



Catarina José Pereira Vitorino

Licenciatura em Ciências da Engenharia Química e
Bioquímica

**Estudo da preparação de superfícies
antes dos processos de soldadura por
resistência por pontos, conversão
química e oxidação anódica crómica
com produto isento de crómio VI**

Dissertação para obtenção do Grau de Mestre em
Engenharia Química e Bioquímica

Orientadora: Sandra Dias, Eng. de Processos Especiais, OGMA
Co-orientador: Prof. Doutor Mário Eusébio, FCT-UNL

Júri:

Presidente: Prof. Doutor José Paulo Barbosa Mota
Arguente: Engenheiro Mário Carmo Freitas
Vogal: Engenheira Sandra Isabel Pereira Dias



FACULDADE DE
CIÊNCIAS E TECNOLOGIA
UNIVERSIDADE NOVA DE LISBOA

Setembro, 2016

Catarina José Pereira Vitorino

Licenciatura em Ciências da Engenharia Química e
Bioquímica

**Estudo da preparação de superfícies antes dos processos
de soldadura por resistência por pontos, conversão química
e oxidação anódica crómica com produto isento de crómio
VI**

Dissertação para obtenção do Grau de Mestre em
Engenharia Química e Bioquímica

Orientadora: Sandra Dias, Eng. de Processos Especiais, OGMA
Co-orientador: Prof. Doutor Mário Eusébio, FCT-UNL



Setembro 2016

Copyright © Catarina José Pereira Vitorino, Faculdade de Ciências e Tecnologia, Universidade Nova de Lisboa

A Faculdade de Ciências e Tecnologia e a Universidade Nova de Lisboa têm o direito, perpétuo e sem limites geográficos, de arquivar e publicar esta dissertação através de exemplares impressos reproduzidos em papel ou de forma digital, ou por qualquer outro meio conhecido ou que venha a ser inventado, e de a divulgar através de repositórios científicos e de admitir a sua cópia e distribuição com objetivos educacionais ou de investigação, não comerciais, desde que seja dado crédito ao autor e editor.

Agradecimentos

Gostaria de agradecer a todos aqueles que de alguma forma, direta ou indiretamente, contribuíram para a realização desta etapa da minha vida acadêmica.

À OGMA, na pessoa Eng.^a Sandra Dias, pela excelente orientação, disponibilidade, atenção e colaboração prestada. E a todos os colaboradores do departamento da EPE e das áreas dos TE's e da soldadura por pontos, pela boa disposição, ajuda e conselhos transmitidos.

Ao Professor Mário Eusébio pelo sentido crítico, ajuda e disponibilidade que sempre demonstrou.

Aos meus colegas e amigos, pela amizade, apoio e partilha que, ao longo destes anos, tornaram esta caminhada mais fácil e agradável.

À minha família, em especial aos meus pais, por acreditarem sempre em mim e naquilo que faço. Pela sua paciência, compreensão, dedicação e empenho incansáveis, um enorme obrigado por fazerem de mim a pessoa que sou hoje.

A todos, muito Obrigado!

Resumo

A preparação das superfícies metálicas, como a remoção de contaminantes nomeadamente gorduras, óleos e óxidos e, em alguns casos, criação de um perfil de rugosidade, é fundamental para garantir a adesão dos revestimentos posteriores. Por muitas décadas, os pré-tratamentos à base de crómio VI têm sido a tecnologia eleita na preparação e proteção das ligas de alumínio. No entanto, devido à sua toxicidade e natureza cancerígena, assim como a recente legislação aplicada pelo REACH, faz com que haja cada vez mais a necessidade de encontrar processos alternativos, isentos de crómio VI e igualmente eficientes. Assim, a presente dissertação visa o estudo sobre a preparação de superfícies, com um produto isento de crómio VI, antes dos processos de soldadura por resistência por pontos, conversão química e oxidação anódica crômica (OAC). O produto testado foi o Turco Deoxalume 2310, comercializado pela Henkel.

Nos processos de conversão química e de anodização, apenas se procedeu à verificação da conformidade do processo segundo os ensaios de controlo requeridos nas especificações *standard*, MIL-A-8625F referente à anodização e MIL-DTL-5541F relativa à conversão química. O tratamento de superfície aplicado aos provetes foi igual em todos os ensaios, sendo a decapagem executada com valores de concentração e tempo de imersão médios relativamente aos indicados na ficha técnica do produto. Todos os ensaios de controlo demonstraram estar em conformidade com as condições requeridas.

Os ensaios de soldadura foram realizados na liga de alumínio AA2024, onde se estudou quais as condições do banho (tempo de imersão, temperatura, e concentração) que garantam iguais ou superiores níveis de *performance* em termos de resistividade e qualidade de soldadura. Concluiu-se que concentrações intermédias de ácido nítrico (24-26%) e mais elevadas de Deoxalume 2310 (18-20%) proporcionam melhores valores de resistividade. Os ensaios foram realizados nas espessuras 0.032 in e 0.040 in, obtendo-se os tempos 3 e 5 minutos, como os tempos de imersão ideais, respetivamente. Fixando estes dois tempos, a realização de uma decapagem alcalina com NaOH e a substituição do ácido nítrico por ácido sulfúrico na constituição do banho de decapagem ácido garante valores mais baixos de resistividade. Relativamente à qualidade da soldadura, seria necessário a validação dos resultados através da realização de ensaios metalográficos.

Palavras chave: Alumínio; Decapagem; Soldadura por Pontos; Conversão Química; Anodização

Abstract

The preparation of metal surfaces, such as removing contaminants including greases, oils and oxides and, in some cases, creating a surface profile, it is essential to ensure the adhesion of subsequent coatings. For many decades, the pretreatments with chromium VI have been chosen for the preparation and protection of aluminum alloys. However, due to their toxicity and carcinogenic nature, as well as recent legislation applied by REACH, means that there is increasingly a need to find alternative processes, free from chromium VI and also efficient. Thus, the purpose of the present work is the study of surface preparation with Turco Deoxalume 2310, a chromium-free product, prior to anodizing, chemical conversion and resistance spot welding processes.

In the chemical conversion and anodizing processes, only the control tests requested in the standard specification, MIL-A-8625F related to anodizing and MIL-DTL-5541F concerning the chemical conversion, were carried out. The surface treatment applied to the samples was the same in every test, and the etching was made with concentration and average values immersion time based on those indicated in the technical data sheet of the product. Every control assay demonstrated to be in accordance with the requirements.

Resistance spot welding trials were performed in aluminum alloy AA2024, where the bath conditions were studied (immersion time, temperature and concentration) to ensure that equal or superior performance levels in terms of resistivity and spot weld quality. The conclusion was that intermediate concentrations of nitric acid (24-26%) and high concentrations of Deoxalume 2310 (18-20%) provide best resistivity values. Assays were performed in 0.032in and 0.040in thickness, having concluded that the immersion times of 3 and 5 minutes are the optimal times for each thickness, respectively. Setting these two times, the execution of an alkaline etching with NaOH and replacement of nitric acid by sulfuric acid constituting the acid etching bath provides lower values of resistivity. Regarding to the quality of the welding, the validation of results would be necessary by conducting metallographic tests.

Key-words: Aluminum; Etching; Resistance Spot Welding; Chemical Conversion; Anodizing

Índice de Matéria

1. Enquadramento e Motivação	1
2. Introdução	3
2.1. Crómio	3
2.2. Regulamentação REACH	3
2.3. Alumínio e suas ligas	3
2.4. Corrosão	5
2.5. Preparação de superfície	5
2.5.1. Desengorduramento	5
2.5.2. Decapagem Química	6
2.6. Processo de anodização	9
2.7. Processo de conversão química	11
2.8. Processo de soldadura por resistência por pontos	11
2.8.1. Principais parâmetros da soldadura por resistência por pontos	12
2.8.2. Diagramas de soldabilidade	14
3. Metodologia, materiais e métodos	15
3.1. Plano de ensaios	15
3.1.1. Preparação de superfície antes de anodização e de conversão química	15
3.1.2. Preparação de superfície antes de soldadura	16
3.2. Provetes de teste e ensaios realizados	18
3.2.1. Provetes para controlo do processo de anodização	18
3.2.2. Provetes para controlo do processo de conversão química	18
3.2.3. Provetes para soldadura por resistência por pontos	19
3.3. Processo	20
3.3.1. <i>Flow-chart</i> do Processo	20
3.2.2. Pré-desengorduramento	21
3.2.3. Desengorduramento Alcalino	21
3.2.4. Decapagem Alcalina (etapa usada em apenas alguns ensaios)	21
3.2.5. Decapagem Ácida	22
3.2.6. Anodização	24
3.2.7. Conversão Química	24
3.2.8. Soldadura por resistência por pontos	25
3.4. Ensaios de controlo	26
3.4.1. Processos de anodização e conversão química	26
3.4.2. Processo de soldadura por resistência por pontos	30
4. Apresentação e discussão de resultados	35
4.1. Processos de anodização e conversão química	35
4.1.1. Peso da película (Massa Surfática)	35
4.1.2. Resistência à corrosão (Nevoeiro Salino)	36
4.1.3. Aderência à pintura com quadrícula	37
4.1.4. Espessura (apenas aplicável ao processo de anodização)	39
4.2. Processo de soldadura por resistência por pontos	40
4.2.1. Variação da Temperatura	40
4.2.2. Variação do tempo de imersão no pré-desengorduramento	41
4.2.3. Variação do tempo de imersão no desengorduramento alcalino	44
4.2.4. Variação da concentração e do tempo de decapagem	44
4.2.5. Decapagem alcalina antes da decapagem ácida	53

4.2.6. Decapagem com Deoxalume 2310 e ácido sulfúrico	55
5. Conclusões	59
5.1. Processos de anodização e conversão química	59
5.2. Processo de soldadura por resistência por pontos	59
5.2.1. Limitações	60
6. Sugestões de trabalho futuro	61
Bibliografia	63
Anexos	65
A. Controlo das condições do banho de decapagem	65
B. Ensaio de aderência à pintura	67
C. Ensaio de corte por tração	69
D. Variação da temperatura do banho de decapagem	71
E. Variação do tempo de pré-desengorduramento	73
F. Variação do tempo de desengorduramento alcalino	75
G. Variação da concentração e do tempo de decapagem	77
H. Decapagem Alcalina	87
I. Decapagem com Deoxalume 2310 e ácido sulfúrico	89
J. Outros ensaios	91
K. Sequência de Processo	93

Índice de Tabelas

Tabela 2.1 – Composição química das ligas.....	4
Tabela 2.2 - Composição do processo de decapagem P2.	8
Tabela 2.3 – Composição do Deoxalume 2310.	9
Tabela 3.1 - Combinações de ligas e espessuras representativas do processo e respectivos valores de resistividade de referência.	16
Tabela 3.2 - Características dos provetes para controlo do processo de anodização.....	18
Tabela 3.3 - Características dos provetes para controlo do processo de conversão química.	19
Tabela 3.4 - Características dos provetes utilizados no processo de soldadura por pontos.	19
Tabela 3.5 - Ensaio realizado no processo de soldadura por pontos.	19
Tabela 3.6 - Características da tina.	22
Tabela 3.7 – Condições de operação e controlo do banho A.....	22
Tabela 3.8 - Composição do de Bonderite M-CR 1200S AERO.	24
Tabela 3.9 - Valores referência de resistividade para cada combinação de ligas e espessuras.	25
Tabela 3.10 - Diâmetro mínimo do ponto.	33
Tabela 4.1 - Resultados do ensaio do peso da película anódica crómica.	35
Tabela 4.2 – Resultados do ensaio do peso da película de conversão química.....	36
Tabela 4.3 – Resultados do ensaio de espessura.....	40
Tabela 4.4 – Concentrações do banho de decapagem estudadas.	45
Tabela 4.5 – Valores de resistividade do ensaio da combinação 0.032x0.032, com 3 minutos de decapagem nas condições de concentração 3.	48
Tabela 4.6 – Concentrações do banho de decapagem.	49
Tabela 4.7 – Valores de resistividade dos ensaios da combinação 0.040x0.040, com 5 minutos de decapagem nas condições de concentração 6 e 7.	52
Tabela 4.8 – Valores de resistividade obtidos nos ensaios de decapagem alcalina com NaOH.	54
Tabela 4.9 – Valores de resistividade obtidos nos ensaios de decapagem alcalina com Turco Aluminetch #2.	55
Tabela 4.10 – Composição dos banhos estudados. Banho A – Deoxalume 2310 e ácido nítrico. Banho B – Deoxalume 2310 e ácido sulfúrico.	55
Tabela 4.11 – Valores de resistividade obtidos nos ensaios com variação do ácido de decapagem. Banho A – Deoxalume 2310 e ácido nítrico. Banho B - Deoxalume 2310 e ácido sulfúrico.	56

Índice de Figuras

Figura 2.1 - Esquema de uma célula de anodização.	9
Figura 2.2 - Estrutura da camada anódica. (A) Camada barreira. (B) Camada porosa.	10
Figura 2.3 - Princípios da soldadura por pontos.	12
Figura 2.4 - Diagrama de soldabilidade que expressa a relação intensidade da corrente/ tempo de soldadura.	14
Figura 3.1 - Fluxograma da preparação de superfície antes dos processos de anodização e conversão química.	15
Figura 3.2 - Fluxograma da preparação de superfície antes dos processos de soldadura.	17
Figura 3.3 - <i>Flow-chart</i> do processo.	20
Figura 3.4 - Ciclo elétrico usado no tratamento de anodização. Adaptado da MIL-A-8625F.	24
Figura 3.5 - Máquina de soldadura resistência por pontos, Sciaky.	25
Figura 3.6 - Câmara de Neveiro Salino Ascott S1000t.	27
Figura 3.7 - Erichsen Multi Cross Cutter Modelo 295.	28
Figura 3.8 - Posição da fita adesiva em relação à quadrícula. Adaptado da ISO 2409.	29
Figura 3.9 - Posição da fita adesiva imediatamente antes da remoção. Adaptado da ISO 2409.	29
Figura 3.10 - DUALSCOPE® FMP40 [43].	30
Figura 3.11 - Fixação de provetes nos mordentes da máquina de tração.	32
Figura 3.12 - Nomenclatura da secção metalográfica do ponto de solda.	32
Figura 3.13 - Penetração mínima.	33
Figura 4.1 - Resultados do ensaio de corrosão - Anodização.	36
Figura 4.2 - Resultados do ensaio de corrosão - Conversão Química.	37
Figura 4.3 - Ensaio de aderência à pintura com quadrícula após aplicação de primário - Anodização. A e B - Ensaio de aderência a seco. C e D - Ensaio de aderência a húmido.	38
Figura 4.4 - Ensaio de aderência à pintura com quadrícula após aplicação de primário e tinta de acabamento - Anodização. A e B - Ensaio de aderência a seco. C e D - Ensaio de aderência a húmido.	38
Figura 4.5 - Ensaio de aderência à pintura com quadrícula após aplicação de primário - Conversão Química. A e B - Ensaio de aderência a seco. C e D - Ensaio de aderência a húmido.	39
Figura 4.6 - Ensaio de aderência à pintura com quadrícula após aplicação de primário e tinta de acabamento - Conversão Química. A e B - Ensaio de aderência a seco. C e D - Ensaio de aderência a húmido.	39
Figura 4.7 - Variação da temperatura de decapagem antes do processo de soldadura por pontos.	41
Figura 4.8 - Variação do tempo de pré-desengorduramento, cenário 1.	42
Figura 4.9 - Variação do tempo de pré-desengorduramento, cenário 2.	42
Figura 4.10 - Variação do tempo de pré-desengorduramento, cenário 3. A - 13 min de decapagem. B - 14 min de decapagem. C - 15 min de decapagem. D - 19 min de decapagem.	43
Figura 4.11 - Variação do tempo de desengorduramento alcalino. A - 8 min de decapagem. B - 10 min de decapagem.	44
Figura 4.12 - Variação do tempo de decapagem para a combinação 0.032x0.032 in, concentração 1.	45
Figura 4.13 - Resultados obtidos após soldadura e ensaio de arranque, da combinação 0.032x0.032 in para um tempo de decapagem de 10 min, na concentração 1.	45
Figura 4.14 - Variação do tempo de decapagem para a combinação 0.032x0.032 in, concentração 2.	46
Figura 4.15 - Ensaio da combinação 0.032x0.032 in com 10 minutos de decapagem, concentração 3.	47
Figura 4.16 - Resultados obtidos após soldadura e ensaio de arranque, da combinação 0.032x0.032 in para um tempo de decapagem de 10 min, na concentração 3.	47
Figura 4.17 - Variação do tempo de decapagem para a combinação 0.032x0.032x0.032 in, concentração 3.	48
Figura 4.18 - Resultados obtidos após soldadura e ensaio de arranque, da combinação 0.032x0.032x0.032 in para um tempo de decapagem de 3 min, na concentração 3.	48
Figura 4.19 - Resultados obtidos após soldadura e ensaio de arranque, da combinação 0.032x0.032 in para um tempo de decapagem de 3 min, na concentração 3.	49
Figura 4.20 - Variação da concentração do banho de decapagem para a combinação 0.032x0.032x0.032 in, 3 minutos de tempo de imersão.	49
Figura 4.21 - Variação da concentração do banho de decapagem para a combinação 0.032x0.032 in, 3 minutos de tempo de imersão.	50

Figura 4.22 – Resultados obtidos após soldadura e ensaio de arranque, da combinação 0.032x0.032x0.032 in para um tempo de decapagem de 3 min, nas concentrações 6 e 7. C ₆ – Provete B; C ₇ – Provete B.	50
Figura 4.23 – Resultados obtidos após soldadura e ensaio de arranque, da combinação 0.032x0.032 in para um tempo de decapagem de 3 min, nas concentrações 6 e 7. C ₆ – Provete A; C ₇ – Provete B.	50
Figura 4.24 – Variação do tempo e da concentração de decapagem. Combinação 0.032x0.032x0.032 in. A – Concentração 4. B – Concentração 5. C – Concentração 6. D – Concentração 7.	51
Figura 4.25 – Resultados obtidos após soldadura e ensaio de arranque, da combinação 0.040x0.040 in para um tempo de decapagem de 5 min, nas concentrações 6 e 7. Provete C de ambos os ensaios.	52
Figura 4.26 – Variação do tempo de decapagem para a combinação 0.032x0.063 in, concentração 3.	53
Figura 4.27 – Resultados obtidos após soldadura e ensaio de arranque dos provetes submetidos à decapagem alcalina com NaOH. 0s – provete A; 15s – provete C; 30s – provete C.	54
Figura 4.28 – Resultados obtidos após soldadura e ensaio de arranque, da combinação 0.032x0.032 in para um tempo de decapagem de 3 min. Banho A – Provete B; Banho B – Provete A.	56
Figura 4.29 – Resultados obtidos após soldadura e ensaio de arranque, da combinação 0.032x0.032x0.032 in para um tempo de decapagem de 3 min. Banho A – Provete A; Banho B – Provete A.	57
Figura 4.30 – Resultados obtidos após soldadura e ensaio de arranque, da combinação 0.040x0.040 in para um tempo de decapagem de 5 min. Banho A – Provete B; Banho B – Provete B.	57

1. Enquadramento e Motivação

O alumínio devido à sua relação resistência mecânica/ peso, permitindo maior economia de carga, menor consumo de combustível e menor desgaste, assim como a excelente resistência à corrosão conferindo uma maior durabilidade e menor manutenção, torna-se o material predominante na indústria aeronáutica [1].

O alumínio, em contacto com o ar, desenvolve uma camada de óxido compacta e passiva que o protege da corrosão. Porém, em condições mais agressivas, a pH inferiores a 4 ou superiores a 9, ou na presença de íões cloreto, essa camada é atacada e conseqüentemente ocasiona a corrosão do alumínio. Nesse sentido, é fundamental proteger o alumínio e as suas ligas do contacto com o meio corrosivo, sendo os revestimentos orgânicos as opções mais adotadas [2].

Por outro lado, para que esses revestimentos sejam aplicados nas melhores condições e desempenhem o seu papel na plenitude, é necessário recorrer a uma preparação da superfície. Essa preparação passa por um processo de decapagem, onde se irá expor o alumínio a condições extremamente ácidas ou básicas para que ocorra a remoção da película de óxidos formada ou de tratamentos de superfície anteriormente aplicados. Este processo permite uma boa aderência dos revestimentos orgânicos, assim como uma baixa resistividade, fundamental ao processo de soldadura por pontos.

Na indústria aeronáutica, o processo de decapagem mais recorrente, e em prática atualmente na OGMA, passa pela imersão das peças de alumínio num banho ácido, contendo, entre outros constituintes, dicromato de sódio. O dicromato de sódio é um forte oxidante, que contém crómio VI na sua composição sendo por isso um produto proibido a partir Setembro de 2017 ao abrigo da regulamentação REACH.

Nos últimos anos, vários esforços têm sido desenvolvidos e investigações têm sido realizadas de forma a conseguir a total substituição do crómio VI, já estando mesmo proibido em alguns sectores. No entanto, em algumas áreas estratégicas, como é o caso do sector aeronáutico, onde se considera fundamental a segurança e onde os substitutos dos processos, até agora efetuados com crómio, devem proporcionar propriedades similares ou melhores, o uso de tratamentos de superfície com crómio VI ainda tem sido permitido [2].

Apesar de ainda ser permitido na indústria aeronáutica e da possibilidade de se apresentar requerimentos para a continuidade do uso deste tipo de produtos para fins específicos, a procura continua por produtos igualmente eficazes que possam ser substitutos dos até agora utilizados, tem sido uma preocupação continua na empresa. Como tal, a presente dissertação visa o estudo sobre a preparação de superfícies, com produtos isentos de crómio, antes dos processos de soldadura, conversão química e anodização.

Dois produtos, Ardrex 295-GD e Turco Liquid Smut-Go, referenciados nas suas fichas técnicas como indicados para a decapagem antes dos processos mencionados anteriormente já foram testados, porém, os resultados não foram satisfatórios. Corresponderam ao pretendido nos processos de conversão química e anodização, mas falharam no processo de soldadura por pontos, proporcionando valores de resistividade muito superiores aos pretendidos. Nesta tese, será analisado o desempenho de um novo banho no processo de decapagem com o produto Turco Deoxalume 2310, comercializado pela Henkel.

2. Introdução

2.1. Crómio

O crómio (Cr) é um elemento químico metálico pertencente à classe dos metais de transição, de cor branco-prateada, brilhante, duro e quebradiço que se localiza no grupo 6 e período 4 da tabela periódica. Possui número atómico 24 e massa atómica 51,9961 [3].

Este, pode surgir em diferentes estados de oxidação, sendo o Cr (II), Cr (III) e Cr (VI) os mais importantes.

O crómio trivalente é a forma mais estável e importante, sendo reconhecida como um elemento essencial no metabolismo de carboidratos e lípidos, desempenhando uma função relacionada com o mecanismo de ação da insulina. A sua ausência na alimentação pode causar graves complicações na saúde, como diabetes e problemas cardiovasculares. Pelo contrário, a forma hexavalente, é classificado como um composto mutagénico e cancerígeno [4].

Devido efeitos nocivos do crómio VI à saúde e ao ambiente, tem havido uma crescente legislação e restrição do seu uso, encontrando-se na maioria das listas de materiais de elevada toxicidade, para os quais se aplicam rígidos procedimentos de controlo [5].

2.2. Regulamentação REACH

O REACH (*Registration, Evaluation, Authorisation and Restriction of Chemicals*) é um regulamento da União Europeia aprovado com o objetivo de melhorar a proteção da saúde humana e do ambiente face aos riscos que podem resultar dos produtos químicos e, simultaneamente, de fomentar, a competitividade da indústria química da União Europeia [6].

Este regulamento obriga as empresas a identificar e a gerir os riscos associados às substâncias que produzem e comercializam na União Europeia, devendo demonstrar à ECHA (*European Chemicals Agency*) o modo como a substância pode ser utilizada em segurança. A ECHA recebe e avalia os registos individuais a fim de verificar a sua conformidade, e os Estados-Membros da União Europeia avaliam substâncias selecionadas a fim de esclarecer quaisquer preocupações iniciais com a saúde humana e o ambiente. As autoridades e os comités científicos da ECHA determinam se os riscos das substâncias podem ser geridos, caso não haja essa possibilidade, podendo proibir as substâncias perigosas. Podem igualmente optar por restringir uma utilização ou submetê-la a autorização prévia [7].

O Regulamento (UE) n.º 348/2013 da Comissão que altera o Anexo XIV do Regulamento (CE) n.º 1907/2006 do Parlamento Europeu e do Conselho, relativo ao registo, avaliação, autorização e restrição das substâncias e misturas químicas (REACH) foi publicado a 17 de abril de 2013, incluindo o dicromato de sódio e outros compostos obtidos a partir do crómio (VI) no Anexo XIV [8].

A partir de Setembro de 2017, “*sunset date*”, o uso de produtos contendo Cr VI só é possível após aprovação dada pela ECHA.

2.3. Alumínio e suas ligas

O Alumínio corresponde ao elemento metálico mais abundante na crosta terrestre (8.07%), possui uma densidade de 2.7 g/cm³, aproximadamente 1/3 da do aço, o que juntamente com a sua elevada resistência mecânica o torna bastante útil na construção de estruturas móveis, como veículos e aeronaves, tornando-o um dos materiais metálicos mais versátil, económico e atrativo.

No entanto, o alumínio por si só (puro) apresenta uma fraca resistência mecânica não dando resposta às solicitações da engenharia, sendo restrito a casos onde a resistência à corrosão é mais importante que a resistência mecânica e a dureza. Para as outras situações, as ligas de alumínio são o tipo de material mais utilizado.

Uma das grandes mais-valias das ligas de alumínio centra-se na possibilidade de, através de tratamentos térmicos ou mecânicos, oferecer à indústria uma grande variedade de combinações de resistência mecânica, resistência à corrosão ou ao ataque de substâncias químicas, condutibilidade elétrica, usinabilidade, ductibilidade, formabilidade, etc, tendo sempre como linha orientadora a aplicação final.

Nesta tese, foram estudadas as ligas de alumínio 2024, 5052 e 6061.

A liga 2024 é uma das ligas de alumínio de alta resistência mais conhecidas. É composta por 4.4% de Cu, 1.5% de Mg, 0.6% de Mn. Trata-se de uma liga de elevada resistência mecânica sendo obtida por tratamentos de solubilização, tempera e maturação. No entanto, as ligas desta série (2xxx), em que o cobre é o principal elemento da liga, são menos resistentes à corrosão comparativamente com as restantes séries [9]. São amplamente utilizadas em componentes estruturais de aeronaves, acessórios de aeronaves, equipamentos, rodas de camiões e peças para a indústria de transporte.

A liga de alumínio 5052 é uma das ligas mais fortes, não termicamente tratadas, que contem magnésio como principal constituinte. Esta liga não pode sofrer tratamento térmico mas pode ser trabalhada a quente e a frio. É caracterizada por ser uma liga fácil de moldar e soldar e pela sua resistência à corrosão. Destaca-se ainda pela alta resistência à fadiga o que a torna uma excelente escolha para estruturas que precisam de suportar vibrações excessivas. Devido à sua excelente resistência à corrosão é particularmente usada em aplicações de construção naval e marinha, tais como componentes marinhos, tanques de combustível e oleodutos. Outras aplicações da liga 5052, incluem condutas de óleo e combustível em aeronaves e aviões, tubos hidráulicos, permutadores de calor, etc. [10].

A liga 6061 é uma das ligas mais utilizadas da série 6xxx (Al-Mg-Si). Devido à sua composição estrutural (tabela 2.1) é uma das ligas termicamente tratáveis mais versáteis, destacando-se pela elevada resistência à corrosão e pelas suas boas características de tenacidade, sendo uma liga facilmente soldável [11].

Tabela 2.1 – Composição química das ligas. [12 - 14]

		Al	Cr	Cu	Fe	Mg	Mn	Si	Ti	Zn
2024	Min	90.7	-	3.8	-	1.2	0.3	-	-	-
	Max	94.7	0.1	4.9	0.5	1.8	0.9	0.5	0.15	0.25
5052	Min	95.7	0.15	-	-	2.2	-	-	-	-
	Max	97.7	0.35	0.1	0.4	2.8	0.1	0.25	-	0.1
6061	Min	95.8	0.04	0.15	-	0.8	-	0.4	-	-
	Max	98.6	0.35	0.4	0.7	1.2	0.15	0.8	0.15	0.25

2.4. Corrosão

A corrosão é o resultado de uma reação de oxidação de um metal na presença de alguma substância ou elemento que sofre redução, produzindo degradação e perda de propriedades químicas, físico-químicas ou mecânicas do elemento metálico [15].

O alumínio quando exposto ao ar, reage muito rapidamente com o oxigênio, formando-se na sua superfície uma camada muito fina, de óxido de alumínio amorfo (alumina Al_2O_3), muito compacta e aderente. Na presença de humidade, esta camada é mais espessa e na sua superfície existe uma segunda camada hidratada e por vezes mais porosa, de óxidos cristalinos e hidróxidos de alumínio (boemite g-AlOOH , bayerite $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ou $\text{Al}(\text{OH})_3$). A espessura dessa camada pode variar em função da temperatura, ambiente e elementos da liga [2, 16].

A camada de óxido formado à superfície da liga confere um certo grau de proteção a superfície em condições normais. Contudo quando a liga é exposta a agentes corrosivos como por exemplo iões cloretos, pode ocorrer dissolução da camada de óxido em pontos específicos promovendo a formação de picadas na superfície da liga, corrosão por picada [16].

As características estruturais da camada de óxido e a intensidade dos ataques dos agentes corrosivos são influenciadas pela composição química da liga de alumínio, presença e distribuição dos microporos e defeitos, composição do eletrólito (pH, concentração de agentes corrosivos (por exemplo, halogenetos)) e pela temperatura.

Industrialmente são necessárias adotar medidas de proteção para atender às exigências do mercado quanto à vida útil do material e manutenção das características pretendidas (resistência mecânica, brilho, etc), para tal, recorre-se a tratamentos de superfície, como a conversão química ou a anodização.

2.5. Preparação de superfície

Uma adequada preparação de superfície é fundamental para que sejam obtidos os resultados pretendidos nos tratamentos subsequentes. Uma boa limpeza proporciona uma superfície descontaminada e uniforme, condições fundamentais para uma boa *performance* dos processos seguintes.

Nesta tese é estudada a preparação de superfície que antecede os processos de anodização, conversão química e soldadura por pontos.

