

# THESE

présenté à

L'U.F.R. DES SCIENCES ET TECHNIQUES  
DE L'UNIVERSITÉ DE FRANCHE-COMTE

pour obtenir le

GRADE DE DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ  
DE FRANCHE-COMTE  
Spécialité: Sciences pour l'Ingénieur

## EXPERIMENTATION, MODELISATION ET SIMULATION DANS LE DOMAINE DE L'ELABORATION DE MICRO-COMPOSANTS INJECTES A PARTIR DE POUDRES

par

**Cédric QUINARD**

Soutenue le 03 décembre 2008 devant la commission d'Examen :

|                            |               |                                                        |
|----------------------------|---------------|--------------------------------------------------------|
| <b>Président</b>           | J.-C. NIEPCE  | Professeur Emérite, Université de Bourgogne, Dijon     |
| <b>Directeurs de thèse</b> | T. BARRIERE   | Maître de Conférences, ENSMM, Besançon                 |
|                            | J.-C. GELIN   | Professeur, ENSMM, Besançon                            |
| <b>Rapporteurs</b>         | M. T. VIEIRA  | Professeur, Universidade de Coimbra, Portugal          |
|                            | Y. BIENVENU   | Professeur, Ecole des Mines de Paris                   |
| <b>Examineurs</b>          | D. LOCHEGNIES | Professeur, Université de Valenciennes                 |
|                            | P. DOREMUS    | Maître de Conférences, Inst. Nat. Polytec. de Grenoble |
| <b>Invité</b>              | J.-L. ROTH    | Senior Tech. Manager, Paul Wurth S.A., Luxembourg      |

# Remerciements

Le présent travail a été effectué au sein de l'institut FEMTO-ST, Département de Mécanique Appliquée (équipe Mise en Forme des Matériaux) à l'Université de Franche-Comté de Besançon.

Je voudrais témoigner toute ma gratitude à Monsieur Thierry Barrière, mon directeur de thèse, pour sa très grande disponibilité et son grand intérêt pour mon travail. Ses connaissances, sa rigueur scientifique et son expérience m'ont permis de mener mon travail dans les meilleures conditions.

Je tiens ensuite à remercier Monsieur Jean-Claude Gelin, mon co-directeur de thèse, qui m'a toujours soutenu et aidé dans mes recherches.

Mes plus vifs remerciements à Monsieur Jean-Claude Niepce qui m'a fait l'honneur de présider le jury.

Mes sincères remerciements vont à Madame Maria Teresa Freire Vieira et à Monsieur Yves Bienvenu pour m'avoir fait l'honneur de rapporter mes travaux et pour la qualité de leurs remarques.

Merci également à Messieurs Dominique Lochegnies, Pierre Doremus et Jean-Luc Roth pour avoir participé au jury en qualité d'examinateurs.

Je souhaite aussi remercier l'ensemble des personnes du laboratoire avec qui j'ai eu le plaisir de travailler, je les remercie également pour la sympathie et la disponibilité qu'ils ont exprimée à mon égard. Merci donc à : Gérard Michel, Camille Garcin, Vincent Placet, Jiupeng Zong, Zhiqiang Cheng, ...

Mes plus vifs remerciements aux personnes de la société Paul Wurth S.A. avec lesquelles j'ai eu le plaisir de collaborer.

Je voudrais adresser des remerciements sincères et chaleureux à mes compagnons de travail du bureau 43H, merci donc à Raphael Boulbes, Elie Gibeau, Steeve Dejardin, Cyrille Barbier, Xiangji Kong, Raphael Velasco et Frédéric Thiebaut.

Je remercie très tendrement Marie, mes parents et mes deux frères pour tout ce qu'ils m'apportent au quotidien.

# Table des matières

|                                                                                    |    |
|------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Introduction.....                                                                  | 1  |
| Chapitre I Etat de l’art et présentation du moulage par injection métallique ..... | 6  |
| 1. Métallurgie des poudres .....                                                   | 8  |
| 1.1. Introduction .....                                                            | 8  |
| 1.2. Contexte.....                                                                 | 8  |
| 1.2. Domaines d’application de la métallurgie des poudres.....                     | 9  |
| 1.3. Mise en forme des poudres métalliques .....                                   | 11 |
| 2. Procédé de Moulage par Injection Métallique (MIM).....                          | 16 |
| 2.1. Introduction au procédé MIM.....                                              | 16 |
| 2.2. Les différentes étapes du procédé de Moulage par Injection Métallique.....    | 16 |
| 2.3. Possibilités du procédé MIM .....                                             | 22 |
| 2.4. Avantages du procédé MIM .....                                                | 22 |
| 2.5. Différences entre les procédés MIM et $\mu$ MIM.....                          | 23 |
| 2.6. Interactions entre les différentes étapes du procédé MIM .....                | 24 |
| 2.7. Tests de caractérisation de mélanges dédiés au MIM.....                       | 24 |
| 3. Etat de l’art.....                                                              | 29 |
| 3.1. Contexte économique et social .....                                           | 29 |
| 3.2. Etat de l’art international .....                                             | 30 |
| 3.3. Etat de l’art au niveau français .....                                        | 32 |
| 3.4. Etat de l’art du micro-MIM .....                                              | 34 |
| 3.5. Etat de l’art concernant les liants et les formulations .....                 | 35 |
| Chapitre II Mélanges et Caractérisations.....                                      | 39 |
| 1. Caractéristiques des poudres et de liants .....                                 | 41 |
| 1.1. Caractéristiques des poudres utilisées.....                                   | 41 |
| 1.2. Formulations choisies.....                                                    | 43 |
| 1.3. Propriétés des liants utilisés.....                                           | 45 |
| 1.4. Introduction de l’étape de mélangeage .....                                   | 47 |
| 2. Equipements et essais de mélangeage .....                                       | 48 |
| 2.1. Mélangeur à pales .....                                                       | 48 |

|                                                                                         |                                                                                                                                   |     |
|-----------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| 2.2.                                                                                    | Mélangeur bi-vis .....                                                                                                            | 51  |
| 2.3.                                                                                    | Réalisation de mélanges et étude de l'influence des paramètres « procédé » .....                                                  | 52  |
| 2.4.                                                                                    | Réalisation de mélange de poudres de fer avec le mélangeur bi-vis .....                                                           | 58  |
| 3.                                                                                      | Analyses rhéologiques .....                                                                                                       | 61  |
| 3.1.                                                                                    | Introduction .....                                                                                                                | 61  |
| 3.2.                                                                                    | Présentation du rhéomètre capillaire.....                                                                                         | 61  |
| 3.3.                                                                                    | Mesures rhéologiques des liants utilisés dans la formulation 2.....                                                               | 62  |
| 3.4.                                                                                    | Mesures rhéologiques des mélanges de poudres d'acier inoxydable.....                                                              | 62  |
| 3.5.                                                                                    | Mesures rhéologiques des mélanges de poudres de fer et de fer/nickel .....                                                        | 67  |
| 4.                                                                                      | Conclusions .....                                                                                                                 | 70  |
| Chapitre III Expérimentations dans le domaine du Moulage par Injection de Poudres ..... |                                                                                                                                   | 72  |
| 1.                                                                                      | Etape d'injection.....                                                                                                            | 74  |
| 1.1.                                                                                    | Presse d'injection.....                                                                                                           | 74  |
| 1.2.                                                                                    | Moule d'injection.....                                                                                                            | 75  |
| 1.3.                                                                                    | Injection des mélanges de poudres d'inox 16µm et 5 µm.....                                                                        | 76  |
| 1.4.                                                                                    | Caractérisations des composants injectés en poudres d'acier inoxydable .....                                                      | 78  |
| 1.5.                                                                                    | Injection des mélanges de poudres de fer.....                                                                                     | 82  |
| 1.6.                                                                                    | Caractérisations des composants injectés avec des poudres de fer.....                                                             | 84  |
| 1.7.                                                                                    | Conclusions .....                                                                                                                 | 86  |
| 2.                                                                                      | Etape de déliantage .....                                                                                                         | 87  |
| 2.1.                                                                                    | Etuve de déliantage .....                                                                                                         | 87  |
| 2.2.                                                                                    | Analyses thermo-gravimétriques (ATG).....                                                                                         | 87  |
| 2.3.                                                                                    | Cycle de déliantage .....                                                                                                         | 89  |
| 2.4.                                                                                    | Déliantage des composants réalisés avec les mélanges de poudres inox 5 µm et 16 µm avec la formulation 2 .....                    | 90  |
| 2.5.                                                                                    | Déliantage du mélange de poudres de fer .....                                                                                     | 92  |
| 2.6.                                                                                    | Conclusions .....                                                                                                                 | 94  |
| 3.                                                                                      | Etape de densification.....                                                                                                       | 95  |
| 3.1.                                                                                    | Four de densification.....                                                                                                        | 95  |
| 3.2.                                                                                    | Cycles de densification.....                                                                                                      | 95  |
| 3.3.                                                                                    | Densification des éprouvettes déliantées, réalisées à partir de mélanges de poudres inox 16 µm et 5 µm avec la formulation 2..... | 96  |
| 3.4.                                                                                    | Densification des éprouvettes déliantées réalisées à partir de mélanges de poudres de fer .....                                   | 102 |

|                                                                                         |     |
|-----------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| 4. Conclusions .....                                                                    | 108 |
| Chapitre IV Modélisation, Identification et Simulation de l'étape de densification..... | 109 |
| 1. Modèle numérique.....                                                                | 111 |
| 1.1. Définition générale.....                                                           | 111 |
| 1.2. Description de la loi de comportement .....                                        | 112 |
| 2. Mesures expérimentales.....                                                          | 117 |
| 2.1. Dilatomètre horizontal .....                                                       | 117 |
| 2.2. Mesures dilatométriques de la déflexion axiale.....                                | 117 |
| 2.3. Mesure du retrait géométrique par dilatométrie .....                               | 120 |
| 3. Détermination des paramètres expérimentaux .....                                     | 124 |
| 3.1. Détermination de la densité relative .....                                         | 124 |
| 3.2. Détermination du coefficient de Poisson pour les matériaux poreux .....            | 125 |
| 3.3. Détermination du taux de déflexion.....                                            | 126 |
| 3.4. Détermination de la viscosité uniaxiale .....                                      | 127 |
| 4. Identification des paramètres de l'acier inox 316L 5 $\mu$ m .....                   | 129 |
| 4.1. Identification de l'évolution de la taille des grains.....                         | 129 |
| 4.2. Identification de la contrainte de densification.....                              | 130 |
| 4.3. Conclusions .....                                                                  | 131 |
| 5. Simulation numérique de l'étape de densification .....                               | 132 |
| 5.1. Procédure pour réaliser une simulation.....                                        | 132 |
| 5.2. Paramètres de simulation liés au matériau utilisé.....                             | 133 |
| 5.3. Géométrie et maillage du composant.....                                            | 134 |
| 5.4. Cinétiques et support considérées.....                                             | 134 |
| 5.5. Résultats de la simulation de l'étape de densification .....                       | 134 |
| 5.6. Comparatifs entre simulation et expérimentation.....                               | 137 |
| 6. Conclusions .....                                                                    | 138 |
| Conclusions et Perspectives.....                                                        | 139 |
| Conclusions.....                                                                        | 140 |
| Perspectives.....                                                                       | 143 |
| Bibliographie.....                                                                      | 145 |

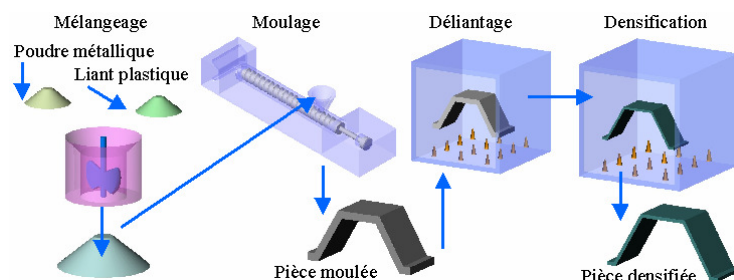
# Introduction

Le procédé de Moulage par Injection de Poudres Métalliques (MIM) permet la réalisation de petits composants de formes complexes (Figure 1) [GER 97]. Il se réalise en quatre étapes successives : i) la préparation d'un mélange de poudres et de liants thermoplastiques sous la forme de « granulés » ou de « spaghettis » pour obtenir un matériau biphasé [GER 97], ii) l'injection du mélange poudre/liant grâce à une presse de moulage par injection pour donner la forme du composant réalisé (le liant sert de fluide porteur) [BAR 01][DVO 05], iii) le déliantage par voie thermique, par dissolution chimique ou catalytique pour retirer le liant secondaire qui va conduire à un squelette de poudres [GER 00], et enfin iv) la densification généralement par diffusion à l'état solide qui donne la forme finale du composant ainsi que ses propriétés physiques et mécaniques [GER 96] (Figure 2).



**Figure 1. Composants réalisés par Moulage par Injection de poudres Métalliques (MIM) [ALL 08].**

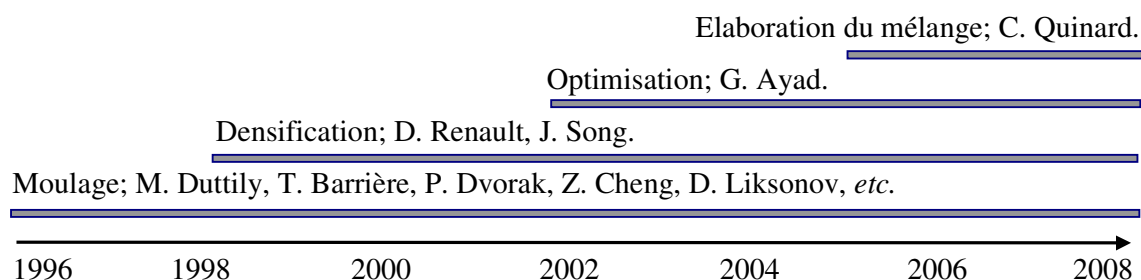
La réalisation du mélange est l'étape initiale et primordiale du procédé qui influe sur l'ensemble des étapes suivantes. Il est nécessaire d'obtenir une répartition homogène de liant autour des particules de poudre afin d'éviter tous problèmes de ségrégation [BAR 01], de jets en parois [DVO 05]. Au cours de la densification, le composant subit un retrait généralement supérieur à 10 %.



**Figure 2. Présentation des étapes du procédé MIM [GER 97]**

Depuis cinq ans, l'émergence de micro-composants réalisés par moulage par injection de poudres métalliques se développe [GER 08 b]. L'un des problèmes majeurs du procédé est la difficulté de trouver sur le marché des mélanges prêts à l'emploi pour des poudres de granulométries inférieures à 12  $\mu\text{m}$ . De plus, la plupart des micro-composants injectés sont réalisés avec des équipements spécifiques de micro-moulage (presse électrique, système de dosage et vis d'injection,...). Les deux équipements de micro-moulage les plus typiques sont les presses Ferromatik Milakron® ou Battenfeld Microsystem® apparues sur le marché depuis moins de dix ans [KUK 01][PIO 01][PIO 06]. Cette nouvelle technologie d'injection génère aussi la conception de nouveaux types de moules dédiés au  $\mu\text{MIM}$ , dans lesquels la cavité d'injection est remplacée par une pastille cylindrique générant moins de perte de matière et une plus grande précision des composants injectés. Ces micro-composants trouvent des applications dans le domaine de l'instrumentation, du biomédicale, l'automobile, ...

L'équipe Mise en Forme des Matériaux et micro-Fabrication, dirigée par le Professeur Jean-Claude Gelin, étudie depuis plus de dix ans ce procédé des points de vue de l'expérimentation, de la modélisation, de la simulation et de l'optimisation. Une chronologie des études menées en interne est présentée dans la Figure 3. Afin de réaliser et caractériser les composants typiques et de valider les modélisations et les simulations développées, un pilote expérimental a été mis en place. Durant ces dix dernières années, tous les composants produits sont réalisés à partir de mélanges commerciaux de poudres métalliques de granulométrie moyenne de 16  $\mu\text{m}$  à 22  $\mu\text{m}$ , provenant essentiellement de BASF®, Advanced MetalWorking® ou pour des nuances céramiques fournies par Zchimmer and Schartz®.



**Figure 3. Chronologie des thèmes de recherche développés dans l'équipe dans la thématique Moulage par Injection de Poudres.**

Les travaux de thèse présentés dans le mémoire concernent le développement des procédures et méthodologies expérimentales, de méthodes d'identification et d'analyse, et enfin des stratégies de simulation et d'optimisation visant à la maîtrise du procédé de micro-moulage par injection de poudres métalliques.

Les travaux ont été effectués dans le cadre de l'équipe « Moulage par Injection de Poudres » du département mécanique appliquée de l'Institut FEMTO-ST à Besançon (Unité mixte ENSMM-CNRS-UFC et UTBM). Ils se situent dans la continuité des développements réalisés dans le même domaine au sein de l'équipe concernée, depuis 1998.

L'objectif initial était centré autour de la maîtrise, tant expérimentale que méthodologique et numérique, des différentes étapes du procédé, et en particulier de celle associée à la préparation des mélanges poudres + liants pour l'injection ou la micro-injection, et de celles associées aux choix paramétriques pour les étapes d'injection, de déliantage et enfin de densification, afin d'obtenir des composants aux dimensions géométriques, propriétés physiques et mécaniques souhaitées.

Dans un premier chapitre, un état de l'art concernant le Moulage par Injection Métallique est présenté. Cet état de l'art traite en particulier des technologies et méthodologies associées à la préparation des mélanges prêts à injecter, des spécificités associées au moulage de composants en petites dimensions, des tests de caractérisation et des mesures quantitatives après mélangeage, injection, déliantage et densification. Des éléments importants concernant les technologies et méthodologies des préparations des mélanges sont évoqués.

Le deuxième chapitre du mémoire traite d'un aspect assez peu développé dans la littérature scientifique et technologique associée au MIM et concerne la préparation des feedstocks (mélanges poudres + liants prêts à être injectés). La méthodologie de préparation des mélanges est spécifique, dépendant de la matière des poudres initiales et des liants, avec comme objectif une bonne injectabilité, afin d'éviter des défauts de ségrégation et d'injection. Ainsi, à partir de poudres microniques d'acier inoxydable et de fer et de différents liants, des feedstocks sont préparés, analysés par rhéométrie et injectés afin de tester leurs adéquations par rapport au micro-moulage par injection de poudres. Ce chapitre détaille ensuite l'ensemble des résultats obtenus et propose une méthodologie de préparation des mélanges.

Le troisième chapitre du mémoire traite plus spécifiquement de l'étape de moulage par injection et de l'injection proprement dite. Les mélanges préparés et décrits dans le chapitre précédent, sont donc utilisés pour réaliser des composants de type éprouvettes de caractérisation ou bien plus complexes. Les défauts pouvant survenir lors de l'injection sont quantifiés, et les composants caractérisés du point de vue dimensionnel et microstructural. La présence éventuelle de zones de ségrégation est mise en évidence, ainsi que les possibles variations de géométrie. Ce chapitre présente également la phase de déliantage et en particulier le cycle mis au point et utilisé pour délianter des composants élaborés à partir de poudres d'acier inoxydable et de fer. Enfin, ce chapitre relate les cycles de densification et les paramètres associés, pour réaliser l'étape finale du procédé MIM et donner aux composants des formes géométriques et des propriétés physiques et mécaniques souhaitées. De nouveaux résultats expérimentaux qualitatifs et quantitatifs sont relatés dans ce chapitre, procurant ainsi des paramètres cinétiques et matériels, nécessaires pour la conduite optimale de l'étape de densification.

Le dernier chapitre traite des thèmes modélisation, identification et simulation du moulage par injection de poudres. Il concerne principalement les aspects associés au déliantage et à la densification par diffusion à l'état solide. Une stratégie d'identification paramétrique à partir d'essais dilatométriques est proposée, axée sur la corrélation entre essais expérimentaux et données issues de la simulation numérique, comme la viscosité uniaxiale et les modules de compressibilité et de cisaillement visqueux, mais aussi des caractéristiques mécaniques résultantes des composants. Ce quatrième chapitre relate donc l'aboutissement des travaux et approches développés lors des travaux de thèse relatés dans le mémoire.

Les conclusions et perspectives abordées en fin de mémoire répertorient l'ensemble des résultats obtenus et donnent des pistes de développements futurs, en particulier en direction des nano-poudres et nano-tubes de carbone, mais aussi dans le cadre de l'injection de micro-composants bi-constituants. Il est également évoqué la simulation complète de l'ensemble des étapes, et en particulier de la préparation du mélange.

# **Chapitre I**

## **Etat de l'art et présentation du moulage par injection métallique**

## Sommaire

|                                                                                 |    |
|---------------------------------------------------------------------------------|----|
| 1. Métallurgie des poudres.....                                                 | 8  |
| 1.1. Introduction .....                                                         | 8  |
| 1.2. Contexte.....                                                              | 8  |
| 1.2. Domaines d'application de la métallurgie des poudres.....                  | 9  |
| 1.3. Mise en forme des poudres métalliques .....                                | 11 |
| 2. Procédé de Moulage par Injection Métallique (MIM).....                       | 16 |
| 2.1. Introduction au procédé MIM.....                                           | 16 |
| 2.2. Les différentes étapes du procédé de Moulage par Injection Métallique..... | 16 |
| 2.3. Possibilités du procédé MIM .....                                          | 22 |
| 2.4. Avantages du procédé MIM .....                                             | 22 |
| 2.5. Différences entre les procédés MIM et $\mu$ MIM.....                       | 23 |
| 2.6. Interactions entre les différentes étapes du procédé MIM .....             | 24 |
| 2.7. Tests de caractérisation de mélanges dédiés au MIM.....                    | 24 |
| 3. Etat de l'art.....                                                           | 29 |
| 3.1. Contexte économique et social .....                                        | 29 |
| 3.2. Etat de l'art international .....                                          | 30 |
| 3.3. Etat de l'art au niveau français .....                                     | 32 |
| 3.4. Etat de l'art du micro-MIM .....                                           | 34 |
| 3.5. Etat de l'art concernant les liants et les formulations .....              | 35 |

# 1. Métallurgie des poudres

---

Ce chapitre présente, dans un premier temps, le contexte de la métallurgie des poudres, les domaines d'applications et les procédés de mise en forme à partir des poudres métalliques. Ensuite, dans une seconde partie, le procédé de mise en forme de poudre appelé « Moulage par Injection de Poudres Métalliques » est décrit de manière très détaillé. Ce chapitre se termine par une description de l'état de l'art complet pour le procédé considéré, au niveau international et national.

## 1.1. Introduction

La métallurgie des poudres (MdP) est un ensemble de procédés technologiques permettant la réalisation de composants de formes prédéterminées à partir de poudres (métalliques, céramiques ou composites) dont la granulométrie et la constitution sont maîtrisées. Dans un premier temps, la forme du composant est donnée par l'intermédiaire d'une matrice, avec possibilité de démoulage. Selon le procédé, différents paramètres interviennent comme la vitesse, la température, les liants, ... [GER 97]. Le composant obtenu est densifié par frittage dans un four. Le composant final ainsi réalisé présente la forme, les tolérances dimensionnelles et les propriétés mécaniques désirées [SCH 97].

## 1.2. Contexte

La production annuelle de métaux produits dans le monde est comprise entre 1,5 et 2 milliards de tonnes par an. La mise en forme classique de ces métaux se déroule en deux étapes: une transformation de solide en liquide, puis une transformation inverse de liquide en solide. La métallurgie des poudres représente 1 million de tonnes par an [BIE 07].

### 1.1.1. Nuances de matériaux

Plusieurs nuances de matériaux sont couramment utilisées dans la métallurgie des poudres. La principale nuance est le fer qui représente environ 60 % des métaux utilisés. La seconde nuance la plus utilisée est le cuivre qui représente environ 20 %. Le reste se partage entre 10

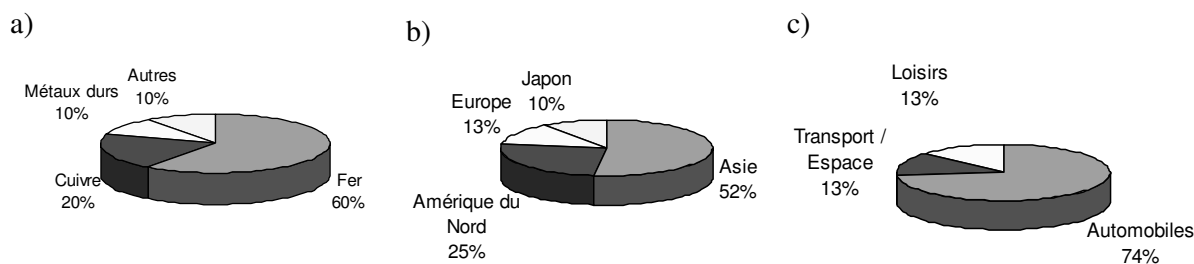
% de métaux lourds et 10 % d'autres métaux divers [GER 08 a]. Pour donner un exemple de produit réalisé par métallurgie des poudres, on peut citer les billes des stylos billes qui sont réalisées à partir de carbure de tungstène (Figure 4 a).

### 1.1.2. Production

La production de poudres se concentre pour moitié en Asie, en particulier en Chine, Inde et Corée du Sud. Les autres pays ou continents principaux fabricants de poudres se trouvent pour un quart l'Amérique du Nord, pour 13% l'Europe et finalement 10% pour le Japon. Le premier producteur de poudre fine est la société suédoise Höganäs® [GER 08 b], qui produit 500 000 tonnes de poudres par an (Figure 4 b).

### 1.1.3. Domaines d'utilisation

L'utilisation de poudres dans le domaine de la métallurgie des poudres se concentre dans le domaine de l'automobile, qui représente une part de 74 %. Pour les autres utilisations, on trouve 13 % dans les domaines conjoints des transports et de l'espace et 13 % pour les loisirs (Figure 4 c) [BIE 07].

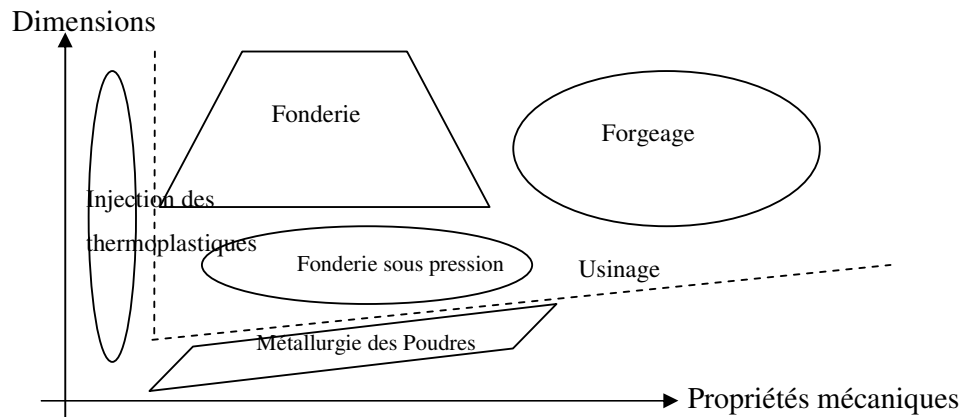


**Figure 4. a) Nuances de matériaux utilisés en métallurgie des poudres ; b) Production mondiale de poudres métalliques ; c) Domaines d'utilisation des poudres métalliques.**

## 1.2. Domaines d'application de la métallurgie des poudres

### 1.2.1. Domaines d'application

L'utilisation de la métallurgie des poudres est limitée par certaines exigences, notamment par les dimensions des pièces qu'elle permet de réaliser (Figure 5).



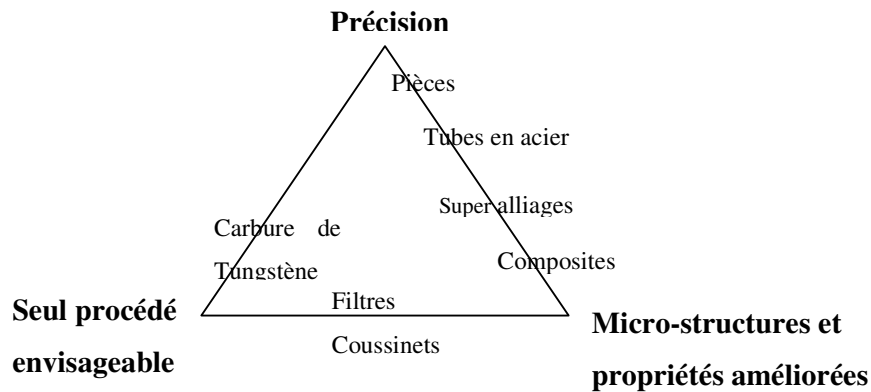
**Figure 5. Domaines d'applications de la métallurgie des poudres [BIE 07].**

Les domaines d'applications de la métallurgie des poudres sont multiples. Quelques exemples de composants, réalisés à partir de poudres métalliques, sont donnés en fonction de leurs domaines d'applications :

- *Mécanique* : pièces de transmission - boîte de vitesse, moteur, pièces de structures,
- *Matériaux poreux* : filtres, coussinets, autolubrifiants,
- *Outillages* : outils de coupe, outils de forage,
- *Matériel électrique* : petits moteurs, circuits magnétiques, aimants,
- *Mécanique de précision* : capteurs, senseurs, lunetterie, horlogerie, joaillerie,
- *Abrasifs* : roues de polissage, meulage,
- *Domaine médical* : prothèses, instruments chirurgicaux, orthodontie,
- *Divers* : armurerie, bureautique.

### **1.2.2. Principales raisons d'adopter la métallurgie des poudres**

Le choix de la métallurgie des poudres pour réaliser des pièces mécaniques correspond à trois raisons principales : la précision que l'on désire obtenir pour les composants (pièces mécaniques,...), la micro-structure et les propriétés mécaniques requises (Composites, super alliages,...). Compte tenu de ces trois raisons, la métallurgie des poudres peut s'avérer être le seul procédé envisageable susceptible de répondre à l'ensemble des exigences requises (Filtres, coussinets, ...), Figure 6.



