

## MODELO MECÂNICO PARA A PREVISÃO DE DEFEITOS INDUZIDOS PELO APRISIONAMENTO DO AR NA PRENSAGEM ISOSTÁTICA DO PTFE

O. C. Gamboni<sup>1,2</sup>, V. F. Sciuti<sup>3</sup>, C. Riul<sup>4</sup>,  
N. Schmitt<sup>5,6</sup>, W. W. Bose Filho<sup>7</sup>, R. B. Canto<sup>3</sup>

(1) Faculdade de Tecnologia de Sertãozinho – Fatec Sertãozinho; (2) Centro Universitário Unifafibe; (3) Departamento de Engenharia de Materiais - Universidade Federal de São Carlos; (4) Centro Tecnológico da Marinha em São Paulo – CTMSP; (5) LMT-Cachan (ENS de Cachan/CNRS); (6) IUFM (UPEC); (7) Departamento de Engenharia de Materiais - Escola de Engenharia de São Carlos/Universidade de São Paulo;  
e-mail: otavio.gamboni@gmail.com

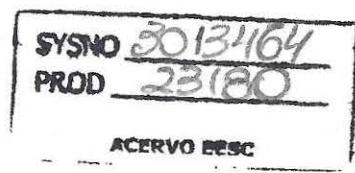
### Resumo

Diferentemente da maioria dos componentes poliméricos, os de PTFE são processados por prensagem a frio, isostática ou uniaxial, seguida de sinterização. Durante o carregamento no processo de prensagem isostática, o ar contido no molde elastomérico pode ficar aprisionado sob alta pressão no interior do compacto e induzir tensões durante o descarregamento, que podem danificar o componente. A redução destes defeitos é de interesse da indústria e pode ser alcançada com a extração do ar contido no molde elastomérico. Um modelo mecânico foi desenvolvido para estimativa das tensões induzidas pelo ar aprisionado durante a prensagem isostática. Estas tensões foram comparadas à tensão de coesão do material prensado com mínimos defeitos, estimada a partir da tensão de fratura obtida em ensaio brasileiro. Para a validação do modelo, foram utilizadas a prensagem isostática direta e em múltiplos passos cujo dano foi avaliado via ensaio brasileiro e micrografias. A comparação destes resultados obtidos pelas duas formas de processamento indica que as previsões do modelo proposto são válidas.

Palavras chave: Politetrafluoretileno, danos, propriedades mecânicas, prensagem isostática

### INTRODUÇÃO

O politetrafluoretileno (PTFE) é um polímero semicristalino com características bastante interessantes para aplicação industrial, como baixo coeficiente de atrito em contato com diversos materiais, inclusive ele mesmo<sup>(1)</sup>,



inérgia química e uma das maiores temperaturas de trabalho dentre os polímeros<sup>(2)</sup>.

Sua aplicação em projetos é muitas vezes restringida pelo processamento atípico. Diferente de outros polímeros, os componentes de PTFE são transformados por meio de prensagem do pó ou de pellets do material seguido de um tratamento térmico, denominado sinterização. O pó pode ser prensado tanto uniaxialmente, como isostaticamente. A prensagem uniaxial é a mais utilizada industrialmente por proporcionar alta produtividade, porém, pode induzir anisotropia no componente<sup>(2)</sup>. De modo diferente, a prensagem isostática evita a formação de anisotropia, mas possui baixa produtividade e o inconveniente de defeitos causados durante a etapa de descarregamento devido a liberação do ar, o qual estava aprisionado no interior do compacto verde, conforme já estudado em trabalhos anteriores<sup>(3,4,5)</sup>. A sinterização visa a diminuição da quantidade de vazios (poros ou defeitos) presentes no material prensado. Consequentemente, existe um aumento na interdifusão de cadeias poliméricas entre as partículas vizinhas, concedendo ao material uma excelente ductilidade. Alguns defeitos podem permanecer no componente mesmo após a sinterização se o tamanho desses for suficiente para impedir a interdifusão das cadeias. Conforme apresentado na literatura<sup>(3,4,5)</sup>, uma forma de estudar o efeito do ar aprisionado é a utilização da prensagem isostática em múltiplos passos, denominado MSCIP (*Multiple-steps cold isostatic pressing*). O processo de prensagem direta, ou seja, em um único passo é denominado OSCIP (*One step cold isostatic pressing*).

