

**INFLUENCIA DO PROCESSO DE PRENSAGEM ISOSTÁTICA EM
MULTIPLOS PASSOS NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DO PTFE[^]
SINTERIZADO**

Gamboni, O.C. ¹; Bose Filho, W. W. ¹; Schmitt, N. ²; Canto, R.B. ³

email: otaviocgamboni@yahoo.com.br

(1) Departamento de Engenharia de Materiais - Escola de Engenharia de São
Carlos/Universidade de São Paulo

(2) Laboratoire de Mécanique et Technologie - École Normale Supérieure de Cachan

(3) Departamento de Engenharia de Materiais - Universidade Federal de São Carlos

RESUMO

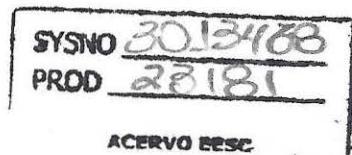
O processamento do PTFE é mais complexo quando comparado aos comumente utilizados em polímeros termoplásticos (extrusão e injeção), sendo este composto pela prensagem a frio (isostática ou uniaxial) seguida de sinterização. Durante o processo de prensagem isostática, o ar presente no molde fica confinado no interior da peça durante o carregamento e, durante o descarregamento, forma defeitos que danificam a integridade da peça. A redução destes defeitos pode ser alcançada com a prensagem em múltiplos passos com extração sucessiva do ar. Uma caracterização de propriedades mecânicas em tração uniaxial sob temperatura de -10 °C, assistida pela técnica de correlação de imagens digitais, foi realizada em materiais sinterizados, prensados ora por prensagem isostática direta, ora em múltiplos passos. Os resultados indicaram melhora significativa no alongamento e na resistência mecânica, confirmando a importância da prensagem por múltiplos passos, sendo que os defeitos originados na prensagem a frio permanecem mesmo após a sinterização.

Palavras chave

Fluoropolímeros, ar aprisionado, propriedades mecânicas

1 INTRODUÇÃO

O PTFE é um polímero termoplástico e semicristalino com características bastante interessantes. Baixo coeficiente de atrito, inércia química e resistência à corrosão são



características importantes deste material, que o faz de grande aplicabilidade industrial⁽¹⁾. Mesmo com tantos atrativos, conta como um contra-ponto sua complexa rota de processo.

Diferente de outros polímeros termoplásticos, o PTFE é transformado por meio de prensagem do pó (ou pellet) seguido de um tratamento térmico, denominado sinterização. O pó pode ser prensado tanto por prensagem uniaxial quanto por prensagem isostática. A prensagem uniaxial é a mais utilizada industrialmente, porém, apresenta uma certa anisotropia no componente na forma de uma textura na direção da prensagem⁽²⁾, anisotropia esta, que é removida quando a prensagem isostática é utilizada. Em contra partida, a prensagem isostática possui o inconveniente de defeitos causados devido ao aprisionamento do ar durante o processo de prensagem, conforme já estudado em trabalho anterior pelos autores⁽³⁾.

Tais defeitos são causados na etapa de prensagem devido ao escape do ar durante o descarregamento, danificando a integridade estrutural da peça no seu estado verde. O tratamento de sinterização visa a diminuição da quantidade de vazios (poros) presentes no material prensado, concedendo ao material uma excelente ductilidade. Porém, alguns defeitos podem permanecer no componente mesmo após a sinterização. Conforme apresentado pelos autores⁽³⁾, uma alternativa para diminuição de defeitos é a utilização da prensagem isostática a frio em múltiplos passos.

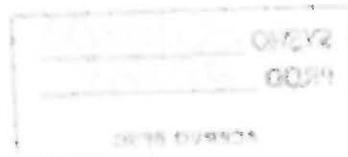
Ensaios de tração à baixa temperatura podem ser úteis na análise qualitativa de defeitos, visto que o material se torna mais frágil a medida que a temperatura é diminuída, evidenciando a presença dos mesmos.

Este estudo visa continuar o trabalho apresentado pelos autores⁽³⁾ e estudar a influência da técnica de prensagem em múltiplos passos nas propriedades mecânicas do PTFE, à baixa temperatura. Os resultados foram comparados àqueles obtidos quando a técnica usual de prensagem isostática foi utilizada, além de verificar a presença de defeitos superficiais em peças após a sinterização.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

2.1 Material

O material utilizado neste estudo foi o pó de PTFE peletizado (Teflon-807-N). O tamanho dos pellets varia entre 200 e 1000 μm , resultando em um tamanho médio de aproximadamente 600 μm . Cada pellet é composto por um amontoado de pequenas partículas (aproximadamente 0,2 μm) e composto por uma fase cristalina de aproximadamente 90% em peso. A fração volumétrica porosa é de aproximadamente 60%.