**Figure 6. Principales raisons du choix de la métallurgie des poudres [BIE 07].**

### **1.2.3. Avantages de la métallurgie des poudres**

L'avantage principal de la métallurgie des poudres par rapport à d'autres technologies de mise en forme comme l'usinage ou la fonderie est sa simplicité, même s'il est nécessaire de posséder un savoir faire et de l'expérience pour maîtriser correctement le procédé. La métallurgie des poudres permet de traiter tout type de poudre et de fabriquer des alliages dont certains sont impossibles à produire par d'autres procédés. Les avantages peuvent être classés suivant quatre orientations :

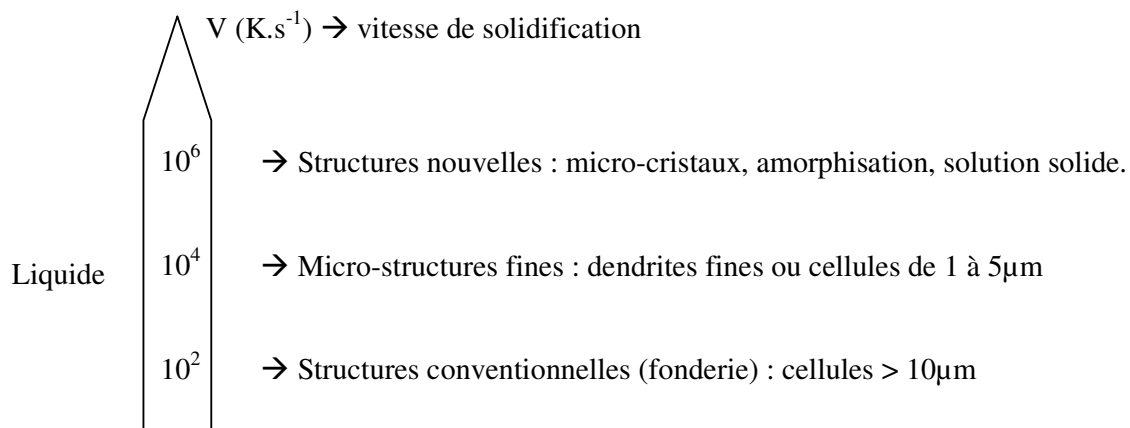
- *Qualité des produits* : bon état de surface, bonne tolérance dimensionnelle, longue durée de vie, bonnes propriétés mécaniques,
- *Economique* : 95 % de la matière première est utilisée, nombre réduit d'étapes de fabrication, faible consommation d'énergie, production en masse ou petites séries,
- *Matériaux et propriétés* : matériaux poreux, matériaux à gradient de propriétés, matériaux à haute température de fusion, alliages inédits, formes complexes, large variété de matériaux, grand choix de tailles, nanomatériaux,
- *Ecologique* : peu de déchets, pas de résidus liquides à éliminer.

## **1.3. Mise en forme des poudres métalliques**

### **1.3.1. Production des poudres métalliques**

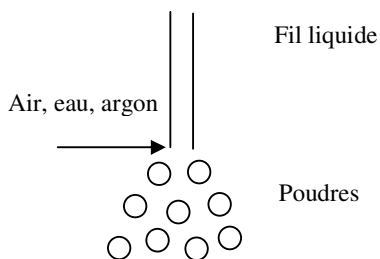
L'obtention des poudres métalliques se réalise en deux étapes : i) une transformation de solide en liquide, ii) puis une étape de transformation de liquide en solide (Figure 7). Pour cette seconde phase, la vitesse de solidification  $V$  (en  $K.s^{-1}$ ) influe sur le résultat final. Pour une

vitesse faible de  $10^2 \text{ K.s}^{-1}$ , les structures obtenues sont de type « conventionnel » et correspondent au procédé de fonderie. Les cellules ainsi obtenues sont de taille supérieure à  $10 \mu\text{m}$ . Pour une vitesse moyenne de  $10^4 \text{ K.s}^{-1}$ , on obtient des structures fines (dendrites fines) avec des cellules de taille entre 1 et  $5 \mu\text{m}$ . Finalement, pour une vitesse élevée de  $10^6 \text{ K.s}^{-1}$ , les poudres obtenues sont de type « structures nouvelles » : micro-cristaux, amorphisation, solution solide [BIE 07].



**Figure 7. Structures des poudres métalliques en fonction de la vitesse de solidification.**

Il existe deux familles de procédés pour la fabrication des poudres métalliques : les procédés mécaniques (atomisation, [PIN 05]) qui consistent à faire exploser un fil liquide métallique pour en récupérer des grains de poudre solide (Figure 8) et les procédés chimiques (électrolyse, carbonyle CVD et réduction à l'état solide) [BIE 07].



**Figure 8. Fabrication mécanique de poudres métalliques par atomisation sous gaz ou eau.**

### **1.3.2. Procédés de mise en forme à partir de poudres**

Le principal procédé de mise en forme à partir de poudres métalliques est le compactage suivi d'une densification par diffusion. Ce procédé consiste à comprimer dans une matrice, et sous l'action d'un poinçon, de la poudre pour donner la forme au composant puis densifier le composant « poudre » (résultat du compactage) pour donner les caractéristiques mécaniques à la pièce. Ce procédé se décline en plusieurs versions :

- Compression axiale + frittage [ABE 03],
- Pressage à chaud (frittage uniaxial) ou frittage sous charge (High Pressing),
- Compression par corroyage à chaud,
- Compression isostatique à chaud (CIF) [ABE 02], [OKS 08]
- Compression isostatique à froid (CIC ou HIP en anglais) [MON 95][REI 04 a].

Il existe d'autres procédés innovants de mise en forme de poudres déjà utilisés dans l'industrie :

- Moulage par injection de poudres métalliques (MIM) ou céramiques (CIM) [GER 97],
- Frittage sélectif par laser (SLS ou DMLS en anglais) [VAN 04] [KOL 06],
- Compression sous champ magnétique et frittage pour les aimants.

Finalement, d'autres technologies de mise en forme sont en développement, tels que :

- Frittage flash (SPS en anglais),
- Compression grande vitesse (CGV),
- Frittage micro-onde [MAS 08],
- Frittage par induction [CAV 08].

#### **1.3.2.1. Procédés par réplication**

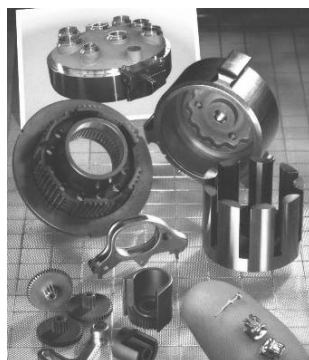
##### **1.3.2.1.1. Compression axiale + frittage**

La compression axiale + frittage est un procédé de fabrication qui permet de réaliser des pièces mécaniques à partir de poudres métalliques [ABE 03]. Ce procédé se déroule en deux étapes successives. D'abord, il faut réaliser l'étape de pressage de la poudre dans une matrice pour donner la forme à la pièce désirée. Ce pressage se réalise avec du lubrifiant pour faciliter l'écoulement des particules de poudres dans la matrice. Ensuite, la seconde étape est le frittage (traitement thermique) qui permet la diffusion à l'état solide des atomes du matériau

constituant les poudres. Par exemple, pour la réalisation de pignons des boîtes de vitesses automobiles à partir de poudres de fer, le frittage se réalise à 1120°C, avec une période de 20 min dans des fours à passage en continu.

#### **1.3.2.1.2. Compression isostatique à chaud**

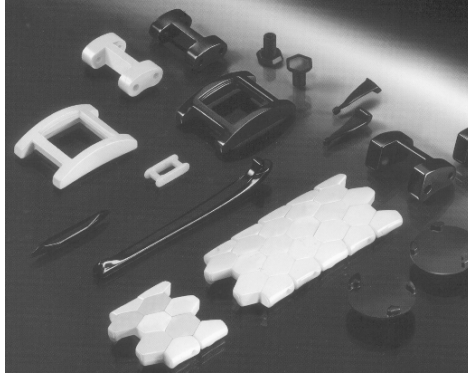
La compression isostatique à chaud est un dérivé du procédé de compression axiale + frittage [ABE 02]. Ce procédé se déroule également en deux étapes : le pressage et le frittage. La différence principale entre ces deux procédés est que pour la compaction isostatique à chaud, l'étape de pressage se fait à chaud. Ce procédé permet d'augmenter la densité finale des composants, d'améliorer les propriétés mécaniques et de renforcer la tenue à la corrosion. L'amélioration de propriétés mécaniques est fonction des atmosphères choisies ( $N_2$ ,  $H_2$ , ...) lors du compactage et du frittage [SCH 97].



**Figure 9. Composants réalisés par compactage à froid et frittage [MET 07].**

#### **1.3.2.1.3. Moulage par Injection de Poudres Céramiques (CIM)**

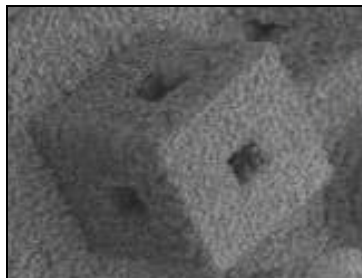
Le moulage par injection de poudres céramiques (CIM) est un procédé de mise en forme de pièces de formes complexes à partir de poudres céramiques. Ce procédé, semblable au moulage par injection de poudres métalliques, se déroule en quatre étapes successives (mélangeage, moulage, déliantage et densification). Ce procédé nécessite une température de densification plus importante ( $>1600^{\circ}C$ ) à cause de l'emploi de nuances céramiques (alumine, zircone,...) pour des applications particulières: énergie, arts de la table, biomédical, pour les prothèses dentaires et de hanches [SMO 97][DVO 08].



**Figure 10. Composants réalisés par le procédé de moulage par injection de poudres céramiques [ALL 08].**

#### **1.3.2.2. Procédé par addition : frittage sélectif par laser (SLS)**

Le frittage sélectif par laser (SLS) est un procédé par addition de couches de poudres permettant de construire actuellement des composants 3D de formes complexes dans le domaine des dimensions micrométriques (Figure 11), [KRU 07]. Les composants sont produits couche par couche puis densifiés par apport d'énergie locale à l'aide d'un laser. Le profil géométrique est calculé selon les sections d'un modèle CAO 3D. Le SLS est principalement utilisé pour le prototypage rapide de pièces 3D ou d'empreintes de moule à partir de poudres métalliques.



**Figure 11. Composant réalisé par frittage sélectif par laser (SLS) [VAN 04].**

## 2. Procédé de Moulage par Injection Métallique (MIM)

---

### 2.1. Introduction au procédé MIM

Le moulage par injection métallique (MIM) est un procédé permettant la réalisation de pièces métalliques de formes 3D complexes. Ce procédé combine deux technologies de mise en forme distinctes : l'injection des thermoplastiques et la métallurgie des poudres. Cette combinaison permet de réaliser des pièces mécaniques de formes 3D complexe, possédant de bonnes résistances mécaniques et des propriétés physiques contrôlées [GER 96]. Ces deux technologies ont un rôle précis dans le processus de fabrication de moulage par injection: i) l'injection plastique est utilisée pour donner au composant une forme homothétique à la forme de la pièce finale, par réplique de l'empreinte du moule, ii) la métallurgie des poudres sert à procurer la résistance mécanique aux composants. Le procédé MIM combine quatre étapes successives : la préparation du mélange poudres/liants et son mélangeage, l'injection, le déliantage et la densification (Tableau 1).

**Tableau 1 : Technologies utilisées dans le procédé MIM**

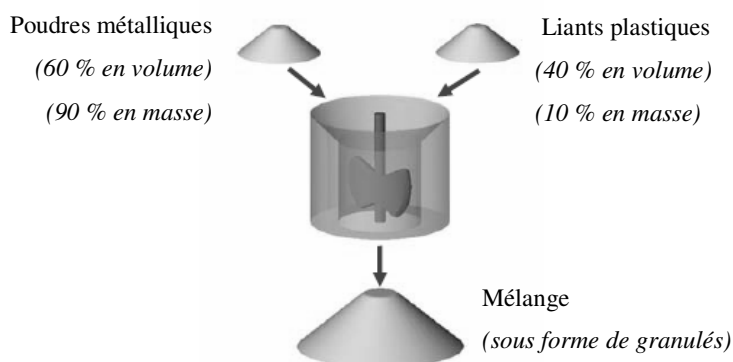
|                                  |                                                                      |
|----------------------------------|----------------------------------------------------------------------|
| Injection des thermoplastiques : | Mélangeage de poudres et de liants                                   |
|                                  | Injection de mélanges                                                |
| Etape de transition :            | Déliantage thermique, par solvant ou catalytique                     |
| Métallurgie des poudres :        | Densification par diffusion à l'état solide, semi-liquide ou liquide |

### 2.2. Les différentes étapes du procédé de Moulage par Injection Métallique

#### 2.2.1. La préparation du mélanges poudres/liants

La première étape du procédé de moulage par injection métallique est le mélangeage. Cette étape initiale a pour objectif la réalisation d'un mélange bi-phasique constitué de poudres métalliques et de liants plastiques. Les proportions des constituants de ce matériau composite varient en fonction de la poudre choisie et de sa morphologie. De manière générale, la fraction volumique de poudre dans le mélange (taux de charge) est de l'ordre de 60 %. Ce pourcentage

est un compromis entre un volume suffisant de liants plastiques pour assurer une bonne viscosité du mélange pour l'injection et un volume de poudres suffisant pour permettre une densification satisfaisante par diffusion à l'état solide (Figure 12).



**Figure 12. Etape de mélangeage entre les poudres métalliques et les liants plastiques.**

L'étape de mélangeage joue un rôle primordial pour réaliser des composants exempts de défaut. En effet, il faut obtenir un mélange de poudres métalliques et de liants plastiques parfaitement homogène, sans quoi les pièces finales peuvent contenir des fissures ou être déformées. A partir d'une poudre de départ et après avoir choisi une formulation, il faut définir différents critères de mélangeage: trouver le ou les liants plastiques qui procureraient le meilleur mouillage avec les poudres métalliques, déterminer la fraction volumique critique de poudre pour obtenir un mélange injectable et ajuster la température de mélangeage pour obtenir une fluidité suffisante sans détérioration des liants (Tableau 2).

**Tableau 2 : Paramètres de l'étape de mélangeage**

|         | Paramètres                                                                                                                                                                                                                           | Contrôles                                                     | Références |
|---------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------|------------|
| Poudres | Matériau,<br>Granulométrie ( $\mu\text{m}$ ),<br>Forme (sphérique, ...),<br>$\Phi$ , proportion Massique (%vol.),<br>$\rho_p$ , densité ( $\text{g}/\text{cm}^3$ ).                                                                  | Angle de talus,<br>Mesure de granulométrie,<br>Densité.       | [GER 97]   |
| Liants  | Formulation (%vol),<br>$T_f$ , température de fusion ( $^{\circ}\text{C}$ ),<br>$\mu_l$ , viscosité ( $\text{Pa.s}$ )<br>$\rho_l$ , densité ( $\text{g}/\text{cm}^3$ ).                                                              | Rhéologie des liants                                          | [GER 89]   |
| Procédé | $T_{\text{mel}}$ , température de mélangeage ( $^{\circ}\text{C}$ ),<br>$\omega$ , vitesse de rotation ( $\text{tr}/\text{min}$ ),<br>$C$ , couple ( $\text{N.m}$ ),<br>Forme de pale,<br>$V$ , volume de matière ( $\text{cm}^3$ ). | Couple,<br>Vitesse,<br>Température,<br>Rhéologie,<br>Densité. | [SUR 03]   |

### 2.2.2. L'injection de mélanges poudres/liants dédiés au MIM

La seconde étape du procédé de moulage par injection métallique est le moulage par injection plastique. Cette étape procure toute l'originalité du procédé MIM par rapport aux autres procédés existants associés à la métallurgie des poudres. En effet, la forme de la pièce est obtenue grâce à un moule d'injection. Cela permet la fabrication de pièces complexes qui pourraient être réalisées uniquement par usinage. Les mélanges bi-phasiques de poudres métalliques et liants plastiques sont ainsi injectés au moyen d'une presse d'injection pour obtenir la forme du composant par réplique de l'empreinte du moule. Les liants servent donc de fluide porteur. Pour cette étape d'injection, certains paramètres du procédé sont à déterminer : la température d'injection, la température du moule, la pression d'injection et le débit (Tableau 3).

**Tableau 3 : Paramètres de l'étape d'injection**

|           | Paramètres                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                         | Conception, analyse et simulation                                                   | Contrôles                                                                                                                           | Références                                       |
|-----------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------|
| Moule     | Ra, rugosité de surface du moule,<br>Dureté du moule (HRC),<br>n, nombre de points d'injection,<br>Position des points d'injection,<br>$\alpha$ , angle d'entrée des points d'injection ( $^{\circ}$ ),<br>s, section du seuil ( $\text{mm}^2$ ).                                                                                                                                                                                  | CAO, optimisation du moule (position des points d'injection, écoulement, thermique) | Métrie, Etat de surface, Mesures par caméra thermique.                                                                              | [GER 00 a]<br>[FU 08]                            |
| Injection | $T_{inj}$ , température d'injection ( $^{\circ}\text{C}$ ),<br>$T_{moule}$ , température du moule ( $^{\circ}\text{C}$ ),<br>p, pression d'injection (MPa),<br>d, débit ( $\text{cm}^3/\text{min}$ ),<br>$\omega$ , vitesse de rotation de la vis (tr/min),<br>Pression de maintien (MPa),<br>Temps de maintien (s)<br>Temps de refroidissement (s),<br>Atmosphère dans le moule (air, vide,...),<br>Evacuation de l'air (Events). | Simulation numérique de l'étape d'injection                                         | Mesures dimensionnelles, Mesures par caméra des fronts d'écoulement<br>Mesures de masse et de densité, Caractérisations mécaniques. | [KUL 96]<br>[GER 97]<br>[KUL 99 a]<br>[KUL 99 b] |
| Ejection  | n, nombre d'éjecteurs,<br>Positions des éjecteurs,<br>Forme des éjecteurs,<br>Force d'éjection (N),<br>V, vitesse d'éjection (mm/min),<br>$\alpha$ , angle de dépouille ( $^{\circ}$ ).                                                                                                                                                                                                                                            | Simulation de l'éjection                                                            | Vérification visuelle (fissures), Microscopie optique, Mesures dimensionnelles.                                                     | [FU 08]                                          |

### 2.2.3. Le déliantage

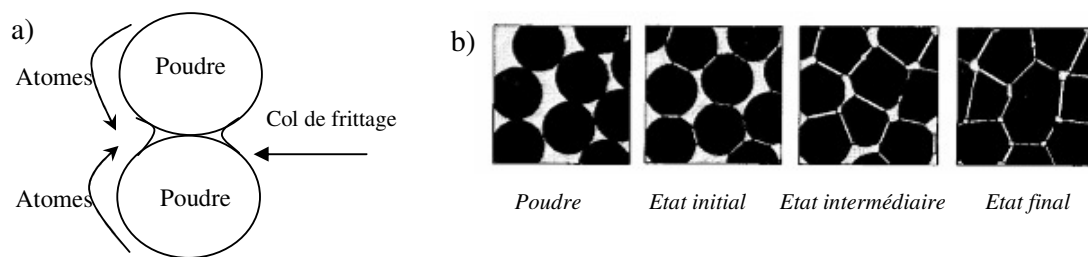
L'étape de déliantage est l'étape intermédiaire entre les deux technologies du procédé MIM (injection et frittage). Le déliantage a pour but de retirer les liants plastiques des pièces moulées à partir de mélanges MIM ou CIM [GER 90]. En effet, les liants, utiles pour l'étape d'injection car servant de fluides porteurs, doivent être éliminés pour obtenir une pièce purement métallique. Il faut néanmoins laisser un minimum de liants plastiques pour garder la cohésion entre les particules de poudres et donc assurer la cohésion et la forme de la pièce. A la fin de l'étape de déliantage, les composants obtenus sont des squelettes de poudres métalliques. Plusieurs voies d'élimination du liant existent, les principales sont : par voie thermique, par solvant ou catalytique [GER 97]. Pour le déliantage thermique, les composants moulés sont posés sur des plateaux et introduits dans une étuve de déliantage où la température augmente jusqu'à des valeurs de l'ordre de 200°C à 300°C, suivant des cinétiques de montée en température très lentes et sous atmosphère contrôlée. Le choix de l'atmosphère de déliantage a des conséquences importantes sur le temps de déliantage et sur des caractéristiques finales du composant comme la densité finale, la teneur en carbone ou en oxygène [ANG 93][HAE 04][BAR 00]. Par action de la température, les liants plastiques se dégradent et sont dévolatilisés des composants. Pour le déliantage par solvant, les pièces moulées sont immergées dans un bain de solvant (eau, alcool, ...) qui dissout les liants [LIN 98]. Pour le déliantage catalytique, les pièces sont chauffées à une température comprise entre 110°C et 140°C, puis un acide est vaporisé à l'intérieur de l'étuve pour dissoudre le liant [BLO 97] (Tableau 4).

**Tableau 4 : Paramètres de l'étape de déliantage lié à une dégradation par voie thermique.**

|           | Paramètres                                                                                                    | Prédictions                       | Contrôles                                           | Références |
|-----------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------------------------------------------|------------|
| Thermique | T <sub>deliantage</sub> , température de deliantage (°C),                                                     |                                   |                                                     | [GER 90]   |
|           | T <sub>del inter</sub> , température intermédiaire (°C),                                                      |                                   |                                                     | [ELM 95]   |
|           | Cinétique de palier (°C/min),                                                                                 | Analyse thermogravimétrique (ATG) | Mesures de la masse finale et de la perte de liant. | [HAE 04]   |
|           | Cinétique de déliantage (°C/min),                                                                             |                                   |                                                     | [BAR 00]   |
|           | Choix de l'atmosphère (air, vide, gaz),<br>d, débit du balayage (ml/min),<br>Nature du support de déliantage. |                                   |                                                     |            |

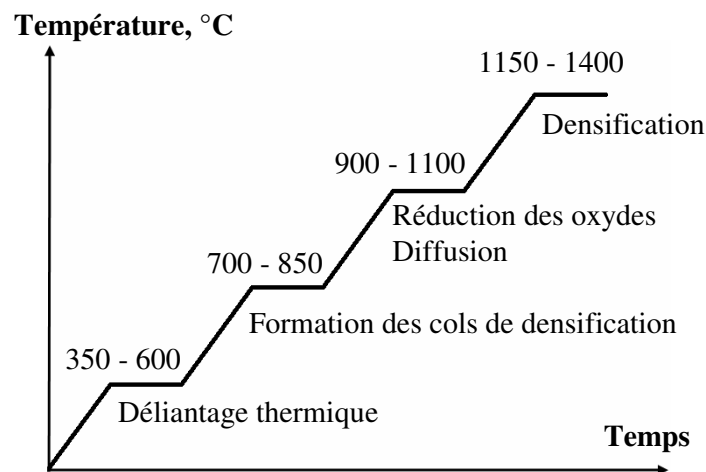
#### 2.2.4. La densification par diffusion à l'état solide

La dernière étape du procédé de moulage par injection métallique est la densification par diffusion à l'état solide. Cette étape finale est issue de la métallurgie des poudres. Le principe de la densification par diffusion à l'état solide est le chauffage, dans un four haute température, du squelette de poudres issu de l'étape de déliantage, pour permettre d'agglomérer les particules de poudre par diffusion solide afin d'obtenir une structure dense (Figure 13 a).



**Figure 13. a) Densification par diffusion à l'état solide, b) Evolution de la structure d'un composant au cours de l'étape de densification [BAR 05].**

Au cours de la densification, les composants et plus particulièrement les particules de poudres subissent plusieurs phénomènes physiques en fonction de la température. La Figure 14 présente l'évolution de ces phénomènes en fonction de la température de densification.



**Figure 14. Phénomènes physiques de l'étape de densification en fonction de la température et du temps de densification.**

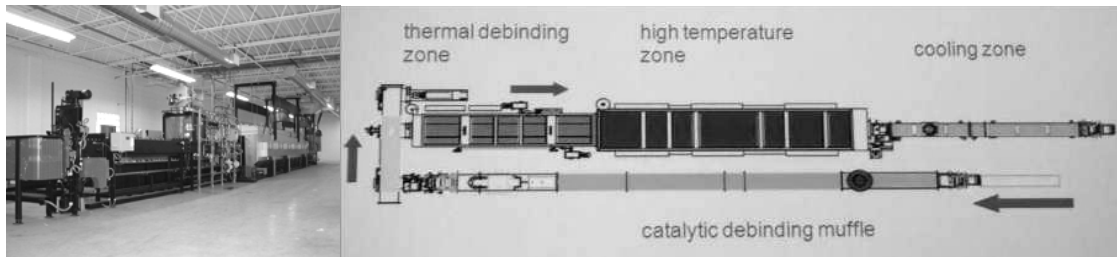
A la fin de la densification, les composants métalliques obtenus sont très denses (> 98 %) et possèdent de bonnes propriétés mécaniques comparables à celles de composants usinés dans la masse (Figure 13 b). Néanmoins, un retrait important, de l'ordre de 10 % à 20 % par rapport aux dimensions des composants après injection, intervient lors de la densification, ce qui conduit à devoir être capable d'évaluer avec précision ce retrait avant la réalisation du moule d'injection. Pour la densification par diffusion à l'état solide, il faut naturellement que la température maximale de densification soit inférieure à la température de fusion de la poudre.

Pour cette étape de densification, plusieurs paramètres interviennent tels que la température de densification, la cinétique de densification, le temps de maintien, l'atmosphère et la nature des supports employés. En ce qui concerne l'atmosphère de densification, elle peut se faire par un balayage de gaz (hydrogène, argon,...) sous une pression proche de la pression atmosphérique ou être réalisée sous vide primaire ou secondaire (Tableau 5).

**Tableau 5 : Paramètres de l'étape de densification**

|                          | <b>Paramètres</b>                                                                                                                                                  | <b>Prédictions</b>                      | <b>Contrôles</b>                                                                                                                                      | <b>Références</b>    |
|--------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------|
| <b>Pré-densification</b> | $T_{\text{pré-densif}}$ , température de pré-densification (°C),<br>Cinétique de pré-densification (°C/min),<br>Atmosphère (air, vide, gaz),<br>Nature du support. | Simulation de la phase de densification | Métrologie,<br>Mesures de masse, de densité réelle et de densité finale, Caractérisations mécaniques, Mesures de dureté, Etat de surface et rugosité. | [GER 96]<br>[BER 07] |
| <b>Densification</b>     | $T_{\text{densif}}$ , température de densification (°C),<br>Cinétique de densification (°C/min),<br>Atmosphère (air, vide, gaz).                                   |                                         |                                                                                                                                                       |                      |

Les étapes de densification et de déliantage peuvent être réalisées en continu dans des fours de passage (Figure 15), où le composant subit d'abord un déliantage catalytique, par solvant et/ou thermique puis une densification par diffusion. L'avantage de ce procédé est la non manipulation des composants déliantés et l'utilisation d'un seul support pour les deux étapes. De plus, ces équipements assurent une plus grande homogénéité en termes de température et d'atmosphère.



**Figure 15. Four à passage pour la réalisation des étapes de déliantages (catalytique et thermique) et de densification.**

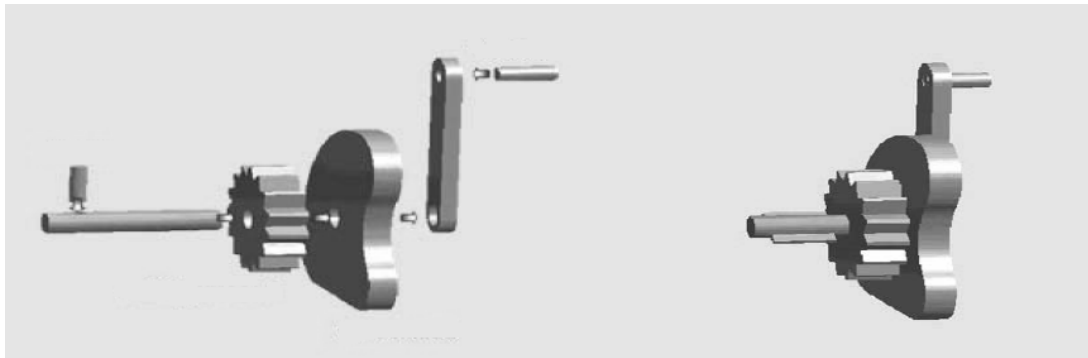
### **2.3. Possibilités du procédé MIM**

Le choix du procédé de moulage par injection métallique peut être guidé par certains critères. D'abord, le procédé MIM permet de réaliser des composants de formes complexes avec des tolérances dimensionnelles serrées et/ou en grandes séries, qui ne pourraient pas être obtenus par d'autres procédés utilisant la métallurgie des poudres. De plus, le MIM peut permettre d'obtenir des composants avec des densités élevées. En effet, les pièces réalisées par ce procédé peuvent être obtenues avec une porosité très faible ( $<1\%$ ). Le MIM peut également permettre d'obtenir une qualité de surface intéressante avec un critère de rugosité  $R_a$  inférieur à  $1,5\text{ }\mu\text{m}$ . Finalement, le procédé MIM permet de fabriquer des composants mécaniques avec des propriétés mécaniques élevées (exemple: nuance d'acier 17-4PH qui possède une limite à la rupture supérieure à  $1100\text{ MPa}$ ). Par contre, le procédé MIM n'est pas adapté aux petites séries ou à des géométries de composants simples. Ceci est essentiellement dû au coût de conception et de fabrication du moule d'injection.

### **2.4. Avantages du procédé MIM**

Les avantages du MIM sont le cumul des avantages de la métallurgie des poudres avec ceux de l'injection des thermoplastiques :

- Réalisation de pièces complexes en grandes séries avec une bonne reproductibilité,
- Densité élevée (97 à 99,9%),
- Remplacement de pièces usinées dans la masse,
- Stabilité dimensionnelle des pièces injectées,
- Qualité des surfaces des composants,
- Fabrication de composants de formes complexes en une seule étape (Figure 16).



4 procédés de fabrication + assemblage

Conception en 1 seule pièce par MIM

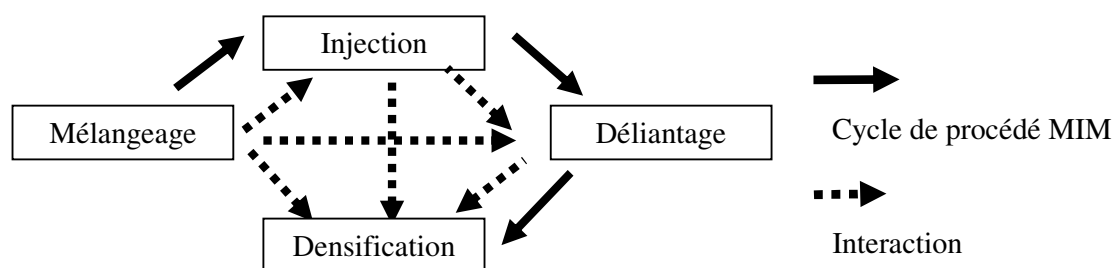
**Figure 16. Possibilités offertes par le MIM en terme de conception de composants complexes par rapport à l'usinage.**

## 2.5. Différences entre les procédés MIM et $\mu$ MIM

Ces dernières années, le micro-moulage par injection de poudres métalliques s'est développé comme un procédé économique de fabrication de micro-composants [BAR 05][GEL 05 a][GEL 05 b][GER 08][NIS 07]. Le procédé  $\mu$ MIM comprend quatre étapes de transformation principales, de même que le MIM : le mélange d'un système de poudre et de liant, le moulage par injection du mélange bi-phasique, le déliantage et la densification par diffusion à l'état solide. Néanmoins, le procédé  $\mu$ MIM a quelques particularités par rapport au procédé MIM. En premier lieu, la différence provient de la spécificité des équipements de micro-moulage par rapport au moulage où la matière première et le résultat final sont différents. En effet, la granulométrie des poudres métalliques est plus fine (passage d'une poudre de 16 à 22  $\mu\text{m}$  à une poudre de 5  $\mu\text{m}$  ou moins). De plus, la masse des pièces réalisées par  $\mu$ MIM est plus faible. Ensuite, pour le  $\mu$ MIM, le temps de cycle est plus long dans le cas de l'utilisation d'un procédé variotherme (c.a.d même température d'injection et de moule) et évacuant l'air contenu dans le moule à l'aide d'une pompe à vide, afin de remplir correctement toutes les micro-cavités. Des problèmes de démoulage et de manipulation des composants apparaissent, dus à leurs miniaturisations, surtout lors de l'enchaînement des différentes étapes du procédé.

