturas para o alumínio 6061 observaram que a alteração na fração volumétrica de precipitados modificou as taxas de reações anódicas e catódicas, resultando em valores de E<sub>corr</sub> diferentes. No presente estudo, como os valores de E<sub>corr</sub> foram similares para as diferentes regiões de soldagem, é possível assumir que não há uma variação significativa na fração volumétrica dos precipitados e, portanto, a soma das áreas anódicas (matriz) e as áreas catódicas (precipitados) permaneceram iguais.

Entretanto, o valor para o E<sub>pite</sub> na ZM é maior (mais nobre) comparado com o MB e a ZTA/ZTMA, que apresentam valores similares. Estas diferenças nos resultados obtidos para o Epite podem estar relacionadas com o tipo, tamanho e quantidade de precipitados encontrados em cada região de soldagem. No MB, o precipitado maior e em maior quantidade é o Al (Fe, Si, Mn, Mg), como observado na Figura 5.3. De acordo com Aballe e colaboradores [68], estes precipitados exibem um comportamento catódico e formam uma célula galvânica com a matriz, resultando em uma dissolução preferencial do Al. Ademais, o filme passivo formado adjacente a estes precipitados é menos efetivo, resultando em uma diminuição da resistência à corrosão nestes regiões. Além disso, o tamanho dos precipitados também influencia significativamente a resistência à corrosão localizada. Um estudo reportado por Park e Colaboradores [52], mostra que em estágios iniciais a dissolução da matriz é independente do tamanho do precipitado, entretanto, em estágios subsequentes a dissolução da matriz do alumínio é mais intensa ao redor dos precipitados maiores. Resultados similares foram reportados Jiang e colaborados [53] que avaliaram uma liga Al-Si processada por deformação severa, e observaram que a redução no tamanhos dos precipitados pelo processamento mecânico promove a formação de células galvânicas menos intensas nesses precipitados, reduzindo a suscetibilidade à corrosão localizada.

Na ZTA/ZTMA também são encontrados precipitados de Al (Fe, Si, Mn, Mg) com tamanhos similares aos encontrados no MB, conforme observados na Figura 5.3. Este fato também é verificado através do valor de E<sub>pite</sub> encontrado, que é próximo ao observado para o MB. Entretanto, é possível notar que a microestrutura da ZTA/ZTMA apresenta um pequeno aumento nos precipitados Mg<sub>2</sub>Si, que baseado nos resultados obtidos, este precipitado aparenta não influenciar significativamente o valor do E<sub>pite</sub> obtido. De acordo com Donatus e colaboradores [45], a influência de pequenos precipitados, como o Mg<sub>2</sub>Si encontrado nesta liga, na resistência à corrosão localizada é pequeno quando comparado com a contribuição de precipitados maiores e mais abundantes como o Al (Fe, Si, Mn, Mg), o que corrobora com os valores similares para o Epite encontrado nas regiões do BM e da ZTA/ZTMA.

Por outro lado, na ZM, como mencionado anteriormente, o processo de deformação em alta temperatura promove uma guebra e uma homogeneização dos precipitados AI (Fe, Si, Mn, Mg), como pode ser visto na Figura 5.3. Esta mudança microestrutural causa uma redução na intensidade das células galvânicas e uma menor interação entre elas, resultando em uma maior resistência à corrosão localizada, devido a maior dificuldade para a formação de cavidades ao redor dos precipitados menores de Fe. Jiang e colaboradores [53], que avaliaram o aumento na resistência à corrosão de uma liga Al-Si através de processamento por deformação severa, observaram que a redução no tamanho dos precipitados diminuiu a probabilidade da formação de pites pois a relação de área anódica pela catódica era maior que a mesma relação em precipitados maiores, o que promoveu uma alteração na forma de corrosão em estágios posteriores, passando de uma corrosão por pites para uma corrosão uniforme. Os resultados obtidos nesse estudo corroboram com os reportados por Qin e colaboradores [69], Yoshimawa e colaboradores [70], que reportaram que a diminuição no tamanho dos precipitados e a sua melhor homogeneização promove um aumento na resistência à corrosão localizada na ZM.

Entretanto, esta redução e a melhor homogeneização destes precipitados parece ter pouca influência nos valores obtidos de E<sub>corr</sub> para a ZM, o que pode estar relacionado a sua fração volumétrica que não seria alterada durante o processo de soldagem, não modificando, desta maneira, a somatória das taxas de reações catódicas na ZM em relação ao MB, resultando em valores de E<sub>corr</sub> próximos para as distintas regiões de soldagem. Este resultado corrobora com o estudo reportado por Navaser e colaboradores [71], avaliaram o efeito do processamento por fricção na resistência à corrosão por pites e intergranular para a liga AA7075, e observaram um E<sub>corr</sub> semelhante para as regiões processadas e o MB.

A Figura 5.7 mostra o aspecto da superfície do alumínio após o ensaio de polarização potenciodinâmica: MB (a), ZTA/ZTMA (b) e ZM (c-d). É possível observar que o ataque corrosivo ocorre nas regiões adjacentes aos precipitados de AI (Fe, Si, Mn, Mg), este fato é confirmado através de análises de composição química por EDS (Tabela 5.3). No MB (Figura 5.7(a)) e na ZTA/ZTMA (Figura

5.7(b)) um intenso ataque corrosivo na matriz é observado, nota-se também que os pites são mais profundos, o que é consistente com os menores valores de E<sub>pite</sub> obtidos para essas regiões. Na ZM (Figura 5.7 (c) e (d)) também é notado que a nucleação dos pites ocorre nas regiões adjacentes aos precipitados de AI (Fe, Si, Mn, Mg), entretanto, eles são menores do que os observados no MB e na ZTA/ZTMA, o que evidencia um E<sub>pite</sub> mais nobre para esta região.



Figura 5.7 Morfologia dos pites formados na superfície da liga AA6181 após o ensaio de polarização potenciodinâmica em solução 0,01 M NaCl e 0,1 M Na2SO4 nas diferentes regiões de soldagem: MB (a), ZTA/ZTMA (b) e ZM (c e d).

		Composição (% em peso)								
Região soldada	Ponto	AI	Mg	Si	Fe	Mn	0			
MB	а	84.91	1.22	6.69	4.62	0.32	2.24			
ZTA/ZTMA	b	68.22	1.28	14.58	7.23	0.33	7.75			
ZM	С	72.89	0,78	12.02	10.85	0.7	2.77			

Tabela 5.3 Análise por EDS das regiões indicadas na Figura 5.7 (a-c)

## 5.1.3 Ensaios de imersão

A Figura 5.8 mostra o aspecto superficial da liga de alumínio AA6181-T4 soldada por FSpW após o ensaio de imersão em solução de peróxido de hidrogênio (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) e cloreto de sódio (NaCl). Note que o principal mecanismo de corrosão é por pites, mas também é possível observar a existência de um ataque intergranular.