A redução destes defeitos é de interesse da indústria e pode ser alcançada com a extração do ar contido no molde elastomérico. Sendo assim, um modelo analítico pode ser proveitoso no auxílio do planejamento do processo de prensagem a fim de evitar a ocorrência de tais defeitos.

No presente trabalho, um modelo analítico foi desenvolvido para a estimativa de tensões induzidas pelo ar aprisionado durante a prensagem isostática. Estas tensões foram comparadas à tensão de coesão do material, obtida em ensaio brasileiro de um corpo de prova (CDP) produzido com mínimo de defeitos por MSCIP<sup>(6)</sup>. O modelo desenvolvido se mostrou capaz de prever a formação de defeitos através desta comparação.



## MATERIAIS E MÉTODOS

O material utilizado neste estudo foi o PTFE peletizado (Teflon-807-N). O tamanho dos *pellets* variou entre 200 e 1000  $\mu\text{m}$ , resultando em um tamanho médio de aproximadamente 600  $\mu\text{m}$ . Cada *pellet* é composto por um aglomerado de pequenas partículas (aproximadamente 0,2  $\mu\text{m}$ ) com grau de cristalinidade de aproximadamente 90% e a porosidade do *pellets* e dos interstícios formados entre estes é de aproximadamente 60%. O procedimento de prensagem em múltiplos passos, assim como o procedimento de sinterização, foram descritos detalhadamente em estudo prévio<sup>(3)</sup>. As rotas escolhidas para este estudo são apresentadas na Tabela 1.

Tabela 1: Rotas de prensagem direta e por múltiplos passos. A sigla para as rotas de prensagem é composta pela sigla do método de prensagem seguida da pressão máxima de prensagem.

Rota de prensagem	Pressões de prensagem (MPa)
OSCIP5	0 → 5
OSCIP10	0 → 10
OSCIP20	0 → 20
OSCIP25	0 → 25
OSCIP30	0 → 30
OSCIP35	0 → 35
OSCIP50	0 → 50
OSCIP70	0 → 70
MSCIP5	0 → 2 → 5
MSCIP10	MSICP5 → 10
MSCIP20	MSICP10 → 20
MSCIP25	MSICP20 → 25
MSCIP30	MSICP25 → 30
MSCIP35	MSICP30 → 35
MSCIP50	MSICP35 → 50
MSCIP70	MSICP50 → 70

Para a estimativa da pressão que o ar aprisionado exerce no compacto verde ao final do processo de prensagem ( $P_{ar}$ ), foi considerado que este se comporta como um gás ideal que no início da prensagem encontra-se sob pressão atmosférica ( $P_{atm}$ ) e, portanto, segue a equação de compressão a seguir.

$$P_{ar} = P_{atm} \left( \frac{n_0}{1-n_0} \right) \left( \frac{1-n_f}{n_f} \right) \text{(eq. 1)}$$

em que  $n_0$  e  $n_f$  são as porosidades antes e depois da prensagem, respectivamente, as quais foram estimadas para cada peça conforme descrito em trabalho anterior<sup>(6)</sup>.

O modelo mecânico está ilustrado na Figura 1. Nesse, os poros são considerados fechados e representados por esferas de raio  $a$ , que sofrem uma pressão interna,  $P_a$ , isoladasumas das outras, sendo cada uma delas inscrita e concêntrica a uma esfera de PTFE de raio  $b$ , que sofrem uma pressão externa,  $P_b$ , de modo que a relação  $a^3/b^3$  seja igual à porosidade após a prensagem,  $n_f$ . Nesta configuração, o sistema (PTFE + poro) é representado por uma esfera oca cuja pressão interna é aquela induzida pelo ar aprisionado ( $P_{ar}$ ) e a externa é a própria pressão de compactação ( $P_c$ ).