## 2.6. Interactions entre les différentes étapes du procédé MIM

Les quatre étapes du procédé MIM possèdent des interactions entre elles. Lorsque subviennent des défauts au cours du procédé à quelque niveau que ce soit, il n'est pas possible de savoir si ces défauts proviennent des paramètres de l'étape actuelle ou d'une étape antérieure. Pour palier ce genre de situation, il est bon de ne pas faire seulement une vérification finale en fonction du cahier des charges (tolérances des cotes, état de surface ...), mais de réaliser des contrôles après chaque étape du procédé (Figure 17).

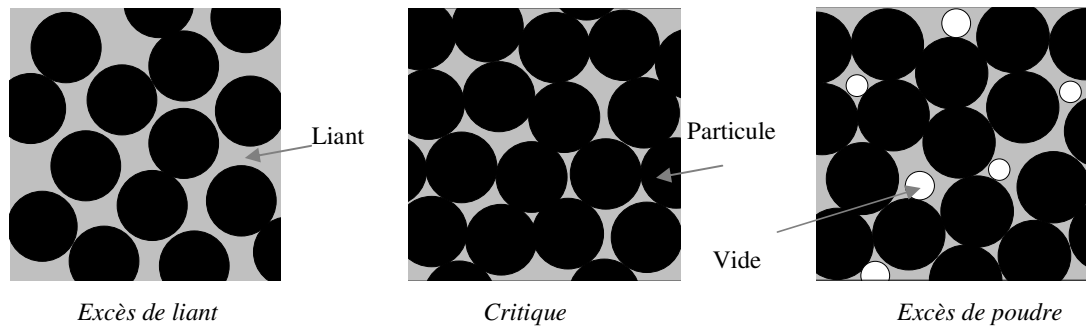


**Figure 17. Interactions entre les quatre étapes du procédé MIM.**

## 2.7. Tests de caractérisation de mélanges dédiés au MIM

### 2.7.1. Test d'homogénéité

Pour vérifier la bonne homogénéité de la poudre dans le liant, des analyses au microscope à balayage électronique peuvent être réalisées. Ces tests peuvent se faire soit sur le mélange initial pour vérifier que le procédé de mélangeage permet d'obtenir un mélange correct avec équidistribution des poudres, soit sur les composants moulés pour vérifier que les paramètres d'injection et la géométrie du moule n'engendrent pas une ségrégation de la poudre par rapport au liant (Figure 18).



**Figure 18. Répartition de la poudre et du liant [BAR 05]**

A partir d'images obtenues au microscope électronique à balayage, comme ci-dessus, des excès de poudre ou de liant peuvent être observés tout comme l'homogénéité d'une structure. Avec cette indication au niveau du mélange, les proportions ou le procédé de mélangeage peuvent être adaptés ou modifiés. Au niveau du moulage par injection, ce sont les paramètres d'injection et la géométrie du moule qui pourront être améliorés.

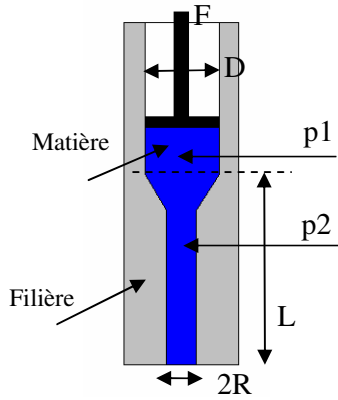
## **2.7.2. Analyse rhéologique**

### **2.7.2.1. Définition**

La rhéologie est une branche de la physique qui étudie l'écoulement ou la déformation des corps sous l'effet des contraintes qui leur sont appliquées, compte tenu de la vitesse d'application de ces contraintes ou plus généralement de leur variation au cours du temps. Il est important de définir la viscosité des mélanges utilisés dans le procédé MIM. En effet, pour obtenir un remplissage correct du moule pendant l'injection, il est indispensable que le matériau ne dépasse pas un certain seuil de viscosité. S'il le dépassait, le moule risquerait de ne pas être correctement rempli et le composant obtenu risquerait de ne pas avoir la forme désirée.

### **2.7.2.2. Principe de la mesure**

La mesure repose sur l'écoulement à chaud et à travers une filière de la matière que l'on désire caractériser. Les pressions à l'entrée ( $p_1$ ) et à la sortie ( $p_2$ ) de la filière sont mesurées. A partir de la différence entre ces deux valeurs, les valeurs de viscosité de cisaillement et de viscosité d'élongation peuvent être déterminées (Figure 19).



La filière est chauffée à une température supérieure à la température de phase liquide du matériau.

$$\Delta p = p1 - p2$$

**Figure 19. Mesure de pression dans la filière.**

Un capillaire de longueur  $L$  et de diamètre  $2R$  est présenté Figure 19. Le débit  $Q$  peut être obtenu directement depuis la vitesse de descente du piston  $V$ , compte tenu du diamètre  $D$ , d'après l'équation (1). La chute de pression entre les deux extrémités du capillaire de longueur  $L$  est estimée directement grâce à l'effort  $F$  exercé par le piston, équation (2).

$$Q = \frac{\pi D^2}{4} V \quad (1)$$

$$\Delta P = \frac{4F}{\pi D^2} \quad (2)$$

En appliquant les hypothèses de la mécanique des fluides newtoniens, le cisaillement apparent  $\gamma_{ap}$  et le débit à l'intérieur du capillaire de longueur  $L$  sont obtenus directement par la relation (3).

$$\gamma_{ap} = \frac{\Delta P R}{2\mu_m L} \quad \text{et} \quad Q = \frac{\pi \Delta P R^4}{8\mu_m L} \quad (3)$$

où  $\mu_m$  est la viscosité du mélange.

Le cisaillement apparent et les contraintes de cisaillement  $\tau_w$  peuvent être obtenus directement à partir des relations (4) (5). La viscosité  $\mu_m$  est obtenue par le rapport de ces deux grandeurs (6).

$$\gamma_{ap} = \frac{D^2}{R^3} V \quad \text{et} \quad \tau_w = \frac{2RF}{\pi D^2 L} \quad (4) \quad (5)$$

$$\mu_m = \frac{\tau_w}{\gamma_{ap}} \quad (6)$$

### 2.7.2.3. Détermination de la viscosité et de la fraction volumique critique

La viscosité relative en fonction du taux de charge en poudre (fraction volumique de poudre) est déterminée par le rapport de la viscosité du mélange sur celle du liant et permet de déterminer le taux de charge critique  $\Phi_s^c$ . En général, trois termes définissent un mélange poudre métallique et liant : la fraction volumique de poudre (ou taux de charge), la densité du mélange et la fraction massique de poudre présente. La fraction volumique de poudre est définie par le rapport volumique de poudres par rapport au volume total du mélange de poudres et de liants. Ce taux de charge s'exprime grâce à l'équation (7) :

$$\Phi = \frac{W_p / \rho_p}{(W_p / \rho_p + W_L / \rho_L)} \quad (7)$$

avec  $W_p$  et  $W_L$  les fractions massiques de la poudre et de liant,  $\rho_p$  et  $\rho_L$  les densités de la poudre et du liant. Pour un mélange MIM, la proportion typique de poudres présentes dans le mélange est de l'ordre de 60% en volume. En terme de masse, cela représente, pour une poudre et un liant ayant des densités de 7,9 et 0,9 g/cm<sup>3</sup>, 92,9 % de poudre et 7,1 % de liant.

La quantité critique de poudre à introduire dans le mélange est un paramètre qui se détermine pour chaque formulation. Cependant, la quantité optimale de solide à apporter est, en pratique, plus faible que cette valeur critique. Le mélange a alors une viscosité suffisamment faible pour que le moulage par injection soit possible, mais possède des contacts particule-particule suffisamment bons pour assurer la conservation de la pièce durant le déliantage. Le léger excédent de liant fournit la lubrification nécessaire au moulage. A chaque apport de poudres correspond une densité de mélange  $\rho_M$ , fonction de la densité théorique de la poudre  $\rho_p$  et de celle du liant  $\rho_L$ , tant que l'on n'est pas aux conditions critiques.

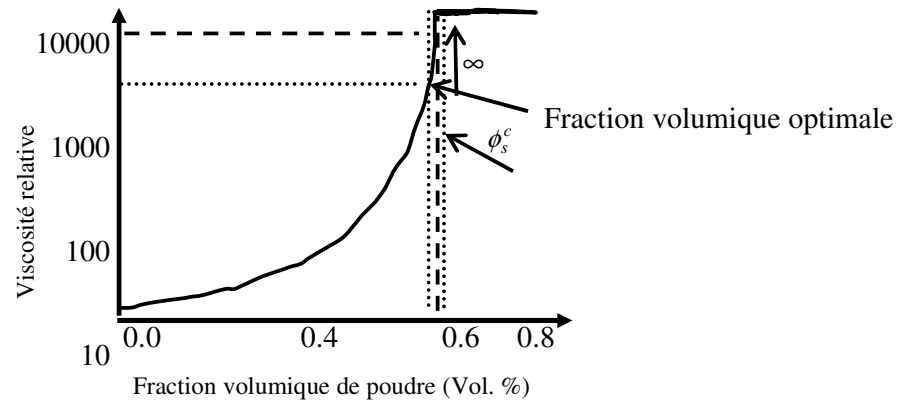
$$\rho_M = \Phi \rho_p + (1 - \Phi) \rho_L \quad (8)$$

où  $\Phi$  est le taux de charge en poudre (eq. 7).

Lorsque des vides sont présents dans le mélange, cette densité devient inférieure à la valeur donnée par l'équation (8). La fraction massique de poudres présente dans le mélange est la valeur la plus facilement mesurable lors de manipulations. Elle s'exprime par l'équation (9):

$$W_p = \frac{\rho_p \Phi}{\rho_p \Phi + \rho_L (1 - \Phi)} \quad (9)$$

De plus,  $W_L = 1 - W_p$ , la somme des fractions massiques de la poudre et du liant étant égale à l'unité. La fraction volumique critique de poudre  $\Phi_s^c$  dans le mélange peut être déterminée de manière expérimentale avec un rhéomètre capillaire. La viscosité croît exponentiellement au voisinage du chargement critique. La fraction volumique optimale de poudre  $\Phi_s$  est inférieure à cette valeur critique (Figure 20). La valeur de la viscosité est une fonction du taux de charge, de la morphologie et de la distribution des particules de poudres [GER 97].



**Figure 20. Influence du taux de charge de poudre sur la viscosité [BAR 05].**

## 3. Etat de l'art

---

### 3.1. Contexte économique et social

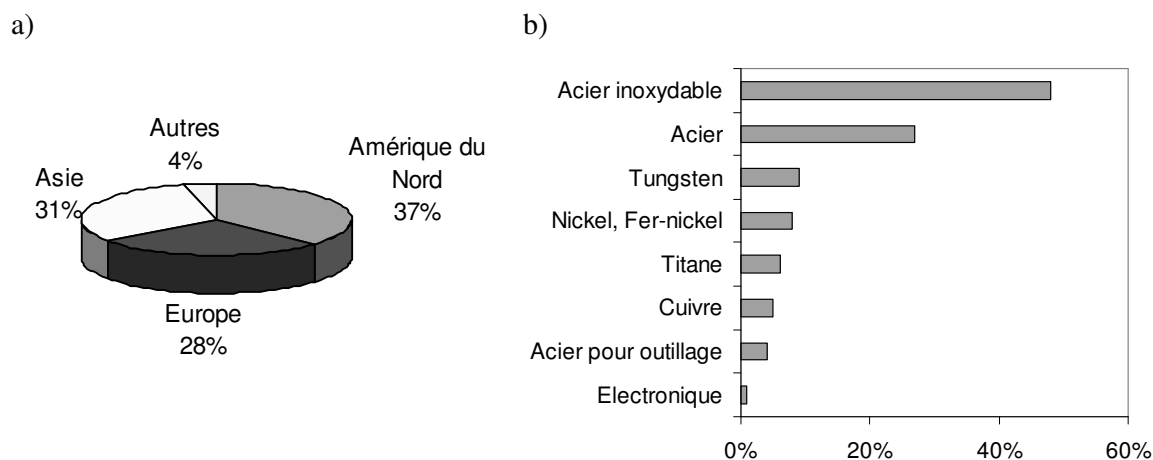
#### 3.1.1. Publications scientifiques et brevets associés au MIM

Au niveau scientifique, le moulage par injection métallique, et plus généralement le moulage par injection de poudres, ont été étudiés à partir des années 1970. Il existe seulement 10 publications avant 1970, 100 en 1980, tandis qu'à la fin 1999 plus de 1000 articles ont été publiés [GER 00 b]. Pendant les 8 dernières années, le nombre de publications atteint 3120 dont 1810 publications concernant le MIM. En 8 ans, le nombre de publications au niveau mondial a pratiquement triplé [GER 07]. La plupart des publications sont parues dans les journaux suivants : Journal of the Japan Society of Powder and Powder Metallurgy, Metal Powder Report, Powder Metallurgy, Powder Injection Moulding International, International Journal of Powder Metallurgy, Journal of the American Ceramic Society, Journal of Materials Science, Microsystems Technology, Journal of the European Ceramic Society. Certaines publications ou communications sont aussi issues des commissions thématiques européennes de l'EPMA ou de la commission française poudre et produits frittés SF2M/GFC. En 20 ans, le nombre de brevets spécifiques au MIM déposés aux USA est passé de 83 à 400 [GER 07].

#### 3.1.2. Aspects économiques et marchés associés au MIM

Au niveau américain, le procédé MIM fait intervenir plus de 330 sociétés industrielles, qui emploient environ 6000 personnes (Figure 21 a). Actuellement, il existe plus de 10 fournisseurs de mélanges MIM prêts à l'emploi et 30 producteurs de poudres au niveau mondial (Figure 21 b). La nuance de poudre métallique la plus utilisée est l'acier inoxydable qui représente 50 % des composants MIM; l'acier classique représente quand à lui 30 %. En 2008, l'ensemble des ventes de composants MIM au niveau mondial représente plus de 600 millions d'euros dont 37 % en Amérique, 28 % en Europe et 31 % en Asie. Ce secteur connaît une progression de l'ordre de 10 à 20 % par an suivant les pays [COR 03], alors que la métallurgie des poudres conventionnelle progresse généralement de 5 % par an. La croissance est continue au niveau mondial et dans les 5 ans à venir, les ventes pourront atteindre 3,5 milliards d'euros. Au niveau français la société la plus importante est la société Alliance, qui

génère un chiffre d'affaire annuel de 12,5 millions d'euros en progression de plus de 40 % sur les deux dernières années (2006-2007) et elle emploie actuellement plus de 100 personnes.



**Figure 21. a) Répartition mondiale des entreprises travaillant dans le domaine du MIM ; b) Matériaux utilisés dans le MIM [GER 08 a].**

## 3.2. Etat de l'art international

### 3.2.1. Les principaux centres de recherche mondiaux au niveau expérimental

Au niveau mondial, le principal centre de recherche, le plus avancé au niveau de la maîtrise technologique du procédé, est celui du Pr. R.M. German, situés d'abord à Penn State University, puis maintenant à Mississippi State University (USA) [GER 96][GER 97][GER 00]. En Europe, les quelques pilotes expérimentaux existant se trouvent dans de grands centres de micro-fabrication, tel que l'université de Cranfield (Dr. J. Alcock [ALC 99]), l'université de Delft (Dr. L. Kowalski [BIL 00][HAR 98][KOW 99]). En Allemagne, plusieurs centres se sont spécialisés dans l'élaboration de composants et micro-composants comme les Fraunhofer (FhG-IFAM: Dr. Fr. Petzoldt [PET 95]; FhG-IWM: Dr. T. Kraft [REI 04 b][KRA 04] ou l'IMT de Karlsruhe (Dr. V. Piottter, R. Ruprecht [ZEE 07]). En Angleterre, à l'université de Brunel, l'équipe du Pr. M.J. Edirisinghe s'est spécialisée dans l'élaboration des composants céramiques épais [SHA 95]. Quelques équipes se sont spécialisées dans l'une ou l'autre des étapes du procédé, par exemple la caractérisation du mélange et de ses constituants à l'université de Chalmers (Pr. L. Nyborg [NYB 98]), la modélisation de l'étape

de déliantage et de densification à l'université de Liège (Pr L. Froyen [FRO 92][OLE 97], Pr. Van der Biest O. [VAN 98]) et au Département MTM de l'université de KUL (Pr. Angermann H.H).

### **3.2.2. Principaux centres de recherche mondiaux au niveau de la simulation**

Contrairement à d'autres procédés de mise en forme tels que l'emboutissage, le forgeage, la fonderie ou l'injection des thermoplastiques, il n'existe pas pour le MIM de logiciel commercial d'utilisation courante. Pour les procédés d'injection des polymères ou polymères faiblement chargés, le logiciel commercial utilisé pour la simulation de l'injection des thermoplastiques le plus couramment utilisé est Moldflow<sup>®</sup>, mais il est difficile de prendre en compte les interactions entre les différentes phases du mélange MIM (poudres métalliques + liants). Les équipes de recherches les plus avancées en modélisation et simulation de l'étape de remplissage de poudres sont celles du Pr Hetu à IMI au Canada et celle du Pr. Gelin à Besançon. La première équipe modélise et simule le remplissage du moule en considérant une seule phase, en adaptant la loi visqueuse et les couplages thermiques pour les spécificités de ce mélange fortement chargés en poudres. Mais la rhéologie impose de sévères limitations pour le mélange fondu, induit des effets locaux tels que la séparation des liants et des poudres, qui sont difficilement pris en compte dans une conception à une seule phase de mélange. La seconde équipe, considère un écoulement spécifique pour le liant et les poudres avec un terme d'interaction entre les deux phases. Cette approche bi-phasique, développée depuis quelques années, a abouti au développement d'un logiciel spécifique FEAPim<sup>®</sup>. L'avantage de cette approche est de quantifier de manière prédictive l'évolution de la densité pour décrire et quantifier les phénomènes de ségrégation, correspondant à une accumulation locale de poudre.

### **3.2.3. Simulation de la phase de densification**

Les possibilités de simulations de la phase de densification ont été étudiées depuis plusieurs années, le Pr. R.M. German en retrace l'évolution depuis les années 1960 à nos jours [GER 96, GER 97]:

- 1960 à 1970: la modélisation concerne la croissance du col de densification entre deux particules sphériques soumis à diffusion,
- 1970 à 1980: l'introduction des calculs multi-mécaniques associés à un retrait uniaxial,

- 1980 à 1990: la prédiction de la densité dans le procédé de densification isostatique à chaud (procédé HIP),
- 1990 à 2000: l'utilisation de la mécanique des milieux continus et des simulations par éléments finis apparaissent pour la prédiction de l'évolution de forme et de la taille,
- 2000 à 2008: l'utilisation de nouvelles méthodes (intelligence artificielle, réseaux neuronaux...) se développe au niveau de la densification.

Différentes équipes de recherche, dirigées par les professeurs R.M. German, H. Riedel, D. Bouvard, E. Olevsky et J.C. Gelin se sont aussi intéressées à ces problèmes depuis plusieurs années [KRA 00][LAM 02][ZHA 02 a][OLE 00][ZAV 00][GEL 05 b]. Les gradients initiaux de poudres sont considérés comme étant les facteurs le plus importants contribuant aux distorsions. [ZHA 02 a] présente des résultats de simulation avec une densité homogène et hétérogène. T. Kraft et H. Riedel montrent un exemple où les distorsions et les gradients de densité initiale ont pu être compensés par la définition d'un nouvel outil de compactage [KRA 00]. Pour des composants MIM, les gradients de densité présents dans les composants sont causés par la ségrégation dans l'étape de moulage. Les simulations numériques basées sur une modélisation bi-phasique peuvent prédire ces gradients de densité, pouvant subséquemment être introduits dans des simulations de la phase de densification [BAR 02][BAR 03][GEL 05 b][SON 06][GEL 08].

### **3.3. Etat de l'art au niveau français**

Dans le domaine du MIM, quelques travaux ont été réalisés en France à partir des années 1985. Trois thèses de doctorats (Arnaud Poitou [POI 88] sur la modélisation, Agnès Manguin [MAN 92] sur le déliantage, Béatrice Lantéri [LAN 93] sur les ségrégations en MIM) ont été soutenues à l'Ecole des Mines de Paris. Un modèle rhéologique à deux champs de vitesse a été introduit par Arnaud Poitou à la fin des années 80 [POI 88]. Différentes modélisations et simulations de la phase de moulage utilisant un modèle bi-phasique ont été initiées et développées par O. Ghouati, M. Dutilly et J.C. Gelin au sein de l'équipe Modélisation et Mise en Forme des Matériaux du LMA (Besançon, équipe du Pr. J.C. Gelin) [DUT 98 a][DUT 98 b]. A cette époque, les premières validations sont réalisées à partir des résultats expérimentaux de la littérature. Dans la même équipe, entre 1998 et 2005, des modèles physiques et mécaniques associés à l'écoulement de polymères chargés en poudre ainsi que

les défauts pouvant survenir (ségrégation, effets de jets en parois [PIC 91]) ont été étudiés. Ces travaux originaux ont permis de développer le logiciel FeaPIM<sup>®</sup> qui permet la simulation du remplissage de moule en utilisant un modèle bi-phasique permettant la prédiction de la ségrégation [BAR 01]. De plus les modèles de densification par diffusion solide ont été analysés, formulés, complétés et identifiés [SON 06]. Enfin, une première chaîne numérique complète permettant l'optimisation du procédé a été développée, dans le cadre d'un projet national du RNTL (Optimat) entre 2002 et 2006 dans le cadre des travaux de thèse de G. Ayad [AYA 06].

En parallèle, l'équipe de recherche dirigée par le professeur D. Bouvard s'est intéressée à l'identification des termes de viscosité de la loi de comportement viscoplastique utilisée pour décrire la densification [LAM 02].

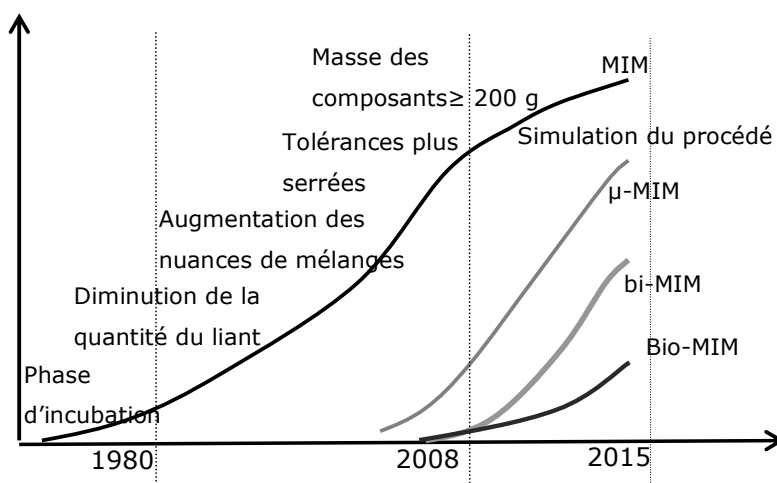
Quant au CEA LITEN Grenoble, il est actuellement impliqué dans plusieurs projets européens dont l'objectif est de caractériser les composants produits par MIM, de valider les simulations numériques réalisées dans le domaine de la fabrication de micro-composants multi-matériaux, en céramique pour des applications associées au stockage de l'énergie.

Afin de développer un mélange concurrentiel, plusieurs partenaires (Alliance, CEA, ECAM, Eurotungstène, Saint-Gobain, ...), se sont rassemblés dans le cadre d'un projet du pôle de compétitivité Plastipolis, projet BioPim labellisé et financé par la FUI et la région Rhône Alpes qui a pour objectif de développer et de commercialiser un mélange prêt à l'emploi avec des liants biodégradables pour différentes nuances de poudres.

Enfin d'un point de vue industriel, 4 sociétés industrielles françaises (Alliance, Hoptec-Groupe Comotec, Ets Aimé Griffond et Hardex) spécialisées dans le domaine des petites et moyennes séries, fabriquent actuellement des pièces MIM et CIM. Elles produisent des composants, destinés par exemple à l'horlogerie, la lunetterie, l'armement et le luxe, d'excellente qualité en termes de précision dimensionnelle, de densité finale, de nuances employées. Par rapport à la concurrence allemande ou autrichienne, ces entreprises françaises sont plus innovantes et plus performantes en termes de délais, de nuances employées. La société la plus innovante actuellement est Alliance qui met en place un processus de suivi et de contrôle des composants pour aboutir à une maîtrise parfaite des densités finales, des formes et des tolérances tout en réduisant la durée de développement et de mise au point des outillages.

### 3.4. Etat de l'art du micro-MIM

Depuis une vingtaine d'années, le procédé MIM a connu différentes ruptures technologiques, en ce qui concerne l'augmentation des nuances de matériaux employés, la précision et la masse des composants réalisés. A partir de 2005, trois procédés complémentaires apparaissent au niveau de la recherche technologique, il s'agit du Micro MIM et de la bi-injection en MIM (bi-injection de 2 matériaux par micro-MIM) et du Bio-MIM. La Figure 22 montre l'émergence du marché et les progrès technologiques du MIM comparés aux procédés micro-MIM, bi-MIM et Bio-MIM. Le développement industriel du MIM conventionnel a pris 30 ans depuis la phase d'incubation jusqu'à la phase de maturation.



**Figure 22. Evolution des marchés et développements technologiques associés pour les procédés MIM et micro-MIM.**

Actuellement le  $\mu$ -MIM est encore en cours d'incubation avec un développement parallèle pour le procédé bi- $\mu$ -MIM. L'Institut Fraunhofer, en Allemagne, travaille déjà activement dans le domaine du micro-moulage par injection de poudre notamment à travers un projet soutenu par le gouvernement allemand « Multifunctional materials for microparts by multi component powder injection molding ». Il existe déjà des applications industrielles pour ces deux procédés en ce qui concerne la réalisation de micro-composants, notamment de micro-composants avec des structurations de surface. Les nouveaux développements technologiques au niveau du micro-MIM sont également associés à des collaborations entre les universités et

l'industrie allemande (par exemple entre l'Université de Karlsruhe et la Société Arburg). Ainsi de nouveaux équipements de micro-moulage [KUK 01] sont apparus sur le marché. Parallèlement, de nouveaux moyens de fabrication et de micro-fabrication modernes (Micro Usinage Grande Vitesse, Micro fraisage dur, Electroérosion à fil ultra fin, ablation laser femto seconde, micro-texturation LIGA et LIGA UV) ont émergés. Pour remplir les micro-cavités, l'élaboration du mélange est réalisée en utilisant des poudres de plus en plus fines, microniques, submicroniques voire même nanométriques [OSA 03], ce qui pose encore différents problèmes.

### **3.5. Etat de l'art concernant les liants et les formulations**

#### **3.5.1. Choix des liants et additifs**

Le choix d'un système de liant est dicté par les deux critères fondamentaux suivants : conférer au mélange des propriétés d'écoulement correctes et pouvoir s'éliminer facilement sans dégradation de la pièce injectée. Les qualités requises pour un liant sont répertoriées ci dessous [GER 97] :

##### **Caractéristiques d'écoulement :**

- Viscosité du liant pur  $<10$  Pa.s à la température d'injection,
- Faible variation de la viscosité avec la température durant la phase d'injection,
- Rapide variation de la viscosité au refroidissement,
- Rigidité du mélange à température ambiante,
- Minimisation de la ségrégation poudre/liant et isotropie de l'écoulement.

##### **Propriétés de la formulation :**

- Bon mouillage et bonne adhérence liant-poudre,
- Pas de réactivité chimique liant-poudre et liant-matériel,
- Inertie chimique vis à vis de l'environnement,
- Stabilité durant le mélangeage et le moulage par injection.

##### **Déliantage :**

- Composition multiple pour étaler la plage d'élimination des produits volatils,
- Produits de décomposition ni toxiques ni corrosifs,

- Absence de résidus carbonés et de contamination de la poudre après déliantage,
- Décomposition à une température supérieure à celle de malaxage et d'injection,
- Absence de contraintes thermiques après moulage par injection,
- Solubilité dans des solvants usuels et peu contaminants.

#### **Mise en œuvre :**

- Prix modéré et disponibilité,
- Liant non polluant, recyclable si possible,
- Facilité de démoulage après injection – pouvoir lubrifiant,
- Conductivité thermique élevée,
- Faible coefficient d'expansion thermique du mélange,
- Pas de phénomènes d'orientation de chaînes lors de la mise en forme,
- Bonne résistance mécanique des pièces injectées.

Afin de répondre à ce cahier des charges, le liant est élaboré comme un mélange de plusieurs constituants dont chacun à un rôle précis :

- Le liant principal est le constituant majeur qui permet de donner une forme à la pièce lors de l'injection. En tant que « liant squelette » il assure la solidité du composant aussi longtemps que possible lors du déliantage et lui confère suffisamment de rigidité pour le rendre maniable avant frittage,
- Les liants secondaires ou plastifiants (cires, huiles) permettent de diminuer la viscosité du liant afin de favoriser l'injectabilité du mélange. Ils sont éliminés très tôt dans le cycle de déliantage,
- Les agents de surface ont des propriétés facilitant le mouillage de la poudre par le liant lors du mélangeage,
- Les lubrifiants favorisent le démoulage et protègent les équipements (pales de mélangeur, vis de la presse d'injection, parois des moules) des frottements agressifs du mélange poudre liant.

### **3.5.2. Types de poudre et de liants plastiques**

Le Tableau 6 relate les poudres les plus employées pour réaliser des mélanges MIM. Ces poudres sont principalement de type acier inoxydable ou magnétique et sont utilisées pour élaborer des mélanges MIM commerciaux ou par des centres de recherche.

**Tableau 6. Différents producteurs de poudres métalliques employées en MIM.**

| <b>Poudre</b> | <b>Granulométrie</b> | <b>Fournisseur</b>          | <b>Référence</b> |
|---------------|----------------------|-----------------------------|------------------|
| 316L          | 22 µm                | Sandvik Osprey <sup>®</sup> | [JOR 07]         |
| 316L          | 16 µm                | Sandvik Osprey <sup>®</sup> | [KUL 00]         |
| 316L          | 5 µm                 | Sandvik Osprey <sup>®</sup> | [QUI 08 a]       |
| Fe-Ni 0,8-1 % | -                    | BASF <sup>®</sup>           | [WOH 97]         |
| Fe-Ni 50%     | -                    | BASF <sup>®</sup>           | [DUA 06]         |
| Fe            | -                    | Höganäs <sup>®</sup>        | [SHO 07]         |

Il est à noter l'émergence de poudres fines d'aciers inoxydables. Par exemple, la société Sandvik Osprey<sup>®</sup> commercialise depuis l'automne 2008 des poudres sphériques d'acier inoxydable 316L de granulométrie inférieure à 5µm. Plusieurs équipes de recherche et de centres de recherche proposent de nouvelles formulations pour réaliser des mélanges avec des poudres de plus en plus fines. Quelques exemples de formulations de mélanges élaborés avec des poudres fines d'acier inoxydable 316L sont donnés :

- Poudre 316L (granulométrie 22µm) + PEG + PEW + SA [JOR 08],
- Poudre 316L (granulométrie 16µm) + PS + PP [ISM 08],
- Poudre 316L (granulométrie 10, 6 et 2,5µm) + PP + LLDPE [KEO 08].