A análise de composição química por EDS dos precipitados indicados na Figura 5.8 e descritos na Tabela 5.4 está de acordo com os resultados obtidos pelos ensaios eletroquímicos, no qual os precipitados possuem um catódico relação comportamento com а matriz, dissolve que se preferencialmente. Esta dissolução preferencial, é resultado da formação de pites, que promove a redução do pH e um crescimento na concentração de íons cloreto localmente, favorecendo um ataque intergranular a partir da parede dos pites formados. Este resultado também foi observado por Monetta e colaboradores [62], que avaliando uma liga AA6056 soldada por FSW encontraram sinais de corrosão intergranular que se iniciou na parede dos pites formados durante ensaio de imersão.

O balanceamento entre as quantidades molares de Mg e Si são fatores importantes para favorecer um ataque intergranular. A relação molar ideal entre Mg e Si para a formação de Mg<sub>2</sub>Si é de 1,73. Deste modo, valores inferiores a este, como o da liga utilizada neste estudo (1,02), possibilita a formação de precipitados de Mg<sub>2</sub>Si, como também de precipitados enriquecidos em Si. O silício apresenta um comportamento catódico com relação a matriz de AI e segundo Zeng e colaboradores [54], estes precipitados promovem um ataque severo da região adjacente aos precipitados e acelera a dissolução preferencial

do Mg no Mg2Si, e mesmo que a distribuição seja descontinua, existe a possibilidade de um ataque corrosivo contínuo na matriz.

Entretanto, através dos resultados obtidos não foi possível evidenciar precipitados enriquecidos somente em Si por meio de análise de composição química por EDS, porém é possível notar elevados teores de Si presente nos precipitados de AI (Fe, Si, Mn, Mg) descritos na Tabela 5.4. Deste modo é possível que o ataque intergranular observado nesta liga, seja consequência dos precipitados de AI (Fe, Si, Mn, Mg), que possivelmente podem atuar como partículas enriquecidas de Si no mecanismo proposto por Zeng e colaboradores [54].



Figura 5.8 MEV do aspecto superficial da liga de alumínio AA6181 soldada por FSpW após o ensaio de imersão em solução de peróxido de hidrogênio (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) e cloreto de sódio (NaCl): MB ((a) e (d)), ZTA ((b) e (e)) e ZM ((c) e (f)).

		Composição (% em peso)								
Região soldada	Ponto	AI	Mg	Si	Fe	Mn	0			
MB	а	77,77	0,73	10,48	6,99	0,42	3,61			
ZTA/ZTMA	b	35,7	1,42	29,65	2,85	0,19	30,19			
ZM	С	82,31	1,11	7,18	4,86	0,57	3,97			

Tabela 5.4 Análise por EDS das regiões indicadas na Figura 5.8 (d-f).

A Figura 5.9 apresenta o aspecto da secção transversal da liga de alumínio AA6181-T4 soldada por FSpW após o ensaio de imersão em solução de peróxido de hidrogênio (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) e cloreto de sódio (NaCl). É possível notar que em todas as regiões de soldagem (MB, ZTA e ZM) o ataque corrosivo foi superficial, apresentando características de corrosão uniforme e por pites ao invés de ataque intergranular. Estes resultados indicam que a temperatura e o tempo que estas regiões foram submetidas pelo ciclo térmico gerado pelo processo de soldagem não foi suficiente para promover uma precipitação nos contornos de grãos que sensitizasse a liga de alumínio afim de provocar uma corrosão intergranular. Este resultado corrobora com o observado por El-menshawy e colaboradores [67], que observaram que amostras que foram solubilizadas e resfriadas em água não apresentaram corrosão intergranular, apenas uma corrosão uniforme.



Figura 5.9 MEV do aspecto transversal da liga de alumínio AA6181 soldada por FSpW após o ensaio de imersão em solução de peróxido de hidrogênio (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) e cloreto de sódio (NaCl): MB ((a) e (d)), ZTA ((b) e (e)) e ZM ((c) e (f)).

## 5.2 Junta AA5754-H22/Ti-6AI-4V

### 5.2.1 Caracterização microestrutural

## 5.2.1.1 Microscopia ótica (MO) e Eletrônica (MEV)

A Figura 5.10 mostra a macroestrutura da superfície do Al da junta AA5754/Ti-6AI-4V cortada longitudinalmente na secção transversal. Nota-se a presença de quatro diferentes regiões de soldagem: metal de base (MB), a zona termicamente afetada (ZTA), a zona termo-mecanicamente afetada (ZTMA) e a zona que de mistura (ZM), que compreende tanto a região de mistura da camisa como a do pino. Além disso, é possível notar que a direção de laminação da chapa do MB é perpendicular ao corte realizado na junta soldada.



Figura 5.10 Imagem macroscópica da superfície da junta soldada AA5754-H22/Ti-6AI-4V.

A Figura 5.11 apresenta em detalhes as regiões do MB (a), ZTA (b), ZTMA (c) e ZM (D) que foram destacadas na Figura 5.10. Observa-se que o MB (Figura 5.11 (a)) tem uma estrutura deformada, com os grãos orientados na vertical, resultado do tratamento de endurecimento de laminação H22 (deformado a frio e parcialmente recozido) em que este material foi submetido. Na Figura 5.11 (b), na qual representa a ZTA, tem-se uma estrutura de grãos equiaxiais diferente da apresentada no MB, que é resultado do ciclo térmico imposto pelo processo de soldagem, que ao elevar a temperatura nesta região, possibilita a mobilidade das discordâncias e favorece a recristalização estática. Portanto, a ZTA apresenta uma transição de uma estrutura deformada para uma estrutura com grãos menores e equiaxiais com uma densidade de discordâncias menor que a apresentada no MB devido a recristalização que ocorre nesta região. Na Figura 5.11 (c) é possível observar que a ZTMA apresenta uma microestrutura recristalizada, como na ZTA, e levemente alongada. Esta estrutura é decorrente de dois fatores: primeiro, temperatura mais elevada nesta região, que recristaliza de forma estática, semelhante ao processo de recristalização da ZTA, e segundo, pela deformação promovida pelo processo de soldagem, que alonga os grãos alinhando-os no sentido da rotação da camisa. Por último, a Figura 5.11 (d) apresenta a microestrutura observada na ZM. Nota-se a presença de uma microestrutura equiaxial, sem orientação preferencial dos grãos, que é resultado

do processo de deformação em alta temperatura imposto pelo processo de soldagem, que promove uma recristalização dinâmica. Ademais, o tamanho dos grãos presentes na ZM é ligeiramente superior aos encontrados na ZTA e ZTMA, resultado do maior aporte térmico do processo de soldagem que permite o crescimento dos grãos nesta região.