De acordo com a literatura<sup>(7)</sup>, as tensões elásticas em uma esfera oca submetida à pressões interna e externa são definidas como:

$$\sigma_{rr}(a) = -P_a = -P_{ar} \text{ (eq. 2)}$$

$$\sigma_{rr}(b) = -P_c \text{ (eq. 3)}$$

$$\sigma_{\theta\theta}(a) = \frac{-(P_{ar}+P_c)}{2} + \frac{(P_{ar}-P_c)}{2(1-n_f)} (2 + n_f) \text{ (eq. 4)}$$

$$\sigma_{\theta\theta}(b) = \frac{-(P_{ar}+P_c)}{2} + \frac{(P_{ar}-P_c)}{2(1-n_f)} (2n_f + 1) \text{ (eq. 5)}$$

sendo que  $\sigma_{rr}$  é a tensão na direção radial e  $\sigma_{\theta\theta}$  é a tensão na direção ortoradial. Em todos os casos, a tensão considerada crítica é aquela que promove uma máxima tração no sentido de afastar os pellets do material, ou seja,  $\sigma_{\theta\theta}(a) = \sigma_{max}$ . No caso da MSCIP, o valor crítico considerado no modelo é o máximo obtido entre cada passo da prensagem.

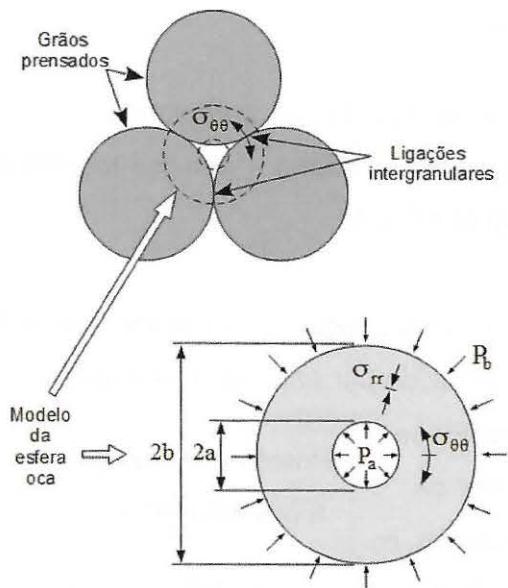


Figura 1: Representação geométrica do modelo mecânico, evidenciando as tensões induzidas pelo ar aprisionado,  $\sigma_{rr}$  e  $\sigma_{\theta\theta}$  (adaptado de Gamboni et al<sup>(6)</sup>).

O critério de falha aplicado é o de Rankine, no qual a tensão máxima estimada pelo modelo é comparada à tensão de coesão do material com a menor quantidade de dano que se pode atingir nestas rotas de prensagem,  $\bar{\sigma}_f$ , ou seja, a tensão de coesão do material obtido via MSCIP. Neste caso, se  $\sigma_{max} > \bar{\sigma}_f$ , o ar aprisionado causa dano no material prensado. A tensão de coesão do material prensado nas diversas condições apresentadas na Tabela 1 foi obtida em ensaio brasileiro.

Foram utilizados ao menos três CDPs cilíndricos para cada condição de prensagem diferente. Os CDPs ensaiados apresentaram diâmetros variando entre 20 e 23 mm e espessuras entre 9 e 11 mm. Uma pré-carga de 20 N foi aplicada anteriormente ao início do ensaio a fim de garantir o contato entre o CDP e os atuadores. Os ensaios foram realizados a  $25 \pm 1$  °C, aproximadamente. A velocidade do travessão foi de  $0,1 \text{ mm} \cdot \text{min}^{-1}$  e a tensão de fratura,  $\sigma_f$ , foi obtida de acordo com a seguinte equação:

$$\sigma_f = \frac{2P_f}{\pi D L} \quad (\text{eq. 6})$$

onde,  $P_f$  é a força de fratura,  $D$  é o diâmetro e  $L$  é a espessura do cilindro.

## RESULTADOS E DISCUSSÕES

Na Tabela 2 são apresentadas as porosidades antes e depois da etapa de prensagem, assim como as pressões e tensões induzidas pelo ar aprisionado, estimadas pelas equações 1 e 4.