Outre la réduction des granulométries des poudres, d'autres travaux de recherche sont réalisés sur les poudres et notamment l'équipe de recherche de M. T. Vieira, à l'université de Coimbra au Portugal, qui travaille actuellement sur le revêtement des poudres afin d'améliorer les écoulements des mélanges pendant les phases de mélangeage et d'injection [BAR 08] [VIE 08].

Le Tableau 7 liste les liants les plus couramment utilisés dans l'élaboration de mélange MIM à base des poudres d'aciers présentés dans le Tableau 6.

**Tableau 7. Différents liants employés en MIM.**

| <b>Liant</b>                 | <b>Caractéristique</b>    | <b>Référence</b> |
|------------------------------|---------------------------|------------------|
| Liant Primaire<br>(Polymère) | Polyéthylène (PE, PEBD)   | [GER 97]         |
|                              | Polypropylène (PP)        | [LIU 05]         |
| Liant secondaire             | Cire de Paraffine (PW)    | [DOB 05]         |
| Surfactant                   | Acide Stéarique (SA)      | [QUI 07]         |
|                              | Acide Oléique (OA)        | [GER 97]         |
| Plastifiant                  | Polyéthylène glycol (PEG) | [JOR 08]         |

Les formulations de mélange les plus utilisés actuellement sont des bases polyéthylènes, polystyrènes et polypropylènes. Ce sont essentiellement des polymères thermoplastiques. Les polymères à forts taux de cristallinité sont très rarement employés afin de limiter les retraits lors du moulage, les dilatations thermiques et les ramollissements lors du premier stade de déliantage. Le plus souvent, on emploie des mélanges de polymères dont certains sont amorphes.

### **3.5.3. Conclusions**

L'état de l'art, qui vient d'être présenté, montre que le procédé MIM est fortement développé aussi bien au niveau recherche qu'au niveau industriel, aboutissant à la commercialisation de composants métalliques, dans les domaines de l'automobile et de l'horlogerie notamment, pour des aciers inoxydables de type 304L et 316L avec des tailles centimétriques pour des granulométries standards de poudres de 16 et 22 $\mu$ m. Il montre aussi que les connaissances et les domaines d'applications sont relativement importants et variés. Néanmoins, certains domaines sont encore en phase de recherche et notamment le  $\mu$ -MIM. C'est pourquoi les travaux de thèse vont s'intéresser à ce procédé spécifique par l'intermédiaire du choix des poudres (faibles granulométries) mais aussi des équipements (presse de micro-injection) et des liants (formulation, viscosité).

## **Chapitre II**

# **Mélanges et Caractérisations**

## Sommaire

|      |                                                                                  |    |
|------|----------------------------------------------------------------------------------|----|
| 1.   | Caractéristiques des poudres et de liants .....                                  | 41 |
| 1.1. | Caractéristiques des poudres utilisées.....                                      | 41 |
| 1.2. | Formulations choisies.....                                                       | 43 |
| 1.3. | Propriétés des liants utilisés.....                                              | 45 |
| 1.4. | Introduction de l'étape de mélangeage .....                                      | 47 |
| 2.   | Equipements et essais de mélangeage .....                                        | 48 |
| 2.1. | Mélangeur à pales .....                                                          | 48 |
| 2.2. | Mélangeur bi-vis .....                                                           | 51 |
| 2.3. | Réalisation de mélanges et étude de l'influence des paramètres « procédé » ..... | 52 |
| 2.4. | Réalisation de mélange de poudres de fer avec le mélangeur bi-vis .....          | 58 |
| 3.   | Analyses rhéologiques .....                                                      | 61 |
| 3.1. | Introduction .....                                                               | 61 |
| 3.2. | Présentation du rhéomètre capillaire.....                                        | 61 |
| 3.3. | Mesures rhéologiques des liants utilisés dans la formulation 2.....              | 62 |
| 3.4. | Mesures rhéologiques des mélanges de poudres d'acier inoxydable.....             | 62 |
| 3.5. | Mesures rhéologiques des mélanges de poudres de fer et de fer/nickel .....       | 67 |
| 4.   | Conclusions .....                                                                | 70 |

# 1. Caractéristiques des poudres et de liants

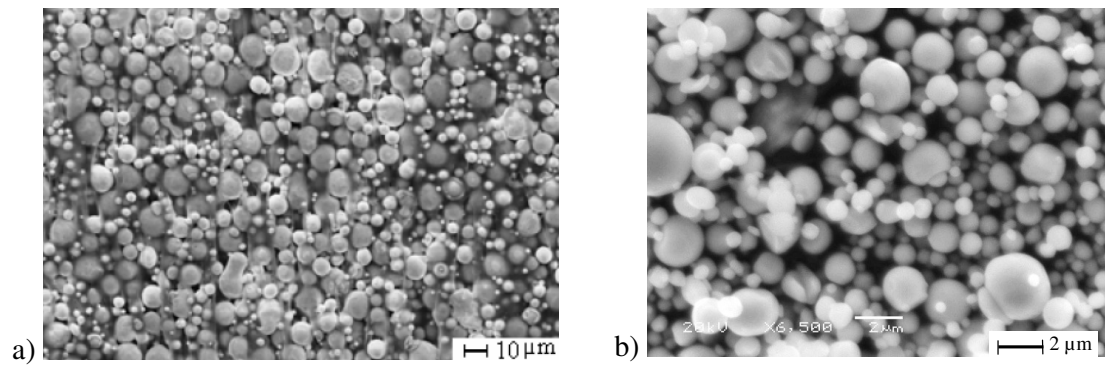
---

Pour l'étude expérimentale concernant le procédé MIM et plus précisément l'étape de mélangeage, deux nuances de poudres métalliques ont été utilisées : des poudres d'acier inoxydable 316L, de formes sphériques et de granulométrie 16  $\mu\text{m}$  et 5  $\mu\text{m}$  et des poudres de fer issues du recyclage d'oxyde de fer de granulométrie inférieure à 30  $\mu\text{m}$ . La première nuance et notamment la poudre d'acier inoxydable 16  $\mu\text{m}$  est actuellement la plus utilisée et documentée de la littérature, ce qui nous facilitera l'étude et la mise en place de cette étape de mélangeage au sein de notre équipe de recherche [GER 97] [HAR 97] [KUL 99 b] [KUL 00]. Cette nuance d'acier inoxydable 316 L est utilisée pour des applications dans les domaines de l'horlogerie, de la lunetterie,... [LIU 05]. La seconde nuance (fer) est en plein développement pour des applications magnétiques. Dans ce chapitre, le choix des formulations, ainsi que l'influence des quantités et la nature des liants, seront étudiées pour élaborer des mélanges de nuances d'aciers inoxydables 316L, de poudres de fer et fer/nickel. Les mélanges seront réalisés par différents procédés, puis testés et comparés à l'aide de mesures rhéologiques.

## 1.1. Caractéristiques des poudres utilisées

### 1.1.1. Poudres d'acier inoxydable 316L

Pour la réalisation des mélanges MIM et  $\mu\text{MIM}$ , deux poudres d'acier inoxydable 316L de granulométries différentes sont utilisées. Cette nuance d'acier est retenue pour pouvoir comparer les résultats obtenus au cours des différentes étapes du procédé MIM avec le mélange commercial réalisé par la société Advanced MetalWorking® (acier inoxydable 316L de granulométrie moyenne de 16  $\mu\text{m}$  chargé à 62 % de poudres en volume). Ces deux poudres d'acier inoxydable possèdent des formes sphériques. Leurs granulométries sont respectivement de 16  $\mu\text{m}$  et 5  $\mu\text{m}$  (Figure 23). La poudre possédant la granulométrie la plus élevée sert de poudre de référence pour les différentes phases du procédé MIM, alors que la poudre fine de 5  $\mu\text{m}$  est dédiée à la réalisation de micro-composants. Ces poudres sont fournies par la société Sandvik Osprey Powder Group®. Les caractéristiques des poudres employées sont indiquées dans le Tableau 8, leurs constitutions chimiques sont récapitulées au Tableau 9.



**Figure 23. Poudres d’acier inoxydable 316L de granulométrie 16  $\mu\text{m}$  (a) et 5  $\mu\text{m}$  (b) de forme sphérique.**

**Tableau 8. Caractéristiques des poudres d’acier inoxydable employées pour élaborer les mélanges MIM [HEA 04]**

| Poudre                            | Désignation | D <sub>10</sub> , $\mu\text{m}$ | D <sub>50</sub> , $\mu\text{m}$ | D <sub>90</sub> , $\mu\text{m}$ | Densité, $\text{g/cm}^3$ |
|-----------------------------------|-------------|---------------------------------|---------------------------------|---------------------------------|--------------------------|
| 16 $\mu\text{m}$                  | 316L Low Ni | 4,1                             | 10,5                            | 21,9                            | 7,9                      |
| 5 $\mu\text{m}$                   | 316L Low Ni | 1,8                             | 3,4                             | 6,0                             |                          |
| AMW <sup>®</sup> 16 $\mu\text{m}$ | 316 L       | -                               | -                               | -                               |                          |

**Tableau 9. Compositions chimiques des poudres d’acier inoxydable**

| Elément | Poudre du mélange AMW <sup>®</sup> | Poudre Inox 16 $\mu\text{m}$ | Poudre Inox 5 $\mu\text{m}$ |
|---------|------------------------------------|------------------------------|-----------------------------|
| Cr      | 16,9                               | 17,6                         | 17,4                        |
| Ni      | 10,8                               | 10,4                         | 10,9                        |
| Mo      | 2,10                               | 2,6                          | 2,5                         |
| Mn      | 1,14                               | 1,1                          | 1,2                         |
| Si      | 0,52                               | 0,36                         | 0,64                        |
| C       | 0,024                              | 0,022                        | 0,021                       |
| P       | 0,027                              | ...                          | 0,015                       |
| S       | 0,011                              | ...                          | 0,006                       |
| Fe      | Bal.                               | Bal.                         | Bal.                        |

### 1.1.2. Poudres de fer

Les poudres de fer pur sont fournies par la société Paul Wurth. Ces poudres sont fabriquées à partir d'oxyde de fer que l'on cherche à recycler, notamment en les utilisant pour des applications MIM. Après atomisation des oxydes de fer, les poudres obtenues ont été broyées et densifiées puis passivées avec du propylenglycol (PG). La granulométrie moyenne de ces lots de poudres est de 30µm pour des formes de type « agrégat ». Pour la réalisation des mélanges, ces poudres sont utilisées soit seules, soit avec des poudres de nickel pour réaliser soit des pièces densifiées en fer pur, soit des alliages fer/nickel. Ces alliages ont un taux de nickel par rapport au volume de poudres de 8 %. Ces poudres de fer sont élaborées dans un four de réduction, puis elles sont broyées et densifiées. La poudre de nickel, de granulométrie plus fine que les poudres de fer (<1,5 µm), est couramment utilisée dans l'industrie. Les caractéristiques de ces poudres sont indiquées dans le Tableau 10.

**Tableau 10. Caractéristiques des poudres de fer et de nickel.**

| Poudre | Désignation  | Granulométrie,<br>µm | Densité (vrac),<br>g/cm <sup>3</sup> | Densité,<br>g/cm <sup>3</sup> | Passivation<br>(agent organique) |
|--------|--------------|----------------------|--------------------------------------|-------------------------------|----------------------------------|
| Fe A   | Fer – Lot 5  | < 30 µm (99,4%)      | 1,95                                 | 7,8                           | 0,11 - 1,09                      |
| Fe B   | Fer – Lot 6  | < 30 µm              | 1,91                                 | 7,8                           | 0,19 - 0,51                      |
| Fe C   | Fer – Lot 7  | < 30 µm              | 2,02                                 | 7,8                           | 0,11 - 0,13                      |
| Ni     | Nickel Inco® | 0,8 à 1,5            | -                                    | 8,9                           | -                                |

## 1.2. Formulations choisies

### 1.2.1. Formulations des mélanges de poudres d'acier inoxydable

Des mélanges de poudres inox 16 et 5 µm ont été réalisés avec deux formulations différentes (Tableau 11). Ces mélanges sont chargés avec 60 % en volume de poudre et 40 % en volume de liant. Le choix de ces formulations, issues de la littérature, est du à la facilité de mélanger les constituants et d'obtenir un très bon écoulement du mélange, garantissant un taux de charge élevé [ANW 95][GER 97]. Elles sont également bien adaptées à l'injection de petits composants et au déliantage thermique.

**Tableau 11. Formulations choisies pour élaborer les mélanges (pourcentage en volume)**  
[GER 97]

| <b>Formulation</b> | <b>PEBD</b> | <b>PP</b> | <b>PW</b> | <b>SA</b> | <b>OA</b> |
|--------------------|-------------|-----------|-----------|-----------|-----------|
| Formulation 1      | 40 %        | -         | 60 %      | -         | -         |
| Formulation 2      | -           | 40 %      | 55 %      | 5 %       | -         |
| Formulation 3      | 94 %        | -         | -         | -         | 6 %       |

Les formulations proposées pour la préparation de mélanges MIM couplent l'utilisation de liant primaire, de liant secondaire et d'agents surfactants avec la poudre métallique. Ces différents liants ont chacun un rôle précis dans la constitution du mélange et influent sur les autres étapes du procédé MIM. Le liant primaire donne la cohésion entre les grains de poudre pendant l'étape de moulage par injection et permet de maintenir la forme du squelette de poudres à la fin de l'étape de déliantage jusqu'au début de l'étape de densification. Le liant secondaire diminue de manière significative la viscosité du mélange et a aussi pour rôle de convoier les particules de poudre dans le moule. Le surfactant facilite le mouillage de la poudre par le liant lors du mélange.

### **1.2.2. Formulations des mélanges de poudres de fer et de fer/nickel**

La forme des différentes poudres de fer fournies par la société Paul Wurth n'est pas particulièrement adaptée pour un mélange facile avec les liants, du fait de la morphologie de ces poudres. Des essais préliminaires ont été réalisés avec les trois formulations utilisées pour les mélanges de poudres d'acier inoxydable (Tableau 11). Ces essais ont montré que la formulation 2 semblait la plus adaptée pour la réalisation de mélanges avec les poudres de fer. Cette formulation a donc été retenue avec différents taux de charges volumique de poudres compris entre 55 % et 60 %. Ces différentes formulations permettent de réaliser plusieurs essais de mélange jusqu'à trouver le taux de charge le plus élevé compatible avec une coulabilité suffisante pour une injection convenable. Les formulations sont données dans le Tableau 12 et permettent la réalisation de mélanges de fer pur, ou de mélanges fer/nickel à 8 % en volume, avec différents taux de charge.

**Tableau 12. Proportions des mélanges avec la formulation 2 en fer et en fer/nickel (%-vol).**

| Taux de charge | Mélanges   | Fe, % | Ni, % | PP, % | PW, % | SA, % |
|----------------|------------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 50 %           | Fe 50 %    | 50    | -     | 20    | 27,5  | 2,5   |
|                | Fe/Ni 50 % | 46    | 4     | 20    | 27,5  | 2,5   |
| 55 %           | Fe 55 %    | 55    | -     | 18    | 24,75 | 2,25  |
|                | Fe/Ni 55 % | 50,6  | 4,4   | 18    | 24,75 | 2,25  |
| 60 %           | Fe 60 %    | 60    | -     | 16    | 22    | 2     |
|                | Fe/Ni 60 % | 55,2  | 4,8   | 16    | 22    | 2     |

### 1.3. Propriétés des liants utilisés

#### 1.3.1. Caractéristiques des liants

Les caractéristiques des liants utilisés pour la réalisation des mélanges MIM sont récapitulées dans le Tableau 13. Ces données permettent par la suite de préparer et d'élaborer des mélanges de poudres métalliques et de polymères à partir des proportions volumiques de chacun des constituants. Ces informations sont issues des données des fournisseurs et de la littérature [LIU 05] [DOB 05].

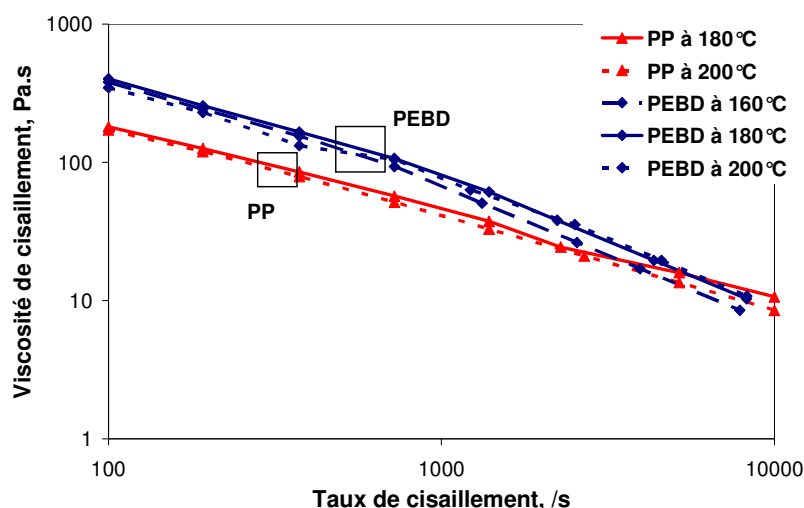
**Tableau 13. Caractéristiques des liants.**

| Liant                  | Forme     | Température de fusion, °C     | Densité,          |
|------------------------|-----------|-------------------------------|-------------------|
| Type de liant          |           | Température de mélangeage, °C | g/cm <sup>3</sup> |
| PEPB (polyéthylène)    | Poudre    | T <sub>f</sub> = 130 °C       | 0,91              |
| primaire               | (1000 µm) | T <sub>m</sub> = 140 °C       |                   |
| PP (polypropylène)     | Poudre    | T <sub>f</sub> = 140 °C       | 0,90              |
| primaire               | (500 µm)  | T <sub>m</sub> = 150 °C       |                   |
| PW (cire de paraffine) | Poudre    | T <sub>f</sub> = 58-60 °C     | 0,91              |
| secondaire             | (600 µm)  | T <sub>m</sub> = 60 °C        |                   |
| SA (acide stéarique)   | Poudre    | T <sub>f</sub> = 70,1 °C      | 0,94              |
| surfactant             |           | -                             |                   |
| OA (acide oléique)     | Liquide   | T <sub>f</sub> = 16,7 °C      | 0,91              |
| surfactant             |           | -                             |                   |

Le choix des formes des liants utilisés pour les mélanges est associé à la facilité de mélange. Les liants primaires (PE ou PEBD et PP), qui ont la température de fusion la plus élevée ( $>130^{\circ}\text{C}$ ), ont été choisis sous forme de poudre pour faciliter leur fusion. Des essais avec le mélangeur à pales et avec des liants sous forme de granulés, de tailles comprises entre 3 et 5 mm, ont montré que le temps de mélangeage est plus long et conduit à une homogénéité moins bonne.

### 1.3.2. Viscosité de cisaillement des liants primaires

Des mesures de viscosité de cisaillement ont été réalisées au laboratoire sur les liants primaires (PP et PEBD) utilisés pour les mélanges. Ces mesures permettent de comparer les viscosités entre les liants et donnent des indications pour pouvoir comparer des mélanges réalisés avec les différents liants primaires.

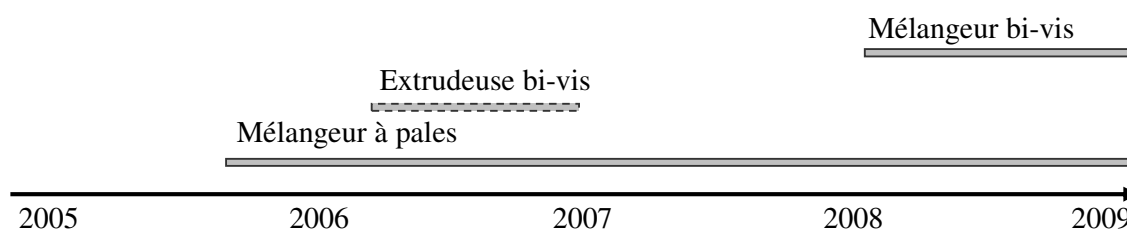


**Figure 24. Viscosité de cisaillement des liants primaires (PP et PEBD).**

Ces mesures montrent que ces deux liants primaires sont relativement insensibles aux variations de température. En effet, les valeurs de viscosité de cisaillement varient peu lorsque la température de mesure évolue (Figure 24). Par contre, le PP possède une viscosité de cisaillement inférieure au PEBD. Lorsque l'on sait que le liant primaire joue un rôle déterminant pour la viscosité de cisaillement finale du mélange, le choix de ce dernier et son pourcentage volumique sont donc très importants et doivent être définis correctement.

## 1.4. Introduction de l'étape de mélangeage

L'élaboration du mélange peut être effectuée avec 3 types d'équipements différents et complémentaires. La mise au point des mélanges, après le choix d'une formulation, est effectuée à l'aide d'un mélangeur à pales ou bi-vis. Le mélangeur bi-vis permet la réalisation de mélanges avec un taux de cisaillement plus élevé et un temps de maintien réduit par rapport aux mélangeurs à pales. D'un point de vue industriel, une fois que la formulation est établie et validée, la production du mélange est faite avec une extrudeuse bi-vis couplée avec différents doseurs et munie d'un granulateur en sortie de jonc. Ce dernier équipement assure l'homogénéité du lot la plus optimale. Dans le paragraphe suivant, les équipements de mélangeage mis en place seront présentés (mélangeur à pales et bi-vis) et les méthodologies de mélangeage seront décrites pour différents mélanges réalisés. Une chronologie des équipements, testés et mis en place au sein de l'équipe de recherche, est présentée par la Figure 25.



**Figure 25. Chronologie des différents procédés de mélangeage disponibles dans l'équipe de recherche.**

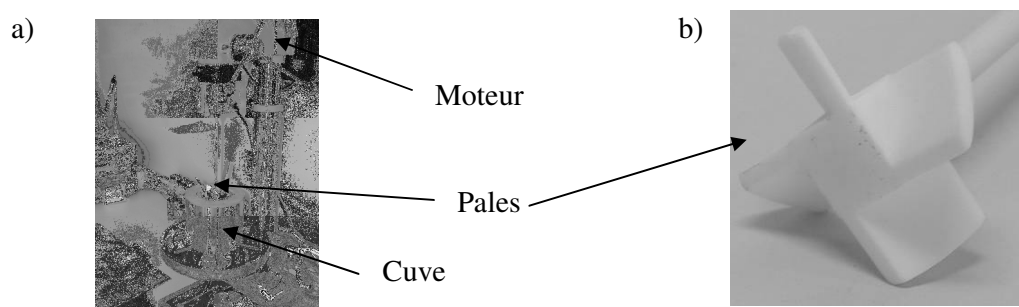
## 2. Equipements et essais de mélangeage

---

### 2.1. Mélangeur à pales

#### 2.1.1. Présentation de l'équipement

Les premiers mélanges MIM élaborés avec les poudres d'acier inoxydable et les poudres de fer ont été réalisés avec un mélangeur à pales (Figure 26). Cet équipement a été conçu et réalisé au sein du laboratoire. La cuve du mélangeur est chauffée à l'aide de cartouches chauffantes et est régulée par une sonde platine pilotée en température par un thermorégulateur. Le rotor est constitué de quatre pales inclinées avec un angle de  $45^\circ$  et revêtues de téflon. Le rotor est mis en rotation par l'intermédiaire d'un moteur électrique, à une vitesse fixe de 180 tr/min.



**Figure 26. a) Mélangeur à pales pour la réalisation des mélanges MIM ; b) Pales utilisées avec le mélangeur.**

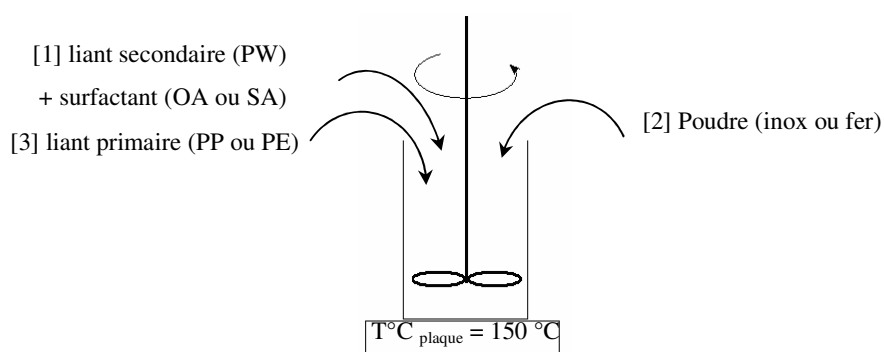
#### 2.1.2. Procédure de mélangeage dans le mélangeur à pales

La procédure de mélangeage se déroule suivant plusieurs étapes. A noter en premier lieu que pour les mélanges de fer/nickel, les poudres de fer et de nickel sont pré-mélangées dans un turbula avec des billes d'acier pendant 2 heures pour obtenir un mélange homogène. D'abord, la cuve du mélangeur est préchauffée à  $150^\circ\text{C}$ . Le choix de la température de mélangeage dépend principalement du liant primaire (polypropylène ou polyéthylène) car il est nécessaire que ce liant soit à l'état liquide. Une température supérieure aux températures de fusion de ces liants ( $130^\circ\text{C}$  et  $140^\circ\text{C}$ ) est donc nécessaire. La procédure se déroule suivant les étapes suivantes :

[1] Le liant secondaire (Cire de Paraffine, PW) et/ou le surfactant (acide stéarique, SA) sont introduits en premiers dans la cuve car ces liants ont un point de fusion relativement bas ( $< 70^{\circ}\text{C}$ ).

[2] Lorsque le liant secondaire et/ou le surfactant sont à l'état liquide, la poudre est versée petit à petit dans la cuve afin qu'elle se mélange correctement avec les liants (pour éviter des agglomérats de poudres) et puisse favoriser le rôle du surfactant (mouillage de la poudre).

[3] Lorsque la poudre est totalement introduite, le liant primaire (polypropylène ou polyéthylène) est introduit dans le mélangeur pour former un mélange à l'état visqueux qui se solidifiera ensuite à température ambiante lorsqu'il sera sorti du bécher. Les différents constituants sont mélangés pendant une durée de 20 minutes minimum. Il est important d'introduire le liant primaire à la fin de l'opération pour éviter que la viscosité du mélange soit trop élevée et que le mélange soit hétérogène. A noter également que le faible couple du rotor ne permet pas de malaxer correctement le mélange lorsqu'il est à l'état de pâte visqueuse. C'est pourquoi le mélange est préalablement introduit dans le rhéomètre capillaire pour augmenter son homogénéité. La pâte est ensuite broyée dans un broyeur équipé d'une grille de 2 mm pour transformer la pâte en granulés.



**Figure 27. Procédure de mélangeage avec le mélangeur à pales.**

### **2.1.3. Essais de mélangeage avec le mélangeur à pales**

#### **2.1.3.1. Mélanges de poudres d'acier inoxydable réalisés avec le mélangeur à pales**

Un récapitulatif détaillé de tous les essais de mélanges réalisés avec les poudres d'acier inoxydable  $5\mu\text{m}$  et  $16\mu\text{m}$ , et avec différentes formulations est indiqué dans le Tableau 14. Ces mélanges ont été réalisés avec la même pale et à la même température de mélangeage ( $160^{\circ}\text{C}$ ).

Ils ont été réalisés avec la formulation 2 chargée à 60 % en volume de poudre. Pour chaque mélange réalisé, un indice de faisabilité est indiqué : (–), (+) et (++). L'indice (–) correspond à un mélange entre la poudre et les liants difficile, l'indice (+) est utilisé lorsque le mélange obtenu est sous la forme d'une pâte très visqueuse et l'indice (++) indique un mélange très fluide. Cet indice montre la facilité avec laquelle la poudre peut se mélanger avec les liants.

**Tableau 14. Récapitulatif des essais de mélanges réalisés avec les poudres d'acier inoxydable 5 µm et 16 µm avec la formulation 2, poudres chargées à 60 %vol**

| Poudre    | Formulation 1 | Formulation 2 | Formulation 3 |
|-----------|---------------|---------------|---------------|
| Inox 16µm | +             | ++            | +             |
| Inox 5µm  | +             | ++            | +             |

Légende : – Mélangeage difficile ; + Pâte visqueuse ; ++ Mélange très fluide.

Les mélanges réalisés avec le mélangeur à pales montrent que les poudres et les liants sont plus faciles à mélanger avec la formulation 2 qu'avec les deux autres formulations. Ce résultat se répète indépendamment de la poudre d'acier inoxydable utilisée.

### 2.1.3.2. Mélanges de poudres de fer et de fer /nickel réalisés avec le mélangeur à pales

Un récapitulatif détaillé de tous les essais de mélanges réalisés avec les trois lots de poudres de fer Paul Wurth, avec ou sans nickel à 8 %, élaborés avec la formulation 2 à différents taux de charges (de 50 % à 60 % en volume de poudre), est donné dans le Tableau 15. Ces mélanges ont tous été réalisés avec les mêmes pales dans le mélangeur, à une température de 160°C. Pour chaque mélange réalisé, un indice de faisabilité est indiqué : (–), (+) ou (++). Ces essais montrent que pour un même taux de charge, notamment pour un taux de charge de 55 % en volume de poudre, la poudre de fer B est celle qui se mélange le plus facilement avec les liants.

**Tableau 15. Récapitulatif des essais de mélanges réalisés avec les poudres de fer et fer/nickel à 8 %**

| Mélange   | Poudre Fe A | Poudre Fe B | Poudre Fe C |
|-----------|-------------|-------------|-------------|
| Fe 50%    | ++          |             |             |
| Fe 55%    | +           | ++          | +           |
| Fe 58%    |             | +           |             |
| Fe 60%    | –           | +           | +           |
| Fe/Ni 55% | +           | ++          |             |
| Fe/Ni 60% |             | +           |             |

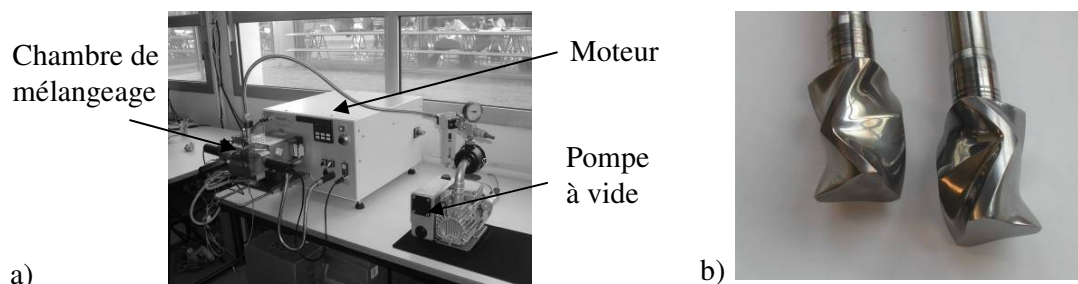
Légende: – Mélangeage difficile ; + Pâte visqueuse ; ++ Mélange très fluide.