Figura 5.11 Microscopia ótica das distintas regiões de soldagem: (a) MB, (b) ZTA, (c) ZTMA e (d) ZM.

A Figura 5.12 mostra imagens de MEV das regiões MB ((a) e (d)), ZTA ((b) e (e)) e ZM ((c) e (f)). No MB (a) e (d) observa-se dois tipos de precipitados, um com uma coloração mais escura, em menor quantidade e de menor tamanho, e outro mais claro, em maior quantidade e de maior tamanho. Através de análise de composição química por EDS (Tabela 5.5), verifica-se que os precipitados escuros são ricos em Mg e Si, enquanto que os mais claros são ricos em Fe, Mn e Mg. Estes precipitados são muito semelhantes aos encontrados na liga

AA6181-T4. Resultados similares foram reportados por Afseth e colaboradores [72] e por Leo e colaboradores [20] que para a mesma liga (AA5754), observaram a presença dos mesmos precipitados. Por outro lado, ao contrário da distribuição uniforme dos precipitados na liga AA6181, a liga AA5754 apresenta uma orientação na distribuição dos precipitados, que é resultado do processo de endurecimento por deformação desta liga que ao deformar e orientar os grãos na direção de laminação, também orienta os precipitados no mesmo sentido.

Na ZTA, Figura 5.12 (b) e (e), observa-se a presença dos mesmos precipitados encontrados no MB, e que estes permanecem orientados no sentido do processo de deformação, o que indica que o processo de recristalização não modificou a distribuição destes precipitados ao longo da matriz. Adicionalmente pelas imagens de MEV da ZTA, Figura 5.12 (b) e (e), não é possível identificar uma variação significativa nem na quantidade e no tamanho dos precipitados em comparação com o MB.

Na ZM, Figura 5.12 (c) e (f), nota-se a existência dos mesmos precipitados encontrados no MB e na ZTA, que são confirmados por meio de análise de composição química (Tabela 5.5). No entanto, a distribuição destes precipitados ao longo da matriz ocorre de forma mais homogênea. Isto se deve a uma mistura e uma melhor distribuição dos precipitados, que é gerado pela deformação em alta temperatura imposta pelo processo de soldagem. Esta deformação também promove uma quebra dos precipitados na ZM, reduzindo seu tamanho médio.



Figura 5.12 Imagem de microscopia eletrônica das distintas regiões de soldagem: (a) e (d) MB; (b) e (e) ZTA; (c) e (f) ZM.

	_							
Região	Ponto			•	_		-	Precipitados
soldada		AI	Mg	Si	Fe	Mn	0	
MB	а	81,88	3,75	0,66	12,63	1,09	0,00	Al(Fe,Si,Mg,Mn)
MB	b	71,15	11,88	11,69	0,00	0,00	5,28	Mg <sub>2</sub> Si
ZTA	С	66,87	2,99	15,62	0,00	0,00	14,52	Mg <sub>2</sub> Si
ZTA	d	82,15	2,85	0,00	13,77	1,23	0,00	Al(Fe,Mg,Mn)
ZM	е	60,14	3,95	19,33	0,00	0,00	16,58	Mg <sub>2</sub> Si
ZM	f	78,90	2,57	0,00	17,17	1,36	0,00	Al(Fe,Mg,Mn)

Tabela 5.5 Análise de EDS das regiões destacadas na Figura 5.12 (d-f).

#### 5.2.1.2 Mapeamento de dureza

A Figura 5.13 apresenta o mapeamento de microdureza Vickers na superfície do Al AA5754-H22 soldado por FSpW. Através deste mapeamento, não se observa uma variação no valor da dureza (aproximadamente 85  $HV_{0,3}$ ) entre a região de 0,0 mm até 10,0 mm, portanto, esta região foi considerada como MB. A partir da posição de 10,0 mm se inicia a região da ZTA com uma redução na dureza, resultado da influência do ciclo térmico imposto pelo

processo de soldagem. Além disso, nesta região se encontra o menor valor de dureza obtido no mapeamento, em torno de 50 HV<sub>0,3</sub> na posição de 17,5 mm. Estes resultados corroboram com os resultados reportados por Fonda e colaboradores [73] que observaram uma queda na ZTA na soldagem por fricção (FSW) da liga de alumínio 5456 e associaram ao ciclo térmico do processo de soldagem que promoveu uma recuperação e uma recristalização nesta região. Além disso, a queda gradual na dureza até a região próxima da ZM, pode ser associada ao aumento na temperatura em cada região conforme se aproxima da ZM, e portanto, resultando em um aumento da mobilidade das discordâncias que favorece a recuperação, recristalização e crescimento de grão e na perda do tratamento H22 do MB.

A ZTMA (coloração verde entre 17,5 e 18,0 mm) apresenta um aumento na dureza, em comparação a ZTA, atingindo valores em torno de 70 HV<sub>0,3</sub>. Este fato está diretamente relacionado a deformação plástica promovida pela rotação da camisa, na qual induz a formação de uma estrutura com os grãos alongados, resultando no aumento na dureza.

Na ZM (região que compreende entre 18,0 e 24,5 mm) distingue-se duas subregiões, uma referente a rotação da camisa (18,0 e 19,5 mm) e uma referente a rotação do pino (19,5 até 24,5 mm). O aumento na dureza nestas subregiões, comparando com a ZTA, pode estar relacionado a fatores como tamanho de grão, densidade de discordâncias e precipitados. A recristalização dinâmica que as subregiões sofrem devido ao processo de deformação em alta temperatura promove uma redução do tamanho de grão em comparação com o observado no MB, como também a quebra e a melhor distribuição dos precipitados, promovendo uma elevação na dureza. No entanto, uma hipótese para a diferença entre a dureza destas subregiões é que a deformação imposta pela camisa e pelo pino sejam diferentes. E a deformação imposta pela camisa, que penetra na superfície do alumínio, seria mais intensa que a deformação imposta pelo pino, que retrai na superfície, o que promove um aumento na densidade de discordâncias e/ou uma maior quebra dos precipitados nesta subregião, resultando em uma maior dureza em comparação com a subregião referente a rotação do pino.



Figura 5.13 Mapeamento de microdureza Vickers na superfície da liga AA5754-H22.