Dentro do processo de preparação de superfície destacam-se as etapas de desengorduramento e decapagem/desoxidação, fundamentais para a remoção de gorduras e óxidos que se encontram à superfície do alumínio.

2.5.1. Desengorduramento

Os procedimentos de desengorduramento são, muitas vezes, complexos, envolvendo várias etapas, que variam de liga para liga e do estado de contaminação. Assim, tanto os processos, como os produtos utilizados são selecionados cuidadosamente tendo em conta a composição da liga, de forma a garantir uma limpeza eficiente e efetiva e, ao mesmo tempo, evitando a fragilização do material ou danos na superfície.

Os solventes são usados para a remoção de vestígios de sujidade da superfície do material, que possam ter sido depositados durante as fases de corte, manuseamento ou transporte. Nesta etapa, as substâncias mais comuns a serem removidas são tintas de marcação, gorduras, óleos lubrificantes, dedadas e resíduos de corte.

Uma segunda etapa, usando uma solução alcalina, é aplicada para a remoção de qualquer vestígio de contaminação que possa ter permanecido. Dependendo da alcalinidade da solução, pode ocorrer decapagem da superfície da liga. No entanto, a exposição a banhos com fraca alcalinidade, embora tenha de ocorrer durante um maior período de tempo, é preferível,

comparativamente a banhos muito agressivos, pois proporciona resultados melhores e mais consistentes [17].

No final, pode-se verificar a eficiência da limpeza através do *water break test*, que testa a molhabilidade da superfície. Uma superfície completamente limpa deve formar uma película lisa e sem quebras. A quebra desta película indica a presença de contaminantes hidrofóbicos, como gordura, evidenciando-se uma variação na tensão de superfície do material.

2.5.2. Decapagem Química

Na maioria dos casos, o desengorduramento não é suficiente para garantir uma boa aderência de tratamentos posteriores, pois não consegue remover a camada superficial de óxidos na sua totalidade, sendo necessário recorrer a outros pré-tratamentos, como a decapagem.

A decapagem consiste na remoção de óxidos, produtos de corrosão ou descolorações provocadas por tratamentos térmicos da superfície, através de soluções ácidas ou alcalinas.

O processo de decapagem por imersão é o mais utilizado. Neste processo, a peça é imersa na solução de decapagem, de seguida é lavada e seca ou transferida para o processo seguinte. A solução deve ser continuamente agitada com ar de forma a evitar a diluição da mesma junto da superfície da peça, garantir que os óxidos dissolvidos se encontram distribuídos uniformemente na solução, ajudar na libertação do hidrogénio formado e aumentar o efeito de decapagem através da ação mecânica [18].

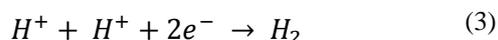
Quanto à composição, a solução de decapagem é normalmente ácida, tirando partido da solubilidade de metais, como por exemplo o cobre e os seus óxidos, neste tipo de meio. No entanto, também pode apresentar uma composição alcalina usando NaOH, por exemplo. Os banhos ácidos servem também para neutralizar a alcalinidade residual proveniente da etapa de limpeza e desengorduramento realizada anteriormente.

O ataque químico com soluções à base de NaOH é uma das formas mais simples e baratas. Quando o alumínio é imerso em NaOH, a elevada temperatura (50 - 65°C), o alumínio é progressivamente dissolvido formando um depósito ou *smut* de constituintes insolúveis do alumínio ou dissolvidos na solução decapante. Este “revestimento” é microscopicamente rugoso, apresentando inúmeras pequenas depressões, o que confere uma cor ou um aspecto mate devido à dispersão da luz reflectida. A aparência final vai depender do grau de ataque químico, do tamanho e da forma das depressões na superfície, bem como de características do alumínio, como a composição e o método de fabrico. Sendo esta uma característica indesejada, é necessário proceder à remoção desta *smut*, normalmente, através de uma breve imersão numa solução de ácido nítrico 10-20% [19].

Outra desvantagem em operar com um banho de decapagem alcalina é a formação de incrustações nas paredes do tanque e nas resistências de aquecimento. Ao se tornar saturada em alumínio dissolvido, a solução, começa a precipitar sob a forma de alumina, formando um depósito rochoso. Este efeito pode ser minimizado pela adição de agentes quelantes, como gluconatos e heptanoatos à solução [19].

As soluções de decapagem ácida, embora com um maior custo associado, em determinados casos acarretam inúmeras vantagens. Por exemplo, as ligas de alumínio fundidas apresentam uma elevada proporção de silício na sua composição, a fim de reduzir a viscosidade do metal aquando no estado líquido, possibilitando uma maior fluidez e facilitando a produção e a moldagem de formatos mais complexas. A percentagem de silício pode atingir os 13% em algumas ligas (série 4xxx, ligas alumínio-silício), sendo este insolúvel em NaOH, uma camada cinzenta escura é formada na superfície quando decapada com uma solução alcalina. Já, uma solução de decapagem ácida contendo ácido fluorídrico dissolve o silício e não causa *smut* à superfície da liga

Quando a peça é mergulhada no ácido, este, inicialmente, ataca primeiro a camada de óxidos, produzindo um sal metálico e água. Depois, o ácido ataca o metal base, produzindo um sal metálico e libertando hidrogénio, que vem sob a forma de bolhas até à superfície. As seguintes equações ilustram as reações entre o metal, o óxido e o ácido [20, 21]:

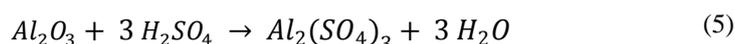
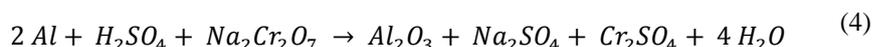


Para banhos muito agressivos e excessivamente decapantes são adicionados inibidores de forma a reduzir a taxa de corrosão. A sua função é inibir a ação de dissolução do ácido no metal base, reduzindo, também, a formação de hidrogénio. Estes aditivos são selecionados e adicionados separadamente ou combinados, dependendo das especificações. Devem ser estáveis e não propensos ou suscetíveis à formação de películas de difícil remoção. O ião cromato, por exemplo, é frequentemente adicionado como inibidor, apresentando propriedades oxidativas e inibidoras de corrosão. Este ião é, geralmente, adicionado sob a forma de sais alcalinos como o cromato de sódio (Na_2CrO_4) ou o dicromato de sódio ($\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) [17].

Existe uma grande variedade de soluções decapantes contendo Cr (VI) como constituinte. O processo mais usual tem como base uma solução de dicromato de sódio e ácido sulfúrico, também denominado como decapagem FPL.

O processo FPL, na sua forma original, foi desenvolvido em 1950 pelo *Forest Products Laboratory*, para a preparação da superfície de alumínio da liga 2024-T3 antes de colagem. Em 1975, este método foi reformulado, passando a denominar-se de *optimized FPL etch*. Esta “otimização” foi conseguida através da adição de sulfato de cobre ou da dissolução de Al 2024 no banho decapante. Os iões de cobre presentes proporcionam a formação de pequenos poros em profundidade, que por sua vez, favorecem a superfície para colagem [20, 22, 23].

O processo FPL, na sua forma *standard*, modificada ou otimizada é o processo de decapagem mais estudado, sendo, muito desse conhecimento resultante de investigações desenvolvidas pelos *Martin Marietta Laboratories* e pela *Martin Marietta Aerospace Company*. Estes investigadores propuseram que, durante o processo de decapagem, ocorrem as seguintes reações:



A equação 4 mostra a reação de decapagem com a liga de alumínio, que dá origem a uma película de alumina (Al_2O_3) na superfície, sendo, esta, depois dissolvida por ação do ácido sulfúrico presente na solução, como representado na equação 5. Descobriram também, que a reação de produção de alumina ocorre mais rapidamente que a sua dissolução com o ácido sulfúrico, o que proporciona uma quantidade controlada de alumina na superfície [20].

A atual solução de decapagem em operação na OGMA, também é constituída por ácido sulfúrico e dicromato de sódio, no entanto, é adicionado um terceiro constituinte, o ácido fluorídrico [24].

Com a recente regulamentação do crómio (VI), diversos estudos têm sido realizados com o intuito de substituir o forte poder oxidante do ião cromato por outro componente oxidante. Diversas alternativas livres de crómio têm surgido, tais como o uso de produtos à base de sulfato de ferro, persulfatos/ bissulfatos ou misturas bórico-sulfúricas. No entanto, e até agora, nenhum processo de decapagem isento de crómio conseguiu atingir igual *performance* em todas as ligas [17].

Ainda na década de 70, foi desenvolvido um processo livre de crómio, alternativo ao FPL, o processo P2. Este processo resultou da modificação do processo de decapagem P desenvolvido por Russell [25]. O processo P consistia essencialmente na mistura de ácido nítrico, sulfato de sódio e sulfato de ferro, e preferencialmente ácido sulfúrico. No entanto, embora reduzir o impacto da poluição e da toxicologia associada ao crómio, o ácido nítrico, ao

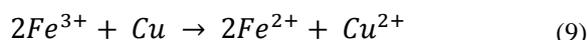
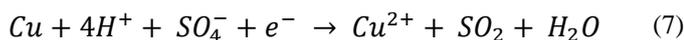
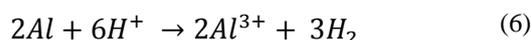
reagir com o alumínio, originava óxidos de nitrogénio tóxicos, requerendo sistemas de ventilação especiais e lavadores de gases. O processo P2, depois desenvolvido por Russell e Garnis, tinha como principal objetivo a decapagem do alumínio sem o recurso a cromatos e a ácido nítrico. Esta nova composição era, então, constituída por ácido sulfúrico, sulfato de ferro e água [20, 26].

Tabela 2.2 - Composição do processo de decapagem P2 [26].

	% em peso
Ácido Sulfúrico 96%	25 - 30
Sulfato de ferro 75%	5 – Saturação da solução
Água	50 - 70

Sendo que as composições preferenciais contêm cerca de 28 a 30% de ácido sulfúrico 96%, 10 a 14% de sulfato de ferro 75% e 58 a 62% de água.¹

Em 1984, uma equipa de investigadores do *U.S. Army Armament Research and Development Center* (ARDEC) publicou um estudo do efeito da decapagem P2 na liga de alumínio 2024, onde propôs que, esta, era atacada pelo ácido sulfúrico, como demonstrado nas seguintes reações [20]:



As equações 6 e 7 mostram o ataque *standard* dos ácidos ao alumínio e o ataque do cobre pelo ácido sulfúrico quente, respetivamente. Estas equações são, ainda, acompanhadas pelas reações com o sulfato de ferro. Os sais férricos são corrosivos para a superfície do alumínio, como demonstrado pela equação 8, sendo que o cobre também é atacado por estes sais (equação 9).

De acordo com os autores, o ião ferro presente na decapagem P2 retarda o ataque do ácido sulfúrico na superfície do alumínio, atuando como agente oxidante, sendo comprovado por pequenas variações na concentração do ácido.

Na presente dissertação irá ser testada uma solução de decapagem isenta de crómio, usando um produto comercial composto à base de sulfato de ferro e ácido sulfúrico (tabela 2.3), o Turco Deoxalume 2310.

A solução de decapagem será, então, constituída por Deoxalume 2310 e ácido nítrico nas proporções indicadas na ficha técnica, 10-20% e 20-30% respetivamente. Ainda segundo a ficha técnica, o Deoxalume 2310 é um produto ácido concentrado extremamente eficaz na remoção de óxidos de superfície, descolorações devido a tratamentos térmicos e remoção dos produtos resultantes da decapagem alcalina (*smut*) [27].

O produto desenvolve, nas ligas de alumínio, uma superfície livre de manchas e é usado como preparação de superfície que antecede os processos de anodização, conversão química, soldadura por pontos ou inspeção por líquidos penetrantes.

¹ % em peso.

Tabela 2.3 – Composição do Deoxalume 2310 [28].

Composto	Composição (%)
Sulfato de ferro	10 – 30
Ácido Sulfúrico	10 – 30
Bifloreto de Amónio	1 - 5

Observa-se uma grande semelhança entre a solução de decapagem em estudo e o processo P, mencionado anteriormente. Embora em proporções diferentes, ambos têm em comum os ácidos nítrico e sulfúrico e o sulfato de ferro. Assim, tal como do processo P para o P2, o ácido nítrico foi substituído pelo ácido sulfúrico, e apesar de não haver qualquer informação sobre o assunto, nesta dissertação, propõe-se também estudar a eficácia do Deoxalume 2310 numa solução com ácido sulfúrico em substituição do ácido nítrico.

2.6. Processo de anodização

A anodização é um processo eletroquímico, no qual a corrosão controlada do alumínio é promovida, em meio ácido, de forma a provocar o crescimento artificial e acelerado da película de óxido que cobre naturalmente o alumínio, aumentando a sua espessura [16].

No processo de anodização, são imersos dois elétrodos num recipiente contendo uma solução eletroquímica (eletrólito), ligados a um gerador de corrente contínua (retificador), como representado na figura 2.1. O alumínio atua como ânodo, oxidando-se, e o cátodo, cujo objetivo é fechar o circuito, é normalmente de aço ou chumbo. O eletrólito é uma solução ácida, geralmente composta por ácido sulfúrico, crômico, fosfórico, bórico ou oxálico.

Nesta tese será abordada a oxidação anódica crômica, ou seja, será utilizado ácido crômico (ou trióxido de crómio) como eletrólito.

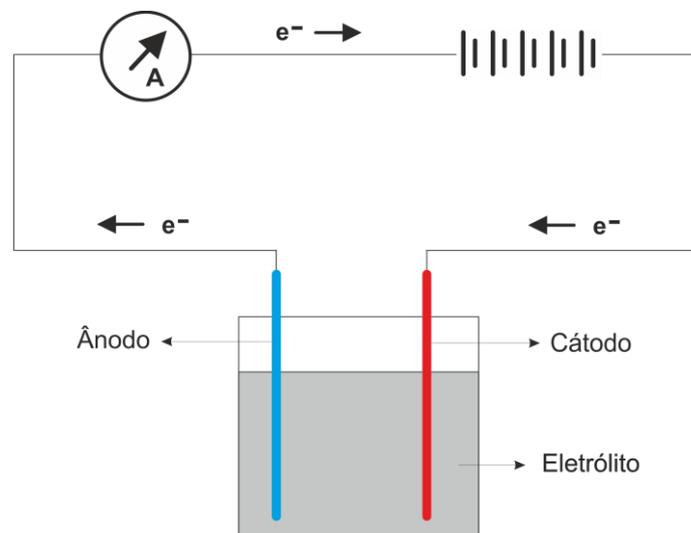
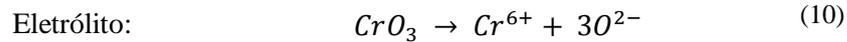


Figura 2.1 - Esquema de uma célula de anodização. Adaptado de [29].

Quando se aplica uma corrente elétrica, é gerado um processo de eletrólise nas peças de alumínio, ou seja, o trióxido de crómio começa a dissociar-se dando origem a iões O^{2-} e Cr^{6+} (equação 10).

No ânodo, são gerados iões de alumínio carregados positivamente (equação 11), que por sua vez, reagem com os iões O^{2-} , libertado da dissociação do trióxido de crómio, formando óxido de alumínio (equação 12) [30].

Assim, no caso da oxidação anódica crômica, ocorrem as seguintes reações:



A qualidade da película formada depende diretamente da densidade da corrente aplicada (responsável pela velocidade de oxidação do alumínio), da concentração do eletrólito (responsável pela dissolução do óxido de alumínio formado), temperatura, da composição da liga de alumínio e da agitação do eletrólito.

Uma boa preparação inicial da superfície, também desempenha um papel fundamental para a obtenção de uma película livre de defeitos, apenas obtida com uma superfície perfeitamente limpa. Uma preparação mal executada, pode ocasionar efeitos que, se não forem eliminados, conduzem a películas anódicas defeituosas principalmente no que se refere a aspeto e resistência à corrosão.

Observada ao microscópio eletrónico verifica-se que a película de óxido é porosa, apresentando um aspeto celular, de forma hexagonal, contendo no centro um poro perpendicular à superfície do alumínio, como representado na figura 2.2 [31].

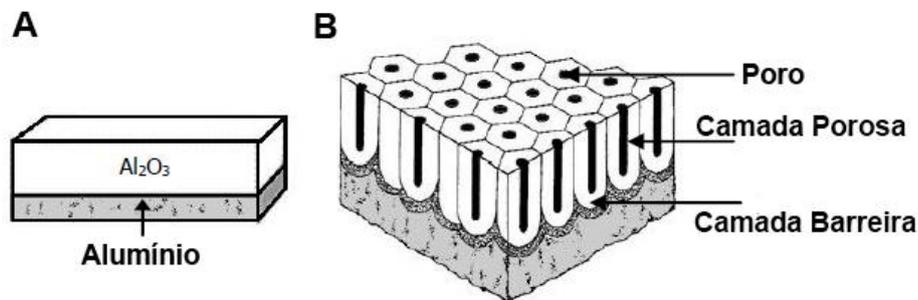


Figura 2.2 - Estrutura da camada anódica. (A) Camada barreira. (B) Camada porosa. Adaptado de [32].

A peculiaridade desta camada ser porosa, do ponto de vista estético, é vantajoso, pois permite a coloração do alumínio, mas, ao mesmo tempo, é prejudicial à sua durabilidade, requerendo a colmatagem (fecho) destes poros para garantia de um bom desempenho de proteção. A capacidade de proteção anticorrosiva deste tipo de revestimento vai assim depender fundamentalmente de duas propriedades, da sua espessura e da qualidade da sua colmatagem.

A colmatagem ou selagem, tem a finalidade de fechar os poros da camada anodizada, deixando esta de ser absorvente, passando a alumina anidra (Al_2O_3) a alumina monohidratada ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$), provocando desta forma um aumento do volume e, conseqüentemente, o fecho dos poros. Desta forma, esta camada torna-se impermeável e, assim, mais resistente à corrosão.

A colmatagem efetua-se por imersão das peças em água fervente ou numa solução de dicromato. Neste trabalho, será utilizada uma solução de dicromato de potássio (concentração 25 a 35 mg/l). A eficiência da colmatagem, depende da temperatura, pH, qualidade da água e da duração da operação.

2.7. Processo de conversão química

No processo de conversão química, a peça a tratar é imersa num banho quimicamente agressivo atacando-a e formando uma camada de conversão. Esse banho é geralmente composto à base de fosfatos, cromatos ou outros sais e ácidos.

Atualmente, na OGMA, usa-se um banho com Bonderite M-CR 1200S AERO (também conhecido como Alodine 1200S), comercializado pela Henkel, um produto em que o seu constituinte maioritário é o óxido de crómio [33].

Sendo este um tratamento químico à base de cromatos é vulgarmente denominado de cromatação. A maioria das películas de cromatação apresentam-se suaves e gelatinosas quando formadas de fresco, contudo, com o passar do tempo, endurecem lentamente, tornando-se se hidrofóbicas, menos solúveis e mais resistentes à corrosão. Embora o aquecimento abaixo de 66°C seja benéfico na aceleração do processo de envelhecimento, o aquecimento prolongado acima desta temperatura pode produzir desidratação excessiva da película, reduzindo as suas propriedades protetoras. O facto de conterem Cr (III) e Cr (VI), e estando o Cr (VI) livre para renovar e reparar possíveis falhas ou quebras na proteção, como eventuais riscos na camada protetora, torna estas camadas, em geral, muito eficazes do ponto de vista anticorrosivo.

As espessuras deste tipo de revestimento variam, geralmente, entre os 50 nm e os 3 µm, estando a espessura relacionada com a cor. Esta, varia consideravelmente, desde transparente a dourado escuro, passando pelo amarelo iridescente, dependendo da natureza do metal base, rugosidade, composição do banho (particularmente da razão entre os teores de crómio trivalente e hexavalente), temperatura, pH, substâncias de ativação, tempo de tratamento e métodos de lavagem e secagem.

Os principais objetivos da conversão química centram-se no aumento da resistência à corrosão do metal ou do revestimento metálico, no aumento da aderência de tintas ou de outros revestimentos orgânicos e na obtenção de uma baixa resistência elétrica.

2.8. Processo de soldadura por resistência por pontos

A soldadura constitui um dos processos de construção mecânica mais utilizado em todo o mundo. É um processo de ligação de peças metálicas por ação do calor, de modo a provocar a coalescência, ou fusão, entre dois ou mais metais. Esta ligação pode ser efetuada com ou sem um metal de adição ou com ou sem a aplicação de pressão. A ligação resultante constitui, assim, uma ligação homogênea entre duas ou mais peças metálicas [34].

Atualmente, existem mais de 80 processos de soldadura tecnologicamente reconhecidos; no entanto, apenas será abordada a soldadura por resistência por pontos no alumínio (*Resistance Spot Welding – RSW*).

Este é um processo de soldadura por fusão, autogénea – em que não se utiliza metal de adição. As moléculas da zona aquecida à temperatura de fusão misturam-se profundamente, dando origem a uniões que possuem a mesma natureza metalúrgica e as mesmas características físicas dos materiais base. A soldadura autogénea consiste, então, em transformar duas redes cristalinas numa rede única.

A descoberta da soldadura por resistência em 1886, deu um grande contributo no desenvolvimento industrial de então, possibilitando soldar os mais diversos tipos de materiais até à data impossíveis. O facto de não necessitar de material de adição, juntamente com a elevada velocidade de processamento, tornam este processo bastante económico quando comparado com os restantes.

A soldadura por pontos é a forma mais simples deste processo, em que a pressão é fornecida apertando duas ou mais folhas metálicas sobrepostas entre dois eléctrodos. É então passada corrente elétrica entre os eléctrodos, gerando calor na interface/zona de contato das folhas (efeito de Joule) suficiente para que ocorra fusão, criando-se um ponto de soldadura.

O calor gerado depende de três variáveis essenciais, da corrente, do tempo de passagem desta, e da resistência na interface, que por sua vez é função da resistividade e das condições superficiais do material a soldar, da sua espessura e forma, assim como do material dos eletrodos e da pressão aplicada. [35].

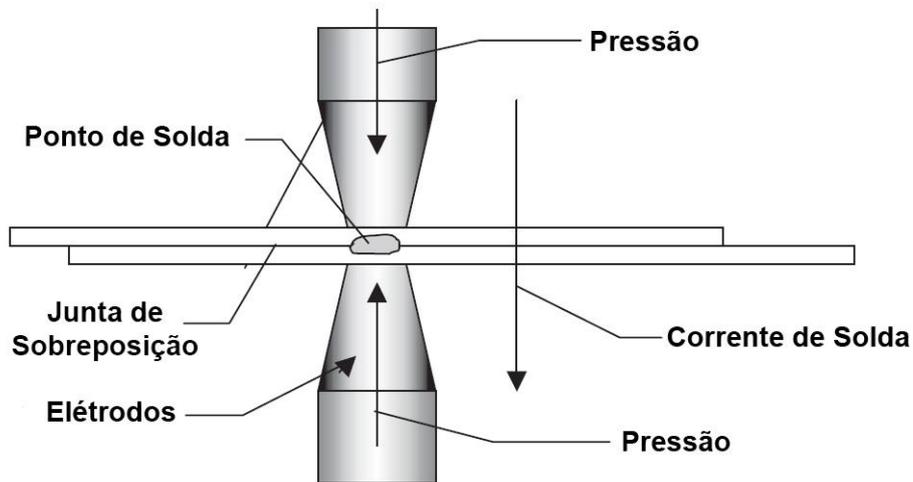


Figura 2.3 - Princípios da soldadura por pontos. Adaptado de [35].

2.8.1. Principais parâmetros da soldadura por resistência por pontos

A soldadura por resistência tem como base efeito de Joule (equação 14), caracterizando-se pela quantidade de calor (Q) gerada pela passagem da corrente (I) numa superfície resistiva (R) ao longo de um determinado tempo (t).

$$Q = R \times I^2 \times t \quad (14)$$

Assim, existem diversos parâmetros operatórios a ter em conta - a intensidade da corrente, a resistência e o tempo.

→ Resistência de contato

Qualquer superfície metálica, embora pareça perfeitamente plana, é constituída por pequenas rugosidades que influenciam as propriedades elétricas e mecânicas de contacto de duas superfícies metálicas. Assim, para uma superfície de contacto teórica $S = \pi r^2$, a superfície de contacto real é a soma de inúmeras pequenas superfícies de contacto, inferiores à teórica. As superfícies de contacto elementares são constituídas pelos pontos de contacto das arestas de uma peça, com as arestas da outra [36].

Aquando da passagem da corrente, as linhas de corrente concentram-se nestes pontos, provocando uma redução artificial da secção de passagem, razão pela qual existe uma resistência óhmica muito elevada na zona de contacto de duas peças, mesmo estando perfeitamente limpas [36].

Também, apesar de uma superfície poder ter uma aparência completamente limpa, existe sempre uma película superficial composta por óxidos que, dependendo da espessura, pode ser condutora, semicondutora ou isolante, reduzindo a probabilidade de ligação metálica nas rugosidades e contribuindo para a resistência de contacto elétrico. Assim, pode-se afirmar que a resistência de contacto é a soma da resistência de contacto metálica (baixa), com a resistência de contacto da película (alta). Esta é uma variável de extrema importância na

aplicação prática da soldadura por resistência elétrica por pontos, pois qualquer alteração significativa nesta resistência, pode afetar a qualidade da soldadura resultante [36].

Também a carga aplicada, afetando a deformação plástica e forçando as duas superfícies a juntarem-se, influencia a resistência de contacto, que geralmente diminui com o aumento da carga; note-se no entanto que, numa superfície com lubrificante, se observa o contrário [36].

A resistência de contacto entre duas peças metálicas, colocadas uma sobre a outra, depende:

- da natureza dos metais de contacto e das suas características (dureza, resistência mecânica, condutividade);
- espessura dos metais a soldar;
- do estado da superfície dos metais;
- da pressão a que estão submetidas as superfícies em contacto (força de aperto);
- da temperatura dos metais na zona de contacto;
- intensidade da corrente/ tempo;
- tempo entre decapagem e soldadura.

→ **Intensidade da corrente da soldadura**

A intensidade da corrente é o parâmetro que representa maior peso uma vez que é expressa ao quadrado. A corrente necessária para efetuar a soldadura é inversamente proporcional à raiz quadrada do produto do tempo pela resistência. Assim quanto menor o tempo de soldadura maior terá de ser a corrente.

A intensidade mínima da corrente é aquela para a qual a quantidade de calor produzido na união e na sua vizinhança, é superior às perdas de calor por condução e radiação - nas folhas metálicas, nos eléctrodos e no ambiente - até se obter a temperatura de fusão. Contudo, esse valor, não é suficiente para assegurar a realização do ponto em condições ótimas. De facto, com valores de intensidade mínima da corrente, o tempo de passagem é longo, dando origem a alguns inconvenientes quer do ponto de vista metalúrgico, quer do ponto de vista prático da soldadura [36].

→ **Tempo de soldadura**

O tempo de passagem da corrente depende de vários fatores, nomeadamente:

- do tipo de materiais a soldar;
- da sua espessura;
- do acabamento de superfície;
- da pressão exercida;
- condição e tipo de eléctrodos.

Como seria de esperar, para peças de união difícil há a necessidade de tempos de soldadura mais longos, de forma a garantir a correta realização da soldadura no local desejado. Porém, as resistências mecânicas das soldaduras executadas com tempos muito longos são geralmente inferiores às obtidas com tempos de soldadura mais curtos – o que é função dos resultados metalúrgicos duma soldadura “longa”, maior coalescência do grão, logo soldadura frágil.

Uma soldadura rápida acarreta inúmeras outras vantagens, nomeadamente para a eficiência do processo. Assim, quanto menor o tempo de soldadura, menor as perdas de calor por condução (para o material e para os eléctrodos) e por radiação. Os tempos de soldadura curtos facilitam ainda a manutenção correta dos eléctrodos, conservando a sua dureza e geometria. Graças à rapidez da soldadura, apenas a zona do ponto de soldadura aquece a

elevadas temperaturas, sendo o processo terminado antes que a superfície das peças em contacto com os eléctrodos também alcancem temperaturas muito elevadas. Desta forma, as pontas dos eléctrodos, mantidas a uma temperatura bastante mais baixa - inclusivamente arrefecidos a água - conservam a sua dureza e não se deformam [36].

2.8.2. Diagramas de soldabilidade

Ou envelopes de soldabilidade, representados pela figura 2.4, que expressam a relação entre as grandezas intensidade da corrente e o tempo de soldadura podem ser traçados, fixando parâmetros como o tipo de eléctrodos e as suas dimensões, e o esforço de compressão exercido.

Assim, para uma corrente I_1 , inferior a I_{\min} (intensidade mínima da soldadura), a soldadura não se realiza qualquer que seja o tempo de passagem da corrente. Há aquecimento, mas a temperatura alcançada é inferior à temperatura de fusão do metal.

Para uma intensidade de corrente I_2 , superior a I_{\min} , nos tempos t_1 , t_2 e t_3 , não se alcança a fusão, mas origina-se a colagem do local de contacto. Para a mesma intensidade I_2 , no tempo t_5 , alcança-se a temperatura de fusão na união das peças, iniciando-se a soldadura e desenvolvendo-se corretamente até ao tempo t_7 .

Para uma intensidade de corrente I_3 (superior a I_2), a temperatura de fusão é atingida no tempo t_2 desenvolvendo-se até t_3 . Após este tempo, e para essa determinada intensidade I_3 , a quantidade de calor fornecida ao ponto de soldadura é excessivo resultando num fenómeno de projecção (expulsão) de metal fundido.