2.2 Pocedimento Experimental

O procedimento de prensagem em múltiplos passos, assim como o procedimento de sinterização, foram descritos em detalhes, pelos autores⁽³⁾. As rotas escolhidas para este estudo são apresentadas a seguir:

0 → 35 MPa, chamada de OSCIP (One Step Cold Isostatic Pressing)

0 → 2 → 10 → 35 MPa, chamada de MSCIP (Multi Step Cold Isostatic Pressing)

Na Fig. 1, é apresentado um esquema da técnica MSCIP, juntamente com a rota de sinterização utilizada neste estudo.

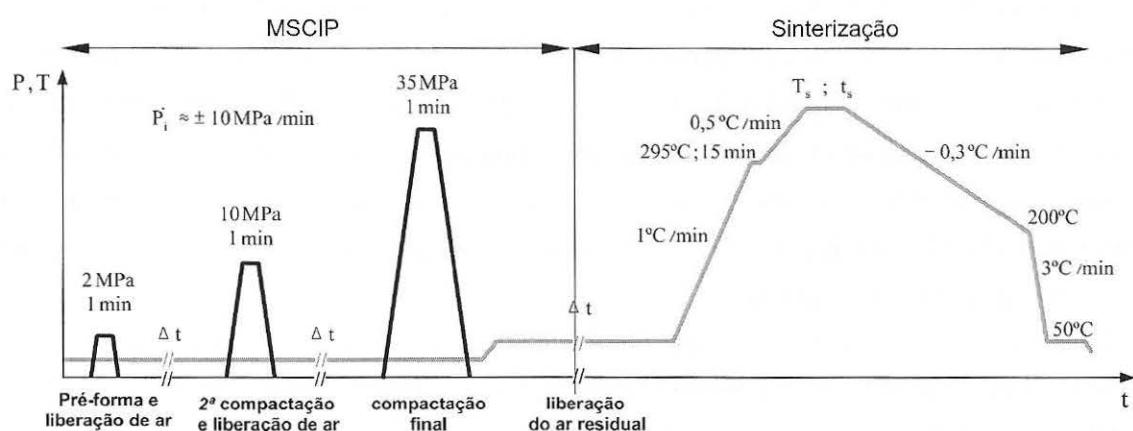


Figura 1: Esquema da técnica de prensagem isostática em múltiplos passos (MSCIP), juntamente com a rota de sinterização

Na Fig. 2, é apresentado um esquema de obtenção dos corpos-de-prova (cdp's) utilizados para o ensaio de traçao à baixa temperatura.

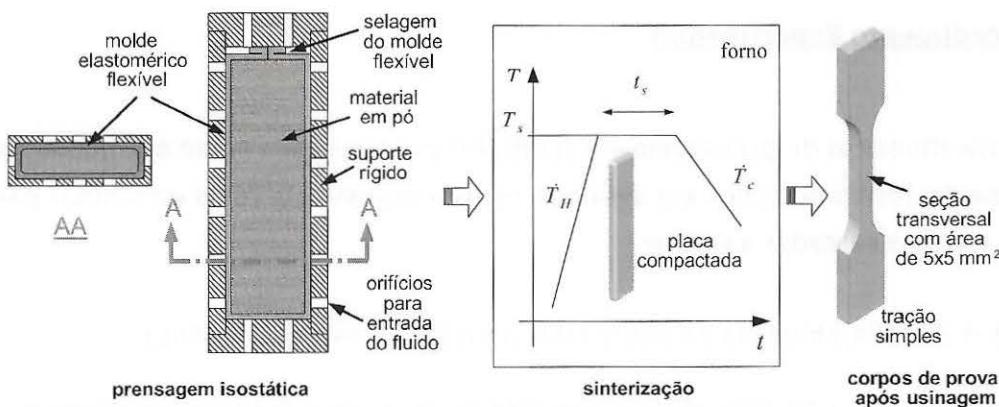


Figura 2: Esquema de obtenção dos cdp's de tração: prensagem por ambas as técnicas, seguido de sinterização

Ensaios mecânicos de tração uniaxial sob baixa temperatura, -10°C, foram realizados em corpos de prova, conforme geometria mostrada na Fig. 3 sob taxa de deformação logarítmica constante e igual a 1.10^{-3} s^{-1} . A técnica de correlação de imagens digitais (Correli^{LMT})⁽⁴⁾ foi utilizada durante os ensaios, possibilitando medir a área instantânea do corpo de prova, e assim, tornou-se possível a obtenção da tensão verdadeira, conforme utilizado por Riul et al.⁽⁵⁾. As fotos foram adquiridas a cada 4s de ensaio com uma câmera Canon, modelo 60D.