#### 5.2.2 Ensaios eletroquímicos

A Figura 5.14 apresenta as curvas de polarização potenciodinâmica obtidas em solução de 0,01M de NaCl e 0,1M de Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> para as regiões de soldagem (MB, ZTA, ZM) para a superfície da liga de Al AA5754-H22. Nota-se que o comportamento anódico e catódico entre as regiões são muito semelhantes, apresentando valores de densidade de corrente passiva da ordem de 10<sup>-7</sup> e 10<sup>-6</sup> A/cm<sup>2</sup>, que é similar aos resultados encontrados por Jain e colaboradores [74] para a liga AA5083. Através dos ensaios de polarização potenciodinâmica foram extraídos parâmetros eletroquímicos de E<sub>pite</sub> e E<sub>corr</sub>, sendo apresentados na Tabela 5.6 e de forma gráfica na Figura 5.15. Através da Tabela 5.6, pode se observar uma grande variação dos resultados obtidos, que estão diretamente relacionados a microestrutura do material e a distribuição não uniforme dos precipitados ao longo da matriz, que altera as taxas de reações anódicas e catódicas, causando variações nos valores encontrados para cada

curva. De acordo com Aballe e colaboradores [51], realizar ensaios em pequenas regiões contribui para o aumento na discrepância dos valores obtidos.

Através da Figura 5.15, verifica-se que os valores para o  $E_{corr}$  e o  $E_{pite}$ ficaram dentro da dispersão nas diferentes regiões de soldagem, o que dificulta uma análise desses resultados. Entretanto, ao avaliar a média sem a dispersão de cada região de soldagem, é possível observar pequenas diferenças nos resultados, um decréscimo de 20 mV para o  $E_{corr}$  e  $E_{pite}$  na ZTA, e um aumento de 20 mV para os mesmos parâmetros eletroquímicos na ZM, quando comparados ao BM. Esta pequena redução no  $E_{corr}$  e  $E_{pite}$  na ZTA pode estar associada com uma possível precipitação do intermetálico  $\beta$  (Al<sub>3</sub>Mg<sub>2</sub>), que de acordo com a literatura [50] apresenta um comportamento anódico com relação a matriz. Esta precipitação pode ter ocorrido pelas altas temperaturas atingidas nesta região pela influência do ciclo térmico do processo de soldagem.

Na ZM, o aumento nos valores de E<sub>corr</sub> e E<sub>pite</sub> podem estar relacionados com o processo de recristalização dinâmica e a quebra dos precipitados devido a deformação em alta temperatura imposta pelo processo de soldagem FSpW. Como os precipitados de AI (Fe, Si, Mn, Mg) não dissolvem durante o processo de soldagem, as taxas de reações catódicas não se modificam, não influenciando no E<sub>corr</sub>. Entretanto, a microestrutura mais refinada devido o processo de recristalização dinâmica, pode promover a formação de um filme passivo mais uniforme e compacto nesta região, justificando um pequeno aumento no valor médio do E<sub>corr</sub> obtido. Este filme passivo mais uniforme e compacto não teria uma influência significativa para o E<sub>pite</sub>, que é influenciado principalmente pelo tamanho e pela distribuição dos precipitados na microestrutura. Portanto, como foi possível observar na Figura 5.12 (c), a ZM apresenta precipitados menores e melhor distribuídos que no MB, que como mencionado anteriormente, este fato reduz a intensidade das células galvânicas formadas entre a matriz e precipitados, resultando em um aumento no E<sub>pite</sub> [52].

68



Figura 5.14 Curva de polarização potenciodinâmica obtida em solução de 0,01M de NaCI e 0,1M de Na2SO4 para as diferentes regiões de soldagem da liga AA5754.

Tabela 5.6 Parâmetros eletroquímicos das diferentes regiões de soldagem da liga AA5754 obtidos a partir das curvas de polarização potenciodinâmica.

Região	Metal	de base	Zona term afet	nicamente ada	Zona de	mistura
Medidas	Ecorr	Epite	Ecorr (mV)	E <sub>pite</sub> (mV)	E <sub>corr</sub> (mV)	E <sub>pite</sub> (mV)
mounduo	(mV)	(mV)				
1	-732	-317	-861	-440	-776	-267
2	-794	-348	-802	-387	-768	-384
3	-787	-360	-727	-330	-803	-361
4	-878	-397	-863	-403	-787	-262
5	-820	-380	-818	-338	-759	-348
6	-770	-322	-831	-309	-797	-265
7	-830	-379	-861	-430	-793	-381
Média e	-801	-358	-823	-377	-783	-324
desvio	± 45,6	± 30,3	± 48,7	± 51,5	± 16,1	± 56,8



Figura 5.15 Potencial de corrosão (E<sub>corr</sub>) e potencial de pite (E<sub>pite</sub>) para as diferentes regiões de soldagem da liga AA5754.

A Figura 5.16 apresenta o aspecto da superfície do Al após o ensaio de polarização Potenciodinâmica: MB (a-b), ZTA (c-d) e ZM (e). Observa-se que o ataque corrosivo ocorre em regiões adjacentes aos precipitados de Al (Fe, Si, Mn, Mg) e Mg<sub>2</sub>Si, de acordo com a análise de composição química por EDS (Tabela 5.7). No MB (Figura 5.16(a-b)) e na ZTA (Figura 5.16(c-d)) um ataque corrosivo é observado na matriz, que ocorre devido a um comportamento catódico com relação a matriz destes precipitados. Este fato ocorre devido a dissolução preferencial e seletiva do Mg, que promove um enriquecimento de Si nestes precitados passando de um comportamento anódico para um catódico com relação a matriz [54]. Enquanto que o precipitado Al (Fe, Si, Mn, Mg) apresenta sempre um comportamento catódico com relação a matriz [54]. Enquanto que o precipitado Al (Fe, Si, Mn, Mg) apresenta sempre um comportamento catódico com relação a matriz. Também é possível observar que mesmo na ZM o ataque corrosivo ocorre nas regiões adjacentes aos precipitados Al (Fe, Si, Mn, Mg) e Mg<sub>2</sub>Si.

Estes resultados mostram que as regiões adjacentes a estes precipitados são locais preferenciais para nucleação dos pites em todas as regiões de soldagem. Além disso, a intensidade do ataque corrosivo é determinada pela relação de área anódica e catódica localmente, ou seja, pelo tamanho dos precipitados Al (Fe, Si, Mn, Mg) e pelo teor em peso de Si no precipitado Mg<sub>2</sub>Si. Estes resultados corroboram com o modelo proposto por Jiang e colaboradores [53] e Zeng e colaboradores [54] para os precipitados de Al (Fe, Si, Mn, Mg) e Mg<sub>2</sub>Si, onde observaram um ataque corrosivo nas regiões adjacentes a estes precipitados.