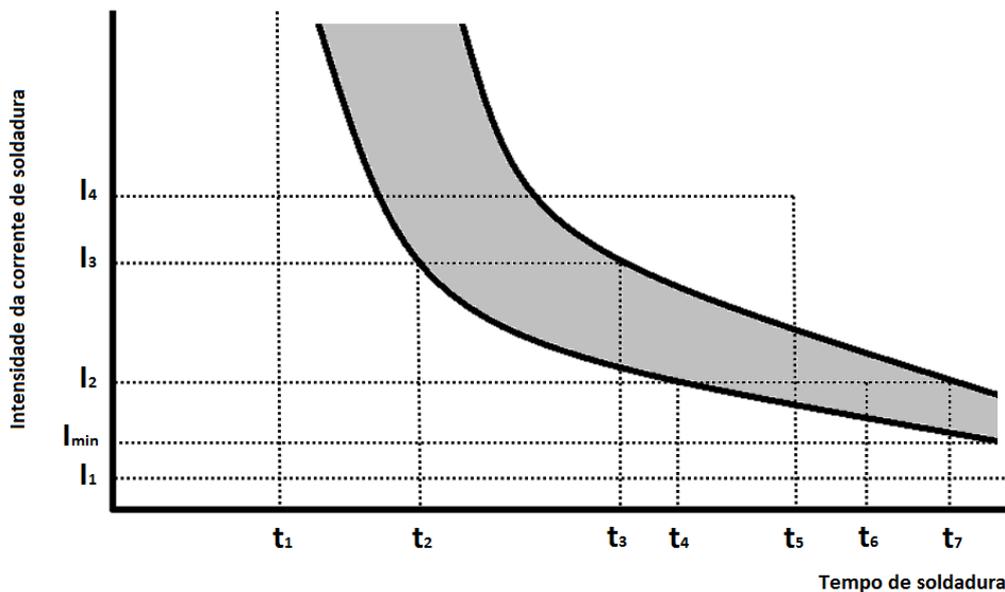


Figura 2.4 - Diagrama de soldabilidade que expressa a relação intensidade da corrente/ tempo de soldadura. Adaptado de [36].

3. Metodologia, materiais e métodos

3.1. Plano de ensaios

Antes de se iniciar os ensaios foram definidos dois planos de ação de acordo com os resultados que se poderiam esperar. Um plano para a preparação de superfícies antes dos processos de anodização e de conversão química (figura 3.1) e outro antes do processo de soldadura por resistência por pontos (figura 3.2).

3.1.1. Preparação de superfície antes de anodização e de conversão química

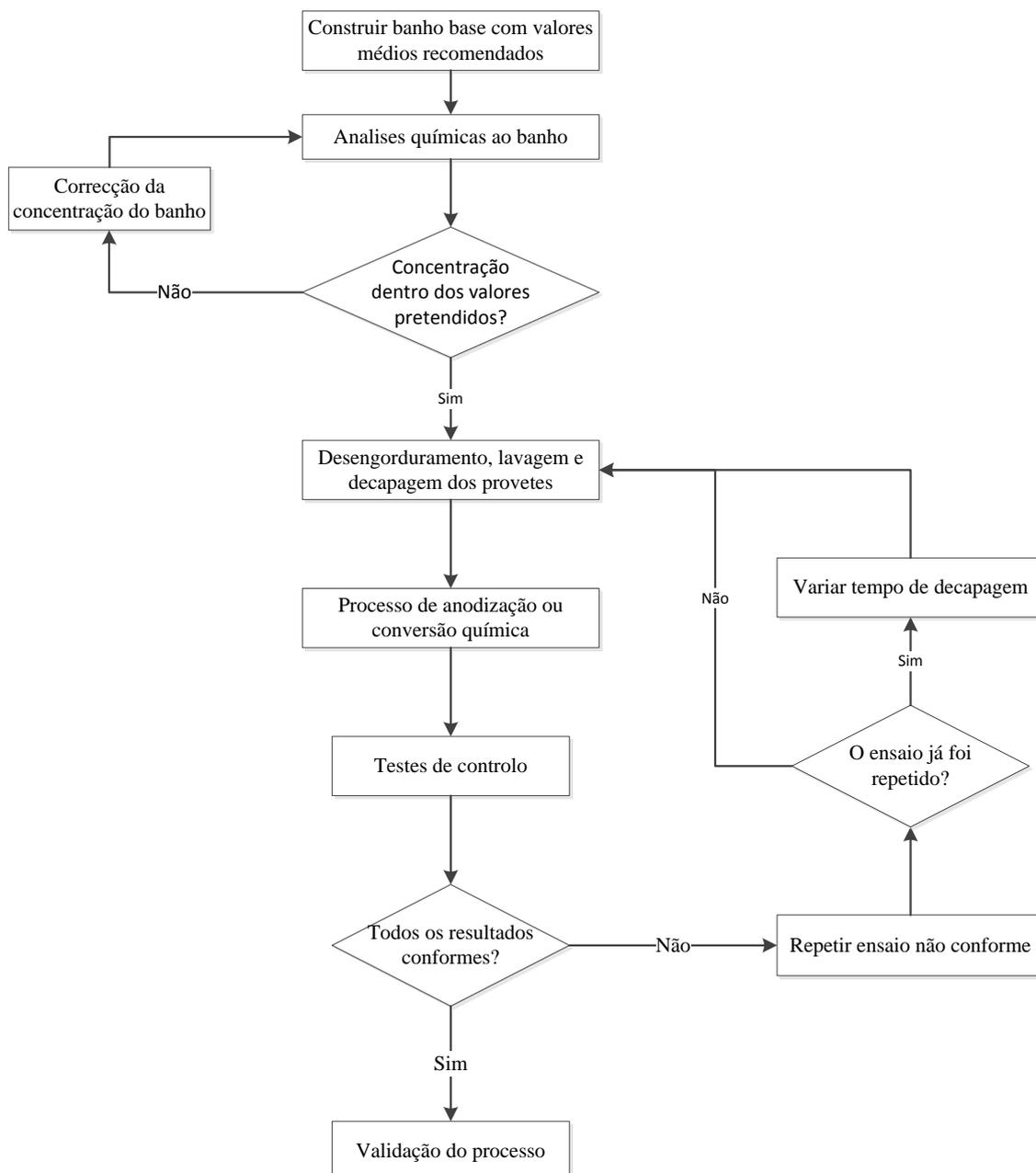


Figura 3.1 - Fluxograma da preparação de superfície antes dos processos de anodização e conversão química.

3.1.2. Preparação de superfície antes de soldadura

O estudo da preparação de superfície antes do processo de soldadura por pontos, irá ser realizado em 9 combinações de ligas e espessuras. Pretende-se conseguir determinar quais as condições operatórias ótimas do processo para obtenção de valores de resistividade inferiores aos indicados na tabela 3.1 e a pontos de soldadura redondos e uniformes.

Contudo, há alguns princípios que têm de ser cumpridos:

1. Os tempos de pré-desengorduramento e desengorduramento alcalino têm de ser comuns a todas as ligas e espessuras. Assim como, a temperatura e a concentração do banho de decapagem;
2. Para uma determinada liga e espessura (p.e.: liga 2024, espessura 0.032 in), tem de ser definido um único tempo de decapagem, comum a todas as combinações;

A liga de alumínio 2024 com a espessura 0.032 in é a mais utilizada nas combinações que irão ser abordadas, daí definir-se esta liga e espessura como ponto de partida.

Tabela 3.1 - Combinações de ligas e espessuras representativas do processo e respetivos valores de resistividade de referência.

Liga de Alumínio	Espessuras (in)	Resistividade de referência ($\mu\Omega$)
2024 x 2024	0.032 x 0.032	< 25
	0.040 x 0.040	< 40
	0.032 x 0.040	< 19
	0.032 x 0.063	< 20
2024 x 2024 x 2024	0.032 x 0.032 x 0.032	< 25
	0.032 x 0.032 x 0.063	< 30
2024 x 6061	0.032 x 0.063	18 - 36
2024 x 2024 x 6061	0.032 x 0.032 x 0.063	< 80
2024 x 2024 x 5052	0.032 x 0.040 x 0.050	-

Na primeira fase do estudo, o banho de decapagem irá ser manufaturado com Turco Deoxalume 2310 e ácido nítrico, como indicado na ficha técnica do produto. No entanto, face ao elevado número de variáveis que podem influenciar os resultados obtidos, algumas terão de ser fixas e comuns a todos os ensaios. Deste modo, irão ser realizados ensaios para determinar as condições de operação comuns aos ensaios.

Essas variáveis serão: a temperatura do banho de decapagem, o tempo de pré-desengorduramento e o tempo de desengorduramento alcalino. É de referir que, independentemente do tipo da liga e combinação de espessuras, pretende-se que estas três variáveis sejam comuns a todas elas.

Numa segunda fase, irá proceder-se a variações dos tempos de decapagem e da concentração do banho (Figura 3.2), não sendo definido nenhum critério para a sua alteração. No caso do tempo de decapagem, sabe-se que tempos de decapagem curtos ou excessivos, originam valores de resistividade mais elevados. Assim, conforme os valores de resistividade medidos, irá proceder-se a uma maior ou menor variação do tempo. A concentração do banho será alterada, após a variação de diversos tempos de decapagem sem se conseguir melhoria de resultados.

Nesta dissertação, será ainda testada a influência de uma decapagem alcalina antes da decapagem ácida, e uma decapagem ácida usando ácido sulfúrico em substituição do ácido nítrico em mistura com Deoxalume 2310. A decapagem alcalina irá ser realizada com uma solução de Hidróxido de Sódio (35 g/L - 60 g/L de NaOH livre) e com uma solução usando o produto comercial Turco Aluminetch #2.

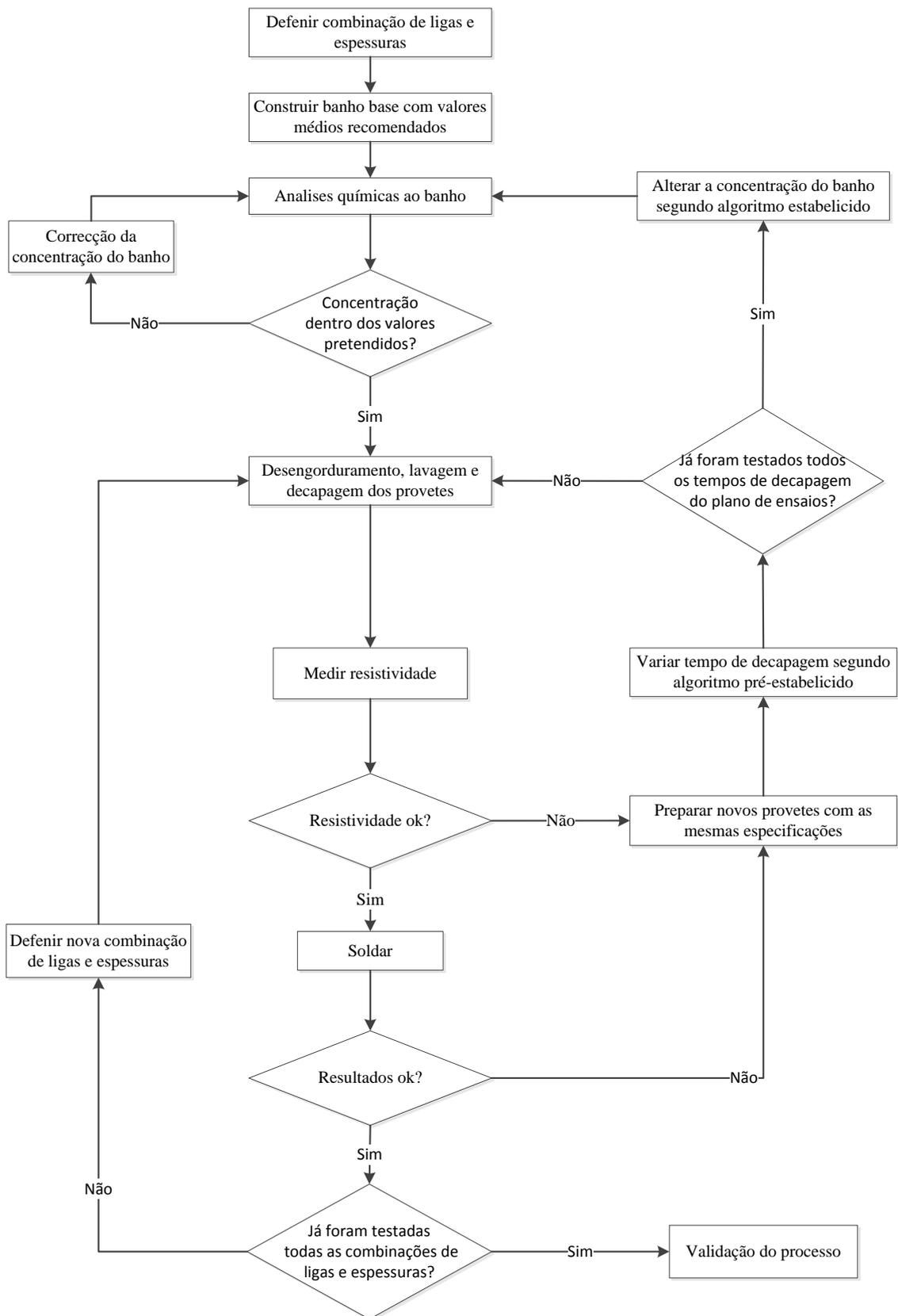


Figura 3.2 - Fluxograma da preparação de superfície antes dos processos de soldadura.

De salientar que, na ficha técnica do produto, apenas é indicado o uso do Deoxalume 2310 com o ácido nítrico. Contudo, observa-se uma grande semelhança entre a solução de decapagem em estudo e o processo P, mencionado anteriormente na introdução teórica. Embora

em proporções diferentes, ambas as soluções têm em comum os ácidos nítrico e sulfúrico e o sulfato de ferro. Assim, tal como do processo P para o P2, o ácido nítrico foi substituído pelo ácido sulfúrico. Deste modo, propõe-se estudar, a eficácia da preparação da superfície do alumínio, antes do processo de soldadura por pontos, com uma solução de Deoxalume 2310 e ácido sulfúrico, apesar de não haver informação do fabricante sobre as condições da solução com estes constituintes.

Após o tratamento de superfície, a resistividade será medida em 7 pontos, ao longo de cada conjunto de provetes, num total de 21 pontos por ensaio. De forma a avaliar quais as melhores condições de operacionais e quais os ensaios que irão prosseguir para a etapa seguinte, irá classificar-se os valores de resistividade, com base nos valores de referência para cada combinação representados na tabela 3.1, em:

- Dentro dos valores de referência
- Entre o valor máximo de referência e $50 \mu\Omega$
- Superior a $50 \mu\Omega$

Ensaio que obtenham uma classificação igual ou superior a 80% dos valores de resistividade $\leq 50 \mu\Omega$, serão submetidos ao ensaio de soldadura.

3.2. Provetes de teste e ensaios realizados

Conforme o processo final a que se destinavam, foram utilizados diferentes tipos de provetes com diferentes dimensões.

3.2.1. Provetes para controlo do processo de anodização

Na tabela 3.2, estão representados os ensaios de controlo realizados ao processo de anodização e as características dos provetes utilizados.

Tabela 3.2 - Características dos provetes para controlo do processo de anodização.

Tipo de Material	Ensaio	Quantidade	Dimensão (mm)
Alumínio 2024	Resistência à corrosão ²	5	250 x 75 x 0.8 a 1.3 Rugosidade $\leq 1\mu\text{m}$
	Aderência à pintura a seco com quadrícula	2	250 x 75 x 0.8 a 1.3 Rugosidade $\leq 1\mu\text{m}$
	Aderência à pintura a húmido com quadrícula	2	250 x 75 x 0.8 a 1.3 Rugosidade $\leq 1\mu\text{m}$
	Peso da película anódica (massa surfática)	3	125 x 80 x 1 a 4 Rugosidade $\leq 1\mu\text{m}$
	Espessura ²	3	125 x 80 x 1 a 4 Rugosidade $\leq 1\mu\text{m}$

3.2.2. Provetes para controlo do processo de conversão química

Na tabela 3.3, estão representados os ensaios de controlo realizados ao processo de conversão química e as características dos provetes utilizados.

² Provetes colmatados

Tabela 3.3 - Características dos provetes para controlo do processo de conversão química.

Tipo de Material	Ensaio	Quantidade	Dimensão (mm)
Alumínio 2024	Resistência à corrosão	5	250 x 75 x 0.8 a 1.3 Rugosidade $\leq 1\mu\text{m}$
	Aderência à pintura a seco com quadrícula	2	250 x 75 x 0.8 a 1.3 Rugosidade $\leq 1\mu\text{m}$
	Aderência à pintura a húmido com quadrícula	2	250 x 75 x 0.8 a 1.3 Rugosidade $\leq 1\mu\text{m}$
	Peso da película anódica (massa surfácica)	3	125 x 80 x 1 a 4 Rugosidade $\leq 1\mu\text{m}$

3.2.3. Provetes para soldadura por resistência por pontos

Para este processo utilizaram-se provetes de alumínio de três ligas distintas, 2024, 5052 e 6061. Os provetes para este teste possuem dimensões de 150 x 25 x t mm, sendo t a espessura do provete, que é variável em função das combinações a testar. Na tabela 3.4, encontram-se representadas as combinações de ligas e espessuras a testar.

Tabela 3.4 - Características dos provetes utilizados no processo de soldadura por pontos.

Liga de Alumínio	Espessuras (in)
2024 x 2024	0.032 x 0.032
	0.040 x 0.040
	0.032 x 0.040
	0.032 x 0.063
2024 x 2024 x 2024	0.032 x 0.032 x 0.032
	0.032 x 0.032 x 0.063
2024 x 6061	0.032 x 0.063
2024 x 2024 x 6061	0.032 x 0.032 x 0.063
2024 x 2024 x 5052	0.032 x 0.040 x 0.050

Para cada ensaio foram sempre realizados, em simultâneo, três conjuntos de provetes (A,B e C) com as mesmas condições operatórias.

No total deste estudo, foram realizados 140 ensaios no processo de decapagem antes de soldadura por pontos, representados na tabela seguinte:

Tabela 3.5 - Ensaio realizados no processo de soldadura por pontos.

Liga	Combinação	Nº de Ensaio
2024 x 2024	0.032 x 0.032	47
	0.032 x 0.032 x 0.032	33
	0.040 x 0.040	39
	0.032 x 0.063	9
2024 x 6061	0.032 x 0.063	12
Total		140

3.3. Processo

3.3.1. Flow-chart do Processo

O processo de preparação das amostras antes de se efetuar os testes de qualidade aos três processos estudados, é dividido nas três principais etapas: pré-desengorduramento, desengorduramento alcalino e decapagem, como demonstrado na figura 3.3. Entre cada uma destas etapas é importante realizar a lavagem das amostras removendo na totalidade os produtos, caso contrário, estes podem danificar a superfície ou contaminar o banho seguinte.

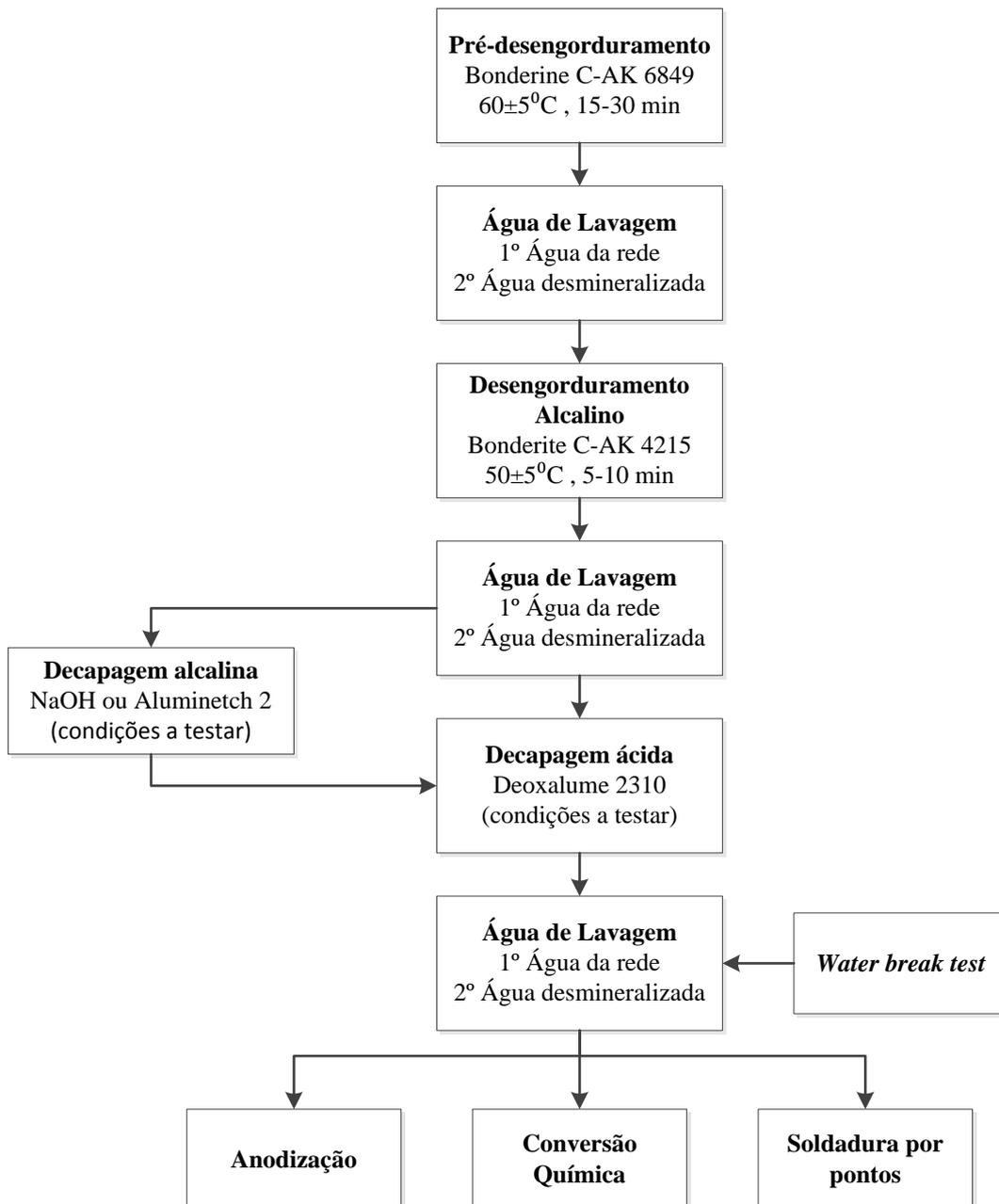


Figura 3.3 - Flow-chart do processo.

3.2.2. Pré-desengorduramento

Os pré-tratamentos iniciam-se pela imersão do provete num banho de desengorduramento de forma a remover restos de tinta, gordura e óleos da sua superfície.

Este banho opera a temperaturas entre os 55 e os 70°C, sendo usado um sistema de controlo mantendo-a constante a 60±5°C. Quanto à sua constituição, é composto por 10 a 20% em volume de Bonderite C-AK 6849 AERO, uma solução aquosa alcalina desengordurante fabricada pela Henkel.

O tempo de imersão depende da contaminação da superfície do metal, variando usualmente entre 15 a 30 minutos.

3.2.3. Desengorduramento Alcalino

Após o pré-tratamento, os provetes são imersos num banho desengordurante alcalino durante 5 a 10 minutos, a uma temperatura de funcionamento de 45 a 55°C, estando o tanque equipado com um sistema de controlo da mesma.

O banho de desengorduramento alcalino é constituído por Bonderite C-AK 4215 NC-LT AERO, fabricado pela Henkel, numa concentração de 45 a 60 g/L. A sua principal função é a remoção de todos os óleos e gorduras que possam ter permanecido após o pré-desengorduramento.

3.2.4. Decapagem Alcalina (etapa usada em apenas alguns ensaios)

A decapagem alcalina antecede a decapagem ácida durante a preparação de superfície antes do processo de soldadura por pontos. Nesta etapa foram testadas duas soluções: solução de NaOH e solução com Turco Aluminetch #2

A decapagem com NaOH foi realizada num banho já existente na linha de produção, operando a uma temperatura de 40±5°C e uma concentração compreendida entre 35 g/L e 60 g/L de hidróxido de sódio livre.

O banho de Turco Aluminetch #2, foi manufacturado para a realização deste estudo. Segundo a ficha técnica do produto, este deve operar com concentração compreendida entre 37.5 e 52.5 g/L, num período de 3 a 5 minutos e a uma temperatura entre 50 e 70°C [37].

Para a manufatura deste banho colocou-se uma tina de menores dimensões (20 x 20 x 20 cm), em “banho-maria”, dentro de outra com temperatura controlada a 60°C.

Realizou-se um volume de 4L de banho com uma concentração de 45 g/L.

Após manufacturado o banho foi analisado quimicamente seguindo o procedimento experimental indicado na ficha técnica do produto [37].

1. Retirar uma amostra de banho e deixar arrefecer.
2. Pipetar 10 ml de solução para um *erlenmeyer* de 250 ml.
3. Diluir 7 a 8 gotas de fenolftalaína.
4. Titular a solução com ácido sulfúrico 1N. O valor do volume de ácido consumido é A na equação 15.
5. Adicionar 2 a 3g de flureto de sódio, agitando até à dissolução e continuar a titulação até que a solução se torne incolor.
6. Repetir o passo 5 até que a solução deixe de ficar carmim.

Quanto maior o conteúdo de alumínio dissolvido, maior a quantidade de flureto de sódio utilizado.

O valor de B é obtido fazendo a diferença entre o consumo total de H₂SO₄ e o consumo em A.

$$\% \text{ Aluminetch \#2} = \left(A - \frac{B}{3} \right) \times 0.435 \quad (15)$$

$$\% \text{ de alumínio dissolvido} = B \times 0.09 \quad (16)$$

À medida que o teor de alumínio dissolvido aumenta, recomenda-se o aumento gradual da concentração de Aluminetch #2, podendo seguir-se a regra de adicionar 1% de Aluminetch #2 por cada 1% de alumínio dissolvido.

A concentração máxima de alumínio dissolvido não deve exceder os 5% ou 30% da concentração de Aluminetch #2.

Além da concentração do produto no banho, também a sua contaminação causada pela dissolução do alumínio tem de ser controlada. Para tal, foi seguido o procedimento experimental indicado na ficha técnica do produto [37].

3.2.5. Decapagem Ácida

3.2.5.1. Instalação e preparação do banho

Com o intuito da realização de testes com o produto isento de crómio, foi implementado uma tina experimental de polipropileno (resistente a ácidos) junto da linha de produção. Esta tina foi equipada com um sistema de agitação a ar.

Tabela 3.6 - Características da tina.

Dimensões do tanque (cm)	43 x 25 x 60
Área do tanque (cm ²)	1075
Volume (L)	64,5

Conhecendo as dimensões do tanque (43 x 25 x 59 cm), fixando uma altura de trabalho, e tendo em consideração os valores médios das concentrações recomendadas na ficha técnica do produto, apresentadas na tabela 3.7, determinaram-se as quantidades necessárias para a manufatura do banho (Banho A).

Tabela 3.7 – Condições de operação e controlo do banho A [27].

Concentração de Turco Deoxalume 2310	10 – 20%
Concentração de Ácido Nítrico	20 – 30%
Fator de Ataque	0.1 – 0.4 mils/face/h
Temperatura	16 – 32°C
Tempo de imersão	2 – 10 minutos

Foi ainda testado um segundo banho de decapagem ácida para a preparação de superfície antes do processo de soldadura por pontos. Neste banho (Banho B), utilizou-se o Deoxalume 2310 com ácido sulfúrico, em substituição do ácido nítrico. A preparação foi realizada como explicado anteriormente para o banho A, no entanto, não tendo qualquer informação sobre o uso, nem o controlo, do Deoxalume 2310 com este ácido, manteve-se o

intervalo de concentração recomendado para o Deoxalume 2310 (10-20%) e assumiu-se uma concentração mínima admissível de 5% (V/V) para o ácido sulfúrico.

Para determinar o intervalo de trabalho da concentração do ácido sulfúrico, seguiu-se a especificação SAE ARP 4992. Segundo esta especificação, o limite máximo do processo pode ser calculado multiplicando o limite mínimo por 1.33. Desta forma, definiu-se um intervalo de concentração para o ácido sulfúrico de 5.0 - 6.7%.

3.2.5.2. Análise química ao banho

As concentrações de ambos os constituintes do banho de decapagem podem ser determinadas através de titulações, de acordo com o procedimento experimental indicado na ficha técnica do Deoxalume 2310 e no Anexo 1 [27].

Para o banho A, a percentagem de Deoxalume 2310 é obtida multiplicando o volume de tiosulfato de sódio gasto por 1.40 e a concentração de ácido livre, em %, obtém-se multiplicando o volume de NaOH gasto por 1.16.

$$\% \text{ Deoxalume 2310} = 1.40 \times V_{\text{tiosulfato de sódio}} \text{ (ml)} \quad (17)$$

$$\% \text{ Ácido Nítrico} = 1.16 \times V_{\text{NaOH}} \text{ (ml)} \quad (18)$$

No caso do banho B, como referido anteriormente, não havendo informação sobre o uso nem o controlo, do Deoxalume 2310 com ácido sulfúrico, seguiu-se o mesmo procedimento experimental do banho A. No entanto, estando outro ácido a ser utilizado e sabendo que o Deoxalume 2310 é composto por 25-30% de ácido sulfúrico, para determinar a percentagem de ácido neste banho seria necessário outro fator que não 1,16. Assim, após contacto com o fabricante e, este, ter recriado laboratorialmente o banho aqui estudado, indicou que:

$$\% \text{ Ácido Sulfúrico} = 0.4065 \times V_{\text{NaOH}} \text{ (ml)} \quad (19)$$

Além da análise química ao banho, é realizado o fator de ataque. O fator de ataque consiste na imersão de um provete no banho de decapagem por um determinado período de tempo. Findo este tempo, contabiliza-se a perda de massa e calcula-se o fator de ataque de acordo com a equação 20. O valor obtido deve estar compreendido entre 0.1 e 0.4 mils/face/hora.

$$\text{Fator de ataque} = \frac{(m_i - m_f) e}{m_i t_i} \times 30 \quad (20)$$

m_i – Massa inicial do provete (g)

m_f – Massa final do provete (g)

e – Espessura inicial do provete (mils)

t_i – Tempo de imersão (min)

3.2.5.3. Processo de decapagem

Após as análises ao banho e garantindo que todas as condições se encontram dentro dos parâmetros recomendados, este, fica operacional e pronto para se iniciar o processo. Os provetes são então imersos na totalidade por um período de tempo recomendado de 2 a 10 minutos.

O banho deve estar em constante agitação de forma a manter a sua homogeneidade.

3.2.6. Anodização

Os provetes de teste são totalmente imersos no tanque de anodização, garantindo uma boa passagem de corrente.

O ciclo elétrico deve ser ligado até 5 segundos após a imersão do provete na solução de anodização. Inicialmente há um aumento constante da voltagem ao longo de 5 minutos, passando de 0 a 40V. Atingidos os 40V, esse valor é mantido constante até aos 40 minutos, terminando o ciclo com a descida até aos 0V num máximo de 3 minutos, como representado na figura 3.4.