## 2.2. Mélangeur bi-vis

### 2.2.1. Présentation du mélangeur bi-vis Brabender ®

Un mélangeur bi-vis a été mis en place au sein de l'équipe de recherche, dans l'optique de réaliser des mélanges MIM homogènes et possédant des taux de charge élevés (Figure 28). En effet, le mélangeur à pales est limité en couple par son rotor, ce qui ne permet pas de mélanger de manière homogène des mélanges à fort taux de charge en poudres. Cette problématique est résolue grâce au mélangeur bi-vis Brabender®. Ce mélangeur est constitué de deux vis contrarotatives, dont la conception est spécialement adaptée au mélangeage de polymères fortement chargés en poudres. Ces deux vis peuvent tourner jusqu'à une vitesse de 120 tr/min pour un couple maximum de 150 N.m. Les deux vis se situent à l'intérieur d'une enceinte thermo-régulée avec une température maximale de 500°C. Le volume de la chambre est de 55 cm<sup>3</sup>, tandis que le volume utile est de 40 cm<sup>3</sup>, soit un remplissage maximal de 70 %. De plus, le mélangeur bi-vis permet de mesurer en temps réel le couple de mélangeage et la température du mélange. Il permet aussi de piloter la température et la vitesse de rotation pendant les essais. Ces données fournissent des indications sur le taux de charge maximum possible pour un mélange, et sur le temps de mélangeage nécessaire pour obtenir un mélange parfaitement homogène. Cet équipement est utilisé par d'autres centres de recherche pour élaborer et mettre au point des mélanges MIM [JOR 07]. Mais les méthodologies restent des

savoirs faire internes et doivent être développées et adaptées en fonction des poudres et des formulations des liants.



**Figure 28. a) Mélangeur bi-vis Brabender® de type Plastograph EC W50EHT, avec pompe à vide ; b) Vis de malaxage.**

### **2.2.2. Procédure de mélangeage avec le mélangeur bi-vis Brabender®**

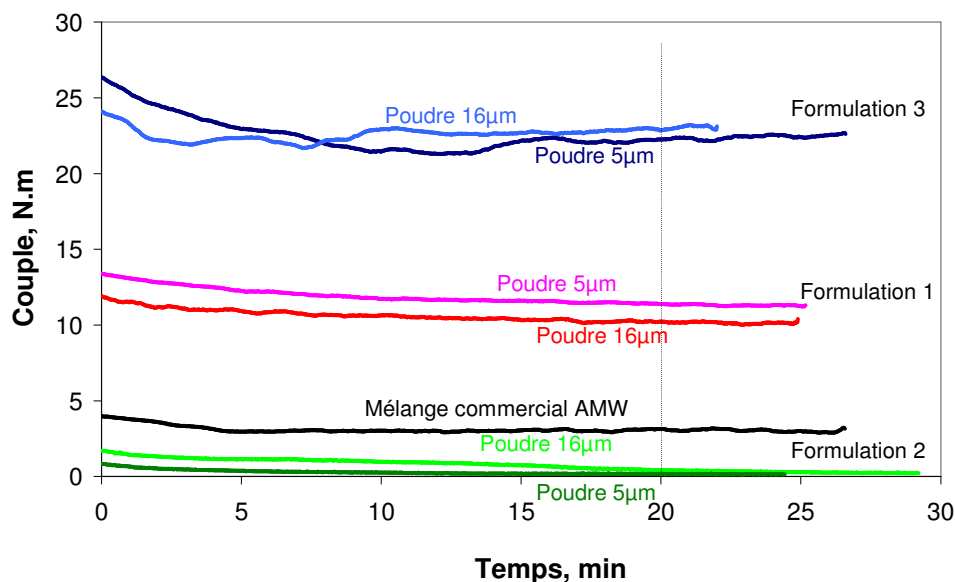
Plusieurs paramètres sont à définir pour réaliser un essai de mélangeage : la température, la vitesse de rotation des vis et la masse de matière à mélanger. La mise en rotation se fait depuis la machine. La matière est pré-mélangée à froid (poudre + liants) et introduite dans le mélangeur, soit par l'intermédiaire d'un poussoir relié à un bras de levier, soit avec une trémie, possédant un poussoir pouvant être chargé avec une masse de 5kg. Le logiciel mesure en temps réel la température à l'intérieur de la chambre et le couple de mélangeage de la matière. Il permet également de lancer le chauffage du mélangeur bi-vis.

## **2.3. Réalisation de mélanges et étude de l'influence des paramètres « procédé »**

### **2.3.1. Comparaison des formulations pour les mélanges de poudres d'acier inoxydable**

Des mélanges ont été réalisés, avec le mélangeur Brabender®, avec différentes formulations décrites au Tableau 11. Les premiers jeux de paramètres fixés pour comparer les trois formulations sont : une température de mélangeage de 160°C, une vitesse de rotation des vis de 30 tr/min pendant 20 min et un volume de matière de l'ordre 35 cm<sup>3</sup>. Le couple de mélangeage est mesuré en temps réel pour chaque essai. Le temps 0 minute correspond au fait que le mélange commence à avoir une courbe de couple relativement linéaire (Figure 29).

Cette méthode permet de ne pas prendre en compte le temps mis pour remplir la chambre et la manière de la remplir (plus ou moins rapidement) et supprime donc les pics de pression liés au remplissage de la chambre avec une matière non homogène et à température ambiante.



**Figure 29. Comparaison des couples de mélangeage pour des mélanges de poudres inox de 5 µm et 16 µm, en fonction de paramètres initiaux.**

Les mesures des six couples de mélangeage sont comparées avec la mesure du couple du mélange commercial AMW<sup>®</sup>, chargé en poudres à 62 % en volume, choisi comme référence. En effet, ce mélange a été introduit dans le mélangeur et malaxé avec les mêmes paramètres d'essais que pour les mélanges de poudres d'acier inoxydable 5 µm et 16 µm (Figure 29). Les mesures ne montrent pas une tendance nette entre les couples mesurés pour les mélanges de poudres inox 5 µm et 16 µm réalisés avec les mêmes formulations. En effet, quelle que soit la poudre d'acier inoxydable utilisée, les couples de mélangeage pour une même formulation sont relativement proches (Figure 29). Ensuite, les mesures montrent que pour la formulation 2, le couple de mélangeage est nettement inférieur à celui mesuré pour les deux autres formulations (1 et 3) alors que la température de mélangeage utilisée est plus basse (160°C contre 165°C, 183°C ou 193°C en fonction de la poudre, Tableau 16). De plus, ces valeurs de couple sont inférieures aux valeurs de couple du mélange de référence (mélange commercial AMW<sup>®</sup>). Ces différences de couple entre les différentes formulations proviennent du liant primaire utilisé (PP ou PEPB) et de la proportion de ces liants dans les mélanges. En effet, la

formulation 3 est celle qui utilise le liant primaire en plus grande quantité (94 % en volume) alors que les formulations 1 et 2 n'ont que 40 %vol en proportion de liant primaire.

**Tableau 16. Récapitulatif des couples de mélangeage obtenus pour différents mélanges réalisés en fonction des formulations et correspondant à un temps de mélangeage de 20 minutes.**

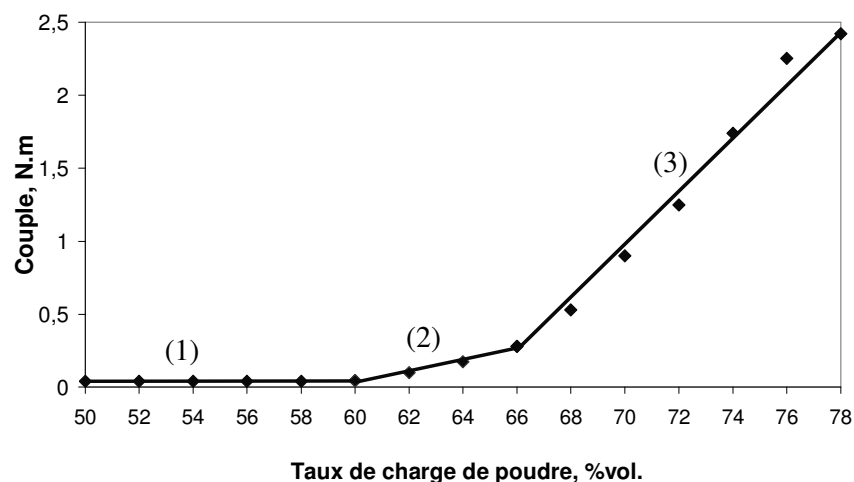
| <b>Poudre</b>    | <b>Formulation</b> | <b>Température, °C</b> | <b>Couple, N.m</b> |
|------------------|--------------------|------------------------|--------------------|
| AMW <sup>®</sup> | Commercial         | 160                    | 3,1                |
|                  | Formulation 1      | 165                    | 10,2               |
| Inox 16µm        | Formulation 2      | 160                    | 0,15               |
|                  | Formulation 3      | 193                    | 22,9               |
| Inox 5µm         | Formulation 1      | 165                    | 10,2               |
|                  | Formulation 2      | 160                    | 0,35               |
|                  | Formulation 3      | 183                    | 22,3               |

Au vu de ses faibles valeurs de couple de mélangeage, notamment inférieure aux valeurs de couple d'un mélange injectable (mélange AMW<sup>®</sup>), la formulation 2 est retenue pour la suite des travaux et notamment pour l'injection de composants avec les poudres d'acier inoxydable 16µm et 5µm.

### **2.3.2. Influence du taux de charge de poudre sur le couple de mélangeage.**

Des mélanges ont été réalisés, avec le mélangeur Brabender<sup>®</sup>, pour la poudre d'acier inoxydable 5µm, en utilisant la formulation 2 à différents taux de charge (de 50 à 78 %). Ces mélanges sont élaborés en continu par rajouts successifs de poudres dans le mélangeur pour augmenter le taux de charge [BAR 08], à 160°C et avec une vitesse de rotation des vis de 30 tr/min. La courbe d'évolution du couple en fonction du taux de charge de poudres est relatée par la Figure 30. Cette courbe montre trois phases : (1) une augmentation lente du couple jusqu'à une valeur de 60 %, (2) une augmentation progressive du couple entre 60 et 66 % et finalement (3) une augmentation très importante du couple lorsque le taux de charge dépasse une valeur de 66 %. Ces résultats montrent donc une zone de taux de charge critique, pour réaliser des mélanges, située entre 60 et 66 %. Dans la suite des travaux, le taux de charge de

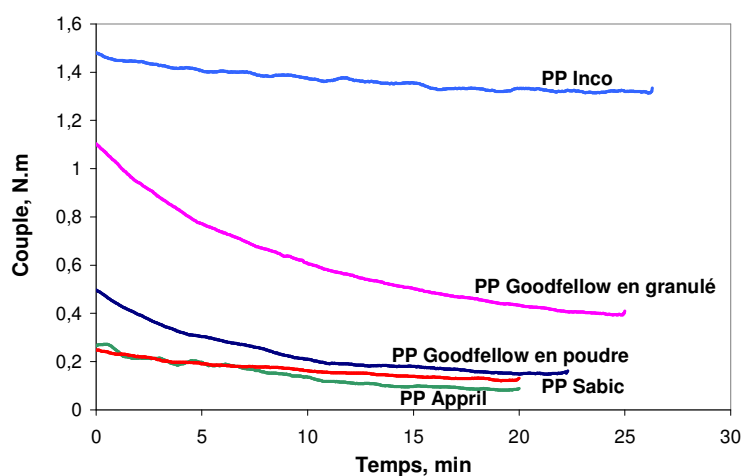
60 % est retenu dans le but de faciliter l'étape d'injection et de pouvoir comparer les résultats avec la littérature, où cette valeur de taux de charge est très couramment utilisée.



**Figure 30. Evolution du couple de mélangeage en fonction du taux de charge de poudres d'acier inoxydable 5 µm avec la formulation 2.**

### 2.3.3. Influence de la forme et de la viscosité du polypropylène sur le couple de mélangeage

Des mélanges ont été réalisés, grâce au mélangeur Brabender®, avec la poudre d'acier inoxydable 16µm et la formulation 2, à 160°C et à une vitesse de 30 tr/min pendant 20 minutes (Figure 31).



**Figure 31. Couples de mélangeage correspondant à différents polypropylènes pour des mélanges de poudres inox 16µm avec la formulation 2.**

Pour chaque mélange, un polypropylène différent est utilisé sous forme de granulés ou de poudres, de marques et de granulométries spécifiques. Le but de cette étude est de mettre en évidence l'influence du choix du liant, et notamment du liant primaire, sur le couple de mélangeage.

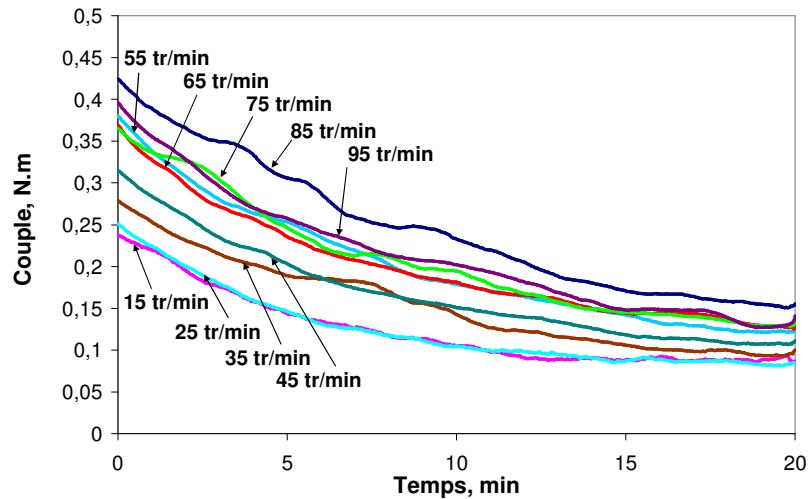
**Tableau 17. Influence du polypropylène sur le couple de mélangeage de poudres inox 16µm avec la formulation 2**

| Polypropylène           | Forme           | Température, °C | Temps, min | Couple, N.m |
|-------------------------|-----------------|-----------------|------------|-------------|
| Goodfellow <sup>®</sup> | Poudre (500 µm) | 160°C           | 20         | 0,15        |
| Goodfellow <sup>®</sup> | Granulé         |                 |            | 0,43        |
| APPRIL <sup>®</sup>     | Granulé         |                 |            | 0,09        |
| SABIC <sup>®</sup>      | Granulé         |                 |            | 0,13        |
| Inco <sup>®</sup> collé | Poudre (200 µm) |                 |            | 1,33        |

Les mesures de couples de mélangeage (Tableau 17) montrent que les polypropylènes Goodfellow<sup>®</sup> en poudre, Sabic<sup>®</sup> et Appril<sup>®</sup> donnent des résultats du même ordre. Par contre, le polypropylène Goodfellow<sup>®</sup> en granulé et le polypropylène Inco<sup>®</sup> induisent des couples de mélangeage plus importants que pour les trois premiers cités. Ces mesures valident bien le fait que le choix du liant primaire pour le mélange conduit à des valeurs de couple de mélangeage différentes et donc à des viscosités de mélanges différents.

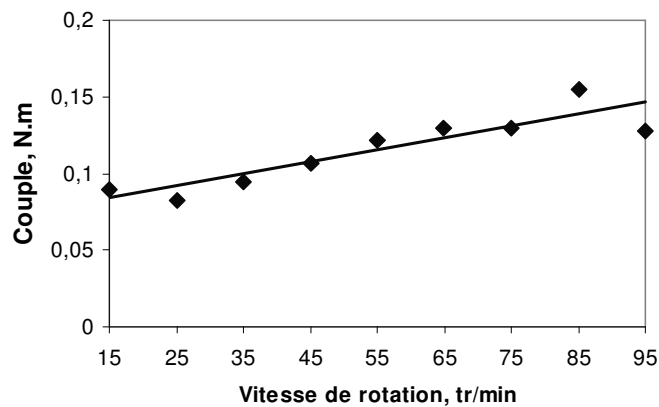
#### **2.3.4. Influence de la vitesse sur le couple de mélangeage.**

Des mélanges ont été réalisés, avec le mélangeur Brabender<sup>®</sup>, en utilisant la formulation 2 et la poudre d'acier inoxydable 16 µm (taux de charges de 60 %), pour différentes vitesses de rotation. Ces vitesses de rotation des vis sont comprises entre 15 à 95 tr/min, et correspondent à la gamme complète de vitesses disponible pour le mélangeur bi-vis. Le mélangeage est réalisé à 160°C pendant 20 min. Le couple de mélangeage est mesuré en temps réel pour chaque essai (Figure 32).



**Figure 32. Comparaison des couples de mélangeage mesurés pour différentes vitesses de rotation des vis (poudres d'inox 16  $\mu$ m avec la formulation 2).**

Ces mesures du couple de mélangeage pour différentes vitesses de rotation des vis montrent qu'il augmente lorsque la vitesse de mélangeage augmente (Figure 33). Lorsque la vitesse de rotation augmente, le mélange dans la cuve du mélangeur bi-vis est soumis à un cisaillement croissant, et donc le taux de cisaillement augmente.



**Figure 33. Evolution du couple de mélangeage en fonction de la vitesse de rotation des vis pour des mélanges de poudres d'inox 16  $\mu$ m avec la formulation 2.**

La vitesse de mélangeage pourra donc être choisie en faisant un compromis entre une faible valeur de couple (faible vitesse) et une bonne homogénéité du mélange (nombre important de

tours de vis), le tout en gardant un temps de mélangeage pas trop important (< 40 min) pour éviter de dégrader les liants.

## 2.4. Réalisation de mélange de poudres de fer avec le mélangeur bi-vis

### 2.4.1. Mélanges de poudres de fer B

Des mélanges de poudre de fer B ont été réalisés avec la formulation 2, chargée à 55 et 58 % (Figure 34). Le couple de mélangeage a été mesuré en temps réel pendant les essais de mélangeage. Le pic de couple observé pour la courbe « 55 % » est du à une introduction trop rapide des composants du mélange. Les courbes d'évolution des couples montrent qu'après 30 minutes de mélangeage, le couple final est plus élevé pour un mélange chargé à 58 % que pour un mélange chargé à 55 %. Il atteint une valeur d'environ 2,5 N.m. La presse Arburg®, disponible à l'ENSM, est équipée d'une vis résistant seulement à un couple de 3 N.m. Pour cette raison, des mélanges chargés à plus de 58 % n'ont pas été élaborés.

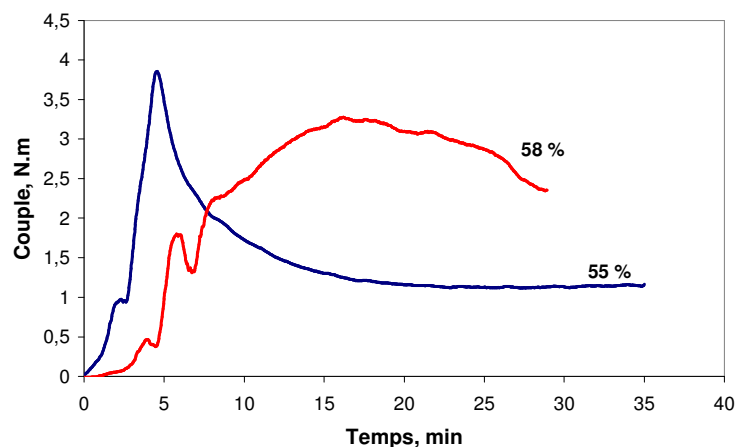
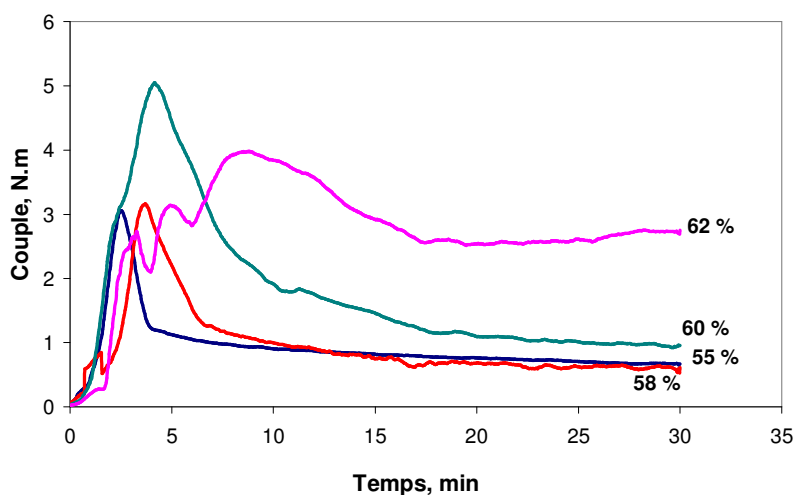


Figure 34. Couples de mélangeage mesurés lors de la réalisation de mélanges de poudres de fer B, élaborés avec la formulation 2 avec différents taux de charge.

### 2.4.2. Mélanges de poudres de fer C

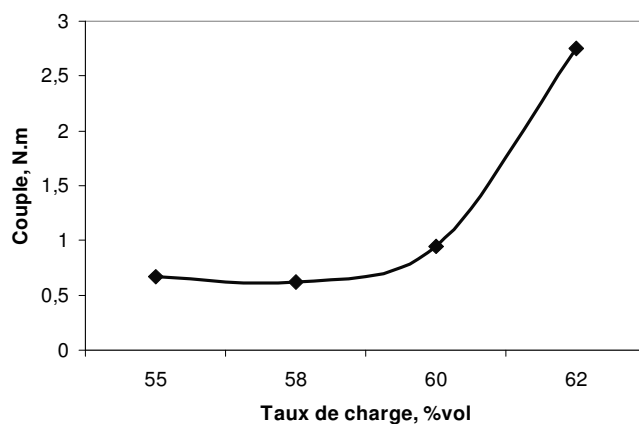
Des mélanges ont été réalisés avec de la poudre de fer C, élaborés avec la formulation 2 chargée à 55, 58, 60 et 62 % (Figure 35). Le couple de mélangeage a été mesuré pendant les

essais de mélangeage. Les valeurs de couple retenues sont celles obtenues après 30 minutes de mélangeage (Figure 36).



**Figure 35. Couples de mélangeage mesurés lors de la réalisation de mélanges de poudres de fer C, élaborés avec la formulation 2 avec différents taux de charge.**

La courbe d'évolution du couple de mélangeage, en fonction du taux de charge en poudres dans les mélanges, montre que le couple de mélangeage croît lorsque le taux de charge augmente. Cette augmentation évolue exponentiellement à partir d'un taux de charge en poudres de 60 % en volume (Figure 36). Cette valeur de 60 % peut donc être considérée comme le taux de charge critique de poudres pour la réalisation d'un mélange de poudres de fer C.

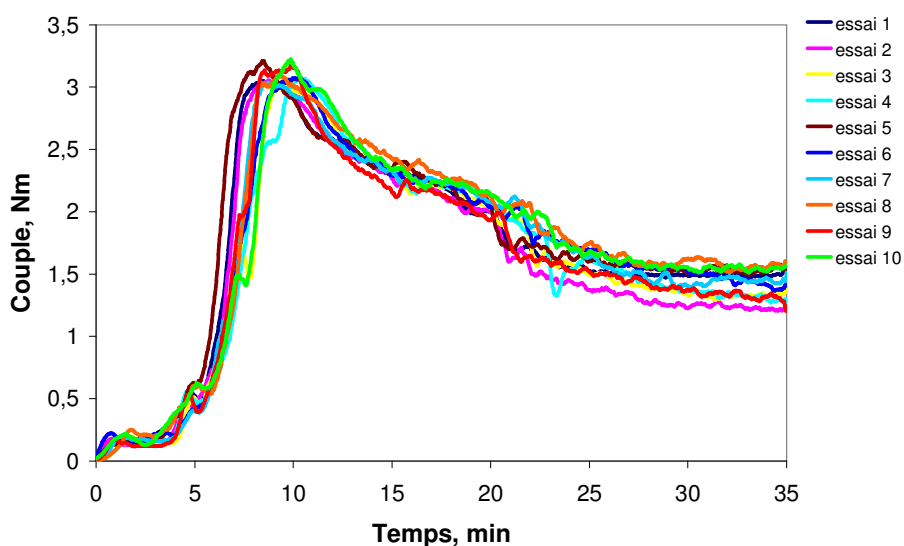


**Figure 36. Evolution du couple de mélangeage en fonction du taux de charge en poudres de fer C pour la formulation 2.**

### 2.4.3. Reproductibilité des mélanges de poudres de fer C

Dix mélanges de 120g chacun ont été réalisés avec de la poudre de fer C, élaborés avec la formulation 2 chargée à 60 % (Figure 37). Les mélanges ont été réalisés à une température de 170°C et une vitesse de rotation de vis de 30 tr/min. Le couple de mélangeage a été mesuré pour chaque essai.

Ces mesures ont été réalisées dans le but de déterminer la reproductibilité des mesures et donc la reproductibilité des mélanges. En effet, l'objectif est de déterminer si tous les mélanges, réalisés dans les mêmes conditions (poudres, formulation, température,...), sont identiques et donc mélangeables entre eux pour réaliser un lot important de mélanges (ici 1,2 kg de matière) dans l'objectif d'injecter des composants de plus grosses tailles de type éprouvettes de traction de 80 mm de long ou prothèse de hanche de forme 3D de longueur 120 mm et possédant une masse d'environ 75 g.



**Figure 37. Reproductibilité des couples de mélangeage mesurés lors de la réalisation de mélanges de poudres de fer C élaborés avec la formulation 2 à 60 %.**

Les valeurs de couple de mélangeage, mesurées après 35 minutes, pour les 10 mélanges de poudres de fer C chargées à 60 % sont comprises entre 1,2 N.m et 1,6 N.m. L'écart maximal par rapport à la valeur moyenne est de l'ordre de 15 %. La reproductibilité des mélanges est donc satisfaisante et montre la stabilité du mélangeur bi-vis. Les différents mélanges ont été associés puis broyés pour aboutir à un lot injectable et homogène de plus de 1 kg de mélange.

### 3. Analyses rhéologiques

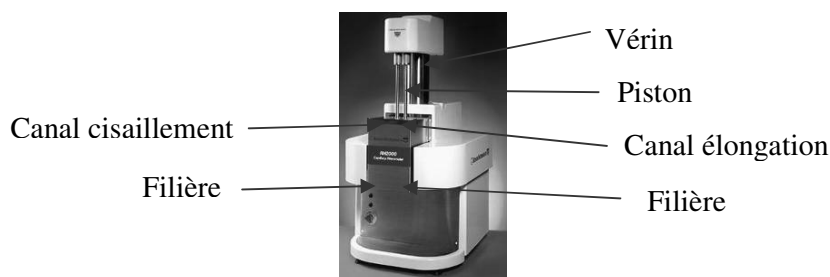
---

#### 3.1. Introduction

Des mesures rhéologiques ont été réalisées sur les mélanges MIM élaborés en interne avec les poudres d'acier inoxydable et les poudres de fer. Ces mesures ont pour objectif de caractériser la viscosité des mélanges et plus précisément la viscosité de cisaillement. Ces mesures rhéologiques sont effectuées avec un rhéomètre capillaire. Les températures de mesures sont de l'ordre de 160°C à 200°C. Ces températures correspondent à la température de mélangeage (160°C) et aux températures imposées lors de l'étape d'injection (180-200°C).

#### 3.2. Présentation du rhéomètre capillaire

Le rhéomètre utilisé pour les essais est un rhéomètre bi-canaux (cisaillement et élongation), de force de poussée maximale du vérin de 200 kN, et de température maximale de 500°C (Figure 38). Les essais sont limités à la mesure de la viscosité de cisaillement à cause des faibles lots de mélange réalisés (50 à 100g) qui ne permettent pas de remplir les deux canaux. Pour uniformiser les différentes mesures de viscosité de cisaillement, certaines conditions sont imposées à chaque essai. D'abord, le taux de cisaillement est fixé à 8 échelons compris entre  $100 \text{ s}^{-1}$  et  $10000 \text{ s}^{-1}$ . La mesure est effectuée lorsque la pression est stabilisée. Le capteur de pression a une plage de 0 à 35,5 MPa. La filière utilisée a une longueur 16 mm et un diamètre de 1 mm. Cette filière est la plus couramment utilisée pour tester l'écoulement des mélanges MIM [HUA 03]. Les températures d'essais sont comprises entre 160°C à 220°C.



**Figure 38. Rhéomètre capillaire bi-canaux.**

### 3.3. Mesures rhéologiques des liants utilisés dans la formulation 2

Des mesures de viscosité de cisaillement ont été réalisées sur le mélange à chaud des liants utilisés pour la formulation 2 (Figure 39). Ces liants ont été mélangés à 160°C dans le mélangeur bi-vis. Ce mélange a été broyé puis homogénéisé dans le canal du rhéomètre capillaire. Les mesures de viscosité de cisaillement ont été réalisées à des températures de 160, 180 et 200°C pour des taux de cisaillement compris entre  $100 \text{ s}^{-1}$  et  $10000 \text{ s}^{-1}$ . L'ensemble des liants présente un écoulement correct pour des taux de cisaillement supérieurs à  $1000 \text{ s}^{-1}$  : la valeur de la viscosité de cisaillement est inférieure à 10 Pa.s.

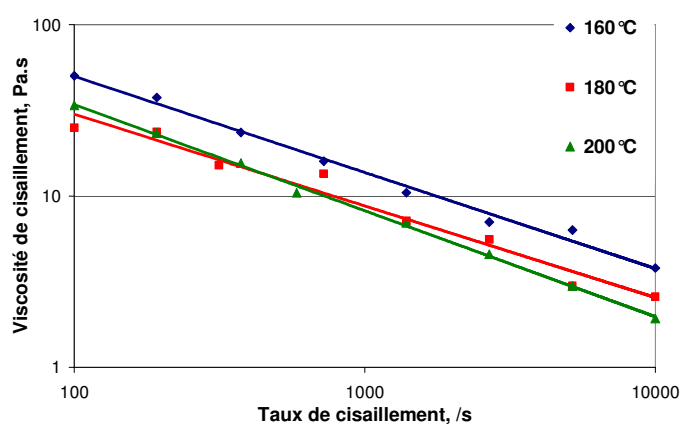


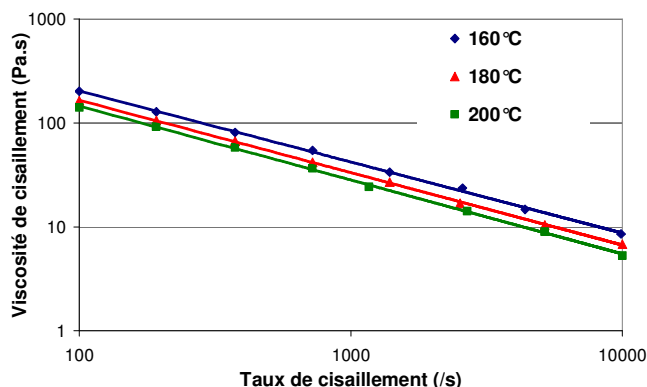
Figure 39. Viscosité de cisaillement en fonction du taux de cisaillement des liants utilisés pour la formulation 2 (échelles logarithmiques).