Figura 5.16 Morfologia dos pites formados na superfície da liga AA5754 após o ensaio de polarização potenciodinâmica em solução 0,01 M NaCl e 0,1 M Na2SO4 nas diferentes regiões de soldagem: MB (a e b), ZTA (c e d) e ZM (e).

		Composição (em peso%)							
Região soldada	Ponto	Al	Mg	Si	Fe	Mn	0		
MB	А	49,00	2,08	34,92	0,00	0,00	13,99		
MB	В	73,56	1,80	0,35	20,34	1,59	0,00		
ZTA	С	60,37	2,69	26,55	0,25	0,29	9,85		
ZTA	D	81,94	2,75	0,20	13,05	1,10	0,96		
ZM	Е	75,90	2,69	11,04	4,97	1,70	3,70		
ZM	F	62,45	2,61	22,80	0,00	0,00	12,15		

Tabela 5.7 Análise por EDS das regiões indicadas na Figura 5.16 (a-e).

#### 5.2.3 Ensaios de imersão

A Figura 5.17 apresenta o aspecto superficial da liga de Al AA5754-H22 soldada por FSpW após o ensaio de imersão em ácido nítrico (70%). É possível observar uma corrosão localizada ao longo da matriz ao invés de uma corrosão intergranular em nenhuma das regiões de soldagem (MB, ZTA e ZM). A ausência desse tipo de corrosão, pode estar associado a inexistência da precipitação da fase  $\beta$ (Al<sub>3</sub>Mg<sub>2</sub>) nos contornos de grão em todas as regiões de soldagem, resultado do curto tempo de exposição em altas temperaturas que estas regiões foram submetidas durante o processo de soldagem. Portanto, verificae-se que a liga AA5754-H22 soldada por FSpW apresenta uma boa resistência à corrosão intergranular.

A Tabela 5.8 apresenta as análises de composição química por meio de EDS das regiões identificadas na Figura 5.17. Observa-se a presença de precipitados ricos em AI, Fe, Si, Mn, Mg e outro tipo com AI, Mg e O, sendo possível observar um ataque corrosivo nas regiões adjacentes a esses precipitados, o que corrobora com os resultados obtidos nos ensaios eletroquímicos.



Figura 5.17 MEV do aspecto superficial da liga de alumínio AA5754 soldada por FSpW após o ensaio de imersão em ácido nítrico (70%): MB ((a) e (d)), ZTA ((b) e (e)) e ZM ((c) e (f)).

		Composição (% em peso)								
Região soldada	Ponto	Al	Mg	Si	Fe	Mn	0			
MB	А	79,79	2,68	1,00	12,45	1,3	2,75			
MB	В	83,99	3,20	7,01	0,00	0,00	5,81			
ZTA	С	71,77	2,83	0,00	0,00	0,00	25,40			
ZTA	D	88,65	3,59	0,00	5,42	0,46	1,88			
ZM	Е	91,20	3,73	0,00	0,00	0,00	5,07			
ZM	F	72,34	2,69	0,00	0,00	0,00	24,97			
ZM	G	89,80	4,69	0,00	4,24	0,00	1,27			

Tabela 5.8 Análise por EDS das regiões indicadas na Figura 5.17(d-f)

A Figura 5.18 apresenta o aspecto da secção transversal da liga de Al AA5754-H22 soldado por FSpW após o ensaio de imersão em ácido nítrico (70%). Observa-se um ataque corrosivo superficial em todas as regiões de soldagem (MB, ZTA e ZM). No entanto, na ZTA e na ZM é possível notar um ataque corrosivo acentuado em algumas regiões, que pode estar associada a maior quantidade de precipitados na região superficial, que poderiam atuar como uma região preferencial para o início do ataque corrosivo.



Figura 5.18 MEV do aspecto da secção transversal da liga de alumínio AA5754 soldada por FSpW após o ensaio de imersão em ácido nítrico (70%): MB ((a) e (d)), ZTA ((b) e (e)) e ZM ((c) e (f)).

## 6 CONCLUSÕES

#### 6.1 Junta AA6181-T4/Ti-6AI-4V

- O processo de soldagem FSpW promove um refinamento de grão na ZM e uma microestrutura deformada com os grãos alinhados na direção da rotação da camisa na ZTMA. Entretanto, variações microestruturais significativas na ZTA não foram observadas.
- 2. O processo de soldagem FSpW promove uma quebra e uma homogeneização dos precipitados de Al (Fe, Si, Mn, Mg) na ZM, resultando em uma dureza similar ao MB. Entretanto, o ciclo térmico gerado pelo processo de soldagem reduz a dureza na ZTA devido o coalescimento dos precipitados Mg<sub>2</sub>Si.
- 3. Os testes de polarização potenciodinâmica mostram que o potencial de corrosão nas regiões MB, ZTA/ZTMA e ZM não variam significativamente em resposta ao processo de soldagem. No entanto, as mudanças microestruturais promovidas pelo FSpW na ZM elevam a resistência à corrosão por pites nesta região em comparação com o MB e a ZTA/ZTMA.
- 4. A nucleação dos pites ocorre preferencialmente nas regiões adjacentes aos precipitados AI (Fe, Si, Mn, Mg) em todas as regiões estudadas. Além disso, o ataque corrosivo é muito mais intenso no MB e na ZTA/ZTMA devido ao maior tamanho dos precipitados encontrados nestas regiões.
- Os ensaios de imersão mostram um ataque intergranular em todas as regiões de soldagem. Iniciando nas regiões adjacentes aos precipitados Al (Fe, Si, Mn, Mg) e Mg<sub>2</sub>Si e se propagando a partir da parede dos pites formados.