Tabela 2: Pressão de compactação, porosidade inicial e final, pressão do ar aprisionado e tensão induzida por este para cada passo de prensagem.

Passo de prensagem (MPa)	Porosidade antes da prensagem, $n_0$	Porosidade após a prensagem, $n_f$	$P_{\max}$ (MPa)	$\sigma_{\max}$ (MPa)
0 → 2	0,598	0,250	0,45	0,25
0 → 5	0,598	0,141	0,91	0,50
0 → 10	0,598	0,077	1,78	0,96
0 → 20	0,598	0,045	3,15	1,64
0 → 30	0,598	0,021	6,93	3,54
0 → 35	0,598	0,014	10,48	5,21
0 → 50	0,598	0,008	19,47	9,91
0 → 70	0,598	0,005	33,20	16,67
2 → 5	0,250	0,141	0,20	-0,02
2 → 10	0,250	0,077	0,40	0,09
2 → 35	0,250	0,014	2,31	1,05
2 → 70	0,250	0,005	7,45	3,62
5 → 10	0,141	0,077	0,20	-0,04
10 → 20	0,077	0,045	0,18	-0,06
10 → 35	0,077	0,014	0,57	0,15
20 → 35	0,045	0,014	0,33	0,02
20 → 50	0,045	0,008	0,62	0,16
20 → 70	0,045	0,005	1,05	0,38

De acordo com os valores encontrados, nota-se que a pressão e a tensão internas na OSCIP são consideravelmente maiores que na MSCIP. Isso indica que a pressão de ar criada durante a prensagem está diretamente relacionada à diferença na porosidade antes e depois da prensagem. No caso

da OSCIP, parte-se de uma porosidade inicial de quase 60% até se atingir a porosidade final, que é muito pequena, porém, no caso da MSCIP, diminui-se a porosidade da peça por etapas (passos), de maneira incremental, e desta forma, a diferença entre as porosidades em cada passo é menor, consequentemente, a pressão e a tensão induzidas são menores, conforme descrito na eq. 1.

Na Figura 2 são apresentados os valores de tensão de coesão para as diversas condições de prensagem, utilizando o ensaio brasileiro.

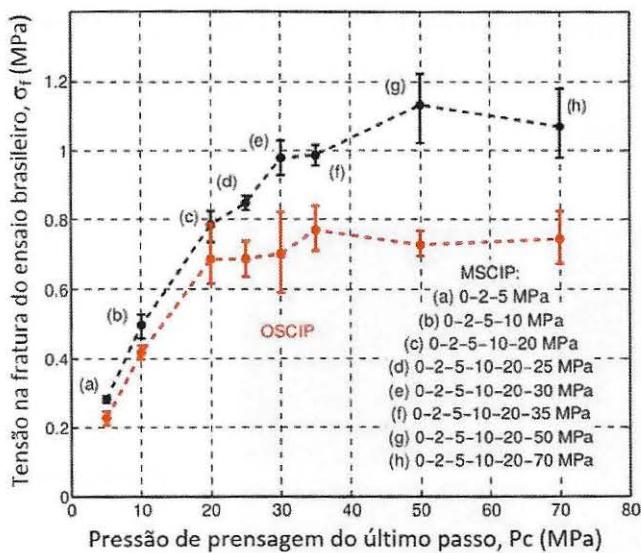


Figura 2: Tensão na fratura obtida em ensaio brasileiro, considerando a pressão do último passe do processo de prensagem, OSCIP ou MSCIP.

A partir dos resultados apresentados na Figura 2, pode-se observar que a tensão de ruptura obtida para o material prensado via MSCIP é superior àquela obtida para o mesmo valor de  $P_c$ , via OSCIP. Essa diferença é pouco significativa para pressões inferiores a 20 MPa, porém, aumenta com  $P_c$ . Isto pode ser explicado pela fraca interação e acomodação dos pellets de PTFE para baixos valores de prensagem. A partir de 20 MPa, a tensão de fratura se mantém praticamente constante, por volta de 0,7 MPa, enquanto para o MSCIP, este patamar inicia-se em 30 MPa de pressão de compactação e o valor de tensão de fratura se mantém por volta de 1 MPa.