### 3.4. Mesures rhéologiques des mélanges de poudres d'acier inoxydable

#### 3.4.1. Mesures rhéologiques du mélange commercial AMW<sup>®</sup>

Des mesures de viscosité de cisaillement ont été réalisées sur le mélange de poudre d'acier inoxydable 316L commercialisé par la société Advanced MetalWorking<sup>®</sup>. Les mesures de viscosité sont réalisées à des températures de 160°C, 180°C et 200°C, pour des taux de cisaillement compris entre  $100 \text{ s}^{-1}$  et  $10000 \text{ s}^{-1}$ . Ces valeurs de viscosité de cisaillement servent de référence pour positionner les valeurs de viscosité des mélanges produits en interne. Les courbes de viscosité de cisaillement en fonction du taux de cisaillement, avec une échelle logarithmique pour les 2 axes, sont illustrées Figure 40. Ces mesures montrent que la viscosité de cisaillement diminue lorsque la température augmente et lorsque le taux de cisaillement augmente. Cette relation attendue entre la température et la viscosité de

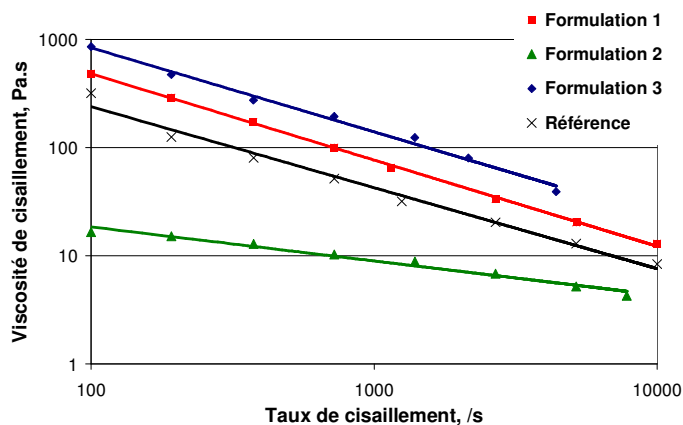
cisaillement indique que pour l'injection, une température élevée permettra un meilleur écoulement de la matière dans le moule.



**Figure 40. Viscosité de cisaillement en fonction du taux de cisaillement du mélange commercial de référence, mesurée de 160 à 200°C (échelles logarithmiques).**

### 3.4.2. Mesures rhéologiques de mélanges réalisés avec la poudre 16 $\mu\text{m}$ pour les différentes formulations.

Des mesures de viscosité de cisaillement ont été réalisées sur les mélanges de poudres d'acier inoxydable 16 $\mu\text{m}$  élaborés avec les trois différentes formulations (Tableau 11). Ces mesures sont faites à une température de 160°C. Les valeurs de viscosité de cisaillement sont comparées avec les valeurs de viscosité de cisaillement du mélange commercial AMW<sup>®</sup> de référence, Figure 41.



**Figure 41. Comparatif de la viscosité de cisaillement de mélanges de poudres d'acier inoxydable 16  $\mu\text{m}$  avec un mélange commercial de référence à 160°C (échelles logarithmiques).**

Les valeurs de viscosité des mélanges, pour la poudre inox 16  $\mu\text{m}$  chargée à 60 % en volume, montrent que le mélange réalisé avec la formulation 2 est plus fluide que le mélange réalisé avec la formulation 1, lui-même plus fluide que le mélange réalisé avec la formulation 3 (Figure 41). Cette tendance est la même que celle observée lors de la mesure de couple de mélangeage (Figure 29). Ceci confirme qu'il y a une relation entre le couple de mélangeage et la viscosité de cisaillement. De plus, les valeurs de viscosité de cisaillement du mélange réalisé avec la formulation 2 sont nettement inférieures aux valeurs du mélange de référence. Comme prévu, plus la valeur du couple de mélangeage est élevée, plus la valeur de viscosité de cisaillement est importante

### 3.4.3. Mesures rhéologiques sur des mélanges réalisés avec la poudre 5 $\mu\text{m}$ et avec différentes formulations.

Des mesures de viscosité de cisaillement ont été réalisées sur un mélange de poudres d'acier inoxydable de 5  $\mu\text{m}$  avec la formulation 2. Les mesures sont réalisées à des températures de 160°C. Ces mesures sont comparées avec celles réalisées avec le mélange AMW<sup>®</sup> de référence, Figure 42.

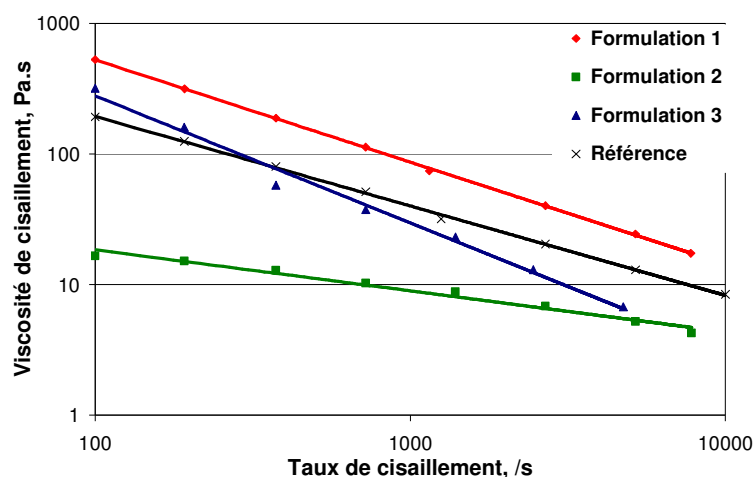


Figure 42. Comparatif de la viscosité de cisaillement de mélanges de poudres d'acier inoxydable de 5  $\mu\text{m}$  avec un mélange commercial de référence à 160°C (échelles logarithmiques).

Les valeurs de viscosité du mélange réalisé avec la formulation 2 sont inférieures aux valeurs du mélange de référence. Les valeurs des mélanges réalisés avec les formulations 1 et 3 sont supérieures ou égales aux valeurs du mélange de référence. En combinant les résultats obtenus pour les mélanges de poudres d'acier inoxydable 16µm et 5µm, les mélanges réalisés avec la formulation 2 sont toujours inférieures et plus fluides que les autres mélanges. La formulation 2 est retenue pour la suite des travaux.

#### 3.4.4. Mesures rhéologiques de mélanges réalisés avec la poudre 5 µm pour différents taux de charges de poudres.

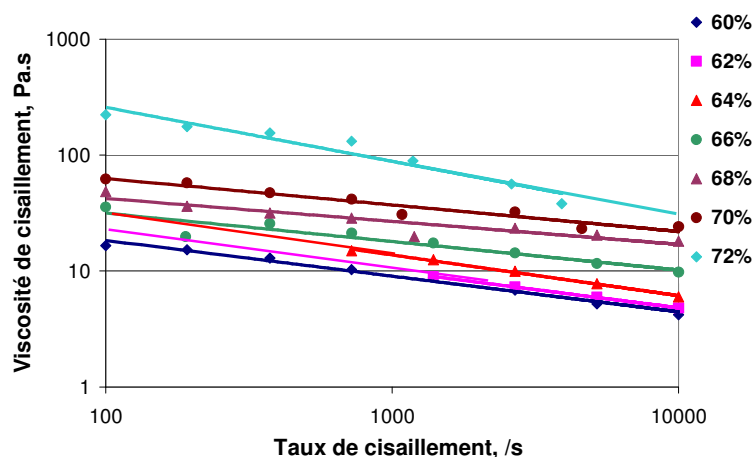
Des mélanges de poudres d'acier inoxydable 5µm ont été réalisés avec la formulation 2 pour des taux de charge de poudres allant de 60 % à 72 % en volume. Les proportions des liants sont données dans le Tableau 18.

**Tableau 18. Récapitulatif des différents mélanges élaborés avec la formulation 2 pour différents taux de charge en poudre de 5 µm (en pourcentage volumique)**

| Formulation   | Taux de charge, % | PP, % | PW, % | SA, % |
|---------------|-------------------|-------|-------|-------|
| Formulation 2 | 60                | 16    | 22    | 2     |
|               | 62                | 15,2  | 20,9  | 1,9   |
|               | 64                | 14,4  | 19,8  | 1,8   |
|               | 66                | 13,6  | 18,7  | 1,7   |
|               | 68                | 12,8  | 17,6  | 1,6   |
|               | 70                | 12    | 16,5  | 1,5   |
|               | 72                | 11,2  | 15,4  | 1,4   |

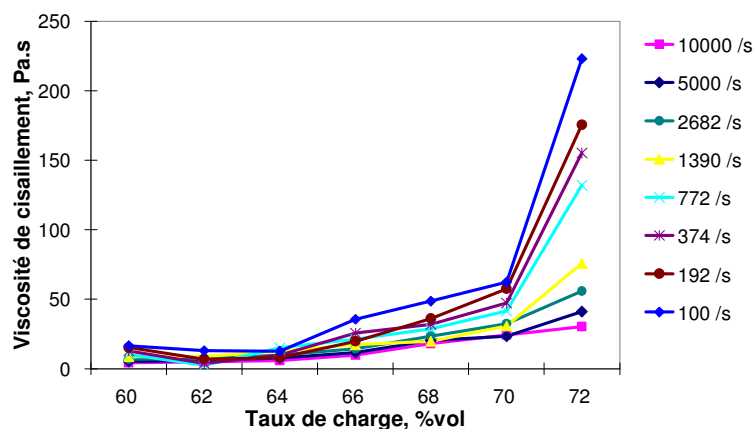
Des mesures de viscosité de cisaillement ont été réalisées sur les mélanges de poudres d'acier inoxydable 5 µm à différents taux de charge (Figure 43). Les mesures sont réalisées à 160°C. Ces mesures montrent que la viscosité de cisaillement augmente lorsque le taux de charge augmente. Dans la suite des travaux, il sera nécessaire de déterminer un taux de charge de poudre dans le mélange qui allie une viscosité de cisaillement faible pour pouvoir injecter le mélange et remplir correctement les micro-cavités (taux de charge faible), ainsi qu'une densification correcte avec une déformation faible (taux de charge élevé). Pour éviter d'avoir

une viscosité de cisaillement trop élevée et être sûr de pouvoir injecter facilement, un taux de charge de poudres dans les mélanges de 60 % en volume est retenu.



**Figure 43. Comparatif de la viscosité de cisaillement de mélanges de poudres d'acier inoxydable 5 µm formulation 2 pour différents taux de charge, test à 160°C.**

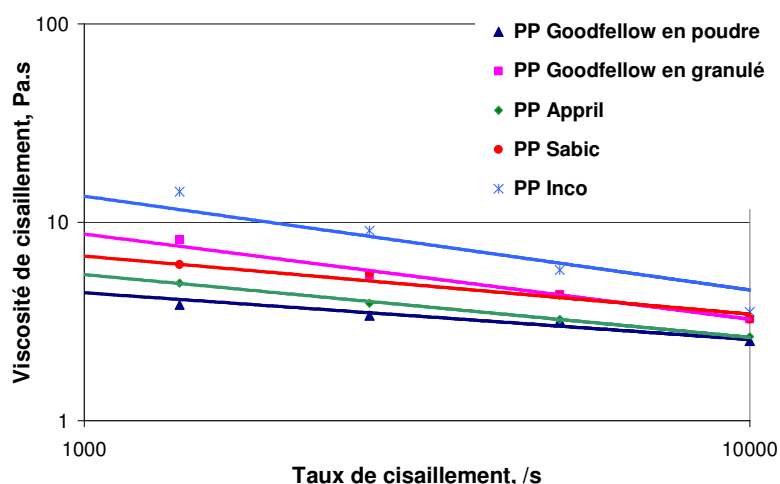
L'évolution de la viscosité de cisaillement en fonction du taux de charge est relatée sur la Figure 44. En effet, les courbes de viscosité de cisaillement en fonction du taux de charge de poudres d'acier inoxydable 5 µm dans les mélanges (de 60 à 72 %) ont été tracées pour différents taux de cisaillement compris entre 100 et 10000 /s. Ces courbes montrent qu'à partir d'un taux de charge de 70 %, la viscosité de cisaillement augmente de manière brusque, notamment pour les taux de viscosité de cisaillement les plus faibles.



**Figure 44. Evolution de la viscosité de cisaillement en fonction du taux de charge en poudres inox 5 µm (formulation 2, testée à 160°C).**

### 3.4.5. Mesures rhéologiques de mélanges réalisés avec la poudre 16 $\mu\text{m}$ , pour la formulation 2 avec différents polypropylènes.

Des mesures de viscosité de cisaillement ont été réalisées sur des mélanges de poudres d'acier inoxydable 16  $\mu\text{m}$  avec la formulation 2 élaborés avec différents polypropylènes. Les essais sont réalisés à une température de 200°C (Figure 45).



**Figure 45. Influence du choix du liant primaire (PP) sur la viscosité de cisaillement de mélanges de poudre d'acier inoxydable 16  $\mu\text{m}$  avec la formulation 2 (échelles logarithmiques).**

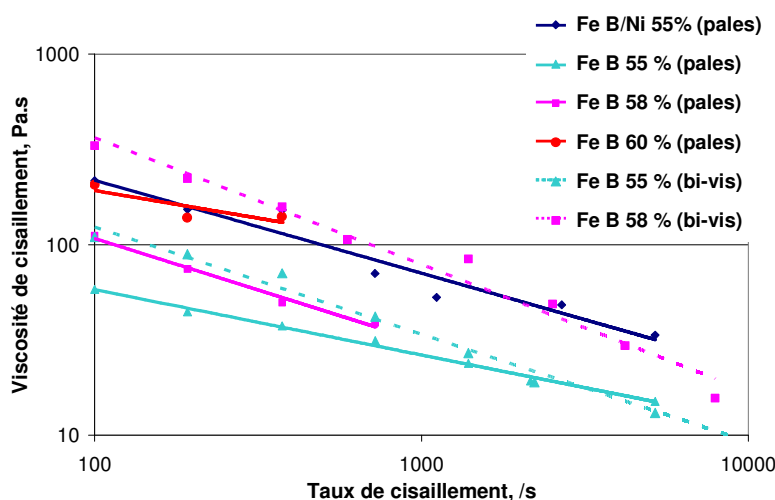
La comparaison des mesures de viscosité de cisaillement des mélanges montrent que les valeurs les plus élevées sont obtenues avec l'emploi des polypropylènes Inco<sup>®</sup> et Goodfellow<sup>®</sup> en granulés. De plus, le mélange qui possède le meilleur écoulement est obtenu pour le polypropylène Goodfellow<sup>®</sup> en poudre. Ceci confirme la tendance observée lors des mesures de couples pendant la réalisation des mélanges (Figure 31 et Tableau 17).

## 3.5. Mesures rhéologiques des mélanges de poudres de fer et de fer/nickel

### 3.5.1. Mesures rhéologiques de mélanges réalisés avec les poudres de fer B

Des mesures de viscosité de cisaillement ont été réalisées sur les mélanges de poudres de fer B. Ces mélanges ont été réalisés avec la formulation 2 à différents taux de charge de poudres (entre 55 % et 60 %) avec le mélangeur à pales ou le mélangeur bi-vis. Les mesures de

viscosité de cisaillement sont réalisées à une température de 200°C pour des taux de cisaillement compris entre 100 s<sup>-1</sup> et 10000 s<sup>-1</sup>, Figure 46.

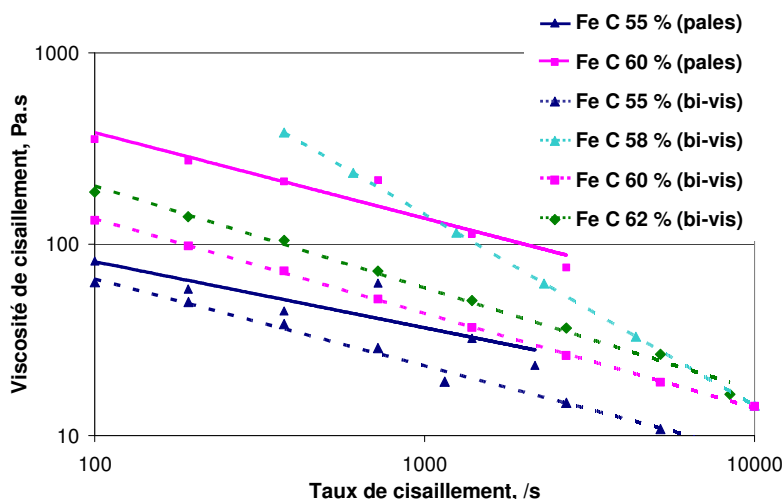


**Figure 46. Comparatif de la viscosité de cisaillement de mélanges de poudres de fer B avec la formulation 2, à 200°C (échelles logarithmiques).**

Tout d'abord, les mesures montrent que la viscosité de cisaillement des mélanges réalisés avec la même poudre augmente lorsque le taux de charge augmente. Ensuite, on constate que, pour des mélanges réalisés avec un taux de charge identique, les valeurs de viscosité sont plus faibles pour les mélanges réalisés avec le mélangeur à pales que pour les mélanges réalisés avec le mélangeur bi-vis.

### 3.5.2. Mesures rhéologiques de mélanges réalisés avec la poudre de fer C

Des mesures de viscosité de cisaillement sont réalisées sur les mélanges de poudres de fer C. Ces mélanges ont été réalisés avec le mélangeur à pales ou le mélangeur bi-vis, pour la formulation 2 avec différents taux de charge (55 %, 58 %, 60 % et 62 %). Les mesures de viscosité de cisaillement sont réalisées à une température de 200°C, pour une plage de taux de cisaillement compris entre 100 s<sup>-1</sup> et 10000 s<sup>-1</sup>.



**Figure 47. Comparatif de la viscosité de cisaillement de mélanges de poudre de fer C avec la formulation 2, à 200°C (échelles logarithmiques).**

Les courbes de viscosité de cisaillement des mélanges réalisés avec la poudre de fer C montrent que la viscosité augmente lorsque le taux de charge augmente. De plus, pour un même taux de charge, les mélanges réalisés avec le mélangeur bi-vis ont une viscosité de cisaillement inférieure à ceux réalisés avec le mélangeur à pales. Le but de ces mesures est de déterminer le taux de charge en adéquation avec l'étape d'injection (viscosité faible) et l'étape de densification (volume de poudre dans le mélange assez important). D'un point de vue industriel, pour pouvoir maîtriser correctement les cotes des composants réalisés, un taux de charge de poudre minimum de 58 % en volume est obligatoire dans les mélanges.

## 4. Conclusions

---

Les différentes études réalisées avec le mélangeur bi-vis Brabenders® ont permis de mettre en évidence les principaux paramètres influents pour la réalisation des mélanges, ainsi que la possibilité d'obtenir des mélanges de bonne qualité en vue de l'étape d'injection. La première étude a permis de déterminer la formulation la plus adaptée pour les poudres d'acier inoxydable 16µm et 5µm en vue d'obtenir des couples de mélangeage et des viscosités de cisaillement les plus faibles possibles. La formulation 2 est donc la formulation choisie pour la suite des travaux sur le procédé MIM.

La seconde étude montre l'influence du taux de charge sur le couple de mélangeage et la viscosité. En effet, le couple croît avec le taux de charge en poudres dans le mélange. Un taux de charge de 60 % est donc retenu pour réaliser les mélanges dans le but de faciliter l'injection et notamment le remplissage correct des microcavités du moule. L'influence du liant primaire sur le couple et la viscosité des mélanges a été étudiée en vue de choisir le polypropylène qui permet d'obtenir un mélange le plus fluide possible. La dernière étude, basée sur les paramètres « procédé » du mélangeur bi-vis, a montré l'influence de la vitesse de mélangeage sur le couple de mélangeage. Elle a montré que la vitesse et le couple évoluent proportionnellement. Finalement, ces différents travaux ont permis de déterminer les paramètres des mélanges de poudres d'acier inoxydable qui seront injectés dans l'étape suivante : formulation 2, taux de charge de 60 % en volume de poudre et température de mélangeage de 160°C. Les deux techniques de mélangeage seront utilisées pour pouvoir comparer leurs résultats au niveau des étapes suivantes du procédé MIM.

Les différents mélanges réalisés avec les poudres de fer montrent des tendances différentes entre les procédés de mélangeage. En effet, pour les poudres B et C, les essais avec le mélangeur à pales ont montré plus de facilité de mélange avec la poudre B. Par contre, avec le mélangeur bi-vis, la poudre de fer C a pu être mélangée jusqu'à un taux de charge de poudre de 62 % alors que le mélange avec la poudre B sature à 58 %. De manière générale, la tendance qui ressort de l'ensemble des travaux sur les poudres de fer est l'évolution positive des lots de poudre pour le mélangeage. Pour l'étape d'injection, les lots de poudres de fer A,

B et C seront donc injectés avec des taux de charge croissants, respectivement de 50 %, 55 % et 60 %.

La mise en place de l'étape de mélangeage est primordiale pour valider les simulations numériques réalisées au sein de l'équipe depuis une dizaine d'années. Elle permettra la construction d'une base de données donnant accès à l'ensemble des constituants, des densités et des viscosités qui sont des données indispensables à la simulation de l'étape d'injection afin d'obtenir des résultats de plus en plus fiables et prédictifs.

# **Chapitre III**

## **Expérimentations dans le domaine du Moulage par Injection de Poudres**

## Sommaire

|                                                                                                                                        |     |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| 1. Etape d'injection.....                                                                                                              | 74  |
| 1.1. Presse d'injection.....                                                                                                           | 74  |
| 1.2. Moule d'injection.....                                                                                                            | 75  |
| 1.3. Injection des mélanges de poudres d'inox 16µm et 5 µm.....                                                                        | 76  |
| 1.4. Caractérisations des composants injectés en poudres d'acier inoxydable .....                                                      | 78  |
| 1.5. Injection des mélanges de poudres de fer.....                                                                                     | 82  |
| 1.6. Caractérisations des composants injectés avec des poudres de fer.....                                                             | 84  |
| 1.7. Conclusions .....                                                                                                                 | 86  |
| 2. Etape de déliantage .....                                                                                                           | 87  |
| 2.1. Etuve de déliantage .....                                                                                                         | 87  |
| 2.2. Analyses thermo-gravimétriques (ATG).....                                                                                         | 87  |
| 2.3. Cycle de déliantage .....                                                                                                         | 89  |
| 2.4. Déliantage des composants réalisés avec les mélanges de poudres inox 5 µm et 16 µm avec la formulation 2.....                     | 90  |
| 2.5. Déliantage du mélange de poudres de fer .....                                                                                     | 92  |
| 2.6. Conclusions .....                                                                                                                 | 94  |
| 3. Etape de densification.....                                                                                                         | 95  |
| 3.1. Four de densification.....                                                                                                        | 95  |
| 3.2. Cycles de densification.....                                                                                                      | 95  |
| 3.3. Densification des éprouvettes déliantées, réalisées à partir de mélanges de poudres inox 16 µm et 5 µm avec la formulation 2..... | 96  |
| 3.4. Densification des éprouvettes déliantées réalisées à partir de mélanges de poudres de fer.....                                    | 102 |
| 4. Conclusions.....                                                                                                                    | 108 |

# 1. Etape d'injection

---

L'objectif de ce chapitre est la réalisation de micro-composants à partir des mélanges dont le développement et l'élaboration ont été présentés au précédent chapitre. Les paramètres des procédés et les conditions opératoires sont issus des études menées à partir de mélanges industriels et de la réalisation de composants longs et épais (éprouvettes de traction et de flexion de 80 mm de long, composants de formes complexes comme des prothèses de hanche [SON 07] [LIK 04]). Au cours de ce chapitre, des mélanges de poudres d'acier inoxydable de 16  $\mu\text{m}$  et 5  $\mu\text{m}$ , élaborés avec les mélangeurs à pales et bi-vis seront injectés et comparés en termes d'homogénéité, de précision, etc. Après avoir obtenu des composants moulés, déliantés et densifiés exempts de défauts apparents, les éprouvettes seront caractérisées afin de tester et comparer leurs propriétés physiques et mécaniques par rapport aux résultats d'études antérieures (granulométrie standard 16  $\mu\text{m}$  et 22  $\mu\text{m}$ ) et des travaux de la littérature.

## 1.1. Presse d'injection

Pour l'étape de moulage, une presse d'injection de type Arburg<sup>®</sup> a été utilisée. Cet équipement est couramment utilisé dans l'industrie pour l'injection de micro-composants à partir de polymères chargés en poudres ou en fibres [GER 97] [LIK 04]. La presse est équipée d'une vis et d'un fourreau spécialement traités pour l'injection de poudres chargées. Ses caractéristiques sont une force maximale de fermeture de 150 kN, un volume maximal injectable compris entre 3 et 12  $\text{cm}^3$ , un diamètre de vis de 15 mm pour une longueur de 600 mm, une vitesse maximale d'injection de 366 mm/s, une pression d'injection maximale de 250 MPa pour un débit maximal de 22  $\text{cm}^3/\text{s}$  et une fourchette de température de fonctionnement comprise entre 80°C et 400°C (Figure 48).

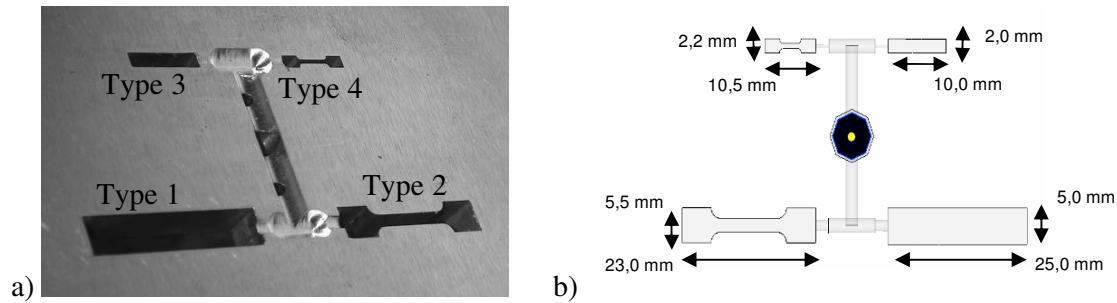


**Figure 48. Presse de micro-injection (Volume injectable de 3 à 12 cm<sup>3</sup>).**

Le choix de cette presse d'injection pour l'étape d'injection des mélanges MIM résulte du fait que celle-ci permet des injections avec un volume de mélange relativement faible par rapport au volume de mélange réalisable dans le mélangeur à pales ou le mélangeur bi-vis. En effet, il est possible de lancer une étude d'injection en réalisant environ 400 g de mélange. De plus, la vis et le fourreau de plastification sont revêtus, ce qui permet d'injecter des mélanges MIM sans les détériorer. Finalement, les dimensions des moules adaptables sur cet équipement d'injection correspondent aux dimensions des composants standards réalisables par le procédé MIM (de longueur comprise entre 10 mm et 25 mm).

## **1.2. Moule d'injection**

Le moule utilisé pour les expérimentations d'injection a été conçu et réalisé au sein du laboratoire (Figure 49 a). Les cavités du moule sont constituées d'une éprouvette de flexion de longueur 25 mm (type 1), d'une éprouvette de traction de longueur 23 mm (type 2), d'une éprouvette de flexion de longueur 10,5 mm (type 3) et d'une éprouvette de traction de longueur 10 mm (type 4), (Figure 49 b). Le choix de ces éprouvettes est associé aux possibilités de réaliser des essais de traction et de flexion pour pouvoir caractériser le comportement des poudres pendant et après l'étape de densification.



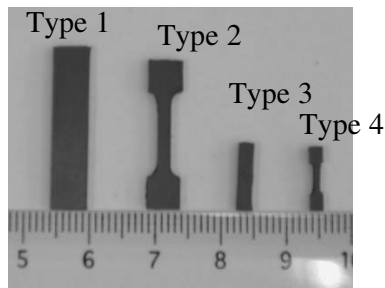
**Figure 49. a) Cavités du moule avec des empreintes correspondant à des éprouvettes de traction et de flexion; b) Dimensions de la cavité du moule d'injection.**

Les cavités du moule ont été réalisées par électroérosion à fil fin, à partir d'une plaque standard adaptable sur la presse d'injection de type Arburg® 150 kN. Les éjecteurs du moule possèdent la forme des éprouvettes de traction et de flexion. Ils sont fabriqués par électroérosion à fil fin et permettent d'éjecter les composants du moule sans les détériorer.

### 1.3. Injection des mélanges de poudres d'inox 16 $\mu$ m et 5 $\mu$ m

#### 1.3.1. Injection du mélange de poudres d'acier inoxydable 16 $\mu$ m avec la formulation 2 (PP + PW + SA)

Du mélange, réalisé à partir de poudres d'acier inoxydable 16 $\mu$ m et élaboré avec la formulation 2 (40 % de PP, 55 % de PW et 5 % de SA pour un taux de charge de poudre de 60 %) a été injecté pour fabriquer des éprouvettes de traction et de flexion (Figure 50). Ce mélange, réalisé dans le mélangeur bi-vis, été injecté avec la presse d'injection Arburg® à une température de 180°C. Cette température, supérieure à la température de mélangeage, permet d'obtenir un mélange relativement fluide autorisant le remplissage correct de toutes les cavités du moule et notamment des éprouvettes de type 3 et 4 qui possèdent une section de seuil de remplissage de 0,5 mm<sup>2</sup>. Le mélange a été injecté à une pression de 100 MPa avec un débit d'injection de 20 cm<sup>3</sup>.s<sup>-1</sup> et une vitesse de rotation de la vis de 10 m.min<sup>-1</sup> (vis de diamètre 15 mm et de longueur 600 mm). Le volume de remplissage pour les quatre éprouvettes, les canaux et la carotte d'injection est de 4 cm<sup>3</sup>.

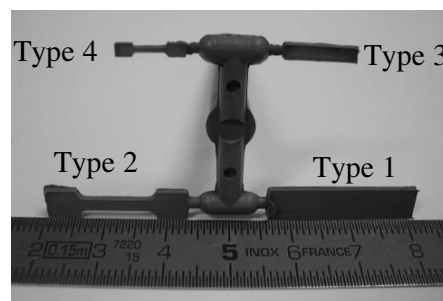


|        | Epaisseur, mm | Volume, mm <sup>3</sup> |
|--------|---------------|-------------------------|
| Type 1 | 1             | 138                     |
| Type 2 | 1             | 74                      |
| Type 3 | 1             | 23                      |
| Type 4 | 0,9           | 11                      |

**Figure 50. Composants injectés dans le moule d'injection à partir d'un mélange de poudre d'acier inoxydable 16μm avec la formulation 2, élaboré dans le mélangeur bi-vis.**

### **1.3.2. Injection de mélanges de poudres d'acier inoxydable 5 μm avec la formulation 2**

Des éprouvettes ont été injectées avec des mélanges réalisés avec la poudre d'acier inoxydable 5μm et la formulation 2, élaborés avec le mélangeur à pales et le mélangeur bi-vis (Figure 51). Comme pour le mélange de poudre d'acier inoxydable 16μm, ces mélanges ont été injectés dans la presse d'injection Arburg® à 190°C pour le mélange élaboré avec le mélangeur à pales et 180°C pour le mélange élaboré avec le mélangeur bi-vis. Les injections se sont déroulées à une pression de 100 MPa avec un débit d'injection de 20 cm<sup>3</sup>.s<sup>-1</sup> et une vitesse de rotation de la vis de 10 m.min<sup>-1</sup>.