## 6.2 Junta AA5754-H22/Ti-6AI-4V

- As análises de MO mostram que o processo de soldagem FSpW promove uma recristalização dinâmica na ZM, resultando em uma microestrutura equiaxial, assim como uma deformação no sentido da rotação da camisa na ZTMA. A ZTA sofre uma recuperação e recristalização, resultado do ciclo térmico gerado pelo processo de soldagem.
- 2. O processo de soldagem FSpW promove uma quebra e uma homogeneização dos precipitados de Al (Fe, Si, Mn, Mg) e Mg<sub>2</sub>Si na ZM. No entanto, é possível observar regiões com durezas diferentes nesta região, fato este que foi associado a distintas taxas de deformações em cada uma destas regiões. A menor dureza foi observada na ZTA, resultado do processo de recuperação e recristalização estática promovido pelo ciclo térmico do processo de soldagem que gerou uma microestrutura equiaxial com grãos não deformados. A dureza do ZM semelhante ao MB deve-se ao envelhecimento natural posterior a soldagem.
- O potencial de corrosão para as diferentes regiões de soldagem foram similares. No entanto, a redução no tamanho dos precipitados na ZM promove um ligeiro aumento no potencial de pite desta região em comparação com o MB e a ZTA.
- A nucleação dos pites ocorre preferencialmente nas regiões adjacentes aos precipitados AI (Fe, Si, Mn, Mg) e Mg<sub>2</sub>Si em todas as regiões estudadas.
- Ocorre uma corrosão uniforme em todas as regiões de soldagem, sem a presença de corrosão intergranular.

# 7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- 1. Estudar o efeito da soldagem FSpW no filme passivo formado através de medidas de impedância eletroquímica.
- Avaliar a resistência à corrosão das diferentes regiões de soldagem por meio de técnicas microeletroquímicas e técnicas de varredura por eletrodo vibrante (SVET).
- 3. Avaliar o efeito do processo de soldagem na resistência à corrosão por exfoliação na liga AA5754-H22 na junta AA5754-H22/Ti-6AI-4V.

# 8 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- I. P. Polmear, "Light Alloys From Traditional Alloys to Nanocrystals," *Light Alloy.*, vol. 2, pp. 273–277, 2006.
- [2] A. H. H. Plaine, A. R. R. Gonzalez, U. F. H. F. H. Suhuddin, J. F. F. dos Santos, and N. G. G. Alcântara, "The optimization of friction spot welding process parameters in AA6181-T4 and Ti6Al4V dissimilar joints," *Mater. Des.*, vol. 83, pp. 36–41, Oct. 2015.
- [3] A. H. Plaine, A. R. Gonzalez, U. F. H. Suhuddin, J. F. dos Santos, and N. G. Alcântara, "Process parameter optimization in friction spot welding of AA5754 and Ti6Al4V dissimilar joints using response surface methodology," *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, vol. 83, no. 5, pp. 36–41, Nov. 2015.
- [4] A. H. Plaine, U. F. H. Suhuddin, N. G. Alcântara, and J. F. dos Santos,
  "Fatigue behavior of friction spot welds in lap shear specimens of AA5754 and Ti6Al4V alloys," *Int. J. Fatigue*, vol. 91, pp. 149–157, Oct. 2016.
- [5] http://www.world-aluminium.org/statistics/#data, "No Title." [Online]. Available: http://www.world-aluminium.org/statistics/#data. [Accessed: 31-Jan-2017].
- [6] M. D. S. Totten George E., Handbook of Aluminum, Volume 1, Physical Metallurgy and Processes. 2003.
- [7] D. N. Veritas, "METALLIC MATERIALS physical, mechanical, and corrosion properties," no. April, 2009.
- [8] I. J. Polmear, "2 Physical metallurgy of aluminium alloys," *Light Alloy.* (*Fourth Ed.*, no. ii, pp. 29–96, 2005.
- [9] G. A. Edwards, K. Stiller, G. L. Dunlop, and M. J. Couper, "The precipitation sequence in Al–Mg–Si alloys," *Acta Mater.*, vol. 46, no. 11, pp. 3893–3904, Jul. 1998.
- [10] A. Simar, Y. Bréchet, B. de Meester, A. Denquin, C. Gallais, and T. Pardoen, "Integrated modeling of friction stir welding of 6xxx series Al alloys: Process, microstructure and properties," *Prog. Mater. Sci.*, vol. 57, no. 1, pp. 95–183, Jan. 2012.

- [11] Hatch J.E., "Aluminum Properties and Physical Metallurgy," *ASM ,Ohio, US*, p. 424, 1984.
- [12] A. I. H. Committee, "ASM Handbook: Volume 2: properties and selection: Nonferroun alloy and special-purpose Materials," *Technology*, vol. 2, p. 3470, 2001.
- [13] T. de S. Rosendo, "Estudo do desempenho mecânico de solda(s) ponto por fricção (FSpW) da liga AA6181-T4," 2009.
- [14] A. H. Plaine, "ESTUDO DO PROCESSO DE SOLDAGEM A PONTO POR FRICÇÃO DE JUNTAS DISSIMILARES ENTRE LIGAS DE ALUMÍNIO E TITÂNIO," 2016.
- [15] S. Toros, F. Ozturk, and I. Kacar, "Review of warm forming of aluminummagnesium alloys," *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 207, no. 1–3. pp. 1–12, 2008.
- [16] Z. Ahmad, Aluminium Alloys New Trends in Fabrication and Applications. InTech, 2012.
- [17] S. A. Court, K. M. Gatenby, and D. J. Lloyd, "Factors affecting the strength and formability of alloys based on Al–3 wt.% Mg," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 319–321, pp. 443–447, Dec. 2001.
- [18] A. J. Davenport *et al.*, "Intergranular Corrosion and Stress Corrosion Cracking of Sensitised AA5182," *Mater. Sci. Forum*, vol. 519–521, pp. 641– 646, 2006.
- [19] J. Senkara and H. Zhang, "Cracking in Spot Welding Aluminum Alloy AA5754," Weld. Reseach Suppl., no. July, pp. 194–201, 2000.
- [20] P. Leo, S. D'Ostuni, and G. Casalino, "Hybrid welding of AA5754 annealed alloy: Role of post weld heat treatment on microstructure and mechanical properties," *Mater. Des.*, vol. 90, pp. 777–786, Jan. 2016.
- [21] Aalco, "5754 H22 Sheet and Plate," Website, pp. 2–3, 2015.
- [22] O. Projetos and D. N. Brasileira, "NBR 6835 Alumínio e suas ligas -Classificação das têmperas," pp. 1–6, 2000.
- [23] T. S. Renck, "Estudo das propriedades mecânicas de juntas soldadas em alta velocidade pelo processo de fricção e mistura mecânica," 2005.
- [24] P. L. Threadgill, A. J. Leonard, H. R. Shercliff, and P. J. Withers, "Friction
stir welding of aluminium alloys," *Int. Mater. Rev.*, vol. 54, no. 2, pp. 49–93, 2009.