Uma vez terminado o ciclo elétrico, as peças devem ser removidas, até 5 segundos após a corrente ter sido desligada, e lavadas em água desmineralizada pelo menos durante 2 minutos.

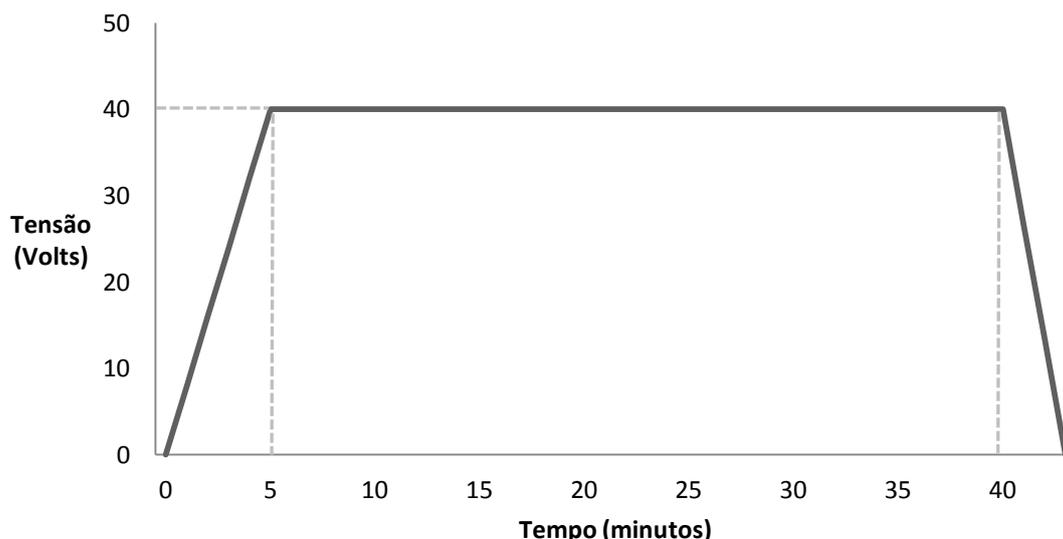


Figura 3.4 - Ciclo elétrico usado no tratamento de anodização. Adaptado da MIL-A-8625F [38].

Os provetes que se destinam aos ensaios de resistência à corrosão (nevoeiro salino) são, ainda, colmatados numa solução de dicromato de potássio (concentração 25 a 35 mg/L) durante 38 a 40 minutos a uma temperatura de 97 a 99°C.

3.2.7. Conversão Química

O tratamento por conversão química é realizado pela imersão dos provetes numa solução de Bonderite M-CR 1200S AERO (conhecido como Alodine 1200S). A concentração no banho varia entre 6,0 a 22,8 g/L e o pH deve ser controlado e mantido entre 1,3 e 1,8. A temperatura de operação é mantida entre 25 e 30 °C. Na tabela 3.8 está apresentada a composição deste produto.

Tabela 3.8 - Composição do de Bonderite M-CR 1200S AERO. [33]

Componente	Composição (%)
CrO ₃	30-60
KBF ₄	10-30
K ₃ Fe(CN) ₆	10-30
NaF	5-10
K ₂ ZrF ₆	5-10

3.2.8. Soldadura por resistência por pontos

3.2.8.1. Controlo da resistividade

Antes de efetuar o processo de soldadura, executou-se a medição da resistividade em 7 pontos ao longo do provete. A resistividade das superfícies a soldar não deve exceder os 50 $\mu\Omega$, nesse sentido, este ensaio funcionou como teste de seleção antes de se efetuar a soldadura.

Apesar de uma boa decapagem dever garantir um valor de resistência de contacto entre 5 e 10 $\mu\Omega$, consideram-se aceitáveis valores até uma ordem de 30 $\mu\Omega$. Provetes com valores muito superiores, foram considerados como não conformes e não foram soldados.

Após decapagem, com o passar do tempo inicia-se a formação de película de alumina na superfície. Assim, como a resistividade é função crescente do tempo, entre o fim da decapagem e o início do processo de soldadura não devem ser excedidas 48h.

Dependendo da combinação de ligas e de espessuras, e com base no processo até agora implementado, há valores de referência que devem ser tidos em conta (tabela 3.9).

Tabela 3.9 - Valores referência de resistividade para cada combinação de ligas e espessuras.

Liga de Alumínio	Espessuras (in)	Resistividade ($\mu\Omega$)
2024 x 2024	0.032 x 0.032	< 25
	0.040 x 0.040	< 40
	0.032 x 0.040	< 19
	0.032 x 0.063	< 20
2024 x 2024 x 2024	0.032 x 0.032 x 0.032	< 25
	0.032 x 0.032 x 0.063	< 30
2024 x 6061	0.032 x 0.063	18 - 36
2024 x 2024 x 6061	0.032 x 0.032 x 0.063	< 80
2024 x 2024 x 5052	0.032 x 0.040 x 0.050	-

3.2.8.2. Soldadura

Para os ensaios de soldadura realizaram-se 7 pontos de solda em cada conjunto de provetes. Para tal, utilizou-se uma máquina do tipo PMCO-2-STY SY-SOL-TRI da marca Sciaky (máquina 3 da linha de produção, representada na figura 3.5), operando com regulação de eléctrodos e parâmetros de solda em conformidade com a qualificação utilizada em produção, contemplando o ciclo típico de soldadura de alumínio (pré-aperto, pré-aquecimento, soldadura, temperatura, etc).

O processo de soldadura foi executado por operadores qualificados.



Figura 3.5 – Máquina de soldadura resistência por pontos, Sciaky.

3.4. Ensaio de controlo

Com este estudo pretendeu-se comprovar a eficácia do produto Deoxalume 2310 na etapa de decapagem antes dos processos de anodização, conversão química e soldadura por pontos.

Dependendo do tipo de tratamento de superfície aplicado foram realizados diferentes tipos de ensaios de acordo com as especificações aplicáveis.

3.4.1. Processos de anodização e conversão química

Os testes de controlo de qualidade realizados aos processos de anodização e de conversão química seguem as *United States Military Standards*, MIL-A-8625F [38] e MIL-DTL-5541F [39], respetivamente.

Segundo a MIL-A-8625F [38] a película anódica pode ser classificada segundo o processo usado na anodização e a presença/ausência de coloração.

O processo de anodização usado pertence ao tipo I (*chromic acid anodizing*, revestimentos produzidos a partir de banhos com ácido crómico) e classe 1 (sem coloração).

3.4.1.1. Peso da película (Massa Surfática)

O objetivo do presente ensaio é determinar o peso da película formada e verificar se esta se encontra dentro do intervalo de valores requerido na especificação.

→ Anodização

Após o tratamento, colocaram-se os provetes numa estufa durante 30 minutos a uma temperatura de $93^{\circ} \pm 6^{\circ}\text{C}$ deixando-os depois arrefecer até à temperatura ambiente.

Pesaram-se os provetes numa balança analítica com uma precisão de 0,1 mg e, em seguida, mergulharam-se os provetes durante 5 a 6 minutos numa solução Cromo-Fosfórica³ a $100^{\circ} \pm 6^{\circ}\text{C}$.

Findo este período, lavaram-se os provetes com água desmineralizada, colocaram-se na estufa nas condições referidas anteriormente e foram novamente pesados.

Este processo foi repetido até que o peso do provete permaneceu constante em duas pesagens consecutivas, ou seja, verificou-se que a película foi completamente removida.

Determinação da massa surfática:

$$\text{Massa Surfática} = \frac{A - B}{\text{Área}} \quad (21)$$

A = massa inicial (mg)

B = massa final (mg)

Área (ft²)

O valor da massa surfática obtido deve ser superior a 200 mg/ft² (21,5 mg/dm²).

³Solução Cromo-Fosfórica: Ácido fosfórico 35ml/L e ácido crómico 20 g/L

→ Conversão Química

Embora não esteja incluído na especificação MIL-DTL-5541F, o ensaio do peso da película, é requerido em norma de cliente, sendo que o procedimento usado foi o descrito nessa especificação. Após o tratamento de superfície, pesaram-se os provetes numa balança analítica com uma precisão de 0,1 mg. Posteriormente, mergulharam-se os provetes numa solução de ácido nítrico 50%, à temperatura ambiente, durante um tempo máximo de 60 segundos, sendo lavados logo de seguida com água desmineralizada.

Este processo foi repetido até que o peso do provete permaneceu constante em duas pesagens consecutivas.

O valor da massa surfácica determinado pela equação 21, deve ser superior a 40 mg/ft².

3.4.1.2. Resistência à corrosão (Nevoeiro Salino)

O ensaio de nevoeiro salino é um teste de corrosão acelerado, utilizado para testar a permeabilidade e a colmatagem dos revestimentos, avaliando assim a eficácia da proteção dos tratamentos aplicados e detetando defeitos e discontinuidades. Para a execução deste ensaio seguiu-se a especificação ASTM B 117 [40].

Para a realização do ensaio é necessário uma câmara que recria uma atmosfera extremamente agressiva com a pulverização por meio de ar comprimido de um agente corrosivo (figura 3.6). Neste caso, uma solução de cloreto de sódio 5% a 35°C.



Figura 3.6 – Câmara de Nevoeiro Salino Ascott S1000t.

→ Anodização

Posteriormente ao tratamento de anodização e antes de submeter os provetes a ensaio, estes, devem permanecer pelo menos 24 horas à temperatura ambiente. Após este período de tempo os provetes foram lavados com água desmineralizada e secos com um pano macio.

Os provetes foram colocados na câmara de nevoeiro salino e submetidos a ensaio durante 750 horas, posicionando-se a superfície exposta ao nevoeiro salino com uma inclinação de aproximadamente 6° em relação à vertical, segundo as condições da especificação ASTM B 117 e da norma *standard* de processo [40].

Após 500 horas de ensaio, os provetes foram lavados, secos e foi realizada uma inspeção visual. De seguida, submeteram-se novamente os provetes a ensaio até às 750 horas.

Na inspeção visual realizada às 500 horas, não deve ser visível nos provetes qualquer ponto de corrosão fora das áreas compreendidas a uma distância de 6 mm dos bordos do provete. As marcas de identificação e os pontos de fixação usados durante o tratamento não são considerados.

→ Conversão Química

Após o tratamento de conversão química os provetes foram secos e colocados na estufa a 55°C durante 30 min. Neste processo ocorre a formação de uma película gelatinosa bastante frágil antes de seca, pelo que se recorre à utilização de uma estufa para acelerar a sua secagem.

Antes de submeter os provetes a ensaio deve ser cumprido procedimento anteriormente descrito no processo de conversão química. Os provetes de conversão química devem ser submetidos a ensaio durante 168h

Após o período de exposição não devem ser visíveis em cada provete mais do que 5 pontos de corrosão de diâmetro não superior a 0,8 mm e no conjunto dos 5 provetes não podem ser visíveis mais de 15 pontos isolados com diâmetro superior a 0.8 mm. As áreas compreendidas a uma distância de 6 mm dos bordos do provete, as marcas de identificação e os pontos de fixação usados durante o tratamento não são considerados.

3.4.1.3. Aderência à pintura com quadrícula

Os ensaios de aderência à pintura têm como finalidade testar a aderência do esquema de pintura ao tratamento de superfície.

O ensaio de aderência segue a norma internacional ISSO 2409, que especifica um método teste para avaliar a resistência de separação dos revestimentos de pintura ao substrato.

Após o tratamento de anodização ou conversão química, procedeu-se à aplicação do primário, MIL-PRF-23377, e de tinta de acabamento, MIL-PRF-85285. Os provetes ficaram durante 7 dias à temperatura ambiente para cura da tinta antes da realização do ensaio.

→ Aderência à pintura a seco com quadrícula

Recorrendo a um equipamento do tipo 6x1, como o ilustrado na figura 3.7 (Erichsen Multi Cross Cutter Modelo 295), efetuou-se uma quadrícula com cortes de 1 mm entre si. De forma a eliminar possíveis vestígios de tinta removida pelos cortes escovou-se a zona da quadrícula e de seguida coloca-se, uma tira de fita adesiva, com cerca de 50 a 80 mm de comprimento, conforme representado na figura 3.8.



Figura 3.7 - Erichsen Multi Cross Cutter Modelo 295 [41].

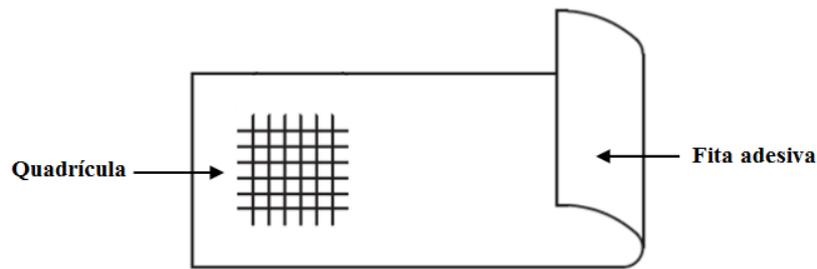


Figura 3.8 - Posição da fita adesiva em relação à quadrícula. Adaptado da ISO 2409. Adaptado de [42].

Pressionou-se fortemente a fita adesiva fazendo várias passagens e arrancou-se a fita com um “puxão único”, fazendo um ângulo com a superfície de aproximadamente 60°C, conforme ilustrado na figura 3.9.

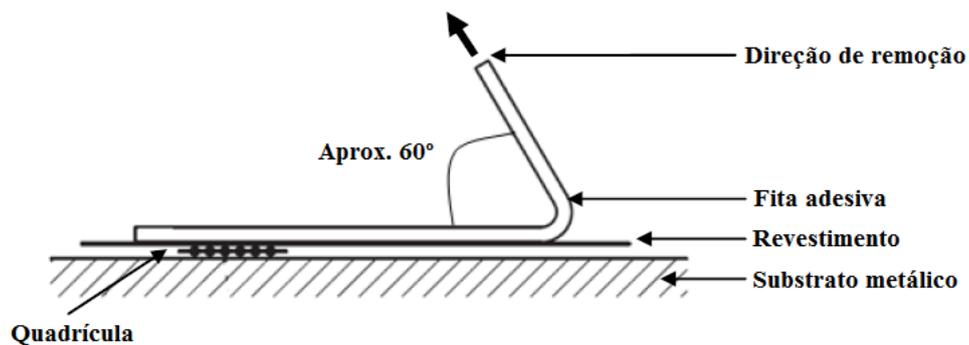


Figura 3.9 - Posição da fita adesiva imediatamente antes da remoção. Adaptado da ISO 2409. Adaptado de [42].

Após a realização do ensaio a superfície de corte do revestimento deve ser cuidadosamente examinada e classificada de 0 a 5 de acordo com a ISO 2409, conforme descrito na tabela em anexo B. No entanto só deve ser considerado aceitável quando a classificação final for 0 ou 1.

→ Aderência à pintura a húmido com quadrícula

Após o período de cura da tinta os provetes são imersos em água desmineralizada durante 14 dias a uma temperatura de 23 ± 2 °C. Após este tempo procedeu-se ao ensaio de aderência à pintura a húmido de acordo com o procedimento descrito no ponto anterior.

3.4.1.4. Espessura (apenas aplicável ao processo de anodização)

Para a execução deste teste foi seguida a ASTM B 244, que detalha uma técnica não destrutiva, usando correntes de Foucault (também conhecidas como correntes parasitas), para a medição da espessura de um revestimento não condutor sobre um metal base não magnético.

Este ensaio visa determinar a espessura do revestimento de OAC, verificando se a espessura da camada obtida é homogénea e se está dentro dos parâmetros requeridos. Para tal, foi utilizado o equipamento representado na figura 3.10, um DUALSCOPE® FMP40.



Figura 3.10 - DUALSCOPE® FMP40 [43].

Após a escolha do tipo de sonda (sonda de materiais não ferrosos) foi calibrado o equipamento usando como referência base um provete da mesma ligada a testar, mas sem tratamento. Foram executadas 6 medições em cada amostra, sendo o seu valor médio tomado como a espessura do revestimento. Para que este ensaio esteja em conformidade com a norma de cliente, esses valores devem estar compreendidos entre 2 e 7 μm .

Os resultados obtidos são apresentados no subcapítulo 4.1.4.

3.4.2. Processo de soldadura por resistência por pontos

Os ensaios de controlo referentes à soldadura por pontos foram realizados segundo a especificação AWS D17.2 [44]. Nesta especificação são indicados os requisitos gerais da soldadura por resistência para a indústria aeronáutica, sendo a soldadura por resistência por pontos e por roletes de ligas de alumínio, níquel, magnésio, ferro e titânio, abordadas nestas especificação. Inclui, também, requisitos de qualificação do processo e das máquinas, assim como, exemplos de produção e inspeção e os critérios de aceitação na indústria aeronáutica.

Esta especificação está organizada, em grupos e classes, segundo o tipo de material e o grau de criticidade da soldadura, respetivamente.

Grupo de Materiais:

- Grupo 1 – Alumínio e magnésio
- Grupo 2 – Ferro, níquel e cobalto
- Grupo 3 – Titânio

Classificação:

- Classe A – A sua falha, em qualquer condição de operação, pode causar a perda total do equipamento ou de um dos seus componentes principais.
- Classe B – A sua falha pode reduzir a força total do equipamento ou limitar o seu uso e funcionamento.
- Classe C – Não é necessária a análise de tensões e, a sua falha, não afecta o desempenho do equipamento.

Neste sentido, sendo o alumínio o único material abordado nesta dissertação, todos os ensaios aqui apresentados, são referentes ao grupo 1. Quanto à classe, considerou-se a classe A, pois é a que apresenta critérios mais exigentes.

Todos os ensaios aqui mencionados são realizados pelos operadores de soldadura e pelos técnicos do laboratório metalográfico.

3.4.2.1. Ensaio de arranque

O ensaio de arranque consiste em separar dois elementos montados por sobreposição exercendo um esforço normal ao plano da junta. Avalia-se, assim, a qualidade metalúrgica e dimensão dos pontos bem como a existência eventual de pontos colados.

3.4.2.2. Inspeção visual

Após a realização da soldadura, precedeu-se à inspeção visual dos provetes soldados, focada em pontos como:

- Densidade aparente da soldadura - presença ou ausência de fissuras, de picaduras ou de poros superficiais;
- Ausência de expulsão de material na interface das chapas - sinal de mau encosto das peças, regulação anormal ou intensidade excessiva de corrente de soldadura;
- Limpeza das marcas - ausência de fusão superficial ou de depósito de metal proveniente dos eletrodos;
- Regularidade das marcas de eletrodos - as marcas consideram-se regulares quando mantêm as mesmas dimensões ao longo da junta, exceto aquando de retoques ou mudança de eletrodo. Cada marca deve ter uma forma correspondente à do eletrodo;

3.4.2.3. Ensaio de corte por tração

Uma combinação de provetes soldados, num único ponto, é submetida a um esforço de tração até à rutura, de forma a determinar a tensão máxima de corte que o ponto de soldadura consegue suportar.

De acordo com a tabela em anexo C e, tendo em conta uma norma de cliente que especifica qual o valor da força aplicada em cada tipo de liga, sabe-se qual a resistência mínima exigida. Esse valor é sempre determinado pelo provete de menor espessura presente na combinação.

Para que este ensaio esteja em conformidade:

- Cada amostra deve ter resistência mínima igual ou superior à exigida da tabela C.1.
- A força de cisalhamento média deve ser igual ou superior à força média mínima aplicável, especificada na tabela C.1.

Em todas as combinações estudadas nesta dissertação, o provete determinante é da liga 2024, espessura 0.032 in. Assim, de acordo com a especificação, a força a aplicar será de 56 000 psi ou superior. Da tabela em anexo C, a resistência mínima da amostra tem de ser igual ou superior a 260 e a média a 325 MPa.



Figura 3.11 - Fixação de provetes nos mordentes da máquina de tração.

Para limitar a influência da velocidade de carregamento do provete, a velocidade de separação das cabeças da máquina de ensaio deve estar compreendida entre 2 e 10 mm/min.

3.4.2.4. Controlo metalográfico

O controlo metalográfico consiste em efetuar uma inspeção estrutural sobre um corte transversal perpendicular à soldadura com uma ampliação até 50 vezes.

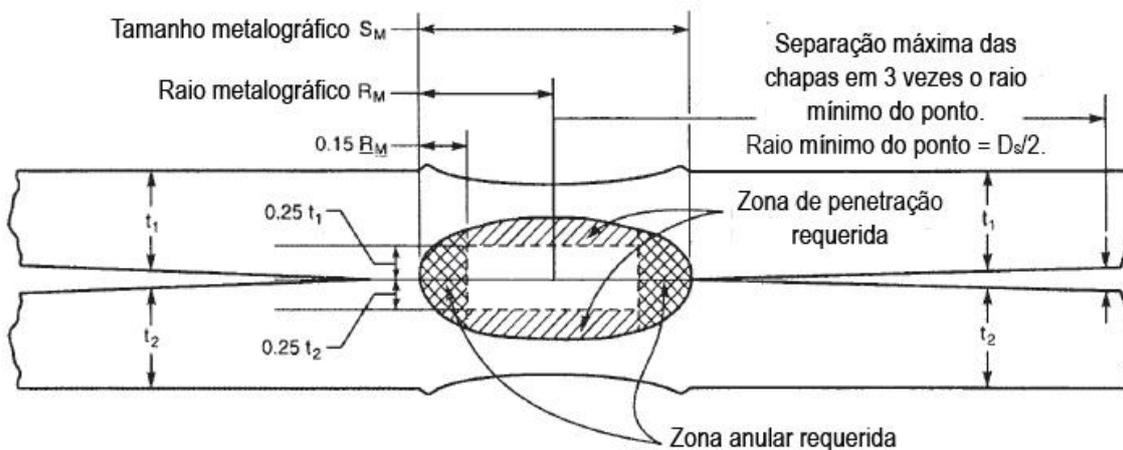


Figura 3.12 - Nomenclatura da secção metalográfica do ponto de solda. Adaptado de [44].

Nem todos os provetes soldados foram submetidos aos ensaios seguintes, apenas os que se encontravam em conformidade com os ensaios anteriores.

Neste controlo são analisados parâmetros como:

→ **Descontinuidades internas**

Fissuras, inclusões, porosidade e casos de fusão incompleta são aceites na secção metalográfica, a não ser que ocorra:

- Uma descontinuidade com 15% do raio a partir da extremidade do ponto.
- Uma descontinuidade que se estenda a outro provete mais que 25% da sua espessura.
- Uma descontinuidade com dimensão superior a 10%.

→ **Penetração**

Pelo menos 80% do diâmetro médio do ponto deve exceder a exigência mínima de penetração. O seu valor máximo deve ser medido na extensão máxima da área recuada em cada provete.

Para que a soldadura esteja em conformidade, a penetração mínima deve estar de acordo com:

- Para combinações de duas espessuras iguais, a penetração, em cada provete, deve ser superior a 0.2 vezes a espessura do mesmo provete.
- Para combinações de duas espessuras diferentes, a penetração, em cada provete, deve ser superior a 0.2 vezes a espessura do provete mais fino da combinação.
- Numa combinação de três ou mais espessuras, a penetração nos provetes exteriores deve ser superior a 0.2 vezes a espessura do provete externo mais fino.

A penetração máxima não deve exceder os 80% da espessura do provete.

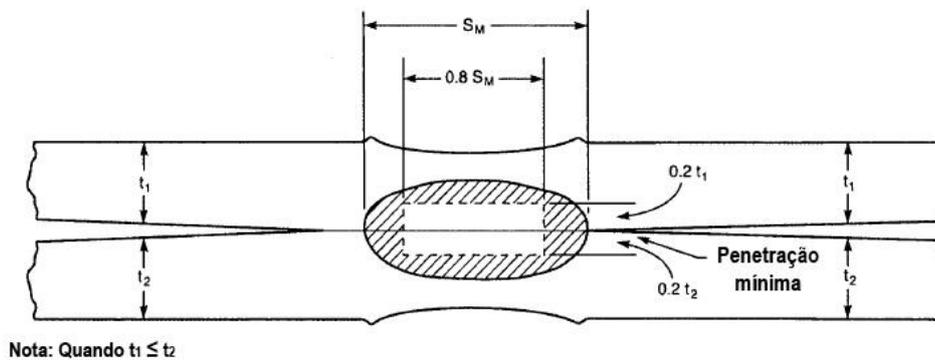


Figura 3.13 - Penetração mínima. Adaptado de [44].

→ **Diâmetro do ponto**

O diâmetro mínimo do ponto de solda é determinado pelo provete de menor espessura. No caso de três ou mais espessuras a soldar, o tamanho mínimo do ponto é determinado pelo provete mais fino do exterior da montagem. Na tabela 3.10, estão representados os diâmetros mínimos do ponto para cada uma das espessuras abordadas.

Tabela 3.10 - Diâmetro mínimo do ponto [44].

Espessura do provete (in)	Diâmetro do ponto, D_s (in)
0.032	0.140
0.040	0.160
0.050	0.180
0.063	0.200

4. Apresentação e discussão de resultados

No decorrer deste estudo foi analisado o processo de decapagem ácida isenta de crómio, com o produto Deoxalume 2310 antes dos processos de anodização, conversão química e soldadura por resistência por pontos.

4.1. Processos de anodização e conversão química

Com este estudo comprovou-se a eficácia do produto Deoxalume 2310 na decapagem de superfícies de alumínio antes dos processos de anodização e conversão química. Para tal, efetuaram-se todos os ensaios de controlo requeridos nas especificações *standard* de processo, MIL-A-8625F relativa à anodização e na MIL-DTL-5541F referente à conversão química. O tratamento de superfície aplicado aos provetes foi igual em todos os ensaios:

- 22 minutos de pré-desengorduramento
- 7 minutos de desengorduramento alcalino
- 6 minutos de decapagem, numa solução de 15% de Deoxalume 2310 e 23% de ácido nítrico.

4.1.1. Peso da película (Massa Surfática)

O peso da película foi determinado seguindo o procedimento experimental descrito no subcapítulo 3.4.1.1. Nas tabelas 4.1 e 4.2 estão representados os valores das massas surfáticas do processo de anodização e do processo de conversão química.

Considerou-se que o peso se manteve constante quando há variação de apenas uma ou duas casas decimais.

Os provetes de amostra usados neste ensaio tinham uma área de 10 000 mm² (0,11 ft²).

Tabela 4.1 - Resultados do ensaio do peso da película anódica crómica.

	A	B	C
Massa inicial (g)	44,5165	44,5367	44,543
Após 1ª Remoção (g)	44,4103	44,4334	44,4404
Após 2ª Remoção (g)	44,4103	44,4334	44,4404
Massa Surfática (mg/ft²)	986,63	959,69	953,19

Os valores de massa surfática obtida nos 3 provetes cumprem com o requisito da especificação MIL-A-8625F, que requer um valor superior a 200 mg/ft² (21,5 mg/dm²), validando assim a conformidade do ensaio.

Tabela 4.2 – Resultados do ensaio do peso da película de conversão química.

	A	B	C
Massa inicial (g)	44,7337	44,7018	44,7136
Após 1ª Remoção (g)	44,7220	44,6908	44,7024
Após 2ª Remoção (g)	44,7219	44,6908	44,7024
Massa Surfática (mg/ft²)	109,63	102,19	104,05

Após conclusão do ensaio, verifica-se que todos os valores da massa surfática são superiores a 40 mg/ft², como requerido pela especificação de cliente.

4.1.2. Resistência à corrosão (Nevoeiro Salino)

As películas formadas nos processos de anodização e de conversão química, têm como principais funções conferir proteção à liga de alumínio contra a corrosão e atuar como elo de ligação entre a liga e um possível pós-tratamento (pintura, por exemplo). Com este ensaio testou-se o desempenho das películas na proteção contra a corrosão das ligas e alumínio.

Após o tratamento de anodização e conversão química, os provetes foram expostos a um ambiente de nevoeiro salino durante 750 e 168 horas, respetivamente. Após este período, os provetes não podem apresentar qualquer tipo de marcas, riscos ou pontos na sua superfície. Nesta avaliação, não são consideradas marcas de identificação, pontos de fixação durante o tratamento, assim como, as áreas compreendidas até 6 mm de distância dos bordos do provete.

→ Anodização

Após 500 horas de exposição ao nevoeiro salino, lavaram-se, secaram-se os provetes e efetuou-se uma inspeção visual. Nenhum dos provetes apresentou picos de corrosão. Mantiveram-se os provetes nas mesmas condições até às 750 horas e analisou-se o seu comportamento. Na figura 4.1, estão representados os resultados obtidos após a conclusão do ensaio.

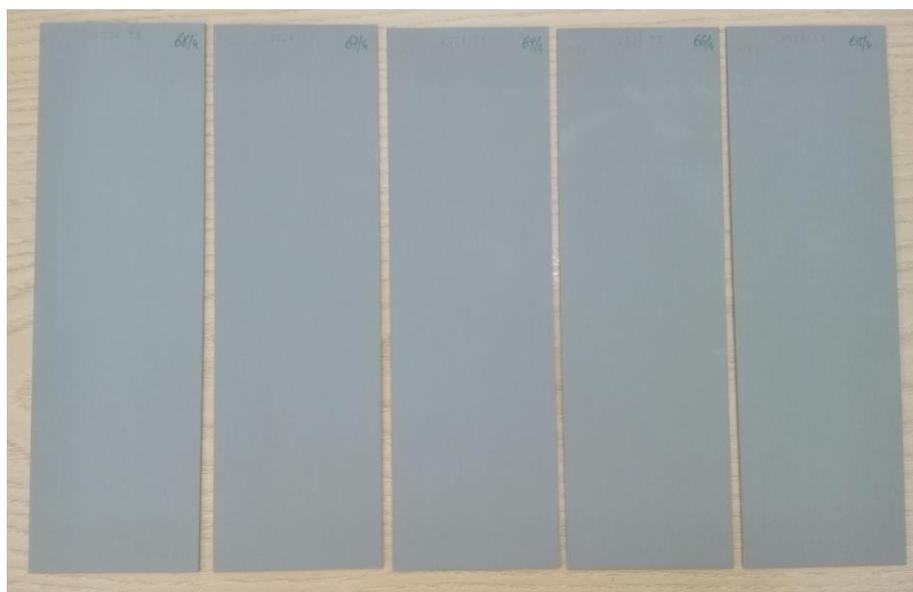


Figura 4.1 – Resultados do ensaio de corrosão – Anodização.

Como se pode observar pela figura anterior, os resultados obtidos foram satisfatórios, não se identificando nenhum pico de corrosão. O ensaio está em conformidade com os requisitos da ASTM B 117 e da MIL-A-8625F.