Foram ensaiados 3 cdp's em cada condição de prensagem, em uma máquina servo-hidráulica modelo MTS 810 com célula de carga de 50kN acoplada com uma câmara térmica MTS ,modelo 651.06E-04, com variação de $\pm 1^\circ\text{C}$.

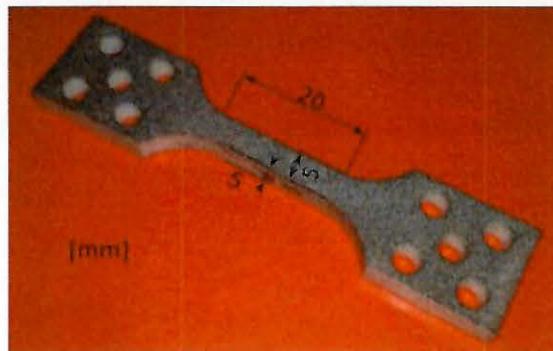


Figura 3: Corpo-de-prova utilizado para realizar o ensaio de tração, mostrando a tintura utilizada para aplicação da técnica de correlação de imagem digital

Após os ensaios, as superfícies de fratura foram observadas utilizando-se microscopia eletrônica de varredura (MEV). Uma fina camada de ouro (aproximadamente 20nm de espessura) e tensão de varredura de 5kV foram utilizadas durante as análises.

A superfície dos cdp's foi tingida com uma tinta (semelhante à técnica de líquido penetrante) a fim de identificar micro-trincas superficiais no componente sinterizado, por meio de imagens obtidas com um estereoscópio Discovery V8 equipado com uma AxioCam ERc 5s.

3 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Observando a Fig. 4 é possível notar que houve uma boa repetibilidade das amostras para uma mesma condição de prensagem. Também é possível ver claramente um aumento significativo na tensão e deformação de fratura, σ_f e ε_f respectivamente, quando utilizouse a técnica de prensagem isostática em múltiplos passos. O valor de σ_f foi aumentado de aproximadamente 20 para aproximadamente 80MPa, enquanto que o valor de ε_f passou de aproximadamente 10 para aproximadamente 80%.

Utilizando a técnica usual de prensagem, obteve-se um material com um comportamento próximo do frágil mesmo após a sinterização. Já a técnica com extração de ar entre os passos conferiu ao material um comportamento dúctil, mesmo à uma baixa temperatura (por volta de -10°C).