- [25] R. S. S. Mishra and Z. Y. Y. Ma, "Friction stir welding and processing," *Mater. Sci. Eng. R Reports*, vol. 50, no. 1–2, pp. 1–78, Aug. 2005.
- [26] G. M. Ji, X. G. Cai, L. Zhang, H. Lai, and B. W. Zhao, "Comparison Research of Aircraft Panels Connected by Friction Stir Welding and Riveting," *Appl. Mech. Mater.*, vol. 668–669, pp. 3–7, 2014.
- [27] X. W. Yang, T. Fu, and W. Y. Li, "Friction Stir Spot Welding: A Review on Joint Macro- and Microstructure, Property, and Process Modelling," *Adv. Mater. Sci. Eng.*, vol. 2014, p. 11, 2014.
- [28] M. K. Kulekci, U. Esme, and O. Er, "Experimental comparison of resistance spot welding and friction-stir spot welding processes for the en aw 5005 aluminum alloy," *Mater. Tehnol.*, vol. 45, no. 5, pp. 395–399, 2011.
- [29] J. Mazzaferro *et al.*, "Preliminary study on the mechanical behaviour of friction spot welds," *Solgdag. Insp.São Paulo*, vol. 14, no. 3, pp. 238–247, 2009.
- [30] T. Rosendo *et al.*, "Mechanical and microstructural investigation of friction spot welded AA6181-T4 aluminium alloy," *Mater. Des.*, vol. 32, no. 3, pp. 1094–1100, Mar. 2011.
- [31] Y. Wei, J. Li, J. Xiong, F. Huang, F. Zhang, and S. H. Raza, "Joining aluminum to titanium alloy by friction stir lap welding with cutting pin," *Mater. Charact.*, vol. 71, pp. 1–5, 2012.
- [32] U. Dressler, G. Biallas, and U. Alfaro Mercado, "Friction stir welding of titanium alloy TiAl6V4 to aluminium alloy AA2024-T3," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 526, no. 1–2, pp. 113–117, 2009.
- [33] K.-S. Bang, K.-J. Lee, H.-S. Bang, and H.-S. Bang, "Interfacial Microstructure and Mechanical Properties of Dissimilar Friction Stir Welds between 6061-T6 Aluminum and Ti-6%Al-4%V Alloys," *Mater. Trans.*, vol. 52, no. 5, pp. 974–978, 2011.
- [34] U. Suhuddin, L. Campanelli, M. Bissolatti, H. Wang, R. Verastegui, and J.
  F. dos Santos, "A review on microstructural and mechanical properties of friction spot welds in Al-based similar and dissimilar joints," in *Proceedings*

of the 1st International Joint Symposium on Joining and Welding, 2013, pp. 15–21.

- [35] R. N. Verastegui, J. A. E. Mazzaferro, C. C. P. Mazzaferro, T. R. Strohaecker, and J. F. dos Santos, "Welding of Aluminum to DP600 Steel Plates by Refill Friction Stir Spot Welding Process (Refill FSSW): Preliminary Results," *Adv. Mater. Res.*, vol. 1082, pp. 123–132, 2015.
- [36] A. H. H. Plaine, U. F. H. F. H. Suhuddin, C. R. M. R. M. Afonso, N. G. G. Alcântara, and J. F. F. dos Santos, "Interface formation and properties of friction spot welded joints of AA5754 and Ti6Al4V alloys," *Mater. Des.*, vol. 93, pp. 224–231, Jan. 2016.
- [37] C. Gallais, A. Denquin, Y. Bréchet, and G. Lapasset, "Precipitation microstructures in an AA6056 aluminium alloy after friction stir welding: Characterisation and modelling," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 496, no. 1–2, pp. 77–89, Nov. 2008.
- [38] Y. S. Sato, H. Kokawa, M. Enomoto, S. Jogan, and T. Hashimoto, "Precipitation sequence in friction stir weld of 6063 aluminum during aging," *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 30, no. December, pp. 3125–3130, 1999.
- [39] Z. Shen, X. Yang, S. Yang, Z. Zhang, and Y. Yin, "Microstructure and mechanical properties of friction spot welded 6061-T4 aluminum alloy," *Mater. Des.*, vol. 54, no. February, pp. 766–778, Feb. 2014.
- [40] G. S. Frankel and Z. Xia, "Localized corrosion and stress corrosion cracking resistance of friction stir welded aluminum alloy 5454," *Corrosion*, vol. 55, no. 2, pp. 139–150, Feb. 1999.
- [41] Debora Regina Gastaldi Piccolo and D. R. G. Piccolo, "Otimização do processo de soldagem por fricção por ponto (FSpW) de soldas de materiais similares e dissimilares de ligas leves," Universidade Federal de São Carlos, 2014.
- [42] J. R. Davis, "Corrosion Of Aluminum and Aluminum Alloys," Corros. Alum. Alum. Alloy., p. 262, 1999.
- [43] M. Pourbaix, R. W. Staehle, and S. (Online Service), *Lectures on Electrochemical Corrosion*. 1973.
- [44] Z. Szklarska-Smialowska, "Pitting corrosion of aluminum," *Corros. Sci.*, vol.

41, no. 9, pp. 1743–1767, 1999.

- [45] U. Donatus, G. E. Thompson, X. Zhou, J. Wang, A. Cassell, and K. Beamish, "Corrosion susceptibility of dissimilar friction stir welds of AA5083 and AA6082 alloys," *Mater. Charact.*, vol. 107, pp. 85–97, 2015.
- [46] J. L. L. Searles, P. I. Gouma, and R. G. G. Buchheit, "Stress Corrosion Cracking of Sensitized AA5083 (AI-4.5Mg-1.0Mn)," *Mater. Sci. Forum*, vol. 396–402, no. November, pp. 1437–1442, 2002.
- [47] F. Gharavi, K. A. Matori, R. Yunus, and N. K. N. K. Othman, "Corrosion behavior of friction stir welded lap joints of AA6061-T6 aluminum alloy," *Mater. Res.*, vol. 17, no. 3, pp. 672–681, 2014.
- [48] R. Ambat, A. Afseth, A. J. Davenport, G. M. Scamans, and A. Afseth,
  "Effect of iron-containing intermetallic particles on the corrosion behaviour of aluminium," *Corros. Sci.*, vol. 48, no. 11, pp. 3455–3471, Nov. 2006.
- [49] K. A. Yasakau, M. L. Zheludkevich, S. V. Lamaka, and M. G. S. Ferreira,
  "Role of intermetallic phases in localized corrosion of AA5083," *Electrochim. Acta*, vol. 52, no. 27, pp. 7651–7659, Oct. 2007.
- [50] N. Birbilis and R. G. Buchheit, "Electrochemical Characteristics of Intermetallic Phases in Aluminum Alloys," *J. Electrochem. Soc.*, vol. 152, no. 4, p. B140, Apr. 2005.
- [51] A. Aballe, M. Bethencourt, F. J. Botana, M. J. Cano, and M. Marcos, "Influence of the cathodic intermetallics distribution on the reproducibility of the electrochemical measurements on AA5083 alloy in NaCl solutions," *Corros. Sci.*, vol. 45, no. 1, pp. 161–180, Jan. 2003.
- [52] J. O. Park, C. H. Paik, Y. H. Huang, and R. C. Alkire, "Influence of Fe-Rich Intermetallic Inclusions on Pit Initiation on Aluminum Alloys in Aerated NaCl," *J. Electrochem. Soc.*, vol. 146, no. 2, p. 517, Feb. 1999.
- [53] J.-H. H. Jiang *et al.*, "Improving corrosion resistance of AI-11mass%Si alloy through a large number of ECAP passes," *Mater. Corros.*, vol. 62, no. 9, pp. 848–852, Sep. 2011.
- [54] F. L. Zeng *et al.*, "Corrosion mechanism associated with Mg 2Si and Si particles in Al-Mg-Si alloys," *Trans. Nonferrous Met. Soc. China (English Ed.*, vol. 21, no. 12, pp. 2559–2567, 2011.