Considerando que o material prensado via MSCIP não apresentou dano induzido pelo ar aprisionado, o valor de 1 MPa foi escolhido como  $\bar{\sigma}_f$ .

Comparando-se os valores de  $\sigma_{\max}$  encontrada pelo modelo (Tabela 2) com a tensão de coesão do material, 1 MPa, é possível observar que para as rotas de prensagem MSCIP, o dano só seria causado se a diferença entre as pressões utilizadas entre os passes fosse muito grande, como no caso 2 → 35 ou 2 → 70 MPa. Isto é, na grande maioria dos casos, este processo induz uma tensão menor que  $\sigma_f$ , resultando em um material sem danos ou com um número bastante limitado de defeitos. No caso da OSCIP, porém, para  $P_c > 10$  MPa, a tensão induzida já supera o valor de 1 MPa e é causado o dano no material. Tal dano é comprovado pela tensão de fratura obtida para estas condições de prensagem no ensaio brasileiro, inferior a 1 MPa, e pela análise da superfície de fratura via microscopia eletrônica de varredura, cujas fractografias são mostradas na Figura 3.

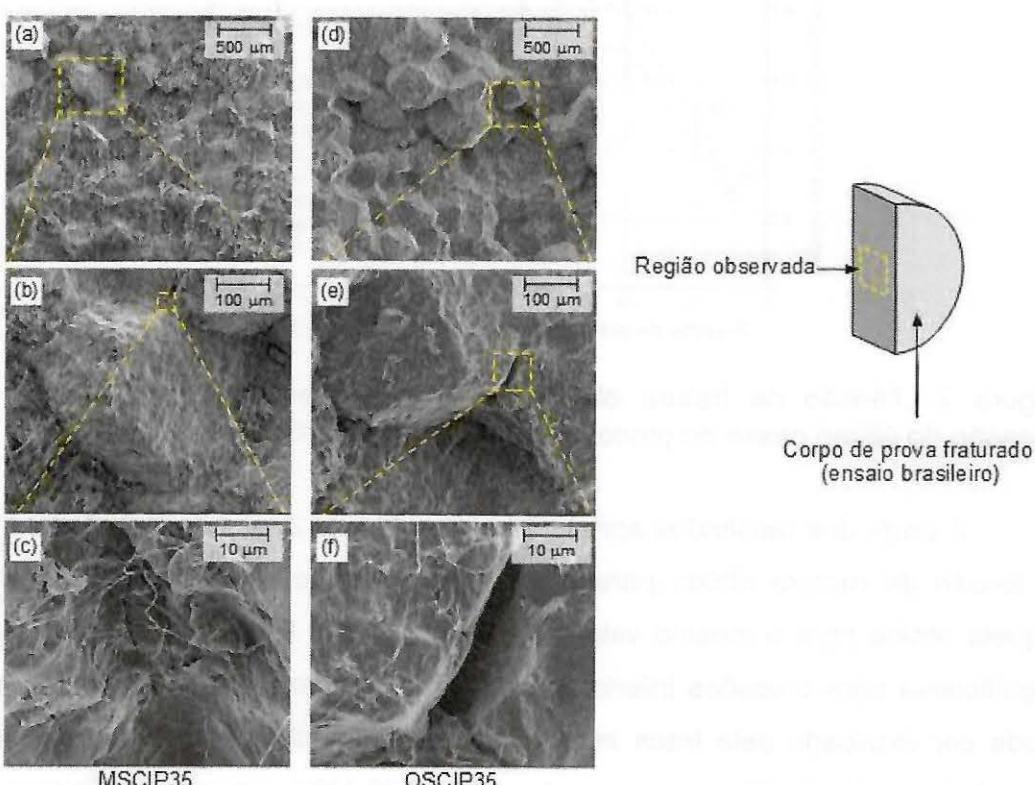


Figura 3: Fractografia da região central dos CDP prensados pelos processos de OSCIP e MSCIP com  $P_c = 35$  MPa, após o ensaio brasileiro (adaptado de Gamboni et al<sup>(5)</sup>).