**Figure 51. Composants injectés dans le moule d'injection à partir d'un mélange de poudres inox 5 μm élaboré avec la formulation 2, avec le mélangeur à pales.**

## 1.4. Caractérisations des composants injectés en poudres d'acier inoxydable

### 1.4.1. Mesures dimensionnelles des éprouvettes de type 1 injectées

Des études dimensionnelles ont été réalisées sur des éprouvettes de type 1, injectées à partir de mélanges de poudres d'acier inoxydable de granulométrie 16  $\mu\text{m}$  et 5  $\mu\text{m}$ , élaborées avec la formulation 2, soit avec le mélangeur bi-vis, soit avec le mélangeur à pales (Tableau 19). Les mesures de la longueur, de la largeur et de l'épaisseur ont été réalisées pour 20 éprouvettes. Ces mesures ont été relevées au pied à coulisse à température ambiante. Une étude statistique a été conduite à partir des mesures dimensionnelles : la dispersion des mesures a été déterminée en calculant les écarts type de vingt mesures en fonction des valeurs moyennes des longueurs, largeurs et épaisseurs des éprouvettes injectées. Cette étude a pour objectif de mettre en évidence les dispersions de dimensions sur les différentes éprouvettes injectées afin de valider l'homogénéité du mélange et la réussite de l'étape d'injection. Ces analyses massiques sont couramment utilisées afin de valider les étapes de mélangeage [GER 97] et d'injection [KUL 99 a].

**Tableau 19. Relevé des dimensions sur 20 éprouvettes de Type 1 injectées avec les mélanges de poudres inox de diamètre 16  $\mu\text{m}$  et 5  $\mu\text{m}$ , avec la formulation 2**

| Type de mélange des composants injectés | Longueur, mm<br>(Dispersion, %) | Largeur, mm<br>(Dispersion, %) | Epaisseur, mm<br>(Dispersion, %) |
|-----------------------------------------|---------------------------------|--------------------------------|----------------------------------|
| 16 $\mu\text{m}$ (bi-vis)               | 25,07 (0,26 %)                  | 5,56 (0,16 %)                  | 0,97 (2,2 %)                     |
| 5 $\mu\text{m}$ (pales)                 | 25,05 (0,30 %)                  | 5,56 (0,43 %)                  | 0,99 (1,3 %)                     |
| 5 $\mu\text{m}$ (bi-vis)                | 25,15 (0,22 %)                  | 5,57 (0,11 %)                  | 1,05 (1,6 %)                     |

Les résultats de cette étude montrent une dispersion très faible sur les longueurs et les largeurs (< 0,5 %). Ces deux dimensions sont imposées par la géométrie du moule, il est donc logique de ne pas avoir une dispersion élevée. Par contre sur les épaisseurs, qui sont déterminées par la position des éjecteurs pendant l'injection, la dispersion est comprise entre 1,3 et 2,2 % (Tableau 19). Cette dispersion est donc liée à la précision de l'équipement d'injection et au choix des formes d'éjecteurs.

### 1.4.2. Mesures de masses des composants injectés

Des mesures de masse ont été réalisées sur les éprouvettes injectées à partir de mélanges de poudres d'acier inoxydable 16  $\mu\text{m}$  et 5  $\mu\text{m}$ , élaborés avec la formulation 2, soit en utilisant le mélangeur bi-vis, soit le mélangeur à pales (Tableau 20). Ces mesures ont été réalisées avec les mêmes éprouvettes que celles utilisées pour les mesures dimensionnelles. Les valeurs de masses obtenues permettront de déterminer la densité apparente des éprouvettes injectées de type 1.

**Tableau 20. Masses de 20 éprouvettes de Type 1 injectées avec les mélanges de poudres d'acier inoxydable 16  $\mu\text{m}$  et 5  $\mu\text{m}$  avec la formulation 2**

| Type de mélange des composants injectés | Masse du composant, g | Dispersions, % |
|-----------------------------------------|-----------------------|----------------|
| 16 $\mu\text{m}$ (bi-vis)               | 0,676                 | 1,2            |
| 5 $\mu\text{m}$ (pales)                 | 0,678                 | 1,9            |
| 5 $\mu\text{m}$ (bi-vis)                | 0,732                 | 1,2            |

Les mesures de masse indiquent une dispersion, pour les éprouvettes réalisées avec le mélange élaboré avec le mélangeur à pales (1,9 %), supérieure à celle des autres éprouvettes injectées à partir des deux mélanges élaborés avec le mélangeur bi-vis (1,2 %). Cette tendance indique que le mélange élaboré avec le mélangeur à pales est moins homogène que celui élaboré avec le mélangeur bi-vis.

### 1.4.3. Mesures de densités des composants injectés

Des mesures ont été réalisées sur les mêmes 20 éprouvettes utilisées pour les mesures dimensionnelles et de masses. Trois mesures complémentaires ont été utilisées :

- La densité pycnométrique est déterminée par le rapport entre la masse du composant et son volume mesuré grâce à un pycnomètre à hélium,
- La densité hydrostatique déterminée par le rapport entre la masse du composant dans l'air et sa masse dans un fluide (éthanol pur). Cette mesure est définie par la relation suivante:

$$d = ((W(a).0,7888)/(0,99983.(W(a)-W(fl))))-0.0012 \quad (10)$$

où  $W(a)$  est la masse dans l'air et  $W(fl)$  est la masse dans l'éthanol.

- La densité apparente déterminée par le rapport entre la masse et le volume apparent. Elle s'exprime par la relation suivante :

$$d = \frac{m}{V_{app}} \quad (11)$$

où  $m$  est la masse et  $V_{app}$  est le volume d'enveloppe apparente calculé par le produit de la longueur, de la largeur et de la section du composant.

**Tableau 21. Densités des éprouvettes de Type 1 injectées avec les mélanges de poudres d'acier inoxydable 16  $\mu\text{m}$  et 5  $\mu\text{m}$  avec la formulation 2**

| Type de mélange des composants | Densité (mesures pycnométrique), g/cm <sup>3</sup> | Densité (mesures hydrostatique), g/cm <sup>3</sup> | Densité apparente, g/cm <sup>3</sup> |
|--------------------------------|----------------------------------------------------|----------------------------------------------------|--------------------------------------|
| 16 $\mu\text{m}$ (bi-vis)      | 4,95                                               | 4,91                                               | 5,05                                 |
| 5 $\mu\text{m}$ (pales)        | 4,93                                               | 5,07                                               | 4,92                                 |
| 5 $\mu\text{m}$ (bi-vis)       | 4,93                                               | 5,02                                               | 4,97                                 |

La densité théorique pour les composants injectés à partir de mélange de poudre d'acier inoxydable avec la formulation 2 chargée à 60 %vol de poudre a été déterminée par la loi des mélanges, qui s'écrit sous la forme:

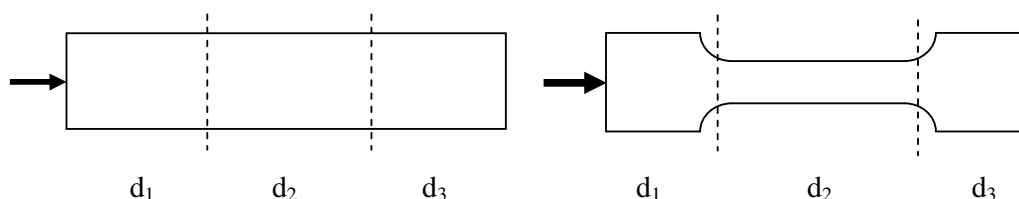
$$\rho_{mélange} = \frac{m_p + m_{PP} + m_{PW} + m_{SA}}{m_p / \rho_p + m_{PP} / \rho_{PP} + m_{PW} / \rho_{PW} + m_{SA} / \rho_{SA}} \quad (12)$$

où  $m_p$ ,  $m_{PP}$ ,  $m_{PW}$  et  $m_{SA}$  sont respectivement les masses de poudre et de liants,  $\rho_p$ ,  $\rho_{PP}$ ,  $\rho_{PW}$  et  $\rho_{SA}$  sont respectivement les densités de poudre et de liants. L'application de la relation (12) donne une valeur de densité théorique correspondant à 5,06 g.cm<sup>-3</sup>. L'application des trois mesures de densité a été comparée sur deux mélanges de poudres d'acier inoxydable, élaborés par deux procédés différents (Tableau 21). Les valeurs de densité sont quasiment constantes et comparables aux valeurs de la densité théorique des mélanges. Ceci valide l'étape de mélangeage en obtenant des mélanges homogènes.

#### 1.4.4. Mesures de la ségrégation dans les éprouvettes injectées

La ségrégation correspond à une variation localisée des proportions de poudre dans un composant injecté. Cette ségrégation peut intervenir lors de changements de vitesse ou de direction dans l'écoulement et conduit à des distorsions, voire des fissures, lors des opérations de déliantage et de densification, altérant ainsi les dimensions et les propriétés mécaniques des composants. Pour mettre en évidence l'absence ou la présence de ségrégation dans les éprouvettes injectées de type 1 et 2, réalisées avec des poudres d'acier inoxydable 5  $\mu\text{m}$  et 16  $\mu\text{m}$ , des mesures de densité ont été réalisées pour des zones précises au sein des éprouvettes. Cette méthode a été utilisée pour mettre en évidence la ségrégation dans les composants MIM longs ou bien épais [BAR 00]. Des mesures plus fines pourraient être réalisées par exemple par un microtomographe à rayons X [VAN 05]. En effet, les mesures sont faites dans trois parties des éprouvettes de type 1 et 2: le premier tiers de l'éprouvette en contact avec le seuil d'injection ( $d_1$ ), la partie centrale du composant au niveau de la section utile pour les éprouvettes de type 2 ( $d_2$ ) et le dernier tiers ( $d_3$ ), (Figure 52). La ségrégation mettra en évidence si les densités dans les composants varient en fonction de la partie où elles sont mesurées.

Positions géométriques pour les mesures de densité :



**Figure 52. Mesures de densités dans les éprouvettes de type 1 et 2.**

Les densités pour les trois sections des éprouvettes ont été mesurées par mesure hydrostatique. Les résultats, donnés dans le Tableau 22, ne montrent pas de ségrégation pour les composants injectés avec les mélanges de poudres d'acier inoxydable de granulométrie 16  $\mu\text{m}$  et 5  $\mu\text{m}$ . Ces mesures valident d'une part l'étape de moulage avec la réalisation d'un mélange homogène et d'autre part l'étape d'injection comprenant la maîtrise des conditions opératoires et des paramètres procédés.

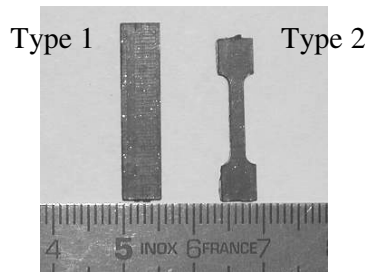
**Tableau 22. Densités mesurées sur les éprouvettes de Type 1 et 2 injectées avec les mélanges des poudres inox 16  $\mu\text{m}$  et 5  $\mu\text{m}$  avec la formulation 2.**

| Composant injecté         | Eprouvette | $d_1, \text{g/cm}^3$ | $d_2, \text{g/cm}^3$ | $d_3, \text{g/cm}^3$ |
|---------------------------|------------|----------------------|----------------------|----------------------|
| 16 $\mu\text{m}$ (bi-vis) | Type 1     | 4,88                 | 4,87                 | 4,89                 |
|                           | Type 2     | 4,93                 | 5,00                 | 4,93                 |
| 5 $\mu\text{m}$ (pales)   | Type 1     | 4,94                 | 4,90                 | 4,96                 |
|                           | Type 2     | 4,81                 | 4,81                 | 4,77                 |
| 5 $\mu\text{m}$ (bi-vis)  | Type 1     | 4,79                 | 4,87                 | 4,87                 |
|                           | Type 2     | 4,80                 | 4,73                 | 4,81                 |

## 1.5. Injection des mélanges de poudres de fer

### 1.5.1. Injection du mélange de poudres de fer A chargé à 50 % vol.

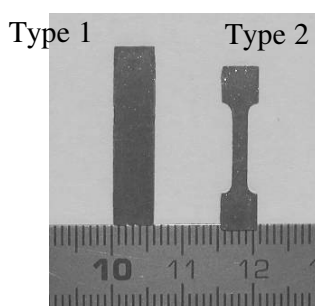
Le mélange de poudre de fer A, élaboré avec la formulation 2, chargé à 50 % en volume de poudre, a été injecté avec la presse d'injection Arburg® pour réaliser des éprouvettes de traction et de flexion (Figure 53). Ce mélange, réalisé avec le mélangeur à pales, a été injecté à plusieurs reprises pour le rendre plus homogène. Les paramètres d'injection ont été ajustés pour remplir correctement les cavités correspondant aux deux plus grandes éprouvettes (type 1 et 2). Le mélange a été injecté à une température de 190°C, avec une pression d'injection de 170 MPa et un débit d'injection de 20  $\text{cm}^3/\text{s}$ . Avec ces paramètres, les deux éprouvettes de petites tailles (type 3 et 4) ne se remplissent pas. Ceci est dû au fait que le seuil d'injection des petites éprouvettes doit être supérieur au seuil critique du mélange [QUI 08 b].



**Figure 53. Composants injectés à partir d'un mélange de poudres de fer A, chargé à 50 % vol., élaboré avec la formulation 2, grâce au mélangeur à pales.**

### 1.5.2. Injection du mélange de poudres de fer B/nickel, chargé à 55 % vol.

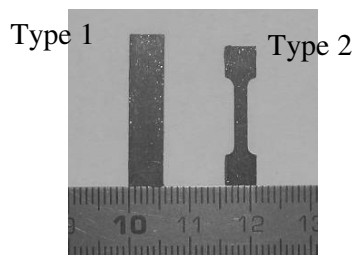
Le mélange fer/nickel, réalisé avec la poudre de fer B et correspondant à la formulation 2, chargé à 55 % en volume, a été injecté avec la presse d'injection Arburg®. Ce mélange a été réalisé dans le mélangeur à pales. Il a été recyclé 2 ou 3 fois par injections successives pour le rendre plus homogène à l'aide du système vis / fourreau de la machine d'injection. Les paramètres d'injection ont été ajustés afin de remplir les plus grandes cavités (éprouvettes de type 1 et 2). Le mélange a été injecté à une température de 200°C, avec une pression d'injection de 220 MPa et un débit d'injection de 20 cm<sup>3</sup>/s. Les résultats pour les éprouvettes de type 1 et 2 sont indiqués Figure 54. Par contre, les plus petites cavités, c'est-à-dire les éprouvettes de type 3 et 4, ne se remplissent pas.



**Figure 54. Composants injectés dans le moule d'injection avec un mélange de poudre de fer B et de nickel, chargé à 55 % vol., élaboré avec la formulation 2 grâce au mélangeur à pales.**

### 1.5.3. Injection du mélange de poudres de fer C chargé à 60 % vol.

Le mélange de poudres de fer C réalisé avec la formulation 2, chargé à 60 % en volume de poudre, a été injecté dans la presse d'injection Arburg®. Ce mélange a été réalisé dans le mélangeur bi-vis. Le mélange a été injecté à une température de 210°C, avec pression d'injection de 200 MPa et un débit d'injection de 20 cm<sup>3</sup>/s. Les résultats pour les éprouvettes de type 1 et 2 sont indiqués Figure 55.



**Figure 55. Composants injectés dans le moule d'injection avec un mélange de poudre de fer C à 60 % vol., élaboré avec la formulation 2 dans le mélangeur bi-vis.**

## **1.6. Caractérisations des composants injectés avec des poudres de fer**

### **1.6.1. Mesures dimensionnelles des éprouvettes injectées de types 1**

Des mesures dimensionnelles ont été réalisées sur des éprouvettes de type 1, injectées à partir de mélanges de poudres de fer A, B et C, élaborés avec le mélangeur à pales ou bi-vis, avec la formulation 2 chargée entre 50 % et 60 % (Tableau 23).

**Tableau 23. Dimensions des éprouvettes de Type 1 injectées avec les mélanges de poudres de fer A, B et C**

| <b>Composant injecté</b>  | <b>Longueur, mm<br/>(Dispersions, %)</b> | <b>Largeur, mm<br/>(Dispersions, %)</b> | <b>Epaisseur, mm<br/>(Dispersions, %)</b> |
|---------------------------|------------------------------------------|-----------------------------------------|-------------------------------------------|
| fer A à 50 % (pales)      | 24,96 (0,17 %)                           | 5,55 (0,09 %)                           | 0,95 (1,3 %)                              |
| fer B / Ni à 55 % (pales) | 25,05 (0,17 %)                           | 5,56 (0,24 %)                           | 0,96 (2,0 %)                              |
| fer C à 60 % (bi-vis)     | 25,15 (0,09 %)                           | 5,56 (0,31 %)                           | 0,95 (1,4 %)                              |

Ces mesures montrent, comme pour les mélanges de poudres d'acier inoxydable, peu de dispersions pour les dimensions (longueur et largeur) fixées par les cavités du moule ( $\leq 0,31$  %). Par contre, une dispersion plus importante est observée pour l'épaisseur ( $\geq 1,3$  %).

### 1.6.2. Mesures des masses des composants injectés

Des mesures de masse ont été réalisées sur les éprouvettes injectées à partir de mélanges de poudres de fer A, B et C (Tableau 24). Les valeurs de masse obtenues permettront de calculer la densité apparente des éprouvettes de type 1 injectées.

**Tableau 24. Masses des éprouvettes de Type 1 injectées avec les mélanges des poudre de fer A, B et C**

| Composant injecté         | Masse, g | Dispersions, % |
|---------------------------|----------|----------------|
| fer A à 50 % (pales)      | 0,558    | 1,4            |
| fer B / Ni à 55 % (pales) | 0,623    | 2,3            |
| fer C à 60 % (bi-vis)     | 0,653    | 0,7            |

Les mesures de masse des éprouvettes injectées avec des poudres de fer montrent une dispersion pour les mélanges élaborés avec le mélangeur à pales (>1,4 %) supérieure à celle du mélange élaboré avec le mélangeur bi-vis (<0,7 %). Cette tendance, que l'on retrouve également pour les éprouvettes injectées avec des poudres d'acier inoxydable, montre bien que les mélanges élaborés avec le mélangeur à pales sont moins homogènes que les mélanges réalisés avec le mélangeur bi-vis. Ceci montre que ce dernier équipement est plus adapté pour la réalisation de mélanges MIM de bonne qualité.

### 1.6.3. Mesures des densités des composants injectés

Des mesures de densités ont été réalisées sur les éprouvettes injectées à partir des mélanges de poudres de fer A, B et C (Tableau 25). Ces mesures ont été réalisées avec trois méthodes : mesure pycnométrique, mesure hydrostatique et mesure apparente.

**Tableau 25. Densités des éprouvettes de Type 1 injectées avec les mélanges de poudres de fer A, B et C**

| Composant injecté       | Densité par mesure<br>pycnométrique, g/cm <sup>3</sup> | Densité par mesure<br>hydrostatique, g/cm <sup>3</sup> | Densité<br>apparente, g/cm <sup>3</sup> |
|-------------------------|--------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------|-----------------------------------------|
| fer A à 50 % (pales)    | 4,06                                                   | 4,14                                                   | 4,24                                    |
| fer B/Ni à 55 % (pales) | 4,47                                                   | 4,49                                                   | 4,66                                    |
| fer C à 60 % (bi-vis)   | 4,85                                                   | 4,78                                                   | 4,94                                    |

La densité théorique pour les composants injectés à partir de mélanges de poudres de fer ou de fer/nickel, a été déterminée par la loi des mélanges. Les valeurs de densité théorique pour les mélanges de fer A chargé à 50 %, de fer B/nickel chargé à 55 % et de fer C chargé à 60 % sont respectivement 4,38 g/cm<sup>3</sup>, 4,77 g/cm<sup>3</sup> et 5,04 g/cm<sup>3</sup>. Les valeurs de densité mesurées sur les éprouvettes injectées avec les trois méthodes sont comparables à la valeur de la densité théorique du mélange et sont quasiment constantes. Ces résultats valident l'étape de mélangeage qui permet d'obtenir l'obtention de mélanges homogènes en termes de répartition de poudres et de liants.

## 1.7. Conclusions

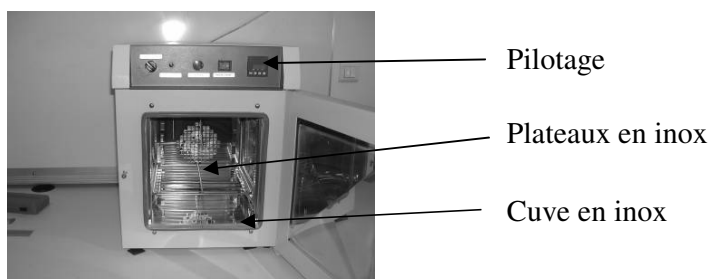
Les différents travaux concernant l'injection des mélanges élaborés avec les poudres d'acier inoxydable 316L (16 et 5µm) et les poudres de fer (A, B et C) ont permis de réaliser des éprouvettes de traction et de flexion de longueurs différentes (éprouvettes de type 1, 2, 3 et 4). Les mélanges réalisés (décrits dans le chapitre précédent) sont de bonne qualité et permettent des injections faciles, avec une bonne répétabilité au niveau dimensionnel ainsi qu'une bonne homogénéité spatiale. Ces composants ainsi injectés pourront donc être utilisés dans la suite des travaux expérimentaux, et notamment pour réaliser et étudier l'étape de déliantage thermique.

## 2. Etape de déliantage

---

### 2.1. Etuve de déliantage

L'étape de déliantage est réalisée dans une étuve thermique (Figure 56). Cette étuve permet de réguler la température et la cinétique de chauffage à l'intérieur de l'enceinte. La température maximale de déliantage est limitée à 300°C. Cette étuve permet un balayage sous gaz inerte et notamment sous argon, avec un débit allant jusqu'à 200 cm<sup>3</sup>/min. La capacité volumique maximale de l'enceinte de l'étuve est 27 litres. Le choix de l'atmosphère influe sur certains paramètres comme la densité finale de la pièce, la teneur en carbone ou en oxygène, la vitesse d'élimination du liant [HAE 04] [BAR 00]. Le choix de cette étuve résulte d'un compromis entre le volume de l'enceinte, suffisant pour le déliantage des composants injectés grâce à la presse d'injection Arburg<sup>®</sup> et une consommation énergétique raisonnable.

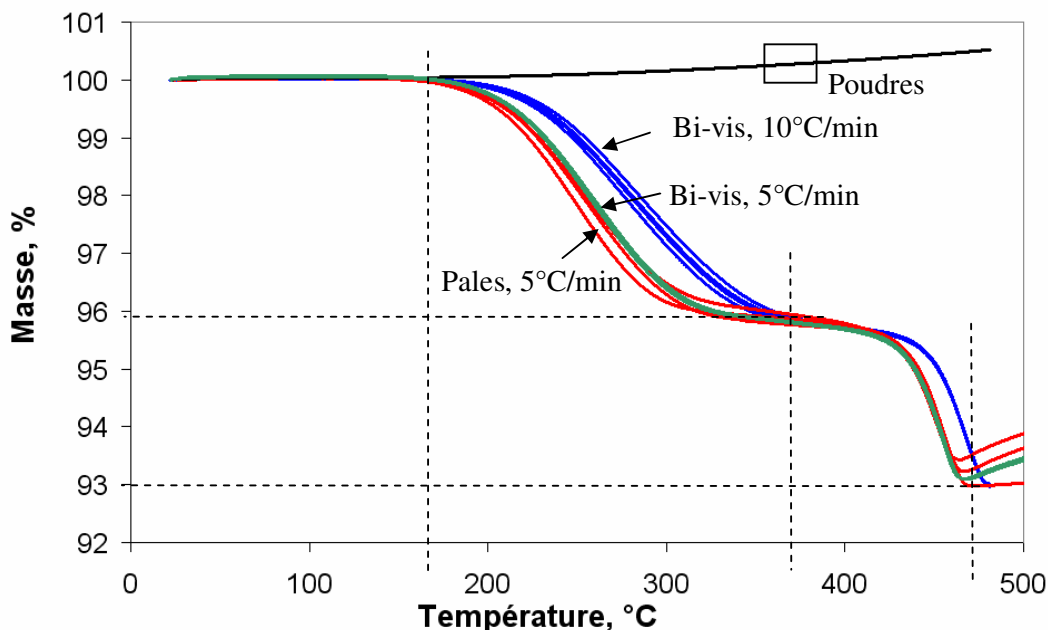


**Figure 56. Etuve de déliantage thermique (température maximale de 300°C).**

### 2.2. Analyses thermo-gravimétriques (ATG)

Des analyses thermo-gravimétriques (ATG) ont été effectuées (en relation avec l'ECAM, Setaram) sur des éprouvettes réalisées à partir des mélanges de poudres d'acier inoxydable 5 µm, élaborés avec le mélangeur à pales et le mélangeur bi-vis avec la formulation 2 (Figure 57). L'objectif de ces analyses thermo-gravimétriques est de mesurer la variation de masse d'un échantillon en fonction de la température et donc de mettre en évidence les températures à partir desquelles les liants s'éliminent des composants injectés, et aussi pour vérifier l'homogénéité des mélanges élaborés. Les analyses thermo-gravimétriques ont été réalisées à des températures comprises entre la température ambiante et 520°C en suivant une cinétique

de chauffage de 5°C/min pour le mélange élaboré avec le mélangeur à pales, et 5 et 10°C/min pour le mélange élaboré avec le mélangeur bi-vis. Le pourcentage massique initial de liant dans le mélange est de 7,1 % (pour un pourcentage volumique de liant de 40 %).



**Figure 57. Analyses thermo-gravimétriques (ATG) d'un composant injecté avec un mélange de poudre d'acier inoxydable 5 µm élaboré avec la formulation 2.**

Ces analyses thermo-gravimétriques mettent tout d'abord en évidence une très légère inhomogénéité du mélange de poudres inox 5 µm réalisé avec le mélangeur à pales, alors que les mesures correspondant au mélange réalisé avec le mélangeur bi-vis à 5 et 10°C/min sont bien reproductibles. Les échantillons réalisés avec le mélangeur à pales sont donc moins homogènes que ceux réalisés avec le mélangeur bi-vis. Ces indications confirment bien que le mélangeur bi-vis est le plus performant des deux équipements de mélangeage en termes d'homogénéité. Ensuite, l'un des composés du liant de la formulation 2 (PP, SA et PW) commence à se déliant à partir de 160°C puis un second à partir de 370°C. Au vu des températures de fusion des différents liants, la cire de paraffine (PW) et l'acide stéarique (SA) se délient en premier à partir de 160°C et le polypropylène (PP) à partir de 370°C. Par contre, pour une cinétique de déliantage plus rapide (5°C/min), les liants se dégradent plus rapidement dans la zone intermédiaire (entre 170°C et 370°C). Le choix de la cinétique influe donc sur la quantité de liant éliminé. A partir de 470°C environ, une légère augmentation de

masse apparait pour 2 des 3 échantillons réalisés avec le mélangeur à pales, alors que l'analyse de la poudre d'acier inoxydable 316L ne semble pas indiquer une oxydation de la poudre seule. L'un des composés du liant provoque peut être ce phénomène d'oxydation.

### 2.3. Cycle de déliantage

Un cycle de déliantage a été utilisé pour supprimer les liants des composants injectés. Pour ce cycle de déliantage, une montée rapide en température est effectuée jusqu'à une température de 130°C, inférieure à la température de début de déliantage (160°C). Cette montée est réalisée suivant une cinétique de chauffage de 0,9°C/min, soit une montée en température de 2 heures, pour éliminer l'humidité résiduelle. Ensuite, une seconde montée très lente en température, jusqu'à une valeur maximale de 220°C, est réalisée pendant une période de 20 heures. Ce cycle permet d'effectuer un déliantage thermique en une journée. Ce temps réduit facilite la multiplication des essais. La température maximale de déliantage de 220°C est choisie pour pouvoir délianter le liant secondaire et le surfactant (début de déliantage à 160°C) sans pour autant enlever tout le liant primaire qui doit absolument être présent dans les composants déliantés, pour éviter que ces composants ne perdent leurs formes et subissent des distorsions.

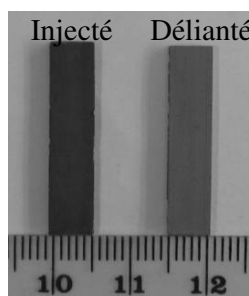
**Tableau 26. Description du cycle de déliantage thermique utilisé**

| Conditions de chauffage     | Cd.1                    |
|-----------------------------|-------------------------|
| Temps de montée 1           | 2 h                     |
| Température 1               | 130°C                   |
| Temps de montée 2           | 20 h                    |
| Température 2               | 220°C                   |
| Atmosphère (Balayage argon) | 40 cm <sup>3</sup> /min |

## **2.4. Déliantage des composants réalisés avec les mélanges de poudres inox 5 $\mu\text{m}$ et 16 $\mu\text{m}$ avec la formulation 2**

### **2.4.1. Déliantage des composants injectés avec des poudres d'acier inoxydable**

Les éprouvettes injectées avec les mélanges réalisés à partir des poudres d'acier inoxydable 16 $\mu\text{m}$  et 5 $\mu\text{m}$ , élaborés avec la formulation 2, ont été déliantées (Figure 58). Ces composants ont été posés sur un support céramique et introduits dans l'étuve de déliantage. Pour éviter que les composants ne restent collés sur les supports, un lit d'alumine (poudre d'alumine + eau) a été déposé préalablement sur le support avant de poser les composants.



**Figure 58. Eprouvette de type 1 injectée avec un mélange de poudres inox 16  $\mu\text{m}$  et déliantées.**

### **2.4.2. Mesures dimensionnelles des composants déliantés, réalisés avec des poudres d'acier inoxydable**

Après le déliantage, des mesures dimensionnelles ont été effectuées sur les composants. Ces valeurs dimensionnelles ont été comparées aux valeurs mesurées sur les composants injectés, ainsi le retrait entre les composants injectés et déliantés a pu être déterminé (Tableau 27). Ces retraits permettent de déterminer la qualité du déliantage thermique. En effet, les dimensions des composants ne devraient pas varier pendant l'étape de déliantage. Si tel n'est pas le cas, les paramètres du déliantage (température, cinétique de chauffage) doivent être modifiés : cinétique de chauffage plus lente ou température de déliantage moins élevée.