- [55] Ø. Frigaard, Ø. Grong, and O. T. Midling, "A process model for friction stir welding of age hardening aluminum alloys," *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 32, no. May, pp. 1189–1200, 2001.
- [56] G. Svenningsen, M. H. Larsen, J. H. Nordlien, and K. Nisancioglu, "Effect of high temperature heat treatment on intergranular corrosion of AIMgSi(Cu) model alloy," *Corros. Sci.*, vol. 48, no. 1, pp. 258–272, 2006.
- [57] J. J. S. Dilip *et al.*, "Microstructural characterization of dissimilar friction stir welds between AA2219 and AA5083," *Trans. Indian Inst. Met.*, vol. 63, no. 4, pp. 757–764, 2010.
- [58] Y. S. Sato, S. H. C. Park, and H. Kokawa, "Microstructural factors governing hardness in friction-stir welds of solid-solution-hardened Al alloys," *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 32, no. 12, pp. 3033–3042, 2001.
- [59] B. Yang, J. Yan, M. A. Sutton, and A. P. Reynolds, "Banded microstructure in AA2024-T351 and AA2524-T351 aluminum friction stir welds," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 364, no. 1–2, pp. 55–65, Jan. 2004.
- [60] ASTM Norma G 110, "Standard Practice for Evaluating Intergranular Corrosion Resistance of Heat Treatable Aluminum Alloys by Immersion in Sodium Chloride + Hydrogen Peroxide Solution 1," *Annu. B. ASTM Stand.*, vol. 92, no. Reapproved, pp. 92–94, 2009.
- [61] ASTM Norma G 67, "Standard Test Method for Determining the Susceptibility to Intergranular Corrosion of 5XXX Series Aluminum Alloys by Mass Loss After Exposure to Nitric Acid (NAMLT Test)," Annu. B. ASTM Stand., vol. i, pp. 5–7, 2004.
- [62] T. Monetta, M. Montuori, A. Squillace, F. Bellucci, and D. B. Mitton, "The Effect of Heat Treatment and Welding Parameters on the Corrosion Behaviour of a Friction Stir Welded 6056 Aluminium Alloy," *Adv. Mater. Res.*, vol. 38, pp. 285–297, 2008.
- [63] W.-J. Lee and S.-I. Pyun, "Effects of sulphate ion additives on the pitting corrosion of pure aluminium in 0.01 M NaCl solution," *Electrochim. Acta*, vol. 45, no. 12, pp. 1901–1910, Feb. 2000.
- [64] S. Sheikhi and J. F. dos Santos, "Effect of process parameter on mechanical properties of friction stir welded tailored blanks from aluminium

alloy 6181-T4," Sci. Technol. Weld. Join., vol. 12, no. 4, pp. 370–375, May 2007.

- [65] C. Gao, R. Gao, and Y. Ma, "Microstructure and mechanical properties of friction spot welding aluminium-lithium 2A97 alloy," *Mater. Des.*, vol. 83, pp. 719–727, Oct. 2015.
- [66] C. Gallais *et al.*, "Multiscale Analysis of the Strength and Ductility of AA 6056 Aluminum Friction Stir Welds," *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 38, no. 5, pp. 964–981, 2007.
- [67] K. El-Menshawy, A.-W. W. a El-Sayed, M. E. El-Bedawy, H. a. Ahmed, and S. M. El-Raghy, "Effect of aging time at low aging temperatures on the corrosion of aluminum alloy 6061," *Corros. Sci.*, vol. 54, no. 1, pp. 167– 173, Jan. 2012.
- [68] A. Aballe, M. Bethencourt, F. J. Botana, M. J. Cano, and M. Marcos, "Localized alkaline corrosion of alloy AA5083 in neutral 3.5% NaCl solution," *Corros. Sci.*, vol. 43, no. 9, pp. 1657–1674, Sep. 2001.
- [69] H. long Qin, H. Zhang, D. tong Sun, and Q. yu Zhuang, "Corrosion behavior of the friction-stir-welded joints of 2A14-T6 aluminum alloy," *Int. J. Miner. Metall. Mater.*, vol. 22, no. 6, pp. 627–638, 2015.
- [70] D. S. Yoshikawa, M. Terada, S. L. Assis, I. Costa, and A. F. Padilha, "Correlation between microstructure and corrosion behavior of two AI-Fe-Si alloys," *Mater. Corros.*, no. October 2016, p. n/a-n/a, 2015.
- [71] M. Navaser and M. Atapour, "Effect of Friction Stir Processing on Pitting Corrosion and Intergranular Attack of 7075 Aluminum Alloy," *J. Mater. Sci. Technol.*, 2016.
- [72] A. Afseth, J. H. H. Nordlien, G. M. M. Scamans, and K. Nisancioglu, "Influence of heat treatment and surface conditioning on filiform corrosion of aluminium alloys AA3005 and AA5754," *Corros. Sci.*, vol. 43, no. 12, pp. 2359–2377, Dec. 2001.
- [73] R. W. Fonda, P. S. Pao, H. N. Jones, C. R. Feng, B. J. Connolly, and A. J. Davenport, "Microstructure, mechanical properties, and corrosion of friction stir welded AI 5456," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 519, no. 1–2, pp. 1–8, Aug. 2009.

 S. Jain, J. L. Hudson, and J. R. Scully, "Effects of constituent particles and sensitization on surface spreading of intergranular corrosion on a sensitized AA5083 alloy," *Electrochim. Acta*, vol. 108, pp. 253–264, Oct. 2013.