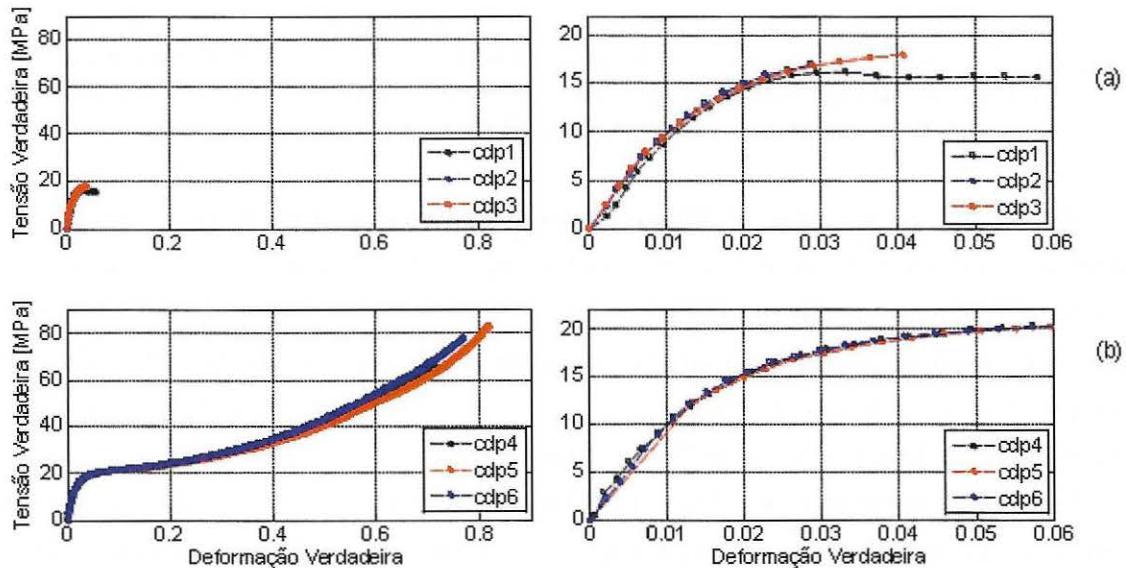


Figura 4: Curvas comparativas obtidas dos ensaios de tração à baixa temperatura para as condições prensadas; (a) OSCIP e (b) MSCIP; As figuras apresentadas do lado direito são aproximações do início do ensaio

Análises fractográficas mostraram que dependendo do tipo de prensagem isostática utilizada, a fratura predominando é de um tipo, como pode ser observado na Fig. 5.

Quando utilizou-se a prensagem isostática padrão (OSCIP), o tipo de fratura observada foi intergranular, na qual os pellets não estão fortemente ligados, evidenciando a presença de um espaço vazio entre eles e não completando o processo de sinterização, ou seja, ela ocorre, mas apenas parcialmente. Este espaço foi removido quando a técnica de prensagem em múltiplos passos (MSCIP) foi utilizada e o tipo de fratura predominante foi a transgranular, na qual a totalidade dos pellets foi fundida e os mesmos se mostram fortemente ligados uns aos outros.

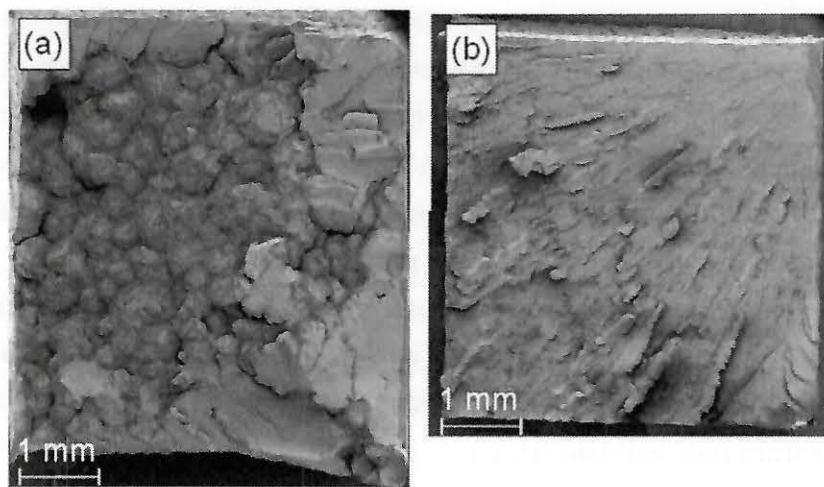


Figura 5: Fractografias comparativas obtidas dos ensaios de tração à baixa temperatura para as condições prensadas, indicando a presença de microtrincas superficiais; (a) OSCIP e (b) MSCIP

A falta de coesão entre os pellets, encontrada quando utilizou-se a técnica OSCIP, justificou o comportamento frágil observado nos ensaios mecânicos de tração. O espaço entre as partículas acaba agindo como concentrador de tensão interna no material de uma forma que ele se rompe muito mais facilmente. Por outro lado, quando utilizou-se a técnica MSCIP, notou-se que a sinterização ocorre entre todos os pellets, a coesão é aumentada e o material se torna mais resistente à tensão aplicada.

Conforme mostrado na Fig. 6, defeitos tipo microtrincas superficiais foram encontrados nos cdp's ensaiados quando a técnica de prensagem em um único passo foi utilizada. Tais defeitos não foram encontrados quando realizou-se a extração do ar. Estes defeitos superficiais também podem ter agido como concentrador de tensão, diminuindo a resistência do material e comprometendo a integridade do componente.