→ **Conversão Química**

Na figura 4.2 podem ser observados os resultados obtidos após o ensaio de resistência à corrosão aos provetes de conversão química. Após 168 horas de exposição a um ambiente de nevoeiro salino, não se verificou nenhum pico de corrosão, encontrando-se este ensaio em conformidade com os requisitos da ASTM B 117 e da MIL-DTL-5541F.



Figura 4.2 – Resultados do ensaio de corrosão – Conversão Química.

Antes de submeter os provetes ensaio, foram isoladas as arestas dos provetes aquando do tratamento de conversão química, de acordo com a especificação ASTM B 117, originando a coloração mais intensa nessas zonas, pois não foram expostas à solução de nevoeiro salino.

4.1.3. Aderência à pintura com quadrícula

Como anteriormente referido, uma das funções das películas formadas nos processos de anodização e de conversão química, é atuar como elo de ligação entre a liga e um possível pós-tratamento, neste caso, a pintura. Este ensaio visa testar a aderência entre o tratamento de superfície e o esquema de pintura, a seco e a húmido.

Para cada tipo de processo, foram realizados 4 provetes em simultâneo, após o tratamento de superfície de anodização e conversão química, estes foram pintados com primário e tinta de acabamento. Findo o período de cura (7 dias), os provetes A e B foram submetidos ao ensaio a seco e os provetes C e D ao ensaio a húmido, como explicado no subcapítulo 3.4.1.3..

Após a sua conclusão, os resultados obtidos foram analisados comparando o grau de separação entre o tratamento e a tinta, com os diferentes graus de separação representados na tabela em anexo B, de acordo com a ISO 2409. Esta classificação é válida para ambos os testes, a seco e a húmido.

Para que ensaio seja considerado aceitável, a classificação final apenas poderá estar enquadrado na categoria 0 ou 1.

→ Anodização

Os resultados obtidos após o ensaio de aderência estão representados nas figuras seguintes. Na figura 4.3, os ensaios foram apenas sobre primário, enquanto que na figura 4.4, o ensaio foi realizado ao primário + tinta de acabamento. Os provetes A e B foram submetidos ao ensaio de aderência a seco, enquanto que os C e D ao ensaio de aderência a húmido.

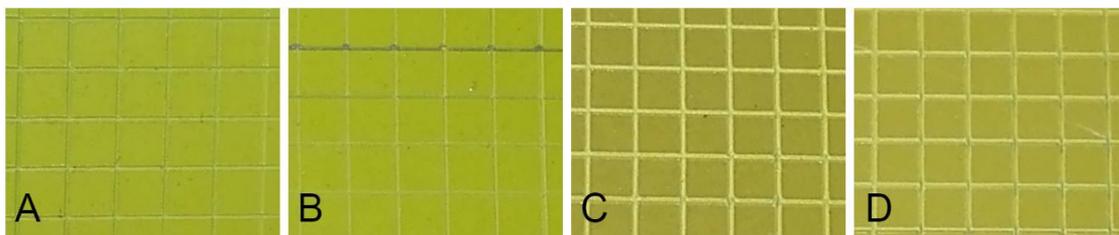


Figura 4.3 – Ensaio de aderência à pintura com quadrícula após aplicação de primário – Anodização. A e B – Ensaio de aderência a seco. C e D - Ensaio de aderência a húmido.

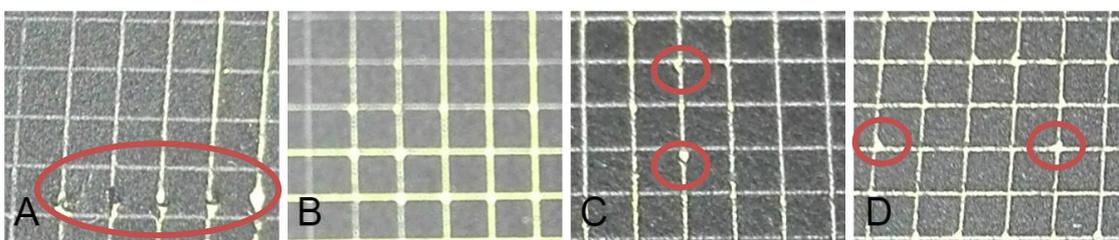


Figura 4.4 – Ensaio de aderência à pintura com quadrícula após aplicação de primário e tinta de acabamento – Anodização. A e B – Ensaio de aderência a seco. C e D - Ensaio de aderência a húmido.

Comparando o grau de falhas de adesão após realização do ensaio com a classificação atribuída na ISO 2409 (tabela em anexo 2), conclui-se que as amostras pintadas unicamente com primário enquadram-se na classificação de 0, pois não há qualquer falha do sistema de pintura da quadrícula.

Contudo, o mesmo não acontece nas amostras pintadas com primário e tinta de acabamento. Através da figura 4.4, verifica-se que há ligeiras falhas de adesão nas intersecções dos cantos nos provetes A, C e D, o que confere a classificação de 1 a estas amostras. A amostra B, é a única que não apresenta qualquer tipo de falha, classificando-se como 0.

Perante os resultados anteriormente apresentados, conclui-se que o ensaio se encontra em conformidade com a ISO 2409.

→ Conversão Química

Nas figuras 4.5 e 4.6, estão representados os resultados obtidos nos ensaios de aderência à pintura após tratamento de conversão química. À semelhança do processo anterior, os ensaios da primeira figura foram realizados nos provetes pintados unicamente com primário e os da segunda na parte pintada com primário e tinta de acabamento.

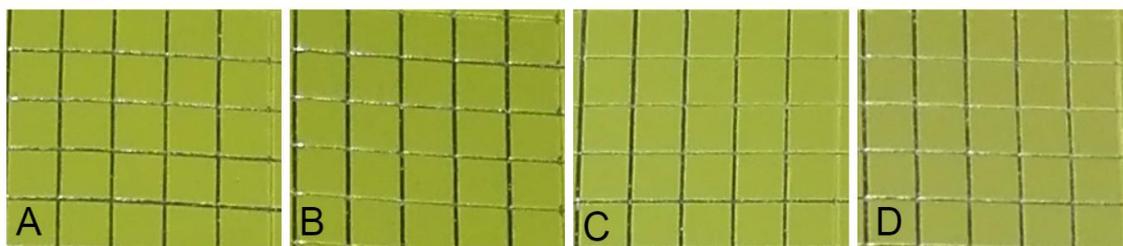


Figura 4.5 – Ensaio de aderência à pintura com quadrícula após aplicação de primário – Conversão Química. A e B – Ensaio de aderência a seco. C e D - Ensaio de aderência a húmido.

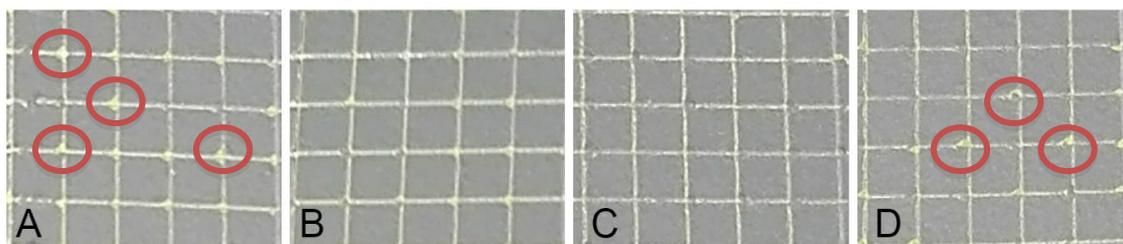


Figura 4.6 – Ensaio de aderência à pintura com quadrícula após aplicação de primário e tinta de acabamento – Conversão Química. A e B – Ensaio de aderência a seco. C e D - Ensaio de aderência a húmido.

Comparando o grau de falhas de adesão após realização do ensaio com as possíveis categorias da tabela em anexo B, pode-se concluir que as amostras pintadas unicamente com primário enquadram-se na classificação de 0, pois não há qualquer falha do sistema de pintura da quadrícula.

No caso das amostras pintadas com primário e tinta de acabamento, verifica-se que há pequenas falhas de adesão nas intersecções dos cantos (provetes A e D), contudo a zona danificada é inferior a 5% da área total da quadrícula, pelo que se lhe atribui a classificação de 1. As amostras B e C não apresentam falhas do sistema de pintura, sendo-lhes atribuída a classificação 0.

Perante os resultados anteriormente apresentados, conclui-se que o ensaio se encontra em conformidade com a ISO 2409.

É de salientar que, tanto no processo de anodização, como no processo de conversão química, as falhas de adesão verificadas nas amostras em que foi aplicado primário e tinta de acabamento apenas se verificam na adesão entre estas duas camadas. Ou seja, não ocorreu separação entre as camadas e a superfície do metal. Dessa forma, conclui-se que ocorreu uma boa preparação de superfície, caso contrário, também teriam sido verificadas falhas de adesão nos ensaios realizados nas amostras pintadas unicamente com primário.

4.1.4. Espessura (apenas aplicável ao processo de anodização)

A espessura da película anódica foi determinada utilizando um DUALSCOPE® FMP40 e seguindo o procedimento explicado na secção 3.4.1.4.. Foram realizadas 6 medições de espessura em diferentes locais do provete, considerando o seu valor médio como a espessura do revestimento. Na tabela 4.3 estão representados os valores obtidos.

Tabela 4.3 – Resultados do ensaio de espessura.

Provete	Espessura (μm)						Espessura Média (μm)
A	2,6	3,5	4,7	3,2	5,2	2,5	3,6
B	3,8	3,1	4,2	3,4	2,8	3	3,4
C	4,1	2,9	4,5	2,1	2,6	3,1	3,2
D	2,7	2,2	3,7	2,4	2,3	2,4	2,6

A espessura da camada anódica deve estar compreendida entre 2 e 7 μm , o que se verifica nos resultados representados na tabela anterior. As camadas dos 4 provetes analisados apresentam espessuras na ordem dos 2 e 3 μm .

Comparando as 6 medições efetuadas em cada provete de teste observa-se que estas são semelhantes ao longo de toda a superfície, o que significa que a película anódica é homogênea e que não há áreas sem anodização.

Em suma, face aos resultados apresentados ao longo deste subcapítulo, pode-se afirmar que o banho de decapagem composto por Deoxalume 2310 é um bom substituinte do atual banho de decapagem. Foram realizados todos os ensaios de validação dos processos de anodização e conversão química, demonstrando todos eles estar conformidade com as especificações requeridas.

4.2. Processo de soldadura por resistência por pontos

No decorrer deste estudo, foram efetuadas diversas variações de concentração e do tempo de imersão no banho decapagem com o objetivo determinar quais as condições que proporcionam um melhor desempenho no processo de soldadura por resistência por pontos.

Como anteriormente descrito neste trabalho, dividiu-se este estudo em três fases, uma primeira em que se define variáveis anteriores ao processo de decapagem, nomeadamente os tempos de pré-desengorduramento, desengorduramento alcalino, e a temperatura do banho de decapagem. Uma segunda fase onde foram realizadas variações da concentração do banho e do tempo de imersão no banho de decapagem e uma terceira onde se testaram outras condições de operação do processo, como a execução de uma decapagem alcalina com NaOH ou Turco Aluminetch #2 antes da decapagem ácida ou a utilização de ácido sulfúrico na constituição do banho de decapagem, em substituição do ácido nítrico.

Após o tratamento de superfície, para cada ensaio, mediram-se os valores de resistividade, no entanto, apenas os ensaios com valores de resistividade dentro dos parâmetros pré-estabelecido foram sujeitos ao processo de soldadura, observando-se o resultado.

4.2.1. Variação da Temperatura

Tendo em consideração o intervalo de temperatura indicado na ficha técnica do produto (16 - 32°C), foram realizados 4 ensaios onde se procedeu à variação da temperatura. Para tal, foram fixados todos os outros parâmetros:

- Liga: 2024
- Combinação (in): 0.032 x 0.032
- Resistividade de referência: $< 25 \mu\Omega$
- Tempo de pré-desengorduramento (min): 15
- Tempo de desengorduramento (min): 8
- Tempo de decapagem ácida (min): 8
- Concentração (V/V):
 - Deoxalume 2310: 13%
 - Ácido Nítrico: 20%

Foram testadas as temperaturas de 19, 25, 27 e 30°C, verificando-se que, embora fora dos valores desejados ($< 25 \mu\Omega$), o ensaio realizado a 19°C foi o que apresentou valores de resistividade mais baixos.

Teoricamente, o aumento da temperatura, favorece a ocorrência da reação, ou seja, a decapagem tende a ocorrer de forma mais rápida [18]. Da prática, sabe-se também, que o excesso de decapagem resulta em valores de resistividade mais elevados. Assim, estando estes fatores interligados, não se pode afirmar que na generalidade, o aumento da temperatura seja desfavorável ao processo, apenas para as condições anteriormente definidas. No entanto, face aos resultados obtidos (figura 4.7), constatou-se que não haveria particular vantagem em instalar um sistemas de aquecimento ao banho, pelo que se decidiu trabalhar à temperatura ambiente.

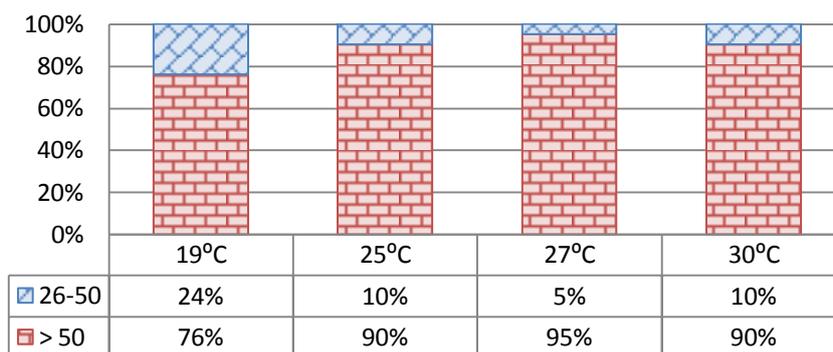


Figura 4.7 – Variação da temperatura de decapagem antes do processo de soldadura por pontos.⁴

4.2.2. Variação do tempo de imersão no pré-desengorduramento

Como referido anteriormente, no capítulo 3.2.2, o tempo de pré-desengorduramento pode variar de 15 a 30 minutos. Contudo, decidiu-se apenas testar o tempo mínimo e máximo, verificando qual o impacto deste na variação dos valores de resistividade e definindo o tempo mais vantajoso para a execução do estudo.

Testou-se esta variação em três diferentes cenários, em que, entre cada um deles, houve variação da concentração do banho de decapagem, do tempo de decapagem e/ ou da combinação de espessuras.

Para uma visualização mais direta e objetiva dos resultados, classificou-se os valores de resistividade medidos em cada ensaio em três grupos, como explicado anteriormente no plano de ensaios, e representou-se esses resultados graficamente (imagens 4.8, 4.9 e 4.10). Contudo, nas tabelas do anexo E, são apresentados todos os valores de resistividade medidos para cada cenário

⁴ Todos os valores de representados na tabela em anexo D.

Cenário 1

- Liga: 2024
- Combinação (in): 0.032 x 0.032
- Resistividade de referência: $< 25 \mu\Omega$
- Tempo de pré-desengorduramento (min): Parâmetro em estudo
- Tempo de desengorduramento alcalino (min): 10
- Tempo de decapagem ácida (min): 8
- Concentração (V/V):
 - Deoxalume 2310: 13%
 - Ácido Nítrico: 20%

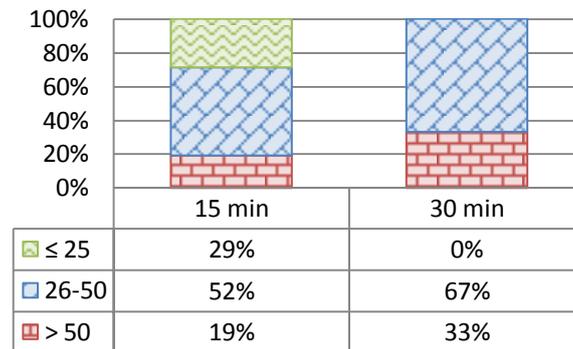


Figura 4.8 – Variação do tempo de pré-desengorduramento, cenário 1.

Cenário 2

- Liga: 2024
- Combinação (in): 0.032 x 0.032
- Resistividade de referência: $< 25 \mu\Omega$
- Tempo de pré-desengorduramento (min): Parâmetro em estudo
- Tempo de desengorduramento alcalino (min): 10
- Tempo de decapagem ácida (min): 10
- Concentração (V/V):
 - Deoxalume 2310: 13%
 - Ácido Nítrico: 23%

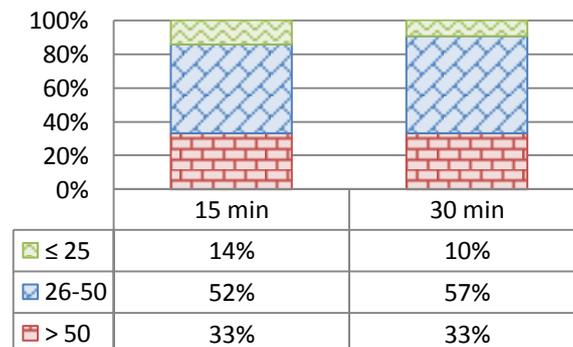


Figura 4.9 – Variação do tempo de pré-desengorduramento, cenário 2.

Cenário 3

- Liga: 2024
- Combinação (in): 0.040 x 0.040
- Resistividade de referência: $< 40 \mu\Omega$
- Tempo de pré-desengorduramento (min): Parâmetro em estudo
- Tempo de desengorduramento alcalino (min): 10
- Tempo de decapagem ácida (min): 13, 14, 15 e 19
- Concentração (V/V):
 - Deoxalume 2310: 13%
 - Ácido Nítrico: 23%

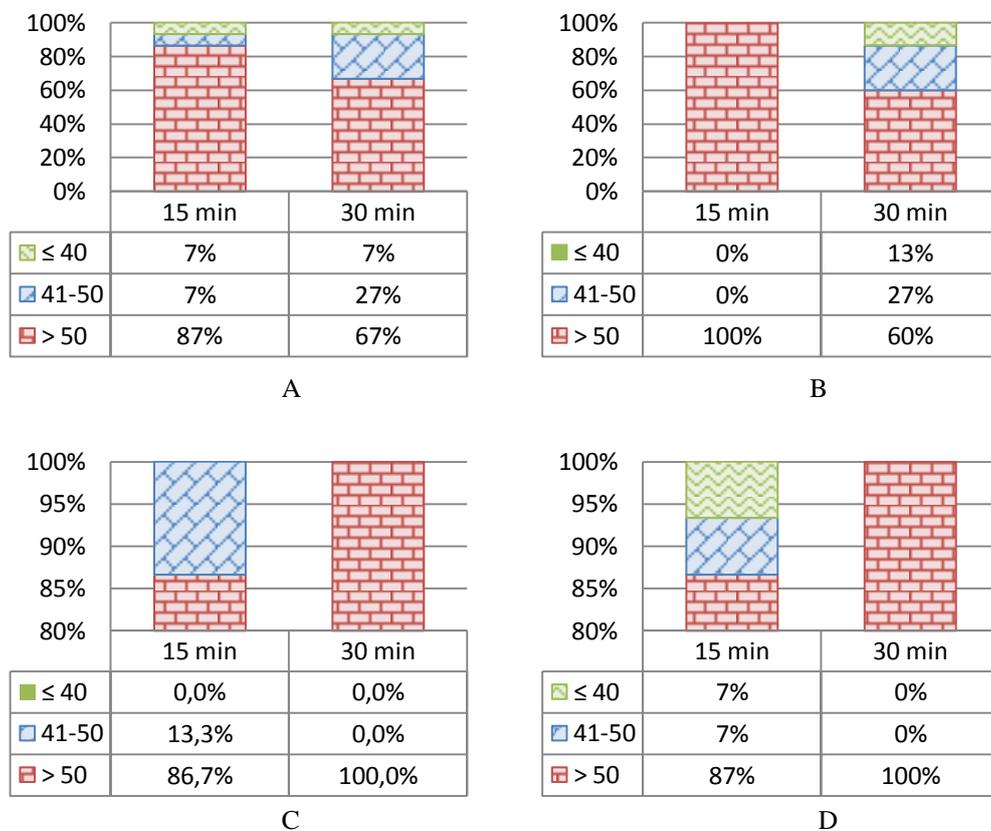


Figura 4.10 – Variação do tempo de pré-desengorduramento, cenário 3. A – 13 min de decapagem. B – 14 min de decapagem. C – 15 min de decapagem. D – 19 min de decapagem.

Analisando as imagens anteriores, constata-se que não há uma influência significativa do tempo mínimo e máximo de pré-desengorduramento nos valores de resistividade medidos, o que seria de esperar uma vez que os provetes utilizados contêm um baixo teor de contaminação. Dos 6 casos analisados, apenas 2 (Cenário 3, caso A e B) demonstraram vantagem num tempo de pré-desengorduramento de 30 minutos. Nos restantes casos, são preferíveis os 15 minutos, no entanto, a ordem de valores de resistividade para ambos os tempos em estudo são bastante semelhantes.

Nesse sentido, decidiu-se fixar um tempo de pré-desengorduramento de 15 minutos para os restantes ensaios realizados nesta dissertação, reduzindo deste modo o tempo do processo.

4.2.3. Variação do tempo de imersão no desengorduramento alcalino

Embora o tempo de desengorduramento alcalino, atualmente em produção, possa variar de 5 a 10 minutos, decidiu-se fixar um tempo específico para a realização dos restantes ensaios desta dissertação, eliminando, assim, mais uma variável do processo. Optou-se por estudar apenas os tempos de 8 e 10 minutos, verificando qual o mais vantajoso para a continuação do estudo.

Os resultados obtidos estão representados graficamente nas imagens seguintes, sendo que todos os valores de resistividade podem ser observados nas tabelas do anexo F.

- Liga: 2024
- Combinação (in): 0.032 x 0.032
- Resistividade de referência: $< 25 \mu\Omega$
- Tempo de pré-desengorduramento (min): 15
- Tempo de desengorduramento alcalino (min): Parâmetro em estudo
- Tempo de decapagem ácida (min): 8 e 10
- Concentração (V/V):
 - Deoxalume 2310: 13%
 - Ácido Nítrico: 20%

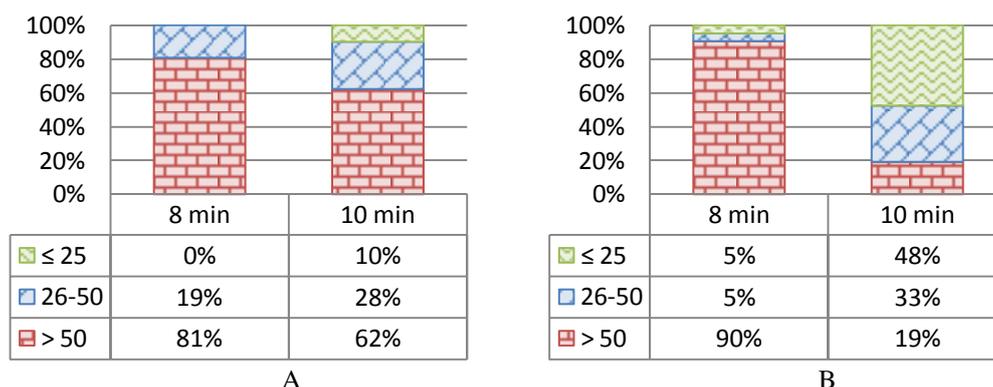


Figura 4.11 – Variação do tempo de desengorduramento alcalino. A – 8 min de decapagem. B – 10 min de decapagem.

Em ambos os casos se verifica valores de resistividade inferiores nos ensaios com tempos de desengorduramento alcalino de 10 minutos. No caso B da figura 4.11, como se pode observar, essa melhoria é bastante notória. Fixou-se o tempo de imersão de 10 minutos.

4.2.4. Variação da concentração e do tempo de decapagem

Fixados os tempos de pré-desengorduramento (15 minutos), desengorduramento alcalino (10 minutos) e temperatura do banho de decapagem (ambiente), prosseguiu-se para a segunda fase do estudo.

Nesta etapa, foram efetuadas diversas variações de concentração e do tempo de imersão no banho decapagem com o objetivo determinar quais as condições que proporcionam valores de resistividade dentro dos valores de referência, para cada combinação de ligas e espessuras, e o melhor desempenho no processo de soldadura por resistência por pontos.

Na tabela 4.4 estão representadas todas as concentrações abordadas no decorrer deste estudo.

Tabela 4.4 – Concentrações do banho de decapagem estudadas.

	Deoxalume 2310 (% V/V)	Ácido Nítrico (% V/V)
1	13%	20%
2	13%	23%
3	15%	23%
4	15%	25%
5	15%	27%
6	20%	27%
7	19%	24%

→ **Espessura 0.032 in, liga 2024**

Uma vez que a liga de alumínio 2024 com a espessura 0.032 in é a mais utilizada, comum a 8 das 9 combinações de ligas e espessuras representativas do processo (tabela 3.4.), iniciou-se o estudo por determinar quais as suas condições de decapagem ideais.

Para a concentração 1, realizaram-se 6 ensaios onde se variaram os tempos de imersão no banho de decapagem, como representado na figura 4.12. Perante os resultados obtidos, constata-se que o tempo de decapagem que apresentou melhores valores de resistividade foi 10 minutos, enquadrando-se este ensaio dentro dos parâmetros definidos no plano de ensaios como aptos para prosseguir para o ensaio de soldadura (70% dos valores de resistividade serem $\leq 50 \mu\Omega$).

Na tabela G.2 em anexo G, estão representados todos os valores de resistividade medidos.

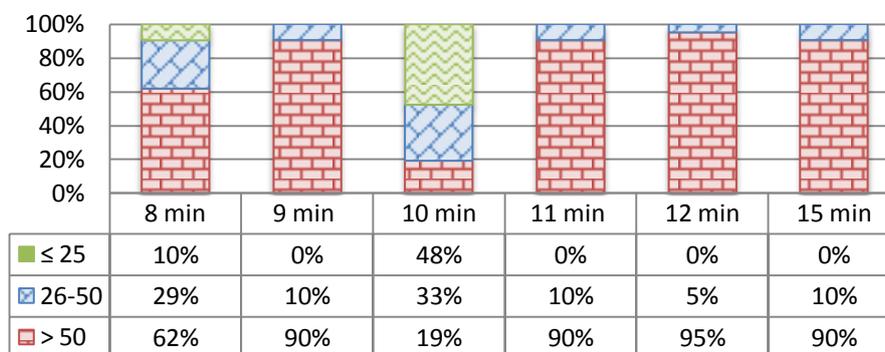


Figura 4.12 – Variação do tempo de decapagem para a combinação 0.032x0.032 in, concentração 1.

Os resultados obtidos após a soldadura e o teste de arranque são apresentados na figura 4.13.

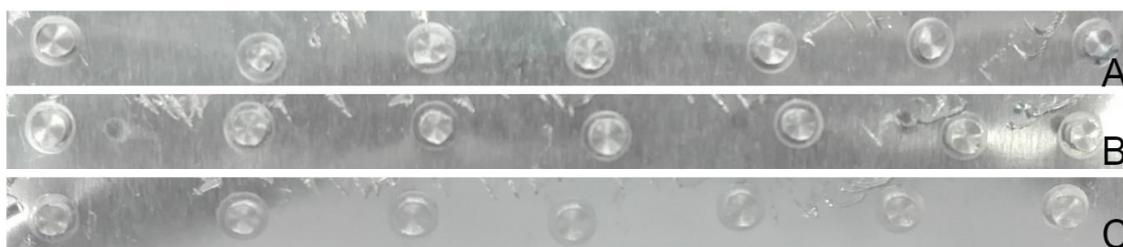


Figura 4.13 – Resultados obtidos após soldadura e ensaio de arranque, da combinação 0.032x0.032 in para um tempo de decapagem de 10 min, na concentração 1.

No que diz respeito aos critérios de avaliação da qualidade dos pontos soldadura, são bastante limitados. Realizando apenas o ensaio de arranque e inspeção visual, unicamente é possível verificar a existência de pontos de soldadura colados e a forma do ponto.

Neste ensaio obtiveram-se pontos perfeitamente aceitáveis, embora um pouco irregulares na forma, são cênicos e sem expulsão de material ou colagens. Estes resultados estariam em condições para que se fosse efetuado um teste de repetibilidade e submetido a ensaios metalográficos. Contudo, optou-se por não prosseguir nos ensaios e alterar a concentração do banho em estudo, uma vez que a concentração de ácido se encontrava nos valores mínimos admissíveis.

Aumentou-se a concentração de ácido na solução de decapagem em 2%, assim, a nova concentração passou a ser 13% de Deoxalume 2310 e 23% de ácido nítrico

Nas condições de concentração 2, foram realizados apenas 3 ensaios para a combinação 0.032x0.032 in, com tempos de decapagem de 8, 10 e 12 minutos, como apresentado na figura 4.14.

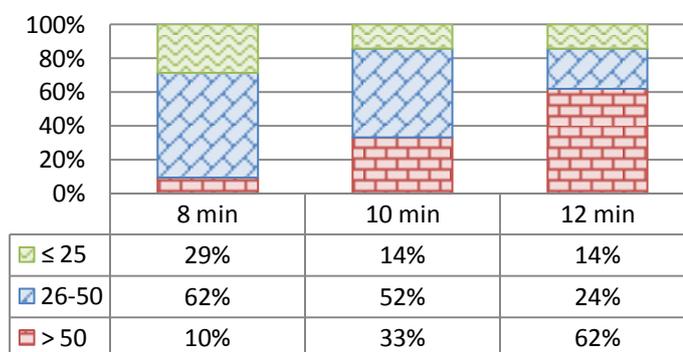


Figura 4.14 – Variação do tempo de decapagem para a combinação 0.032x0.032 in, concentração 2.⁵

Verificou-se que, comparativamente ao ensaio de 10 minutos realizado para a concentração 1 (figura 4.12), os valores de resistividade aumentaram, o que não é desejável. Nas condições de concentração 1, obteve-se 48% dos valores de resistividade abaixo do valor de referência, enquanto que, na concentração 2, apenas 14% dos valores se encontram nesse intervalo. Observou-se também que, para a concentração 2, os valores de resistividade tendem a baixar com o a diminuição do tempo de decapagem, apresentado o ensaio de 8 minutos valores de resistividade inferiores comparativamente aos de 10 minutos e aos do ensaio realizado com o mesmo tempo de decapagem, mas nas condições de concentração 1.