A criação do dano fica evidente se compararmos o espaço formado entre dois *pellets* adjacentes quando o material é prensado via OSCIP ou MSCIP. Tal espaçamento é resultado de uma ligação fraca entre os *pellets* no

caso do material prensado via OSCIP, que é superada pela tensão induzida pelo ar e o tipo de fratura observada neste caso é do tipo intergranular. Já para o material prensado via MSCIP, a fratura é do tipo transgranular e o espaçamento entre os *pellets* adjacentes é muito menor, visto que a tensão induzida neste caso é bastante inferior.

## CONCLUSÃO

O modelo proposto para a previsão da formação de defeitos induzidos pelo ar aprisionado durante a prensagem isostática do PTFE foi validado pelo procedimento experimental e mostrou-se eficiente no auxílio da confecção da rota de prensagem de componentes de PTFE. Os ensaios brasileiros possibilitaram a identificação da tensão limite do modelo proposto, aproximadamente 1 MPa, valor obtido para o material prensado via MSCIP. Além disso, esses ensaios validaram o modelo ao evidenciarem a baixa tensão de fratura nos componentes obtidos via OSCIP, o que é uma consequência direta do dano causado no mesmo. Outra evidência que corrobora o modelo proposto é a presença de espaçamentos de aproximadamente 5 µm entre *pellets* que pode ser atribuído à superação da coesão do material pela tensão na direção ortoradial gerada pelo ar aprisionado. Este espaçamento foi bem menor quando o material foi prensado em múltiplos passes.

## REFERÊNCIAS

1. Ashby, M. F. Materials selection in mechanical design. 4<sup>a</sup> ed. Elsevier, 2011.
2. Ebnesajjad, S. Fluoroplastics Volume 1: Non-Melt Processible Fluoroplastics (1 ed.), Volume 1. Norwich, NY: William Andrew Publishing, 2000.
3. Canto, R. B., N. Schmitt, J. Carvalho, and R. Billardon. Experimental identification of the deformation mechanisms during sintering of cold compacted polytetrafluoroethylene powders. *Polymer Engineering and Science* 51(11), 2220–2235, 2011.
4. Gamboni, O. C., C. Riul, N. Schmitt, R. Billardon, W. W. Bose Filho, and R. B. Canto. Processo de prensagem isostática do PTFE em múltiplos passos para a extração de ar e redução de defeitos de processamento. In *Anais do 20*

Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, Joinville - SC, 2012,  
pp. 11545.

5. Gamboni, O.C.; Riul, C.; Bose Filho, W. W.; Schmitt, N.; Canto, R.B. Influência do processo de prensagem isostática em múltiplos passos nas propriedades mecânicas do PTFE sinterizado. In Anais do 21 Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, Cuiabá-MT, 2014.
6. Gamboni, O. C.; Riul, C.; Billardon, R.; Bose Filho, W. W.; Schmitt, N.; Canto, R. B.; On the formation of defects induced by air trapping during cold pressing of PTFE powder. Polymer, 85, p. 75-86, 2016.
7. Lubliner, J. Plasticity theory. Courier Corporation, 2008.

## MECHANICAL MODEL FOR PREDICTION OF DEFECTS INDUCED BY AIR TRAPPING IN THE PTFE ISOSTATIC PRESSING

Differently from the most polymer components, those made of PTFE are manufactured by cold pressing (isostatic or uniaxial), followed by sintering. During the loading step of the isostatic pressing, the air inside the elastomeric mold remains entrapped under high pressure and it can induce a tensile stress which damages the component. The industrial sector needs the reduction of defects in those parts, which may be reached by the air extraction before pressing. A mechanical model was developed to estimate the stresses induced by the air trapping during isostatic pressing. These stresses were compared with the cohesion stress of the pressed material having a minimum of defects, which was estimated by the Brazilian test. For the modelling validation, parts were pressed by one and multiple steps using isostatic pressing and the damage was evaluated by the Brazilian test and the microstructure observations. The comparison of these results indicates that the predictions of the model proposed are validated.