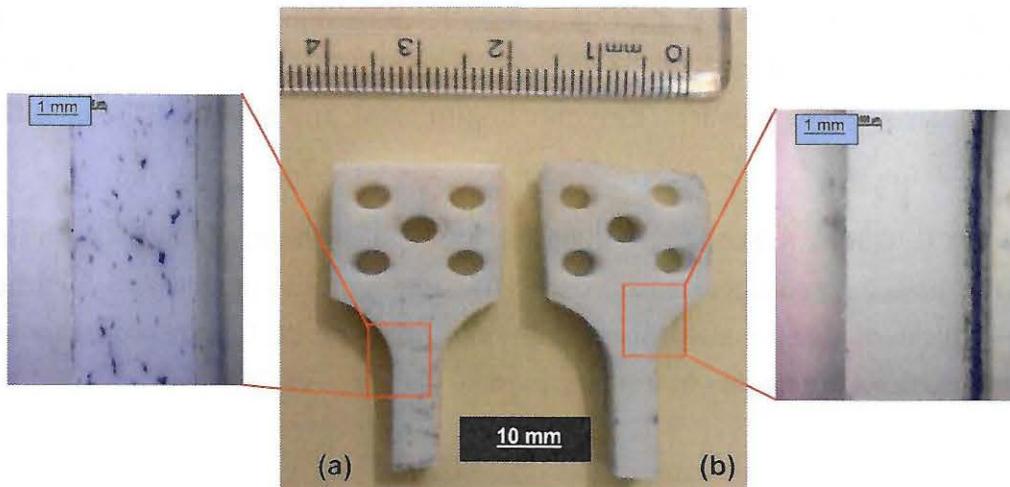


Figura 6: Fotografias comparativas das superfícies dos cdp's ensaiados à baixa temperatura para as condições pressadas; (a) OSCIP e (b) MSCIP

4 CONCLUSÕES

A técnica de prensagem em um único passo, comumente utilizada, apresenta componentes com defeitos, tanto superficiais (microtrincas) quanto internos (vazios) comprometendo seu comportamento mecânico quando exposto à cargas trativas e à baixa temperatura. O ar se mantém aprisionado durante o descarregamento na prensagem e impede a completa sinterização da peça. Tais vazios se mantêm mesmo após a sinterização, comprometendo a integridade das peças. A extração do ar e utilização do processo de prensagem em múltiplos passos se mostrou uma alternativa para melhora das propriedades mecânicas do PTFE e eliminação de defeitos internos e superficiais.

5 AGRADECIMENTOS

Os autores gostariam de agradecer ao Departamento de Engenharia de Materiais e Manufatura, SMM-USP, e ao Departamento de Engenharia de Materiais, DEMa-UFSCar, pelo uso dos equipamentos e também ao apoio recebido pelo programa de cooperação internacional Capes-Cofecub (processo 641/09).

Referências

- 1 Ebnesajjad, S. (2000, Jun). **Fluoroplastics Volume 1: Non-Melt Processible Fluoroplastics** (1 ed.), Volume 1. Norwich, NY: William Andrew Publishing.

- 2 Canto, R. B., N. Schmitt, J. Carvalho, and R. Billardon (2011). Experimental identification of the deformation mechanisms during sintering of cold compacted polytetrafluoroethylene powders. **Polymer Engineering and Science 51(11), 2220-2235.**
- 3 Gamboni, O. C., C. Riul, N. Schmitt, R. Billardon, W. W. Bose Filho, and R. B. Canto (nov, 2012). 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, pp. 11545.
- 4 Besnard, G., F. Hild, and S. Roux (2006, DEC). "finite-element" displacement fields analysis from digital images: Application to portevin-le chatelier bands. **Experimental Mechanics 46(6), 789-803.**
- 5 Riul, C., V. Tita, J. de Carvalho, and R. B. Canto (2012). Processing and mechanical properties evaluation of glass fiber-reinforced PTFE laminates. **Composites Science and Technology 72(11), 1451-1458.**

Influence of Multiple-Step Cold Isostatic Pressure Process on Mechanical Properties of Sintered PTFE

ABSTRACT

PTFE manufacturing process is more complex compared with other thermoplastic polymers one (as extrusion or molding). It is composed by cold pressing (isostatic or uniaxial), plus sintering. During isostatic pressing loading step, the whole air present inside the mould remains confined in the compact bulk. During unloading step, entrapped air creates defects that damage the component integrity. A reduction of these defects can be reached using multiple step pressing process with air extraction between steps. A mechanical characterization, using digital image correlation technique, was performed by low temperature (-10°C) tensile tests on the sintered material pressed by one and multiple steps. Preliminary results have shown a great improve of elongation and mechanical strength, confirming multiple step pressing importance, once defects created on pressing steps are not removed even after sintering process.

Keywords

Fluoropolymers, entrapped air, mechanical properties