Nesta concentração foi ainda testada a combinação 0.040x0.040 in, como será apresentado mais à frente.

Mais uma vez, procedeu-se à alteração da concentração do banho de decapagem, desta vez, com a adição de Deoxalume 2310.

Iniciou-se o estudo da concentração 3 pela realizar um ensaio da combinação 0.032x0.032 com um tempo de decapagem de 10 minutos, obtendo-se valores de resistividade nas condições definidas anteriormente como aptos a prosseguir para o ensaio de soldadura. Comparativamente aos valores de referência (<25 $\mu\Omega$) para esta combinação de liga e espessura, os valores obtidos encontram-se ligeiramente acima do desejado, incluindo-se apenas 29% dos valores de resistividade medidos dentro deste intervalo. Os resultados são demonstrados nas figuras 4.15 e 4.16.

⁵ Todos os valores representados na tabela G.4.

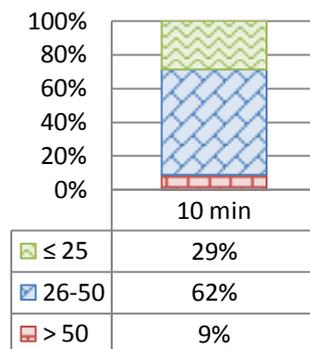


Figura 4.15 – Ensaio da combinação 0.032x0.032 in com 10 minutos de decapagem, concentração 3.

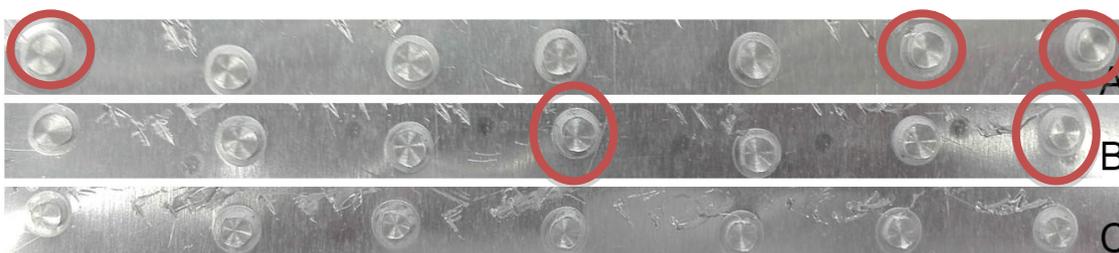


Figura 4.16 – Resultados obtidos após soldadura e ensaio de arranque, da combinação 0.032x0.032 in para um tempo de decapagem de 10 min, na concentração 3.

De uma forma geral, os pontos encontram-se irregulares, no entanto, verifica-se que o primeiro e os últimos dois pontos do provete A e o quarto e sétimo ponto do provete B se encontram perfeitamente cêntricos.

Também é notória uma variação dos diâmetros dos pontos do provete C, relativamente aos dos provetes A e B. O provete C foi o primeiro, deste ensaio, a ser soldado, observando-se que o ponto estava ligeiramente pequeno pelo que se aumentou a intensidade da corrente aquando da soldadura dos provetes A e B, refletindo-se no aumento do seu diâmetro. Verifica-se também uma ligeira melhoria na forma do ponto relativamente a C. Através desta variação é possível perceber a influência que um pequeno ajuste num dos parâmetros essenciais da soldadura pode ter sobre o ponto.

Face aos resultados obtidos, foi testar-se se este tempo de decapagem (10 minutos) continuaria com igual desempenho para outras combinações de espessuras. Testou-se, então, a combinação de três espessuras 0.032x0.032x0.032 in.

Nesta combinação, os valores de resistividade foram bastante elevados (aproximadamente 100 $\mu\Omega$), excluindo-se, assim, o tempo de 10 minutos para a espessura em causa e dando início a um novo ciclo de ensaios (figura 4.17).

Comprovou-se também que, como seria expectável, uma combinação de três espessuras apresenta resistividade superior comparativamente a uma combinação de duas espessuras. Nesse sentido, desta vez, procedeu-se de forma inversa e realizaram-se os ensaios em combinações de três espessuras. Só depois, o melhor tempo foi validado na combinação de duas espessuras.

Na figura 4.17 estão representados os resultados dos ensaios realizados para a combinação 0.032x0.032x0.032 in.⁶

⁶ Todos os valores representados na tabela G.5.

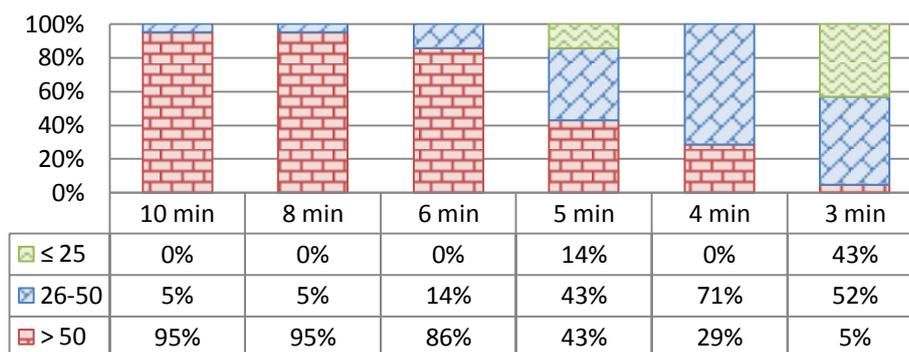


Figura 4.17 – Variação do tempo de decapagem para a combinação 0.032x0.032x0.032 in, concentração 3.

Como referido anteriormente, o primeiro ensaio foi realizado com um tempo de imersão no banho de decapagem de 10 minutos. Nos ensaios seguintes procedeu-se à diminuição do tempo, com maior ou menor variação, consoante os valores de resistividades obtidos. Desta forma chegou-se a um tempo de decapagem de 3 minutos. Os provetes foram submetidos ao processo de soldadura (figura 4.18).

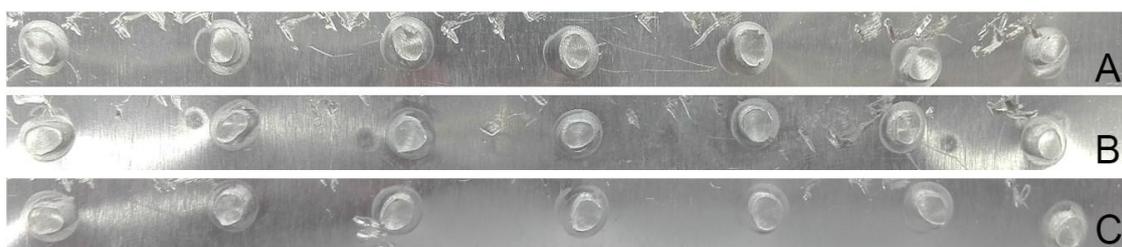


Figura 4.18 – Resultados obtidos após soldadura e ensaio de arranque, da combinação 0.032x0.032x0.032 in para um tempo de decapagem de 3 min, na concentração 3.

É de salientar que um tempo de decapagem de 10 minutos para uma espessura de 0.032 in, não seria o mais vantajoso a nível processual uma vez que, tendo em consideração o que acontece na decapagem atualmente utilizada em produção, o tempo necessário tende a aumentar com o aumento da espessura do provete.

Realizou-se o mesmo ensaio, agora, para a combinação de duas espessuras (0.032x0.332 in) verificando-se que todos os valores de resistividade se encontram dentro dos valores de referência (tabela 4.5), validando o tempo de 3 minutos. Na figura 4.19, estão representados os resultados após soldadura e o ensaio de arranque.

Tabela 4.5 – Valores de resistividade do ensaio da combinação 0.032x0.032, com 3 minutos de decapagem nas condições de concentração 3.

ID	Valores de resistividade ($\mu\Omega$)						
A	13	9	6	8	8	11	8
B	10	15	19	10	11	6	20
C	8	9	11	13	13	8	9

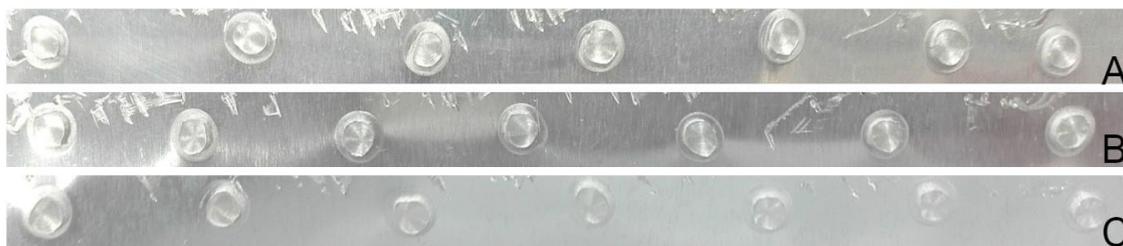


Figura 4.19 – Resultados obtidos após soldadura e ensaio de arranque, da combinação 0.032x0.032 in para um tempo de decapagem de 3 min, na concentração 3.

Para ambas as combinações (figuras 4.18 e 4.19) verifica-se que a soldadura é disforme (não redonda), apresentando pontos ovalizados e, alguns deles, até partidos, sendo este efeito mais notório na combinação de três espessuras.

A soldadura disforme pode ser causada, não só por uma má preparação de superfície, como por parâmetros inerentes ao processo de soldadura, nomeadamente, o uso de eletrodos com pontas desgastadas, equipamento de soldadura mal alinhado ou energia insuficiente.

O ensaio de três espessuras foi replicado mais 2 vezes (tabela G.6 em anexo), não apresentando melhorias quer a nível de valores de resistividade, quer de soldadura, pelo que se preparou uma nova concentração de banho. Os valores de resistividade para esta combinação, apesar de dentro de parâmetros aceitáveis, ainda se encontram acima do desejado, tendo-se como objetivo que todos eles se encontrem abaixo do valor máximo de referência.

A partir deste momento, decidiu-se fixar o tempo de imersão no banho de decapagem em 3 minutos e apenas realizar variações da concentração até encontrar a que proporcionasse valores de resistividade mais baixos. Testaram-se assim, mais 4 concentrações (tabela 4.6). Os ensaios foram realizados na combinação 0.032x0.032x0.032 in, sendo replicados na combinação 0.032x0.032 in as melhores concentrações. Os resultados obtidos para as diferentes concentrações estão representados graficamente nas figuras 4.20 e 4.21, para as combinações de três e de duas espessuras, respetivamente.

Tabela 4.6 – Concentrações do banho de decapagem.

	C ₃	C ₄	C ₅	C ₆	C ₇
Deoxalume 2310 (% V/V)	15	15	15	20	19
Ácido Nítrico (% V/V)	23	25	27	27	24

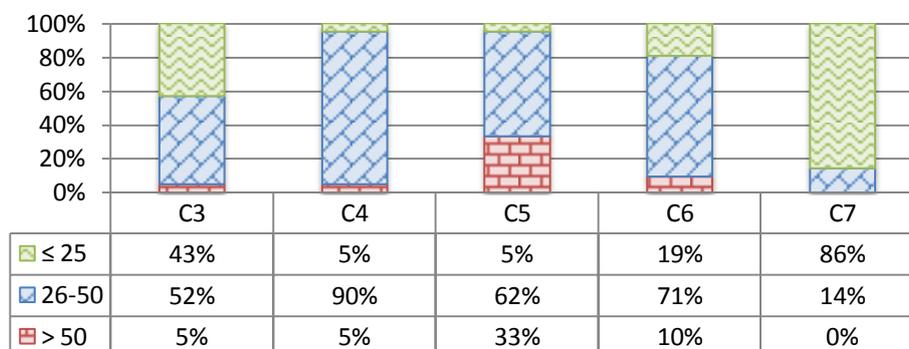


Figura 4.20 – Variação da concentração do banho de decapagem para a combinação 0.032x0.032x0.032 in, 3 minutos de tempo de imersão.⁷

⁷ Todos os valores representados na tabela G.7 do anexo.

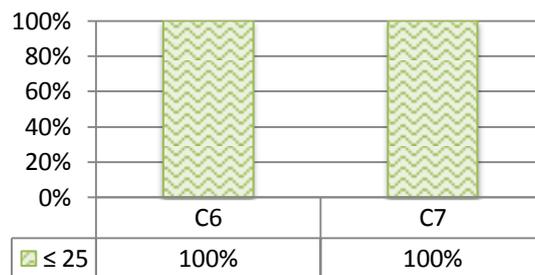


Figura 4.21 – Variação da concentração do banho de decapagem para a combinação 0.032x0.032 in, 3 minutos de tempo de imersão.⁸

Para ambas as combinações, os ensaios das concentrações 6 e 7 foram submetidos ao processo de soldadura e ensaio de arranque, podendo observar-se os resultados nas figuras 4.22 e 4.23.



Figura 4.22 – Resultados obtidos após soldadura e ensaio de arranque, da combinação 0.032x0.032x0.032 in para um tempo de decapagem de 3 min, nas concentrações 6 e 7. C₆ – Provete B; C₇ – Provete B.



Figura 4.23 – Resultados obtidos após soldadura e ensaio de arranque, da combinação 0.032x0.032 in para um tempo de decapagem de 3 min, nas concentrações 6 e 7. C₆ – Provete A; C₇ – Provete B.

Comparando os resultados obtidos para cada concentração, verifica-se que não há alterações a nível da forma do ponto. Todos apresentam deformação, encontrando-se ovalizados e alguns até partidos.

Simultaneamente à variação da concentração, foram realizados ensaios com diferentes tempos de decapagem para cada concentração com o intuito de comprovar que o tempo de imersão fixado anteriormente continua a ser o que proporciona os melhores resultados de resistividade para a liga 2024 espessura 0.032. Na figura seguinte estão representados os gráficos que refletem esses resultados estando apresentados todos os valores de resistividade na tabela G.9 em anexo.

⁸ Todos os valores representados na tabela G.8 do anexo.

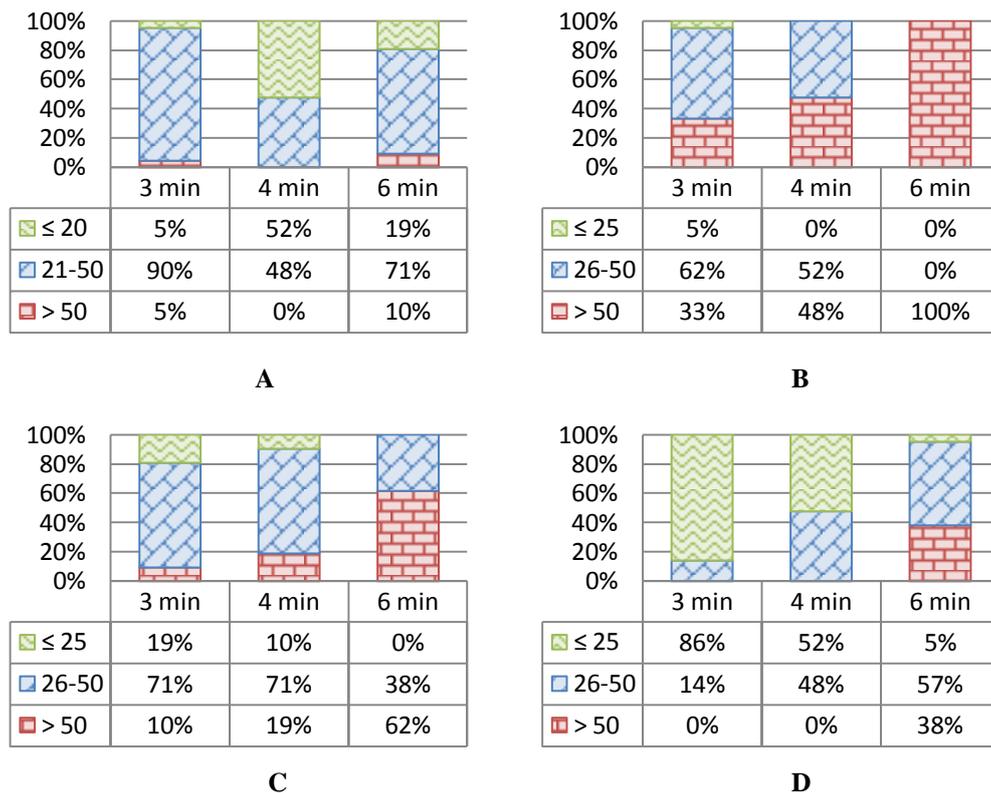


Figura 4.24 – Variação do tempo e da concentração de decapagem. Combinação 0.032x0.032x0.032 in. A – Concentração 4. B – Concentração 5. C – Concentração 6. D – Concentração 7.

Embora na concentração 4 (figura 41, A) se verifique que o tempo de imersão de 4 minutos apresenta maior percentagem de valores de resistividade inferiores a $20 \mu\Omega$, verifica-se que o tempo de 3 minutos apresenta 90% dos valores de resistividade entre $21 - 50 \mu\Omega$, o que é aceitável. Após pequeno ajuste na concentração de ácido na solução, originando a concentração 5, os melhores valores de resistividade são obtidos com um tempo de decapagem de 3 minutos, o que se manteve para as restantes concentrações estudadas. Assim, após análise dos resultados, verifica-se que a hipótese apresentada anteriormente é verdadeira.

Também através da figura 4.20 foi possível compreender a influência que cada componente do banho de decapagem tem nos valores de resistividade, determinando, assim, as concentrações ótimas de operação.

Da concentração 3 à concentração 5 inclusive, há aumento da percentagem de ácido nítrico no banho de decapagem ($C_3 - 23\%$, $C_4 - 25\%$ e $C_5 - 27\%$), sendo a percentagem de Deoxalume 2310 mantida constante a 15%. Verifica-se que à medida que se aumenta a percentagem de ácido, os valores de resistividade obtidos também tendem a aumentar. Contudo, ao se adicionar Deoxalume 2310, existe uma diminuição dos valores de resistividade (concentração 6). O mesmo acontece quando se diminui a percentagem de ácido presente na solução de decapagem. Estes resultados demonstram, o efeito do ácido sobre a superfície do metal, abordado no capítulo 2.5.2., e a influência do sulfato de ferro, presente no Deoxalume 2310, como inibidor.

Em suma, é possível constatar que a composição mais vantajosa para o banho de decapagem será com concentrações de Deoxalume 2310 perto dos valores máximos (18-20%) e concentrações intermédias de ácido nítrico (24-26%).

Para a espessura de 0.032 in, além dos ensaios anteriormente apresentados, foram realizados outros que, embora de forma menos relevante, contribuíram para a execução deste estudo, podendo ser observados nas tabelas G.10 e G.11 do anexo.

→ **Espessura 0.040 in, liga 2024**

Simultaneamente aos ensaios para a espessura 0.032 in, também se realizaram ensaios para a 0.040 in, nomeadamente na combinação 0.040x0.040 in. No entanto, como referido anteriormente, pretende-se uma única solução de decapagem, operando nas mesmas condições para todas as combinações de ligas e espessuras. Dessa forma, sendo a espessura 0.032 in a mais utilizada, foi através dos seus ensaios que se definiu a necessidade (ou não) de proceder a alterações da concentração, invalidando alguns dos ensaios realizados para a espessura 0.040in. Esses ensaios são apresentados na tabela G.12 do anexo.

Sabendo que o tempo necessário a uma boa decapagem tende a aumentar com o aumento da espessura, e tendo-se anteriormente determinado um tempo de 3 minutos para a espessura 0.032 in, testou-se o tempo de 5 minutos para a 0.040 in.

A concentração 6 foi a primeira concentração em que se testou este tempo, obtendo-se, logo no primeiro ensaio, todos os valores dentro do intervalo de referência ($<40 \mu\Omega$). Foram ainda replicados estes ensaios para a concentrações 7, obtendo-se valores de resistividade na mesma ordem (tabela 4.7). Os três ensaios foram soldados, apresentando-se o melhor provete de cada ensaio na figura 4.25.

Tabela 4.7 – Valores de resistividade dos ensaios da combinação 0.040x0.040, com 5 minutos de decapagem nas condições de concentração 6 e 7.

Concentração	ID	Valores de resistividade ($\mu\Omega$)						
C ₆	A	13	8	6	12	7	4	10
	B	15	14	10	17	11	4	10
	C	20	8	9	10	11	8	4
C ₇	A	26	18	22	24	18	20	20
	B	24	18	19	21	19	21	14
	C	19	17	16	23	16	15	11

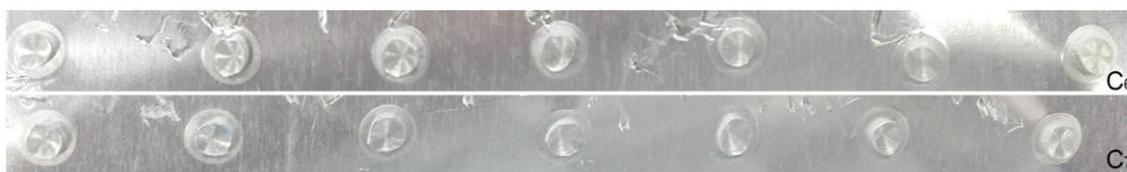


Figura 4.25 – Resultados obtidos após soldadura e ensaio de arranque, da combinação 0.040x0.040 in para um tempo de decapagem de 5 min, nas concentrações 6 e 7. Provete C de ambos os ensaios.

Verifica-se que para ambos os provetes apresentam uma soldadura ligeiramente disforme, sendo este efeito mais notório no provete do ensaio realizado com a concentração 7. Contudo, nada mais se pode concluir sem a realização de ensaios de controlo metalográfico, como o diâmetro do ponto, a penetração ou a verificação de descontinuidades internas.

Embora, anteriormente, se tenha apresentado apenas dois ensaios para a espessura 0.040 in, na tabela G.12 em anexo estão representados todos os ensaios realizados.

→ **Espessura 0.063 in, liga 2024**

A espessura 0.063in foi testada na combinação dissemelhante 0.032x0.063 in, unicamente nas condições de concentração 2 do banho de decapagem. Aquando da realização destes ensaios, ainda não se tinha concluído que o tempo de decapagem ideal para a espessura 0.032 in era de 3 minutos, pelo que foram realizados com 10 minutos de imersão no banho de decapagem. Estes ensaios estão apresentados na tabela G.14 em anexo.

Deste modo, para a espessura 0.063 foram testados os tempos de 12, 13, 14, 15 e 17 minutos, mantendo em todos os ensaios o tempo de 10 minutos para a espessura 0.032 in. Na figura 4.26 estão representados os resultados graficamente, podendo os valores de resistividade medidos serem observados na tabela G.15 em anexo.

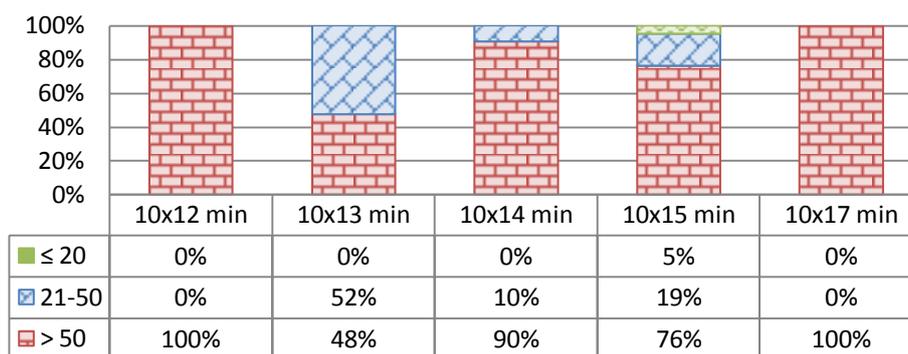


Figura 4.26 – Variação do tempo de decapagem para a combinação 0.032x0.063 in, concentração 3.

Dos ensaios realizados, o que apresentou valores de resistividade mais baixos foi o de 10x13 minutos, no entanto nenhum se encontra dentro dos parâmetros pré-definidos para que se prosseguisse para o ensaio de soldadura.

É de salientar que, mais tarde, se constatou que um tempo de decapagem aqui usado para a espessura 0.032 in também não foi o mais indicado, e que o tempo de 3 minutos para esta espessura proporciona valores de resistividade mais baixos, o que com certeza, também se iria refletir nesta combinação. No entanto, não se voltou a testar esta combinação, pelo que nada se pode concluir.

4.2.5. Decapagem alcalina antes da decapagem ácida

Com o intuito de verificar melhorias nos resultados de soldadura, testou-se a realização de uma decapagem alcalina com NaOH e com Turco Aluminetch #2 antes da decapagem ácida com Deoxalume 2310.

Os ensaios foram executados em provetes da liga 2024, combinação 0.032x0.032 in, de acordo com os parâmetros determinados anteriormente, 15 minutos de pré-desengorduramento, 10 minutos de desengorduramento alcalino e 3 minutos de decapagem. A concentração do banho de decapagem foi de 20% de Deoxalume 2310 e 27% de ácido nítrico.

→ **Com NaOH**

Para a decapagem com NaOH foram realizados 3 ensaios, testando os tempos de imersão em NaOH de 15 e 30 segundos, comparativamente aos resultados obtidos sem a realização da decapagem alcalina.

A tabela 4.8, demonstra os valores de resistividade obtidos para cada ensaio. Como se pode verificar, todos eles se encontram dentro dos valores de resistividade de referência para a combinação de liga e espessura testada ($<25 \mu\Omega$), pelo que se prosseguiu para o ensaio de soldadura. Na imagem 4.27, pode-se verificar o melhor provete de cada ensaio.

Tabela 4.8 – Valores de resistividade obtidos nos ensaios de decapagem alcalina com NaOH.

t (s)	ID	Valores de resistividade ($\mu\Omega$)						
0	A	19	6	4	6	11	6	4
	B	15	13	10	11	10	6	8
	C	19	9	8	9	9	7	6
15	A	7	2	2	2	1	2	3
	B	6	5	2	2	4	2	3
	C	4	2	2	2	2	1	3
30	A	8	3	3	3	3	5	7
	B	8	4	3	5	2	3	3
	C	15	6	4	2	3	2	5

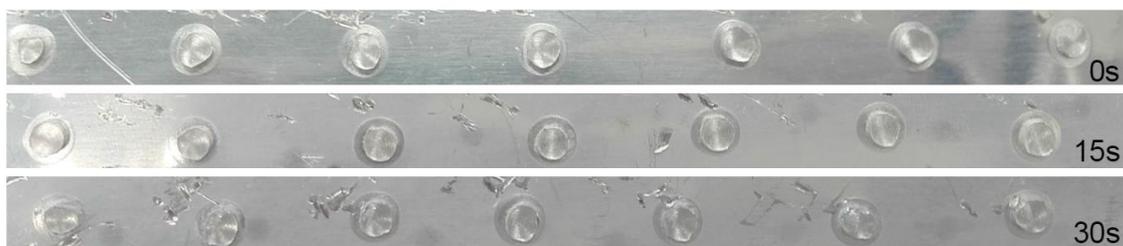


Figura 4.27 – Resultados obtidos após soldadura e ensaio de arranque dos provetes submetidos à decapagem alcalina com NaOH. 0s – provete A; 15s – provete C; 30s – provete C.

Pela tabela anterior verifica-se que a realização de uma decapagem alcalina com NaOH proporciona valores de resistividade inferiores. A nível da forma do ponto de soldadura, dos três ensaios realizados, observa-se uma ligeira melhoria no ensaio com 15 segundos de imersão em NaOH, contudo, não são significativas que justifiquem a adição de mais uma etapa ao processo de preparação de superfícies.

No anexo H, estão representados todos os ensaios em que foi realizada uma decapagem alcalina com NaOH e que não foram anteriormente apresentados.

→ Com Turco Aluminetch #2

À semelhança do que se realizou anteriormente com o NaOH, testou-se também a realização de uma decapagem alcalina com Turco Aluminetch #2 antes da decapagem ácida com Deoxalume 2310.

Segundo a ficha técnica deste produto, o intervalo de tempo recomendado para a imersão do alumínio é de 2 a 5 minutos, pelo que se realizaram ensaios com 2, 3 e 5 minutos. Face aos resultados obtidos, decidiu-se também abordar o tempo de 15 segundos e verificar os resultados, podendo, estes, ser observados na tabela 4.9.

Tabela 4.9 – Valores de resistividade obtidos nos ensaios de decapagem alcalina com Turco Aluminetch #2.

Tempo	ID	Valores de resistividade ($\mu\Omega$)						
0	A	21	33	14	25	23	20	21
	B	19	18	18	29	24	15	22
	C	18	12	13	17	21	18	14
15 s	A	194	123	114	122	107	198	160
	B	96	59	142	113	133	172	80
	C	385	360	243	176	314	200	390
2 min	A	108	139	107	160	144	255	120
	B	816	365	263	262	264	187	128
	C	115	564	185	255	687	216	272
3 min	A	255	297	176	305	336	306	199
	B	95	50	92	170	213	169	62
	C	168	176	195	212	156	258	128
5 min	A	828	110	67	160	225	208	179
	B	309	300	237	99	392	335	108
	C	476	442	217	130	486	611	224

Nos quatro ensaios que sofreram decapagem alcalina, obtiveram-se valores de resistividade bastante elevados comparativamente aos valores de referência ($<25 \mu\Omega$) e ao ensaio em que se realizou apenas decapagem ácida.

Face aos resultados obtidos, estes ensaios não foram sujeitos ao processo de soldadura, concluindo-se assim que a utilização do Turco Aluminetch #2 não é viável a este processo.

4.2.6. Decapagem com Deoxalume 2310 e ácido sulfúrico

Como referido anteriormente, há uma grande semelhança entre a composição do Deoxalume 2310 e o Processo P, patenteado por Russell na década de 70. Tal como neste processo ocorreu a substituição do ácido nítrico por sulfúrico, originando o processo P2, nesta dissertação decidiu-se testar o uso de Deoxalume 2310 com ácido sulfúrico.

Foram realizados 6 ensaios, 2 de cada combinação de espessuras abordadas anteriormente (todas da liga 2024) colocando-se um em cada banho. Todos os parâmetros operatórios foram mantidos fixos, apenas diferindo o banho de decapagem. A tabela 4.10, apresenta as condições de operação de cada banho.

Tabela 4.10 – Composição dos banhos estudados. Banho A – Deoxalume 2310 e ácido nítrico. Banho B – Deoxalume 2310 e ácido sulfúrico.

Banho	A	B
Concentração de Deoxalume 2310 (% V/V)	19%	15%
Concentração Ácido (% V/V)	24%	5%
Factor de Ataque (mils/ face/ h)	0,22	0,20

Na tabela 4.11 estão apresentados os valores de resistividade obtidos nos ensaios, para cada combinação de espessuras e em cada banho.

Tabela 4.11 – Valores de resistividade obtidos nos ensaios com variação do ácido de decapagem. Banho A – Deoxalume 2310 e ácido nítrico. Banho B - Deoxalume 2310 e ácido sulfúrico.

Combinação	Banho	ID	Valores de resistividade ($\mu\Omega$)						
			16	10	25	15	12	15	17
0.032x0.032	A	A	16	10	25	15	12	15	17
		B	23	21	22	20	15	23	20
		C	23	17	17	17	26	25	10
	B	A	7	7	8	7	8	8	7
		B	10	7	8	8	9	9	10
		C	11	8	6	8	9	6	7
0.032x0.032x0.032	A	A	21	18	17	18	15	17	16
		B	29	25	17	22	19	20	30
		C	19	23	23	25	21	19	28
	B	A	13	13	13	14	17	12	22
		B	23	12	13	20	17	16	18
		C	26	20	13	16	16	18	20
0.040x0.040	A	A	21	15	21	31	21	15	23
		B	22	19	27	26	31	35	16
		C	30	20	20	30	40	18	17
	B	A	11	10	13	12	28	8	7
		B	12	10	10	14	17	16	8
		C	11	8	9	12	8	10	10

É de notar que todos os ensaios realizados com o banho B, apresentam valores de resistividade mais baixos comparativamente aos do banho A.

Todos os ensaios foram submetidos ao processo de soldadura por resistência por pontos, estando o melhor provete de cada ensaio representados nas figuras 4.28 – 4.30.

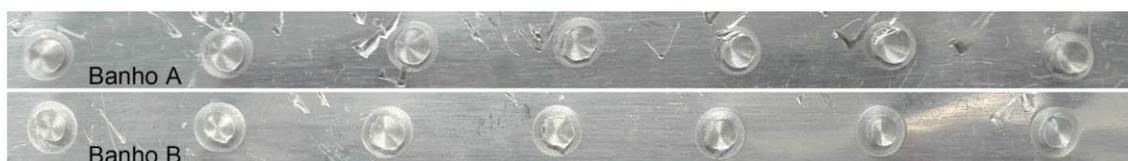


Figura 4.28 – Resultados obtidos após soldadura e ensaio de arranque, da combinação 0.032x0.032 in para um tempo de decapagem de 3 min. Banho A – Provete B; Banho B – Provete A.



Figura 4.29 – Resultados obtidos após soldadura e ensaio de arranque, da combinação 0.032x0.032x0.032 in para um tempo de decapagem de 3 min. Banho A – Provete A; Banho B – Provete A.

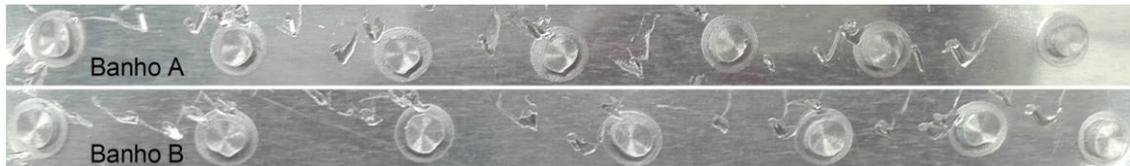


Figura 4.30 – Resultados obtidos após soldadura e ensaio de arranque, da combinação 0.040x0.040 in para um tempo de decapagem de 5 min. Banho A – Provete B; Banho B – Provete B.

Analisando visualmente os resultados obtidos após soldadura e ensaio de arranque nas três combinações testadas, ambos os banhos aparentam um desempenho muito semelhante. Destaca-se o ensaio representativo do banho B da figura 4.28 na combinação 0.032x0.032 in, apresentando pontos mais cêntricos e uniformes. Os restantes ensaios, à semelhança dos anteriores, continuam a apresentar deformação dos pontos.

Em anexo I, estão representados todos os ensaios realizados com esta composição de banho de decapagem e que não foram anteriormente apresentados.

Com base nos resultados deste estudo, concluiu-se que, para a liga 2024, espessuras 0.032 in, o tempo de 3 minutos seria o mais favorável à obtenção de valores de resistividade dentro dos parâmetros requeridos (figura 4.17). Fixando esse tempo, também foram realizados ensaios onde se procedeu à variação da concentração do banho de decapagem, constando-se que, dentro dos intervalos indicados na fixa técnica do produto, concentrações intermédias de ácido nítrico (24%-26%) e mais elevadas de Deoxalume 2310 (18-20%) são as mais favoráveis (figura 4.20). No caso da espessura 0.040 in, verificou-se um tempo de decapagem de 5 min.

Também foi testada a realização de uma decapagem alcalina antes da decapagem ácida, contudo, esta etapa demonstrou não ser uma mais-valia para o processo. Foram utilizados dois produtos, NaOH e Turco Aluminetch #2, mas apenas na decapagem com NaOH foram obtidos valores de resistividade inferiores aos valores de referência e em relação aos ensaios em que só ocorreu decapagem ácida. No entanto, quando submetidos ao processo de soldadura e inspeção visual, esses ensaios não demonstraram melhorias significativas na qualidade da soldadura (figura 4.27).

Outra variável estudada, foi a substituição do ácido nítrico por ácido sulfúrico na constituição do banho de decapagem, proporcionando valores de resistividade inferiores em comparação com os ensaios realizados no banho com ácido nítrico.

5. Conclusões

Este estudo visou testar a eficiência do produto comercial Turco Deoxalume 2310 na decapagem de superfícies de alumínio antes dos processos de anodização, conversão química e soldadura por resistência por pontos, podendo-se concluir o seguinte:

5.1. Processos de anodização e conversão química

Em relação ao estudo da preparação de superfícies antes dos processos de anodização e de conversão química efetuaram-se os ensaios de validação do processo. Todos os ensaios realizados se demonstraram em conformidade com as especificações aplicáveis.

Sendo a preparação da superfície do alumínio (e a decapagem) fundamental para um bom desempenho dos processos seguintes, neste caso, anodização e conversão química, ao serem demonstrado que todos os ensaios de controlo requeridos para estes dois processos, se encontram em conformidade com as especificações associadas, conclui-se que ocorreu uma boa preparação da mesma.

O parâmetro em estudo nesta dissertação foi a eficiência de um produto isento de Cr VI para decapagem de alumínio, o Deoxalume 2310, pelo que se comprova que, para os processos de anodização e de conversão química, uma solução deste produto é um bom substituinte do atual banho de decapagem.

5.2. Processo de soldadura por resistência por pontos

Em relação ao estudo da preparação de superfícies antes do processo de soldadura por resistência por pontos, realizaram-se ensaios tendo como objetivo a determinação dos parâmetros ótimos de operação do banho de decapagem usando o Deoxalume 2310.

Deste estudo destaca-se:

- Temperaturas mais elevadas demonstraram ser menos favoráveis ao processo.
- Não há variações significativas nos tempos de pré-desengorduramento mínimo e máximo (15 e 30 minutos). O mesmo se verifica com tempos de 8 e 10 minutos, para o desengorduramento alcalino.
- Para a liga 2024, espessuras de 0.032 in e 0.040 in, os tempos de imersão no banho decapagem de 3 e 5 minutos, respetivamente, são os que apresentam melhores valores de resistividade.
- Concentrações intermédias de ácido nítrico (24-26%) e mais elevadas de Deoxalume 2310 (18-20%) proporcionam valores mais baixos de resistividade.
- A realização de uma decapagem alcalina com NaOH, antes de decapagem ácida, proporciona valores mais baixos de resistividade, porém, realizando apenas inspeção visual, não é relevante para a melhoria da soldadura.

- A realização de uma decapagem alcalina com Turco Aluminetch #2 não é viável ao processo, uma vez que origina valores de resistividade na ordem dos 100-300 $\mu\Omega$.
- Para o mesmo tempo de decapagem (3 minutos), o banho de Deoxalume 2310 com ácido sulfúrico proporciona valores mais baixos de resistividade, comparativamente ao banho de Deoxalume 2310 com ácido nítrico. A nível de qualidade da soldadura, para mais conclusões, teriam de ser realizados ensaios metalográficos.

Em anexo K, está representada a sequência de processo com as novas condições de operação determinadas nesta dissertação.

5.2.1. Limitações

Os resultados e conclusões obtidos neste trabalho, foram obtidos com bases nos valores de resistividade medidos para cada ensaio, uma vez que, no que diz respeito aos critérios de avaliação da qualidade dos pontos soldadura, estes, foram bastante limitados.

O facto de a soldadura ser executada nas máquinas da produção, por vezes, impossibilitou a realização dos ensaios nas condições de regulação de eléctrodos e parâmetros de solda em conformidade com a qualificação para essa combinação de liga e espessura. Existem muitas variáveis que podem afetar a formação de um ponto de soldadura e que não foram tidas em conta neste estudo, por exemplo a temperatura ambiente em que a soldadura foi realizada. Este estudo teve início em Fevereiro, quando as temperaturas rondavam os 17 °C, sendo os últimos ensaios realizados em Julho, já com temperaturas na ordem dos 30°C. A variação da temperatura também foi bastante notória na área de tratamentos de superfície, onde se faziam sentir temperaturas ambiente de 35°C, elevando a temperatura do banho em estudo para temperaturas de 25-26°C.

Relativamente aos ensaios de controlo após soldadura, apenas foram realizados ensaios de arranque e inspeção visual, permitindo verificar a existência de pontos de soldadura colados e a regularidade das marcas dos eléctrodos (forma). Para um maior número de informação sobre a qualidade interna da soldadura seria necessário a realização de ensaios metalográficos.

Este é um processo com muitos fatores envolvidos, onde nem sempre é fácil, na prática, averiguar, qual ou quais os fatores que originam os melhores resultados e replicar esses resultados.

6. Sugestões de trabalho futuro

Numa perspetiva de dar continuidade ao trabalho realizado na presente tese de mestrado, enuncia-se algumas sugestões.

- **Realização de ensaios de validação de resultados**

Neste estudo foram realizados ensaios preliminares que permitiram concluir as condições mais favoráveis para a operação com um novo banho de decapagem. Porém, como tem vindo a ser referido ao longo desta dissertação, é fundamental proceder à validação destes resultados através de ensaios metalográficos.

- **Estudo das condições da superfície através de Microscopia Eletrónica de Varrimento (SEM)**

Este estudo teria como objetivo o aprofundamento do estudo da preparação de superfícies. Nesta dissertação a eficiência da limpeza de superfície foi unicamente avaliada pela realização do *water break test* e tendo em consideração os valores de resistência medidos. Considerou-se que uma boa preparação de superfície antes do processo de soldadura por resistência por pontos proporciona valores de resistência inferiores a $50 \mu\Omega$, preferencialmente abaixo dos valores de referência definidos para o processo. No entanto, verificou-se que, embora dentro dos parâmetros anteriormente mencionados, nem sempre se obtém a *performance* desejada no processo de soldadura. Poderá ser má preparação de superfície? Poderá a camada de óxidos presente na superfície do alumínio não ter sido removida na totalidade? Poderá haver a formação de outro tipo de película na superfície?

A abordagem passaria, pela caracterização da superfície do alumínio após ter sido submetido ao processo de preparação de superfícies, verificando assim, a presença/ ausência de películas de óxidos de alumínio ou outro tipo de contaminantes.

- **Estudo paramétrico de otimização das variáveis essenciais de soldadura por resistência por pontos**

A qualidade da soldadura por pontos é influenciada não só pela preparação da superfície, mas também pelas variáveis essenciais do processo. Por vezes, o ajuste controlado de uma, ou mais, destas variáveis - pode ser o suficiente para que as características geométricas e dimensionais do ponto resultem substancialmente mais conformes.

Genericamente, a soldadura por pontos, requer uma combinação bem determinada da força de aperto (intensidade e tempo de atuação), bem como da corrente elétrica (intensidade e tempo de passagem). Assim, a abordagem passaria por estudar a relação entre valores de resistividade e parâmetros inerentes ao processo de soldadura, definindo as condições ótimas para um determinado intervalo de valores de resistividade.

- **Testar o banho de decapagem de Deoxalume 2310 com ácido sulfúrico para as ligas 5052 e 6061.**

Nesta dissertação foi testado o Deoxalume 2310 com ácido sulfúrico em substituição do ácido nítrico (ácido indicado na ficha técnica do produto) para combinações da liga 2024, verificando-se a obtenção de valores mais baixos de resistividade. Terá este banho igual desempenho para as restantes tipos de ligas utilizadas no processo (5052 e 6061)?

Apenas será vantajoso a continuação do estudo desta composição de banho caso se verifique um bom desempenho perante todos os tipos de ligas, quer a nível de valores de resistividade, quer de qualidade de soldadura.

Bibliografia

- [1] Abal, “Fundamentos e Aplicações do Alumínio,” no. 5511, p. 35, 2007.
- [2] W. I. A. SANTOS, “Caracterização da Resistência à corrosão de ligas de alumínio após o tratamento alternativo à cromatização com e sem revestimento orgânico,” p. 120, 2011.
- [3] R. Chang, *Química*, 10^a, vol. 53, no. 9. 2013.
- [4] A. D. Q. De Ferreira, “O impacto do cromo nos sistemas biológicos,” *Quim. Nova*, vol. 25, no. 4, pp. 572–578, 2002.
- [5] Independent Environmental Technical Evaluation Group (IETEG), *Chromium (VI) Handbook*. 2005.
- [6] ECHA, “Regulamento REACH.” [Online]. Available: <http://echa.europa.eu/pt/regulations/reach>. [Accessed: 03-Mar-2016].
- [7] ECHA, “Compreender o Regulamento REACH.” [Online]. Available: <http://echa.europa.eu/web/guest/regulations/reach/understanding-reach>. [Accessed: 03-Mar-2016].
- [8] Comissão Europeia, “Regulamento (UE) N^o 348/2013 da Comissão de 17 de Abril de 2013,” *J. Of. da União Eur.*, 2013.
- [9] V. Cicek and B. Al-Numan, *Corrosion Chemistry*. 2011.
- [10] Sapa, “5052 Aluminum.” [Online]. Available: <http://www.sapagroup.com/en/na/profiles/5052-aluminum/>. [Accessed: 13-Mar-2016].
- [11] Sapa, “6061-T6 Aluminum Properties.” [Online]. Available: <http://www.sapagroup.com/en/na/profiles/6061-t6-aluminum-properties/>. [Accessed: 13-Mar-2016].
- [12] ASM - Aerospace Specification Metals, “Aluminum 2024-T3.” [Online]. Available: <http://asm.matweb.com/search/SpecificMaterial.asp?bassnum=MA2024T3>. [Accessed: 20-Apr-2016].
- [13] ASM - Aerospace Specification Metals, “Aluminum 5052-H32.” [Online]. Available: <http://asm.matweb.com/search/SpecificMaterial.asp?bassnum=MA5052H32>. [Accessed: 20-Apr-2016].
- [14] ASM - Aerospace Specification Metals, “Aluminum 6061-T6.” [Online]. Available: <http://asm.matweb.com/search/SpecificMaterial.asp?bassnum=MA6061t6>. [Accessed: 20-Apr-2016].
- [15] A. R. de Oliveira, “Corrosão e Tratamento de Superfície,” 2012.
- [16] Laboratório Nacional de Engenharia Civil, “Comportamento do alumínio anodizado à corrosão atmosférica,” p. 63, 2004.
- [17] M. Kuts, *Handbook of Environmental Degradation of Materials*. 2005.
- [18] M. Straschill, *Modern Practice in the Pickling of Metals and Related Processes*. 1963.
- [19] R. G. King, *Surface Treatment and Finishing of Aluminium*. .
- [20] Raymond F. Wegman and James Van Twisk, *Surface Preparation Techniques for Adhesive Bonding*. 2013.
- [21] S. F. Rudy, “Pickling and Acid Dipping,” *Enequist Chem. Co., Brooklyn, N. Y*, pp. 173–179.
- [22] G. W. Critchlow, “Pretreatments for metal-to-metal bonding,” Loughborough University, 1997.
- [23] G. W. Critchlow and D. M. Brewis, “Review of surface pretreatments for aluminium alloys,” vol. 16, no. 4, pp. 255–275, 1996.
- [24] Lockheed Martin Aeronautics Company Marrietta, “Process Specification - Cleaning of Parts and Materials,” pp. 1–19, 2008.
- [25] W. J. Russel, “Chromate-Free Etching Process and Composition for Preparing Aluminum for Adhesive Bonding,” 1978.
- [26] both of N. J. William J. Russel, Sparta; Elizabeth A. Garnis, Franklin, “Process and composition of low toxicity for preparing aluminum surfaces for adhesive bonding,”

- 1980.
- [27] Henkel Surface Technologies, "Technical Process Bulletin," no. 239582, 2006.
 - [28] Henkel, "Safety data sheet - Deoxalume 2310," no. 1272, pp. 2–8, 2014.
 - [29] "Hard Anodized (or Anodised) Aluminum (or Aluminium) Cookware." [Online]. Available: <http://hubpages.com/food/All-you-care-about-hard-anodised-aluminium-cookware>. [Accessed: 07-Apr-2016].
 - [30] G. Groves, "Anodising of Aluminium," *New Zel. Insitute Chem.*, no. 1, p. 7, 2010.
 - [31] Silio Lima de Moura, "Aluminum anodizing: The study of the structure of the alumina layer," 2013. [Online]. Available: <http://www.slideshare.net/Silio2/aluminum-anodizing-the-study-of-the-structure-of-the-alumina-layer-34171077>. [Accessed: 01-Apr-2016].
 - [32] S. Ono, "Structure and Growth Mechanism of Anodic Oxide Films Formed on Aluminum and Their Gas Emission." [Online]. Available: <http://www.lm-foundation.or.jp/english/abstract-vol43/abstract/12.html>. [Accessed: 01-Apr-2016].
 - [33] Henkel, "Safety Data Sheet - Bonderite M-CR 1200S AERO," 2016. [Online]. Available: <http://hybris.cms.henkel.com/henkel/msdspdf?country=US&language=EN&matnr=593964>. [Accessed: 17-Apr-2016].
 - [34] J. R. Dias, "Terminologia da Soldadura em Português Europeu." [Online]. Available: <http://pt.scribd.com/doc/47492808/TERMINOLOGIA-DA-SOLDADURA-EM-PORTUGUES-EUROPEU#>. [Accessed: 15-Mar-2016].
 - [35] "Resistance welding processes," *Power*, pp. 166–180.
 - [36] H. M. P. Monteiro, "Estudo paramétrico de optimização de soldadura por resistência eléctrica por pontos." Porto, 2000.
 - [37] Henkel, "Turco ® aluminetch #2 - Technical Information Bulletin." pp. 1–2.
 - [38] United States Military, "MIL-A-8625F Anodic Coatings for Aluminum and Aluminum Alloys," no. September, 2003.
 - [39] United States Military, "MIL-DTL-5541F Chemical Conversion Coatings on Aluminum and Aluminum Alloys," no. June, pp. 1–16, 2006.
 - [40] Standard Practice ASTM, "ASTM B 117 - Standard Practice for Operating Salt Spray (Fog) Apparatus," *Astm*, no. C, pp. 1–12, 2011.
 - [41] ERICHSEN, "Multi-Cross Cutter 295." [Online]. Available: <https://www.erichsen.de/surfacetesting/adhesion/multi-cross-cutter-model-295/multi-cross-cutter-295-i>.
 - [42] International Standard, *ISO 2409 - Paints and varnishes - Cross-cut test*, vol. 2013. 2013.
 - [43] Intech, "DUALSCOPE® FMP40." [Online]. Available: http://www.intechservices.com/sw/swchannel/productcatalogcf_v2/internet/model.asp?ProductMasterID=1443182&ParentID=494821&SWID=1.
 - [44] American Welding Society, *AWS D17.2 - Specification for Resistance Welding for Aerospace Applications*, no. 2016826. 2013.

Anexos

A. Controlo das condições do banho de decapagem

As concentrações de ambos os constituintes do banho de decapagem (Deoxalume 2310 e ácido nítrico), assim como o factor de ataque do mesmo, podem ser determinados através de titulações, de acordo com os seguintes procedimentos experimentais.

Deoxalume 2310

1. Pipetar 5 ml de amostra para um *erlanmeyer*;
2. Adicionar 75 ml de água desionizada;
3. Adicionar um agitador e levar a ferver durante 1 minuto;
4. Deixar arrefecer até à temperatura ambiente;
5. Adicionar 2g de iodeto de potássio, com um vidro de relógio, tapar o *erlanmeyer* e agitar até dissolver;
6. Adicionar 10 ml de HCl concentrado e deixar repousar durante 1 minuto;
7. Titular com tiossulfato de sódio 0.1N até aparecer a “cor palha”;
8. Adicionar algumas gotas de uma solução amido solúvel 0.5% e continuar a titulação até à cor azul/ preto desaparecer por, pelo menos, 1 minuto;

Multiplicando o volume de tiossulfato de sódio titulado por 1.40, obtém-se a concentração de Deoxalume 2310 em %/volume.

$$\% \text{ Deoxalume 2310} = 1.40 \times V_{\text{tiossulfato de sódio}} \text{ (ml)}$$

Ácido Livre

1. Adicionar 50 ml de água destilada a um *erlanmeyer*;
2. Pipetar 5 ml de amostra e adicionar ao *erlanmeyer*;
3. Adicionar 15 ml de flureto de potássio (KF) 25%;
4. Adicionar 4 a 6 gotas de fenolftaleína;
5. Titular com uma solução de NaOH 1.0N até ao primeiro *endpoint* rosa.

Multiplicando o volume de NaOH titulado por 1.16, obtém-se a concentração de ácido livre em %/volume.

$$\% \text{ Ácido Nítrico} = 1.16 \times V_{\text{NaOH}} \text{ (ml)}$$

Fator de ataque

O fator de ataque é determinado imergindo um provete por um determinado período de tempo e contabilizando a perda de massa.

$$\text{Fator de ataque} = \frac{(I - F) e}{I t_i} \times 30$$

I – Massa inicial do provete (g)

F – Massa final do provete (g)

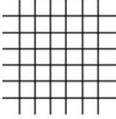
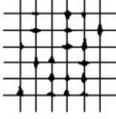
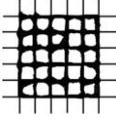
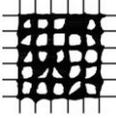
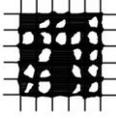
e – Espessura inicial do provete (mils)

t_i – Tempo de imersão (min)

B. Ensaio de aderência à pintura

Após a realização do ensaio, a superfície de corte do revestimento deve ser cuidadosamente examinada e classificada de 0 a 5 conforme descrito na tabela B.1.

Tabela B.1 – Critérios de aceitação para ensaios de adesão. Adaptado da ISO 2409 [42].

Classificação	Descrição	Aparência da superfície da área de corte transversal
0	Os cortes estão completamente suaves, não existindo qualquer falha do sistema de pintura na quadrícula.	
1	Pequenas falhas de adesão do sistema de pintura nas intersecções dos cantos. A zona danificada não deve ser significativamente maior que 5% da área total da quadrícula.	
2	Existem falhas de tinta nas intersecções e/ou ao longo dos cortes. A área danificada é significativamente superior a 5% mas não significativamente superior a 15%.	
3	O sistema de pintura apresenta falhas parciais ou totais ao longo dos cortes e/ou apresenta falhas parciais ou totais nos quadrados. A área afetada é significativamente maior que 15% mas não é significativamente superior a 35%.	
4	O sistema de pintura falhou ao longo dos cortes e/ou alguns quadrados apresentam falhas parciais ou totais do sistema de pintura. A área afetada é significativamente superior a 35% mas não é significativamente maior do que 65%.	
5	Qualquer dano pior do que o descrito anteriormente.	-

C. Ensaio de corte por tração

A resistência mínima exigida no ensaio de corte por tração é sempre determinada pelo provete de menor espessura presente na combinação.

Em todas as combinações estudadas nesta dissertação, o provete determinante é da liga 2024, espessura 0.032 in. Assim, sabendo que a força a aplicar, de acordo com a especificação de cliente, será de 56 000 psi ou superior, da tabela C.1, retira-se que a resistência mínima da amostra tem de ser igual ou superior a 260 MPa e a média a 325 MPa.

Tabela C.1 – Requisitos de tração para provetes de soldadura por pontos. Ligas do grupo 1 – Ligas de alumínio e magnésio [44].

Nominal Thickness of Thinner Sheet		Ultimate Strength ^a				Ultimate Strength ^a				Ultimate Strength ^a				Ultimate Strength ^a			
		56 000 psi and above lbf per spot weld		386 MPa and above N ^b per spot weld		35 000 psi to 55 999 psi lbf per spot weld		240 MPa to 385.9 MPa N ^b per spot weld		19 500 psi to 34 999 psi lbf per spot weld		135 MPa to 239.9 MPa N ^b per spot weld		Below 19 500 psi lbf per spot weld		Below 135 MPa N ^b per spot weld	
in	mm	min.	min. avg	min.	min. avg	min.	min. avg	min.	min. avg	min.	min. avg	min.	min. avg	min.	min. avg	min.	min. avg
0.010	0.25	60	75	265	335	50	65	225	290	—	—	—	—	—	—	—	—
0.012	0.30	75	95	335	425	65	85	290	380	30	40	135	175	20	25	90	110
0.016	0.40	110	140	490	625	100	125	445	555	70	90	310	400	50	65	225	290
0.018	0.45	125	160	555	710	115	145	510	645	85	110	380	490	65	85	290	380
0.020	0.50	140	175	625	780	135	170	600	755	100	125	445	555	80	100	355	445
0.022	0.55	160	200	710	890	155	195	690	865	120	150	535	665	95	120	425	535
0.025	0.65	185	235	825	1045	175	200	780	890	145	185	645	825	110	140	490	625
0.028	0.70	215	270	995	1200	205	260	910	1155	175	220	780	980	135	170	600	755
0.032	0.80	260	325	1155	1445	235	295	1045	1310	210	265	935	1180	165	210	735	935
0.036	0.90	305	385	1355	1710	275	345	1225	1535	255	320	1135	1425	195	245	865	1090
0.040	1.00	345	435	1535	1935	310	390	1380	1735	300	375	1335	1670	225	285	1000	1270
0.045	1.10	405	510	1800	2270	370	465	1645	2070	350	440	1555	1955	260	325	1155	1445
0.050	1.30	465	585	2070	2600	430	540	1910	2400	400	500	1780	2225	295	370	1310	1645
0.056	1.40	555	670	2470	2980	515	645	2290	2870	475	595	2110	2645	340	425	1510	1890
0.063	1.60	670	840	2980	3635	610	765	2715	3400	570	715	2535	3180	395	495	1755	2200
0.071	1.80	825	1035	3670	4605	720	900	3200	4005	645	810	2780	3600	450	565	2000	2515
0.080	2.00	1025	1285	4560	5715	855	1070	3805	4760	765	960	3400	4270	525	660	2335	2935
0.090	2.30	1255	1570	5580	6985	1000	1250	4450	5560	870	1090	3870	4850	595	745	2645	3315
0.100	2.50	1490	1865	6630	8295	1170	1465	5205	6515	940	1175	4180	5225	675	845	3000	3660
0.112	2.80	1780	2225	7915	9895	1340	1675	5960	7450	1000	1255	4450	5580	735	920	3270	4090
0.125	3.20	2120	2650	9430	11 785	1625	2035	7228	9050	1050	1315	4670	5850	785	985	3490	4380
0.140	3.60	2525	3160	11 230	14 055	1920	2400	8540	10 675	—	—	—	—	—	—	—	—
0.160	4.10	3120	3900	13 880	17 345	2440	3050	10 585	13 565	—	—	—	—	—	—	—	—
0.180	4.60	3725	4660	16 570	20 730	3000	3750	13 345	16 680	—	—	—	—	—	—	—	—
0.190	4.80	4035	5045	17 950	22 440	3240	4050	14 410	18 015	—	—	—	—	—	—	—	—
0.250	6.40	7350	9200	32 695	40 920	6400	8000	28 465	35 585	—	—	—	—	—	—	—	—

^a ultimate tensile strength of the weakest member joined by the spot weld.

^b newtons.

D. Variação da temperatura do banho de decapagem

Na tabela D.1 são apresentados os valores de resistividade dos ensaios de variação da temperatura, representados na figura 4.7. Estes ensaios foram realizados na combinação 0.032x0.032 in, com um tempo de imersão de 10 minutos no banho de decapagem composto por 13% de Deoxalume 2310 e 20% de ácido nítrico.

Tabela D.1 – Valores de resistividade dos ensaios de variação da temperatura, representados na figura 4.7.

Temperatura (°C)	ID	Valores de resistividade ($\mu\Omega$)						
19	A	175	153	75	68	106	63	47
	B	54	83	45	36	73	31	55
	C	99	203	55	55	80	74	38
25	A	132	224	82	80	56	153	102
	B	484	124	42	113	70	64	34
	C	425	126	91	114	124	237	81
27	A	249	96	83	127	106	138	79
	B	242	150	130	85	91	107	71
	C	146	75	101	47	112	55	96
30	A	176	54	65	163	143	112	52
	B	49	67	97	190	97	152	80
	C	35	119	59	102	88	83	90

E. Variação do tempo de pré-desengorduramento

Nas tabelas seguintes estão representados os valores de resistividade medidos nos ensaios de variação do tempo de pré-desengorduramento. Cada tabela representa um cenário diferente.

Cenário 1

No cenário 1 (tabela E.1), procedeu-se à realização dos ensaios na combinação 0.032x0.032 in, com 10 minutos de decapagem, nas condições de concentração 1 (13% de Deoxalume 2310 e 20% de ácido nítrico).

Tabela E.1 – Valores de resistividade dos ensaios de variação do tempo de pré-desengorduramento, representados na figura 4.8.

Liga 2024, combinação 0.032x0.032 in								
Tempo de pré-desengorduramento (min)	ID	Valores de resistividade ($\mu\Omega$)						
15	A	63	26	20	35	21	27	21
	B	53	24	18	30	37	42	26
	C	47	46	19	33	32	79	63
30	A	67	35	33	34	68	52	38
	B	79	90	57	59	42	39	42
	C	47	44	32	27	28	36	43

Cenário 2

No cenário 2 (tabela E.2), as condições foram as mesmas que para o cenário 1, apenas se alterou para 10 minutos o tempo de imersão no banho de decapagem.

Tabela E.2 – Valores de resistividade dos ensaios de variação do tempo de pré-desengorduramento, representados na figura 4.9.

Liga 2024, combinação 0.032x0.032 in								
Tempo de pré-desengorduramento (min)	ID	Valores de resistividade ($\mu\Omega$)						
15	A	92	228	50	32	25	41	29
	B	270	207	126	39	45	22	23
	C	143	46	28	28	40	51	46
30	A	80	124	46	63	50	36	42
	B	113	36	34	25	36	41	26
	C	153	200	53	24	41	50	26

Cenário 3

No 3º cenário, os ensaios foram realizados na combinação 0.040x0.040 in, com diversos tempos de decapagem (representados na tabela E.3) nas condições de concentração 2 (13% de Deoxalume 2310 e 23% de ácido nítrico).

Tabela E.3 – Valores de resistividade dos ensaios de variação do tempo de pré-desengorduramento, representados na figura 4.10.

Liga 2024, combinação 0.040x0.040 in							
Tempo de decapagem (min)	Tempo de pré-desengorduramento (min)	ID	Valores de resistividade ($\mu\Omega$)				
13	15	A	158	74	58	227	85
		B	20	81	62	82	64
		C	76	51	62	124	42
	30	A	107	61	43	48	42
		B	121	78	54	70	19
		C	70	72	46	85	72
14	15	A	122	52	103	78	52
		B	96	107	85	71	86
		C	118	74	66	131	75
	30	A	114	48	100	63	40
		B	87	38	58	86	43
		C	77	52	56	43	46
15	15	A	102	92	48	47	97
		B	95	73	72	107	81
		C	150	59	72	74	111
	30	A	140	163	111	92	55
		B	140	150	113	108	100
		C	197	160	61	95	120
19	15	A	65	93	135	108	46
		B	98	67	68	137	20
		C	164	163	93	151	71
	30	A	191	120	60	253	111
		B	338	93	76	164	176
		C	175	89	58	200	111

F. Variação do tempo de desgorduramento alcalino

Nas tabelas F.1 e F.2 estão representados os valores de resistividade dos ensaios de variação do tempo de desgorduramento alcalino. Estes ensaios foram realizados na combinação 0.032x0.032 in, com tempos de imersão de 8 e 10 minutos (cenário A e B, respectivamente) num banho de decapagem constituído por 13% de Deoxalume 2310 e 20% de ácido nítrico.

Cenário A

Tabela F.1 – Valores de resistividade dos ensaios de variação do tempo de desgorduramento alcalino, representados na figura 4.11 A.

Liga 2024, combinação 0.032x0.032 in								
Tempo de desgorduramento alcalino (min)	ID	Valores de resistividade ($\mu\Omega$)						
8	A	163	92	69	72	86	92	40
	B	54	102	90	54	42	31	35
	C	92	160	168	98	89	194	86
10	A	69	66	50	50	54	45	37
	B	157	82	74	78	68	62	19
	C	78	32	53	60	54	47	22

Cenário B

Tabela F.2 – Valores de resistividade dos ensaios de variação do tempo de desgorduramento alcalino, representados na figura 4.11 B.

Liga 2024, combinação 0.032x0.032 in								
Tempo de desgorduramento alcalino (min)	ID	Valores de resistividade ($\mu\Omega$)						
8	A	86	97	67	70	61	18	59
	B	126	140	91	77	74	40	212
	C	209	68	87	73	120	74	60
10	A	20	31	18	25	23	23	7
	B	50	44	24	15	22	16	43
	C	164	76	76	48	29	73	27

G. Variação da concentração e do tempo de decapagem

No presente anexo estão apresentados todos os ensaios (e respectivos valores de resistividade) que permitiram encontrar a concentração do banho de decapagem e o tempo de imersão ideal para a obtenção de valores de resistividade dentro dos parâmetros requeridos.

A tabela G.1 indica as diferentes concentrações do banho de decapagem estudadas.

Tabela G.1 – Concentrações do banho de decapagem estudadas.

	Deoxalume 2310 (% V/V)	Ácido Nítrico (% V/V)
C₁	13%	20%
C₂	13%	23%
C₃	15%	23%
C₄	15%	25%
C₅	15%	27%
C₆	20%	27%
C₇	19%	24%

Espessura 0.032 in

→ Concentração 1

Tabela G.2 – Valores de resistividade dos ensaios de variação do tempo de decapagem. Combinação 0.032x0.032 in, nas condições de concentração 1.

Liga 2024, combinação 0.032x0.032 in								
t (min)	ID	Valores de resistividade ($\mu\Omega$)						
8	A	69	66	50	50	54	45	37
	B	157	82	74	78	68	62	19
	C	78	32	53	60	54	47	22
9	A	62	107	45	73	95	83	54
	B	126	123	51	110	179	201	28
	C	164	60	97	62	76	84	76
10	A	20	31	18	25	23	23	7
	B	50	44	24	15	22	16	43
	C	164	76	76	48	29	73	27
11	A	135	131	125	48	129	76	80
	B	167	176	62	85	102	83	99
	C	143	157	66	129	162	183	112
12	A	138	111	150	86	86	112	53
	B	238	176	90	123	106	153	134
	C	107	191	135	157	126	139	50
15	A	87	127	104	220	26	45	70
	B	69	178	104	125	138	160	64
	C	856	250	116	104	87	102	108

→ **Concentração 2**

Tabela G.3 – Valores de resistividade dos ensaios de variação do tempo de decapagem. Combinação 0.032x0.032 in, nas condições de concentração 2.

Liga 2024, combinação 0.032x0.032 in								
t (min)	ID	Valores de resistividade ($\mu\Omega$)						
8	A	78	44	34	28	30	32	31
	B	6	42	20	16	31	26	25
	C	117	35	45	42	25	19	29
10	A	92	228	50	32	25	41	29
	B	270	207	126	39	45	22	23
	C	143	46	28	28	40	51	46
12	A	170	63	75	68	96	42	60
	B	10	32	61	45	58	162	74
	C	55	58	51	15	45	21	30

→ **Concentração 3**

Tabela G.4 – Valores de resistividade dos ensaios de variação do tempo de decapagem. Combinação 0.032x0.032 in, nas condições de concentração 3.

Liga 2024, combinação 0.032x0.032 in								
t (min)	ID	Valores de resistividade ($\mu\Omega$)						
3	A	13	9	6	8	8	11	8
	B	10	15	19	10	11	6	20
	C	8	9	11	13	13	8	9
10	A	90	31	28	30	28	23	15
	B	47	53	37	24	42	18	12
	C	38	32	50	49	36	26	19

Tabela G.5 – Valores de resistividade dos ensaios de variação do tempo de decapagem. Combinação 0.032x0.032x0.032 in, nas condições de concentração 3.

Liga 2024, combinação 0.032x0.032x0.032 in								
t (min)	ID	Valores de resistividade ($\mu\Omega$)						
3	A	18	17	27	23	21	20	19
	B	35	30	34	26	30	34	30
	C	52	23	28	48	36	25	10
4	A	62	34	52	52	36	39	35
	B	73	37	32	29	32	46	33
	C	70	49	40	67	48	32	34
5	A	83	52	68	52	59	16	31
	B	136	58	32	58	32	47	22
	C	36	36	54	49	49	33	6
6	A	148	100	53	88	76	80	72
	B	130	123	77	70	102	50	61
	C	173	113	96	83	70	48	32
8	A	134	54	86	83	94	75	67
	B	120	73	75	83	118	165	86
	C	125	56	81	111	190	92	50
10	A	110	84	90	106	128	90	96
	B	162	114	89	109	74	82	40
	C	180	136	133	131	160	127	103

Tabela G.6 – Valores de resistividade dos ensaios replicados com 3 minutos de decapagem. Combinação 0.032x0.032x0.032 in, nas condições de concentração 3.

Liga 2024, combinação 0.032x0.032x0.032 in								
t (min)	ID	Valores de resistividade ($\mu\Omega$)						
3	A	35	30	38	42	36	26	25
	B	31	20	36	40	38	36	15
	C	49	27	22	25	40	24	21
3	A	56	80	75	80	56	60	25
	B	41	23	20	35	28	23	27
	C	29	40	36	30	32	34	23

→ **Variação da concentração**

Tabela G.7 – Valores de resistividade dos ensaios de variação da concentração. Combinação 0.032x0.032x0.032 in, 3 minutos de tempo de decapagem.

Liga 2024, combinação 0.032x0.032x0.032 in								
Concentração	ID	Valores de resistividade ($\mu\Omega$)						
C₃	A	18	17	27	23	21	20	19
	B	35	30	34	26	30	34	30
	C	52	23	28	48	36	25	10
C₄	A	63	29	30	36	22	34	32
	B	44	35	26	44	40	35	27
	C	48	29	26	43	38	39	28
C₅	A	61	32	35	52	56	34	36
	B	44	29	43	42	53	28	54
	C	58	27	30	54	46	22	43
C₆	A	40	30	38	37	25	24	23
	B	80	48	38	40	30	27	46
	C	54	35	45	32	24	27	36
C₇	A	21	18	17	18	15	17	16
	B	29	25	17	22	19	20	30
	C	19	23	23	25	21	19	28

Tabela G.8 – Valores de resistividade dos ensaios de variação da concentração. Combinação 0.032x0.032 in, 3 minutos de tempo de decapagem.

Liga 2024, combinação 0.032x0.032 in								
Concentração	ID	Valores de resistividade ($\mu\Omega$)						
C₆	A	19	6	4	6	11	6	4
	B	15	13	10	11	10	6	8
	C	19	9	8	9	9	7	6
C₇	A	13	14	11	11	6	6	9
	B	25	11	17	22	17	16	10
	C	18	19	12	14	12	14	11

→ **Confirmação dos 3 minutos de decapagem**

Tabela G.9 – Valores de resistividade dos ensaios de variação da concentração e do tempo de decapagem. Combinação 0.032x0.032 in.

Liga 2024, combinação 0.032x0.032x0.032 in									
Concentração	t (min)	ID	Valores de resistividade ($\mu\Omega$)						
C₄	3	A	63	29	30	36	22	34	32
		B	44	35	26	44	40	35	27
		C	48	29	26	43	38	39	28
	4	A	39	25	28	24	24	17	19
		B	28	29	28	23	29	16	23
		C	25	26	33	31	32	10	21
	6	A	24	24	31	29	27	25	37
		B	37	26	41	42	31	42	22
		C	62	33	28	27	35	53	27
C₅	3	A	61	32	35	52	56	34	36
		B	44	29	43	42	53	28	54
		C	58	27	30	54	46	22	43
	4	A	56	48	39	62	45	38	51
		B	45	56	52	38	42	54	77
		C	75	58	61	76	57	47	49
	6	A	196	132	176	148	145	226	276
		B	115	155	188	142	177	154	152
		C	85	122	145	154	128	112	241
C₆	3	A	40	30	38	37	25	24	23
		B	80	48	38	40	30	27	46
		C	54	35	45	32	24	27	36
	4	A	38	40	27	32	48	13	22
		B	64	43	28	37	44	53	57
		C	96	40	41	48	44	48	45
	6	A	115	50	57	35	63	36	48
		B	139	80	69	74	44	98	34
		C	114	43	68	52	41	120	84
C₇	3	A	21	18	17	18	15	17	16
		B	29	25	17	22	19	20	30
		C	19	23	23	25	21	19	28
	4	A	24	32	32	33	28	24	20
		B	21	24	27	26	36	22	20
		C	28	24	29	28	25	19	17
	6	A	54	56	53	83	46	40	34
		B	66	38	40	36	25	42	40
		C	67	57	43	55	43	35	29

→ **Outros ensaios realizados**

Tabela G.10 – Valores de resistividade dos ensaios de variação de tempo de decapagem e concentração.
Combinação 0.032x0.032 in.

Liga 2024, combinação 0.032x0.032 in									
Concentração	t (min)	ID	Valores de resistividade ($\mu\Omega$)						
C₁	10	A	121	122	57	77	81	71	45
		B	96	46	65	62	113	23	34
		C	60	23	27	22	48	22	17
	10	A	170	63	75	68	96	42	60
		B	10	32	61	45	58	162	74
		C	55	58	51	15	45	21	30
	18	A	450	356	306	353	263	154	141
		B	190	143	249	166	322	235	159
		C	300	239	100	42	68	85	98
C₆	4	A	25	33	34	40	32	41	30
		B	43	31	33	28	25	32	26
		C	22	30	29	43	25	45	36
	4	A	25	10	8	6	20	7	24
		B	23	8	14	10	10	12	11
		C	22	11	7	7	6	20	16
C₇	2	A	11	9	13	16	18	13	12
		B	12	11	13	21	14	12	15
		C	21	17	15	33	17	17	16
	3	A	22	24	23	17	17	24	18
		B	27	30	30	24	48	52	23
		C	35	23	31	33	41	40	19
	3	A	16	10	25	15	12	15	17
		B	23	21	22	20	15	23	20
		C	23	17	17	17	26	25	10
	4	A	32	32	33	29	39	35	23
		B	23	33	29	14	34	46	29
		C	20	23	25	28	23	20	16
	4	A	20	18	20	20	13	15	16
		B	25	19	17	18	19	12	18
		C	17	11	11	18	22	10	9

Tabela G.11 – Valores de resistividade dos ensaios de variação de tempo de decapagem e concentração. Combinação 0.032x0.032x0.032 in.

Liga 2024, combinação 0.032x0.032x0.032 in									
Concentração	t (min)	ID	Valores de resistividade ($\mu\Omega$)						
C₄	5	A	33	33	34	44	50	32	29
		B	32	18	26	20	25	27	24
		C	32	28	18	28	27	26	22
C₅	8	A	205	151	148	139	177	180	275
		B	443	160	141	191	188	151	170
		C	393	105	131	123	154	203	109
	10	A	397	84	54	86	53	86	97
		B	280	85	137	143	195	97	104
		C	168	114	100	140	139	194	212
C₆	3	A	182	75	72	100	119	101	68
		B	155	61	62	73	111	84	74
		C	133	58	38	64	41	39	60
	6	A	48	58	42	77	54	65	79
		B	91	75	77	149	106	86	63
		C	157	94	116	94	128	136	107
	8	A	76	68	105	97	90	114	56
		B	71	107	143	93	99	76	143
		C	73	84	80	123	132	96	137
	10	A	75	94	177	131	106	63	77
		B	163	145	128	100	111	90	132
		C	111	53	121	144	162	82	58
C₇	3	A	31	25	30	21	18	20	24
		B	24	24	20	22	18	19	14
		C	24	25	27	23	23	26	22

Espessura 0.040 in

Tabela G.12 – Valores de resistividade dos ensaios de variação do tempo de decapagem e da concentração. Combinação 0.040x0.040 in.

Liga 2024, combinação 0.040x0.040 in							
Concentração	t (min)	ID	Valores de resistividade ($\mu\Omega$)				
C₁	13	A	85	57	76	58	63
		B	4	44	45	49	28
		C	64	71	94	53	77
	15	A	31	70	48	88	60
		B	5	66	45	72	63
		C	84	39	45	46	58
	17	A	74	71	78	102	45
		B	48	48	50	67	42
		C	105	43	41	39	30

Tabela G.12 (continuação) – Valores de resistividade dos ensaios de variação do tempo de decaimento e da concentração. Combinação 0.040x0.040 in.

Liga 2024, combinação 0.040x0.040 in							
Concentração	t (min)	ID	Valores de resistividade ($\mu\Omega$)				
C₂	12	A	121	96	129	78	36
		B	52	85	51	20	43
		C	219	182	133	47	56
	13	A	51	49	88	54	68
		B	121	47	51	65	47
		C	113	90	81	78	74
	13	A	158	74	58	227	85
		B	20	81	62	82	64
		C	76	51	62	124	42
	14	A	122	52	103	78	52
		B	96	107	85	71	86
		C	118	74	66	131	75
	15	A	102	92	48	47	97
		B	95	73	72	107	81
		C	150	59	72	74	111
	16	A	6	100	58	73	75
		B	114	79	70	151	68
		C	58	65	70	89	40
	17	A	220	218	117	105	52
		B	111	62	100	66	164
		C	150	91	78	115	104
19	A	65	93	135	108	46	
	B	98	67	68	137	20	
	C	164	163	93	151	71	
20	A	192	64	51	39	36	
	B	92	37	75	45	36	
	C	19	88	58	47	29	
C₃	14	A	35	39	38	43	26
		B	29	30	31	21	25
		C	28	30	44	9	20
	15	A	54	14	30	36	43
		B	52	56	68	22	25
		C	28	52	46	24	47
	16	A	63	49	57	57	64
		B	61	61	60	46	32
		C	48	64	55	24	29

Tabela G.13 – Valores de resistividade dos ensaios de variação do tempo de decapagem e da concentração. Combinação 0.040x0.040 in.

Liga 2024, combinação 0.040x0.040 in									
Concentração	t (min)	ID	Valores de resistividade ($\mu\Omega$)						
C₆	5	A	30	21	15	15	36	30	20
		B	30	19	15	13	22	16	7
		C	29	21	10	24	19	18	13
	5	A	64	25	28	37	54	16	41
		B	23	30	24	38	16	8	30
		C	43	16	15	24	16	10	24
	5	A	15	16	11	16	8	17	13
		B	14	10	10	21	18	15	9
		C	10	11	12	10	9	5	4
	5	A	52	59	37	88	57	56	49
		B	76	53	66	87	74	22	91
		C	68	38	31	56	64	52	53
C₇	4	A	30	30	28	23	29	30	29
		B	31	28	20	26	35	40	35
		C	39	37	36	29	20	27	22
	5	A	50	41	60	43	44	51	42
		B	57	48	41	49	55	47	94
		C	68	61	47	60	54	47	56
	5	A	21	15	21	31	21	15	23
		B	22	19	27	26	31	35	16
		C	30	20	20	30	40	18	17
	6	A	35	34	29	34	40	29	31
		B	42	31	34	25	28	20	15
		C	20	21	27	22	20	42	24
	6	A	23	40	35	13	14	16	21
		B	39	36	40	34	21	20	21
		C	35	29	40	20	18	26	13

Espessura 0.063 in

→ **Combinação 0.032x0.063**

Tabela G.14 – Valores de resistividade dos ensaios de variação do tempo de decapagem. Combinação 0.032x0.063 in, nas condições de concentração 2.

Liga 2024, combinação 0.032x0.063 in								
t (min)	ID	Valores de resistividade ($\mu\Omega$)						
10 x 10	A	282	166	65	42	78	73	108
	B	193	130	35	39	117	188	53
	C	344	40	44	56	180	62	43
10 x 15	A	120	61	100	105	285	56	185
	B	171	74	84	27	56	41	15
	C	472	150	75	204	63	114	96

Tabela G.15 – Valores de resistividade dos ensaios de variação do tempo de decapagem. Combinação 0.032x0.063 in, nas condições de concentração 3.

Liga 2024, combinação 0.032x0.063 in								
t (min)	ID	Valores de resistividade ($\mu\Omega$)						
10 x 12	A	176	154	68	105	127	192	153
	B	118	233	193	240	211	125	111
	C	170	185	137	204	336	123	137
10 x 13	A	136	44	35	39	89	34	62
	B	45	78	36	35	24	52	50
	C	197	132	78	108	70	46	25
10 x 14	A	47	81	104	93	103	96	78
	B	133	132	75	96	82	156	132
	C	345	74	69	72	65	48	68
10 x 15	A	254	130	118	51	160	70	28
	B	20	25	29	52	61	30	67
	C	85	76	105	171	111	75	108
10 x 17	A	125	72	158	162	176	113	191
	B	88	122	146	209	187	221	264
	C	79	100	110	93	190	84	57

H. Decapagem Alcalina

Espessura 0.032 in

Tabela H.1 – Valores de resistividade dos ensaios submetidos a decapagem alcalina com NaOH. Combinação 0.032x0.032 in, 3 minutos de decapagem, nas condições de concentração 6.

Liga 2024, combinação 0.032x0.032 in, 3 min de decapagem								
t_{NaOH} (s)	ID	Valores de resistividade ($\mu\Omega$)						
30	A	13	5	3	4	2	6	8
	B	24	13	10	16	5	10	11
	C	23	12	8	9	10	11	13

Espessura 0.040 in

Tabela H.2 – Valores de resistividade dos ensaios submetidos a decapagem alcalina com NaOH. Combinação 0.040x0.040 in, 5 minutos de decapagem, nas condições de concentração 6.

Liga 2024, combinação 0.040x0.040 in, 5 min de decapagem								
t_{NaOH} (s)	ID	Valores de resistividade ($\mu\Omega$)						
0	A	30	21	15	15	36	30	20
	B	30	19	15	13	22	16	7
	C	29	21	10	24	19	18	13
15	A	39	16	14	24	14	15	18
	B	37	16	12	11	15	8	19
	C	26	20	20	27	18	17	32
15	A	44	13	30	23	48	20	22
	B	58	57	31	43	54	71	29
	C	45	35	18	40	25	17	40
15	A	46	53	53	36	25	19	14
	B	45	24	28	33	23	18	28
	C	33	43	25	40	32	40	21
15	A	16	9	5	10	9	6	7
	B	9	16	8	17	15	7	6
	C	8	8	9	9	6	11	8
15	A	13	7	6	6	7	7	8
	B	25	15	18	12	17	6	16
	C	13	11	12	14	8	8	10

I. Decapagem com Deoxalume 2310 e ácido sulfúrico

Apesar de no corpo da tese apenas ser apresentado um ensaio para cada combinação, nas tabelas I.2 – I.4 estão representados os ensaios realizados no banho de decapagem composto por Deoxalume 2310 e ácido sulfúrico que não foram apresentados.

Tabela I.1 – Concentrações do banho de decapagem.

	Deoxalume 2310 (% V/V)	Ácido Sulfúrico (% V/V)
C ₁	17%	6%
C ₂	15%	5%

Tabela I.2 – Ensaio realizado no banho de Deoxalume 2310 e ácido sulfúrico. Combinação 0.032x0.032 in.

Liga 2024, combinação 0.032x0.032 in									
Concentração	t (min)	ID	Valores de resistividade ($\mu\Omega$)						
C ₁	3	A	8	10	9	10	9	10	7
		B	11	8	7	12	8	7	8
		C	11	10	12	12	9	7	7
	3	A	25	16	19	28	38	44	20
		B	19	16	15	24	14	20	13
		C	22	20	20	18	14	16	12
	3	A	8	6	7	7	8	6	6
		B	9	7	9	7	7	6	5
		C	8	6	9	8	7	5	5
	5	A	9	6	9	12	12	11	9
		B	10	8	9	8	10	14	9
		C	14	14	12	12	10	12	8
C ₂	3	A	9	10	11	12	9	14	12
		B	11	14	15	20	23	11	10
		C	11	11	13	16	9	8	9

Tabela I.3 – Ensaio realizado no banho de Deoxalume 2310 e ácido sulfúrico. Combinação 0.040x0.040 in.

Liga 2024, combinação 0.040x0.040 in									
Concentração	t (min)	ID	Valores de resistividade ($\mu\Omega$)						
C ₁	5	A	24	18	13	14	21	14	28
		B	26	17	21	21	12	21	14
		C	23	22	19	17	16	17	22
C ₂	5	A	48	24	19	17	19	19	11
		B	32	26	33	24	23	36	27
		C	22	25	28	26	18	23	20

Tabela I.4 – Ensaio realizado no banho de Deoxalume 2310 e ácido sulfúrico. Combinação 0.032x0.032x0.032 in.

Liga 2024, combinação 0.032x0.032x0.032 in									
Concentração	t (min)	ID	Valores de resistividade ($\mu\Omega$)						
C₁	3	A	24	33	35	23	24	20	19
		B	40	45	42	44	26	37	31
		C	41	58	46	45	38	34	25
	3	A	15	9	15	19	14	12	10
		B	16	15	13	14	15	17	14
		C	11	14	19	16	12	15	13
	3	A	14	10	9	16	11	10	11
		B	13	14	14	17	14	15	13
		C	14	12	13	11	9	10	9
	5	A	33	26	16	30	32	32	37
		B	18	20	24	24	29	24	23
		C	30	25	41	33	49	38	40

J. Outros ensaios

Foram realizados alguns ensaios para a combinação 0.032x0.063 in das ligas 2024x6061, no entanto nenhum apresentou valores de resistividade satisfatórios. Todos os ensaios foram realizados no banho B (Deoxalume 2310 e ácido sulfúrico) não se tendo grau de comparação com o banho A (Deoxalume 2310 e ácido nítrico).

Tabela J.1 – Ensaio realizado no banho de Deoxalume 2310 e ácido sulfúrico. Combinação 0.032x0.063 in, ligas 2024x6061.

Liga 2024x6061, combinação 0.032x0.063 in									
Concentração	t (min)	ID	Valores de resistividade ($\mu\Omega$)						
C₁	4x6	A	53	91	80	96	58	77	76
		B	78	131	111	86	92	95	71
		C	80	90	85	100	97	113	94
	4x8	A	268	104	205	192	202	155	149
		B	246	176	212	239	150	181	110
		C	166	105	204	210	240	216	216
	5x8	A	139	100	80	104	75	90	72
		B	100	96	108	96	83	87	106
		C	175	123	122	104	160	148	67
	5x9	A	227	259	170	190	126	130	156
		B	260	130	160	135	142	155	145
		C	247	163	276	135	140	172	191
	5x10	A	49	92	130	75	57	51	81
		B	143	75	50	77	51	72	60
		C	62	88	87	67	103	102	84
	5x12	A	207	164	131	131	96	214	114
		B	236	270	260	154	223	182	108
		C	112	178	283	233	294	203	134
	6x10	A	107	144	121	114	116	142	114
		B	87	75	142	141	191	158	88
		C	134	143	236	185	174	158	181
	5x10	A	196	97	100	111	98	100	111
		B	115	118	88	130	99	105	55
		C	185	115	165	132	105	133	116
	4x10	A	81	108	86	91	74	78	61
		B	51	87	114	106	110	94	77
		C	98	108	73	89	55	66	96
	3x10	A	95	62	67	75	73	78	55
		B	87	57	71	68	73	68	78
		C	92	72	82	71	72	78	69
3x8	A	138	100	138	92	135	165	185	
	B	141	68	88	68	69	93	124	
	C	87	155	103	84	118	95	150	

K. Sequência de Processo

Na figura K.1 é apresentada a sequência de processo de acordo com as novas condições de operação do banho de decapagem, apresentadas nas tabelas K.1 e K.2.

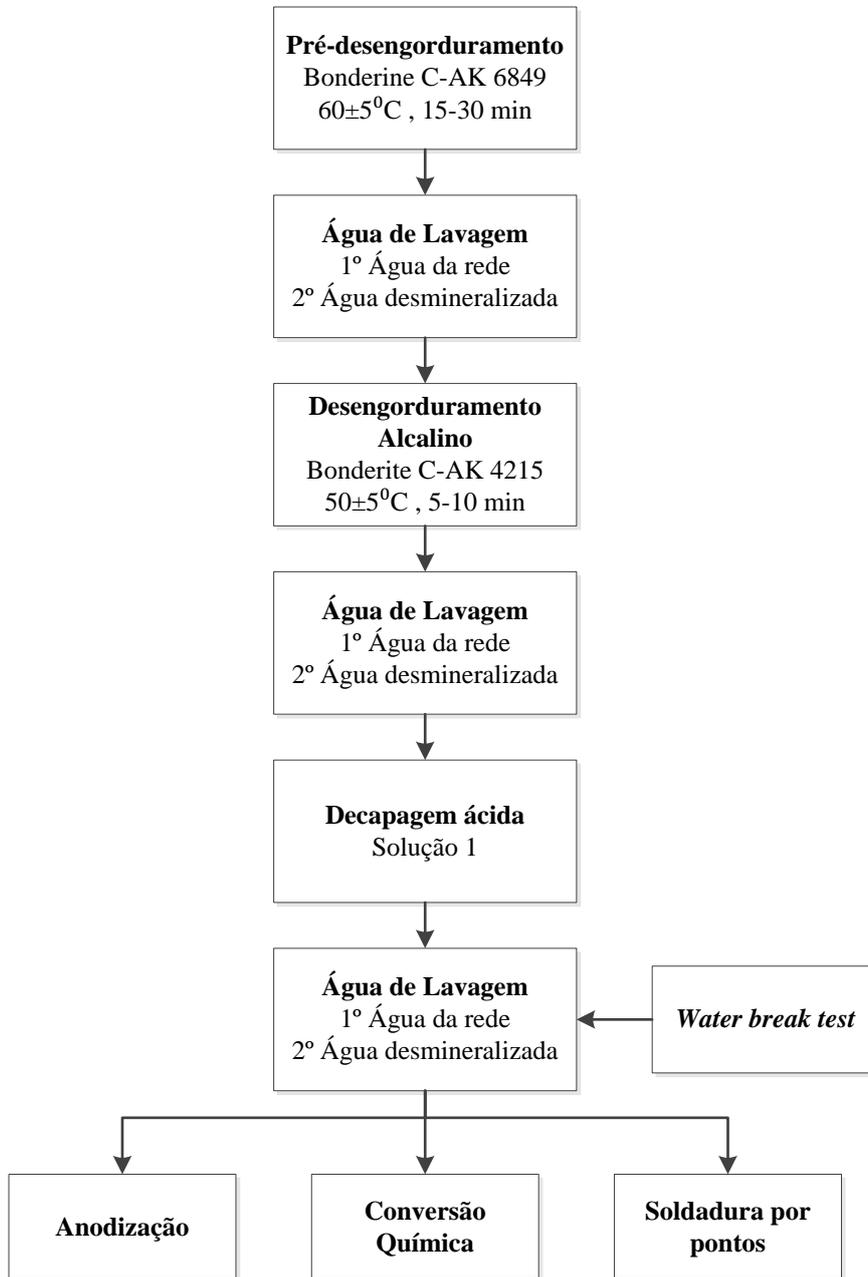


Figura K.1 – Sequência de Processo.

Tabela K.1 – Tempos de imersão no banho de decapagem.

Processo		Tempo de Imersão (min)
Anodização		6
Conversão Química		6
Soldadura por pontos	2024 0.032in	3
	2024 0.040in	5

Tabela K.2 – Composição e condições de operação do banho de decapagem (solução 1).

Solução n°	Produto	Valores de Manutenção	Condições de Operação	
		Concentração	Temperatura (°C)	Tempo (min)
1	Turco Deoxalume 2310	18 – 20% (V/V)	ambiente	De acordo com a tabela K.2
	Ácido Nítrico	24 – 26% (V/V)		