**Tableau 27. Retrait après déliantage d'éprouvettes de type 1 injectées avec les mélanges de poudres inox 16  $\mu\text{m}$  et 5  $\mu\text{m}$  avec la formulation 2.**

| Poudre                    | Composant | Longueur, mm<br>(Retrait, %) | Largeur, mm<br>(Retrait, %) | Epaisseur, mm<br>(Retrait, %) |
|---------------------------|-----------|------------------------------|-----------------------------|-------------------------------|
| 16 $\mu\text{m}$ (bi-vis) | Délianté  | 24,93 (0,57 %)               | 5,51 (0,82 %)               | 0,95 (1,55 %)                 |
| 5 $\mu\text{m}$ (pales)   |           | 24,58 (1,90 %)               | 5,53 (0,57 %)               | 0,99 (0,25 %)                 |
| 5 $\mu\text{m}$ (bi-vis)  |           | 24,97 (0,71 %)               | 5,53 (0,80 %)               | 1,04 (0,71 %)                 |

Ces mesures montrent un retrait dimensionnel moyen de 0,98 % pour les composants réalisés avec la poudre inox 16  $\mu\text{m}$ , de 0,91 % pour ceux réalisés avec la poudre inox 5  $\mu\text{m}$  élaborés avec le mélangeur à pales et 0,74 % pour ceux réalisés avec la poudre inox 5  $\mu\text{m}$  élaborée avec le mélangeur bi-vis ; ces composants subissent donc un retrait moyen inférieur à 1 %. De plus, aucune distorsion n'est observée sur l'ensemble des composants déliantés. Ces observations valident les paramètres du déliantage thermique.

### 2.4.3. Perte de masse des composants pendant le déliantage

Des mesures de masse ont été réalisées sur les éprouvettes de type 1 injectées, à partir de poudres d'acier inoxydable 16  $\mu\text{m}$  et 5  $\mu\text{m}$ , puis déliantées (Tableau 28). Le but de ces mesures est de déterminer la perte de masse de liant pendant l'étape de déliantage. En effet, cette perte de masse est due à l'évaporation d'une partie du liant plastique pendant le déliantage thermique. En comparant les masses avant et après déliantage, compte tenu de l'hypothèse qu'il n'y a pas de perte de masse au niveau des poudres, la perte de liant peut être quantifiée pendant et en fin de déliantage. Pour les mélanges de poudres d'acier inoxydable élaborés avec la formulation 2, le pourcentage massique de liant est de 7,1 %. La perte de masse pendant le déliantage ne doit pas être totale pour garder un minimum de liant primaire afin de garantir une cohésion entre les grains de poudres et donc garder la forme du composant.

**Tableau 28. Perte de masse pendant l'étape de déliantage pour les éprouvettes de type 1, réalisées à partir de poudres d'acier inoxydable**

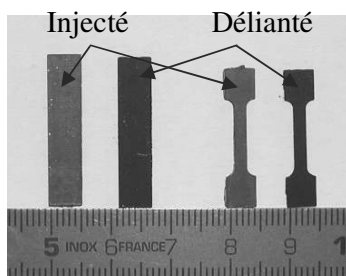
| <b>Poudre</b>             | <b>Masse après injection, g</b> | <b>Masse après déliantage, g</b> | <b>Perte de masse, % massique</b> | <b>Perte de liant, % massique</b> |
|---------------------------|---------------------------------|----------------------------------|-----------------------------------|-----------------------------------|
| 16 $\mu\text{m}$ (bi-vis) | 0,676                           | 0,639                            | 5,43                              | 78                                |
| 5 $\mu\text{m}$ (pales)   | 0,678                           | 0,637                            | 6,01                              | 85                                |
| 5 $\mu\text{m}$ (bi-vis)  | 0,732                           | 0,690                            | 5,65                              | 81                                |

Les mesures de perte de masse indiquent que le déliantage a permis de retirer environ 80 % du liant dans les composants injectés à partir de poudres d'acier inoxydable. Des valeurs supérieures favoriseraient l'étape suivante de densification, mais des problèmes pourraient survenir : distorsions et collage des composants sur les supports céramiques du fait de l'écoulement probable des liants entre les composants et le support.

## 2.5. Déliantage du mélange de poudres de fer

### 2.5.1. Déliantage des composants injectés

Les éprouvettes injectées avec les mélanges réalisés à partir de la poudre de fer ont été déliantées dans l'étuve de déliantage thermique. Ces éprouvettes ont été posées sur un support céramique et introduites dans l'étuve pour la réalisation de ce déliantage. Les composants déliantés ne présentent visuellement aucune distorsion ou de fissure et aucun problème n'est survenu pour retirer les composants du support (Figure 59).



**Figure 59. Eprouvettes de type 1 et 2 injectées puis déliantées, réalisées avec un mélange de poudre de fer A à 50 %.**

### 2.5.2. Analyses dimensionnelles des éprouvettes déliantées

Des mesures dimensionnelles ont été effectuées sur les composants déliantés. Ces valeurs dimensionnelles ont été comparées aux valeurs des mesures réalisées sur les composants injectés. Le retrait entre les dimensions des composants injectés, puis déliantés, peut donc être déterminé. Ces mesures montrent un retrait dimensionnel moyen de -1,48 % pour les composants réalisés avec le mélange de poudre de fer A à 50 %, 0,33 % pour les composants réalisés avec le mélange de poudre de fer B/Ni à 55 % et -0,61 % pour les composants réalisés avec le mélange de poudre de fer C à 60 % (Tableau 29).

**Tableau 29. Retrait après déliantage correspondant aux éprouvettes de type 1 injectées avec les mélanges de poudre de fer A, B et C**

| Poudre           | Composant | Longueur, mm<br>(Retrait, %) | Largeur, mm<br>(Retrait, %) | Epaisseur, mm<br>(Retrait, %) |
|------------------|-----------|------------------------------|-----------------------------|-------------------------------|
| Fe A à 50 %      | Délianté  | 24,86 (0,39 %)               | 5,57 (-0,32 %)              | 0,97 (-2,64 %)                |
| Fe B / Ni à 55 % |           | 25,11 (-0,22 %)              | 5,57 (-0,18 %)              | 0,96 (0,83 %)                 |
| Fe C à 60 %      |           | 25,09 (0,23 %)               | 5,57 (-0,11 %)              | 0,96 (-1,96 %)                |

Les mesures montrent que les dimensions des composants déliantés, réalisés avec les poudres de fer, varient positivement (gonflement) ou négativement (retrait) par rapport aux dimensions des composants injectés. Ces variations dimensionnelles n'excèdent pas 1,5 %, elles valident donc les paramètres choisis pour le déliantage des composants.

### 2.5.3. Caractérisation des pertes de masse durant le déliantage

Des mesures de masse ont été réalisées sur les éprouvettes de type 1 injectées puis déliantées. Le but de ces mesures est de déterminer la perte de masse de liant durant l'étape de déliantage. A noter que les pourcentages massiques des liants pour le mélange de fer A à 50 % est de 10,4 %, pour le mélange de fer B / Ni à 55 % est de 8,5 % et pour le mélange de fer C à 60 % est de 7,2 % (Tableau 30).

**Tableau 30. Perte de masse pendant l'étape de déliantage pour les éprouvettes de type 1, réalisées à partir de poudres de fer**

| <b>Poudre</b>     | <b>Masse après injection, g</b> | <b>Masse après déliantage, g</b> | <b>Perte de masse, % massique</b> | <b>Perte de liant, % massique</b> |
|-------------------|---------------------------------|----------------------------------|-----------------------------------|-----------------------------------|
| Fer A à 50 %      | 0,558                           | 0,521                            | 6,7                               | 64                                |
| Fer B / Ni à 55 % | 0,623                           | 0,571                            | 8,2                               | 96                                |
| Fer C à 60 %      | 0,653                           | 0,625                            | 4,3                               | 59                                |

Pour le mélange fer A à 50 %, le plus chargé en liants, une perte massique de liant relativement faible de 64 % indique qu'il faudrait augmenter le temps de déliantage pour atteindre une dégradation de liant d'au moins 80 %. Pour le mélange fer B/Ni à 55 %, qui génère une évaporation/dégradation du liant rapide, il faudrait réduire la cinétique de déliantage pour atteindre un taux d'élimination du liant d'environ 80 % et donc éviter un problème de maintien de forme des composants à l'étape suivante. Pour le mélange fer C à 60 %, une modification de la cinétique semble nécessaire pour augmenter d'environ 15 à 20 % la perte de masse de liant, afin d'avoir une étape de densification moins polluante.

## **2.6. Conclusions**

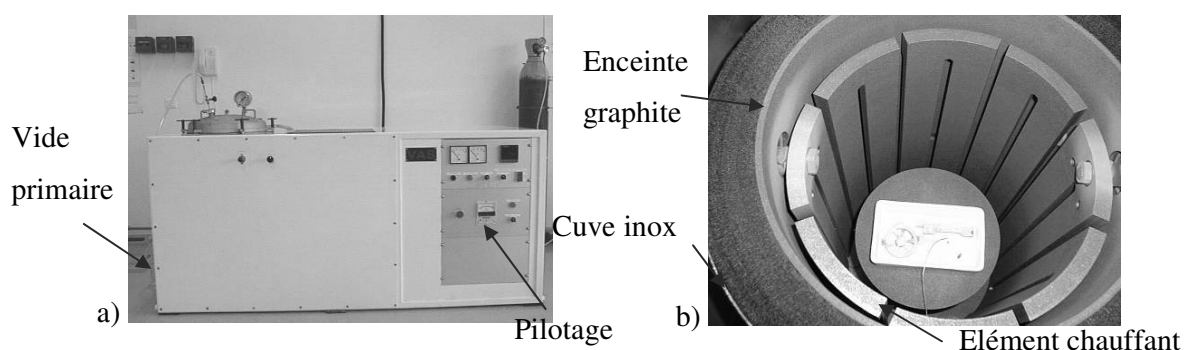
Différents déliantages, réalisés sur les composants injectés en poudres d'acier inoxydable et en poudres de fer, ont permis d'obtenir des composants déliantés pouvant être utilisés pour l'étape de densification : pas de distorsions significatives, peu de retrait par rapport aux dimensions des composants injectés, et élimination de liants supérieure à 80 % pour les composants réalisés avec des poudres d'acier inoxydable 316L.

### 3. Etape de densification

---

#### 3.1. Four de densification

L'étape de densification se réalise dans un four de frittage de marque VAS<sup>®</sup>. Ce four de grande capacité (50 l de volume utile) peut fonctionner sous vide primaire ou sous atmosphère contrôlée de type balayage argon. Il est constitué d'une enceinte en graphite avec un élément chauffant en graphite le tout installé à l'intérieur d'une cuve inox. Il possède un thermocouple de consigne et un second thermocouple de mesures de type S (platine - 10% rhodium) installé au cœur de l'élément chauffant, pour enregistrer la variation de température au plus près de l'échantillon. La température maximale que peut actuellement atteindre le four est 2000°C. Le programmeur permet de régler les cycles de densification en indiquant le temps de montée en température, la température à atteindre et le temps de maintien à cette température. Les composants à densifier sont posés sur des plateaux en céramique, résistants aux hautes températures de densification.



**Figure 60. a) Vue générale du four de densification VAS<sup>®</sup>; b) Vue intérieure du four (éléments chauffants en graphites).**

#### 3.2. Cycles de densification

Lors de l'étape de densification par diffusion à l'état solide, les conditions influençant la densité finale du composant sont la cinétique de densification, l'atmosphère de densification et la nature du support employé (céramique, [GER 96]). Différents cycles sont comparés pour la densification des composants déliantés: une montée en température jusqu'à 600 °C suivie

d'une montée à 1360°C. Cette température maximale, inférieure à la température de fusion de l'acier inoxydable et du fer, a été utilisée par différents centres de recherche, pour la poudre d'acier inoxydable de granulométrie 16 µm [GER 96] [GER 97] [BAR 00] [QUI 08 a].

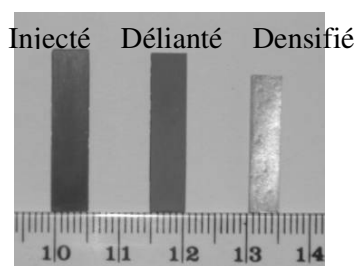
**Tableau 31. Description des cycles de densification**

| Etape             | Cinétique de densification, °C/min |   |    |    |     |    |    |
|-------------------|------------------------------------|---|----|----|-----|----|----|
|                   | 5                                  | 8 | 10 | 12 | 15  | 18 | 20 |
| Rampe 1, °C/min   | 2,5                                | 4 | 5  | 6  | 7,5 | 9  | 10 |
| Température 1, °C | 600                                |   |    |    |     |    |    |
| Maintient 1, min  | 30                                 |   |    |    |     |    |    |
| Rampe 2, °C/min   | 5                                  | 8 | 10 | 12 | 15  | 18 | 20 |
| Température 2, °C | 1360                               |   |    |    |     |    |    |
| Maintient 2, min  | 120                                |   |    |    |     |    |    |
| Rampe 3, °C/min   | -10                                |   |    |    |     |    |    |
| Température 3, °C | 25                                 |   |    |    |     |    |    |
| Atmosphère        | Vide primaire                      |   |    |    |     |    |    |

### 3.3. Densification des éprouvettes déliantées, réalisées à partir de mélanges de poudres inox 16 µm et 5 µm avec la formulation 2

#### 3.3.1. Densification des éprouvettes déliantées

Les éprouvettes de type 1, injectées avec les mélanges de poudres d'acier inoxydable 16µm et 5µm puis déliantées, ont été densifiées. La température maximale de densification a été réglée à 1360°C avec un temps de maintien de 2 heures, sous un vide primaire.



**Figure 61. Epreuve de type 1 injectée, déliantée et densifiée à partir de poudres d'acier inoxydable 5 µm (cinétique de densification de 10°C/min).**

### 3.3.2. Mesures dimensionnelles après densification

Des mesures dimensionnelles ont été réalisées sur ces éprouvettes de type 1 après densification. Ces mesures ont été comparées avec celles relevées sur les composants injectés de même type 1. A partir de ces valeurs, le retrait moyen sur la longueur, la largeur et l'épaisseur sont déterminés par comparaison des composants injectés et densifiés (Tableau 32). Ces mesures montrent que le retrait moyen, après densification, augmente lorsque la vitesse de densification augmente.

**Tableau 32. Retrait moyen après densification pour les éprouvettes de type 1, réalisées avec les mélanges de poudres inox 16 µm et 5 µm, avec la formulation 2.**

| Poudre         | Retrait moyen (%) pour différentes cinétiques de densification (°C/min) |      |      |      |      |      |      |
|----------------|-------------------------------------------------------------------------|------|------|------|------|------|------|
|                | 5                                                                       | 8    | 10   | 12   | 15   | 18   | 20   |
| 16 µm (bi-vis) | 12,3                                                                    | 13,0 | 13,6 | 14,7 | 13,7 | 11,5 | 11,5 |
| 5 µm (pales)   | 12,3                                                                    | 13,4 | 14,2 | 14,4 | 13,7 | 13,4 | 11,6 |
| 5 µm (bi-vis)  | 13,5                                                                    | 14,5 | 15,0 | 14,6 | 14,4 | 13,0 | 13,3 |

### 3.3.3. Mesures de densité

Des mesures de densité ont été réalisées sur des composants densifiés, élaborés avec les deux poudres d'acier inoxydable 16 µm et 5 µm, en utilisant deux techniques de mesure différentes : mesure par pycnomètre et mesure hydrostatique (Tableau 33). Ces valeurs de densité doivent être les plus proches possible de la densité physique de l'acier inoxydable 316L: 7,9 g/cm<sup>3</sup>. Les différences observées peuvent provenir des résidus subsistant à l'intérieur des composants (carbone, oxyde, etc) ou à une porosité résiduelle suite à une mauvaise densification.

**Tableau 33. Evolution de la densité des composants densifiés avec des mélanges de poudres inox 16µm et 5 µm, avec la formulation 2.**

| <b>Poudre</b>       | <b>Densité par mesure<br/>pycnométrique, g/cm<sup>3</sup></b> | <b>Densité par mesure<br/>hydrostatique, g/cm<sup>3</sup></b> |
|---------------------|---------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------|
| Inox 16 µm (bi-vis) | 7,52                                                          | 7,38                                                          |
| Inox 5 µm (pales)   | 7,36                                                          | 7,52                                                          |
| Inox 5 µm (bi-vis)  | 7,87                                                          | 7,53                                                          |

### 3.3.4. Densité relative

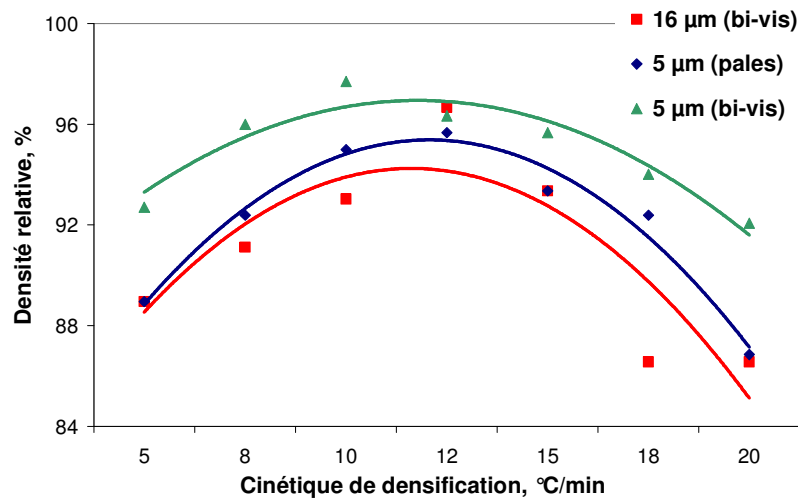
La densité relative représente pour les composants densifiés, qui sont constitués uniquement de poudres métalliques, le rapport entre le volume de poudres dans le composant et le volume d'enveloppe. A partir de cette densité relative, il est possible de déduire le taux de porosité dans le composant (% porosité = 100 – densité relative après densification). Cette densité doit donc être la plus proche de 100 %, pour que le composant soit de bonne qualité. La densité relative peut être définie à partir du taux de charge initial de poudre et le retrait après densification :

$$d_{relative} = \Phi / (1-\delta)^3 \quad (13)$$

où  $\Phi$  est le taux de charge initial de poudres dans les mélanges (60 %) et  $\delta$  est le retrait mesuré sur les composants après densification.

**Tableau 34. Densité relative des composants densifiés, réalisés avec des mélanges de poudres inox 16µm et 5 µm avec la formulation 2.**

| <b>Poudre</b>       | <b>Densité relative (%) pour différentes cinétiques de densification (°C/min)</b> |          |           |           |           |           |           |
|---------------------|-----------------------------------------------------------------------------------|----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|
|                     | <b>5</b>                                                                          | <b>8</b> | <b>10</b> | <b>12</b> | <b>15</b> | <b>18</b> | <b>20</b> |
| Inox 16 µm (bi-vis) | 89,0                                                                              | 91,1     | 93,0      | 96,7      | 93,4      | 86,6      | 86,6      |
| Inox 5 µm (pales)   | 89,0                                                                              | 92,4     | 93,4      | 95,7      | 93,4      | 92,4      | 86,9      |
| Inox 5 µm (bi-vis)  | 92,7                                                                              | 96,0     | 97,7      | 96,3      | 95,7      | 94,0      | 92,1      |

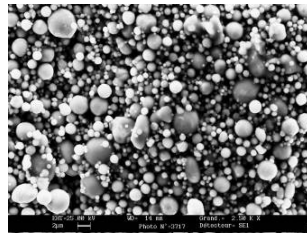


**Figure 62. Evolution de la densité relative en fonction de la cinétique de densification pour des composants réalisés à partir de poudres inox 16 µm et 5 µm.**

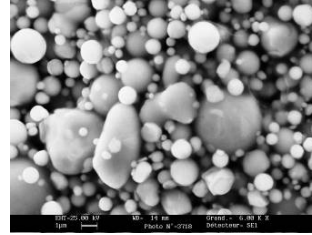
Les courbes de densité relative des composants réalisés à partir de poudre d'acier inoxydable montrent que la cinétique de densification joue un rôle important sur les résultats de densité. Au fur et à mesure que la température augmente, la densité relative augmente associée à la diminution de la porosité. Par conséquent, les propriétés mécaniques augmentent également avec la température de densification. Au delà de la température maximale de densification par diffusion à l'état solide, on constate une chute des propriétés mécaniques [GER 96]. Les meilleurs résultats sont obtenus pour des cinétiques de densification de 10 et 12°C/min. En effet, la densité relative augmente jusqu'à ces valeurs de cinétique, avant de baisser pour des cinétiques plus rapides qui donnent lieu à des distorsions après densification.

### 3.3.5. Analyse MEB

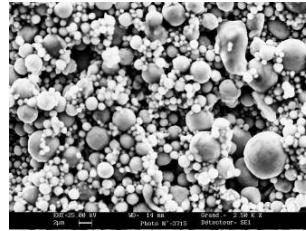
Des analyses au microscope électronique à balayage (MEB) ont été effectuées sur des composants injectés, déliantés et densifiés, réalisés à partir de poudres d'acier inoxydable 5µm, élaborés avec le mélangeur à pales et correspondant à la formulation 2. Ces analyses permettent d'observer la structure microscopique des composants au cours des étapes du procédé MIM. Plus particulièrement, ces analyses montrent la répartition des poudres dans le liant pour les composants injectés et déliantés et la diffusion de la poudre après la densification.



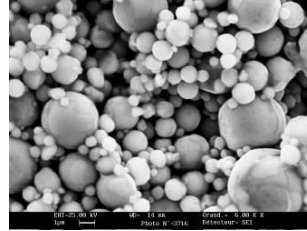
Eprouvette injectée x 2500



Eprouvette injectée x 6000



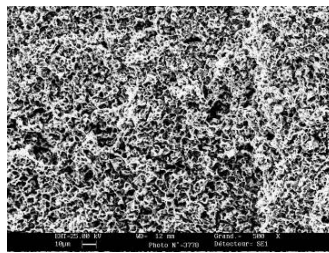
Eprouvette déliantée x 2500



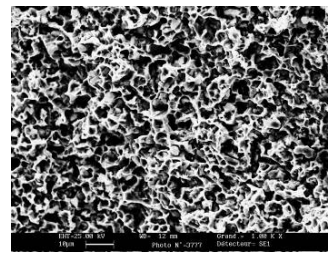
Eprouvette déliantée x 6000

**Figure 63. Analyse MEB des éprouvettes injectées et déliantées, réalisées avec un mélange de poudre inox 5  $\mu\text{m}$  et correspondant à la formulation 2.**

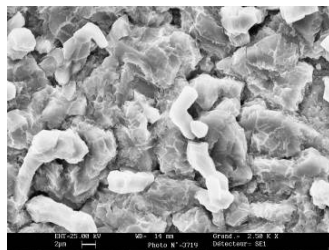
Pour les composants injectés et déliantés, les analyses MEB montrent une cohésion entre les grains de poudre par l'intermédiaire du liant. Elles montrent également l'absence de phénomènes de ségrégation (séparation du liant et de la poudre) ou de fissures ou microfissures.



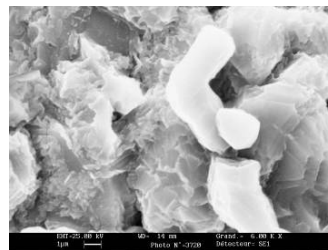
Eprouvette densifiée x 500



Eprouvette densifiée x 1000



Eprouvette densifiée x 2500



Eprouvette densifiée x 6000

**Figure 64. Analyse MEB des éprouvettes densifiées, réalisées avec un mélange de poudres inox 5  $\mu\text{m}$  correspondant à la formulation 2.**

Pour les composants densifiés, les analyses MEB montrent que le liant a disparu et les grains de poudres, formés par diffusion à l'état solide, sont de tailles plus importantes. Au final, les composants densifiés ont une structure de matériaux métalliques standards contenant une porosité résiduelle.

### 3.3.6. Caractéristiques mécaniques de l'acier inoxydable 316L après densification

Des essais de traction ont été réalisés sur les éprouvettes densifiées, réalisées à partir de poudres d'acier inoxydable 5 $\mu$ m (Tableau 35). Ces mesures permettent de déterminer les limites à la rupture et les élongations de ces éprouvettes.

**Tableau 35. Propriétés mécaniques des composants MIM réalisés à partir de poudre d'acier inoxydable de type 316L**

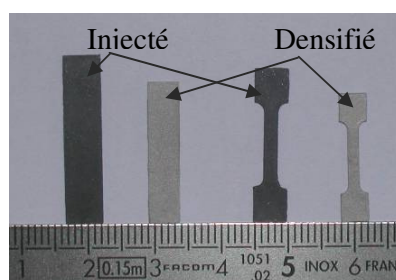
| Matériau                        | Densification | Limite à la rupture, MPa | Elongation, % |
|---------------------------------|---------------|--------------------------|---------------|
| Inox 316L -16 $\mu$ m [SCH 00]  | -             | 450                      | 40            |
| Inox 316L - 16 $\mu$ m [BAR 00] | 2,5°C/min     | 510                      | 48            |
| Inox 316L - 5 $\mu$ m (pales)   | 8°C/min       | 765                      | 48            |
| Inox 316L - 5 $\mu$ m (pales)   | 10°C/min      | 800                      | 52            |
| Inox 316L - 5 $\mu$ m (pales)   | 12°C/min      | 710                      | 47            |

Pour ces essais, les éprouvettes de traction de longueur maximale de 23 mm ont été utilisées. La longueur utile de ces éprouvettes est de 9 mm pour une section de 1,4 mm<sup>2</sup>. La vitesse d'essai choisie pour le déplacement de la traverse est de 0,01 mm/s avec une cellule de force de 5 kN. A cause de la petite taille des éprouvettes, l'utilisation des extensomètres n'a pas été possible, ce qui introduit une petite erreur sur la valeur finale des propriétés mécaniques. Les meilleurs résultats sont obtenus pour une cinétique de densification de 10°C/min. Ceci est dû au fait que le retrait maximal est observé pour cette cinétique et donc que le composant a une porosité faible et possède de meilleures propriétés mécaniques que pour les autres cinétiques.

### 3.4. Densification des éprouvettes déliantées réalisées à partir de mélanges de poudres de fer

#### 3.4.1. Densification des éprouvettes déliantées

Les éprouvettes de type 1 et 2, injectées avec les mélanges de poudres de fer (Fe A à 50 %, Fe B/Ni à 55 % et Fe C à 60 %), puis déliantées, ont été densifiées par diffusion à l'état solide. La température maximale de densification a été réglée à 1360°C avec un temps de maintien de 2 heures, sous vide primaire. Les cycles détaillés utilisés pour réaliser ces différentes densifications sont donnés dans le Tableau 31.



**Figure 65. Eprouvettes injectées et densifiées à partir de poudres de fer (Fe B/Ni 55 %).**

#### 3.4.2. Mesures dimensionnelles après densification

Des mesures dimensionnelles ont été réalisées sur ces éprouvettes de type 1 après densification (Tableau 32). Ces mesures montrent que le retrait moyen après densification augmente lorsque la vitesse de densification augmente.

**Tableau 36. Retrait après densification des éprouvettes de type 1 injectées avec les mélanges de poudre de fer A, B et C**

| Poudre           | Retrait (%) pour différentes cinétiques de densification (°C/min) |      |      |      |      |      |      |
|------------------|-------------------------------------------------------------------|------|------|------|------|------|------|
|                  | 5                                                                 | 8    | 10   | 12   | 15   | 18   | 20   |
| Fer A à 50 %     | 19,4                                                              | 19,0 | 18,9 | 19,1 | 17,9 | 17,6 | 16,0 |
| Fer B / Ni à 55% | 18,9                                                              | 17,5 | 18,5 | 17,7 | 16,4 | 16,7 | 13,7 |
| Fer C à 60 %     | 13,9                                                              | 14,1 | 14,9 | 14,6 | 14,5 | 13,1 | 12,7 |

### 3.4.3. Mesures de densité

Des mesures de densité sont réalisées sur des composants densifiés, élaborés avec les poudres de fer (Tableau 37). Ces valeurs de densité doivent être les plus proches possible de la valeur de fer :  $7,8 \text{ g/cm}^3$  ou du fer/nickel à 8 % :  $7,9 \text{ g/cm}^3$ .

**Tableau 37. Evolution de la densité des composants après densification et correspondant à des mélanges de poudres de fer.**

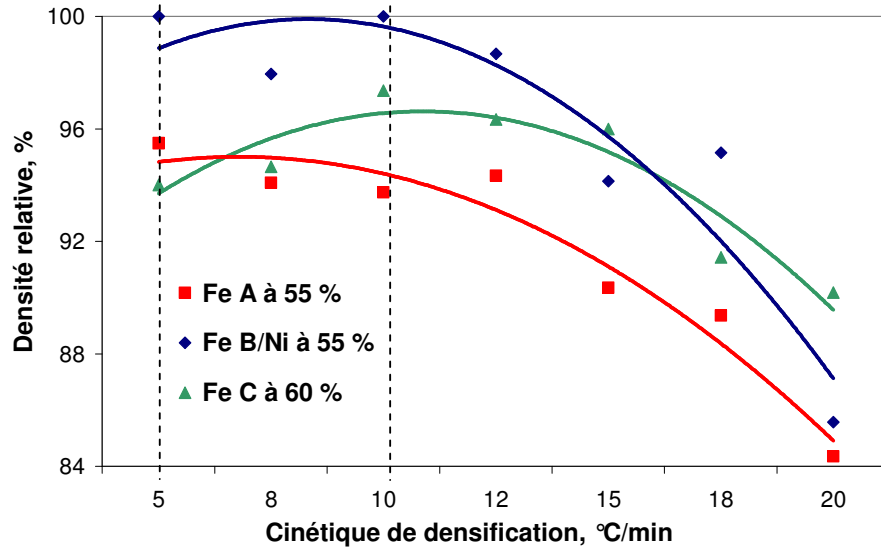
| Poudre           | Densité obtenue par mesure pycnométrique, $\text{g/cm}^3$ | Densité obtenue par mesure hydrostatique, $\text{g/cm}^3$ |
|------------------|-----------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------|
| Fer A à 50 %     | 6,61                                                      | 6,85                                                      |
| Fer B / Ni à 55% | 7,44                                                      | 7,57                                                      |
| Fer C à 60 %     | 7,37                                                      | 7,26                                                      |

### 3.4.4. Densité relative en fonction de la cinétique de densification

La densité relative pour les composants de fer densifiés a été déterminée à partir des retraits obtenus après les mesures dimensionnelles (Tableau 38). Cette densité relative permet de déterminer la porosité finale des composants après densification, et donc de qualifier les paramètres utilisés pendant l'étape de densification.

**Tableau 38. Densité relative des composants densifiés, réalisés à partir de mélanges de poudres de fer, correspondant à la formulation 2.**

| Poudre           | Densité relative (%) pour différentes cinétiques ( $^{\circ}\text{C/min}$ ) |      |      |      |      |      |      |
|------------------|-----------------------------------------------------------------------------|------|------|------|------|------|------|
|                  | 5                                                                           | 8    | 10   | 12   | 15   | 18   | 20   |
| Fer A à 50 %     | 95,5                                                                        | 94,1 | 93,7 | 94,3 | 90,4 | 89,4 | 84,4 |
| Fer B / Ni à 55% | 100                                                                         | 97,9 | 100  | 98,7 | 94,1 | 95,2 | 85,6 |
| Fer C à 60 %     | 94                                                                          | 94,7 | 97,4 | 96,3 | 96,0 | 91,4 | 90,2 |

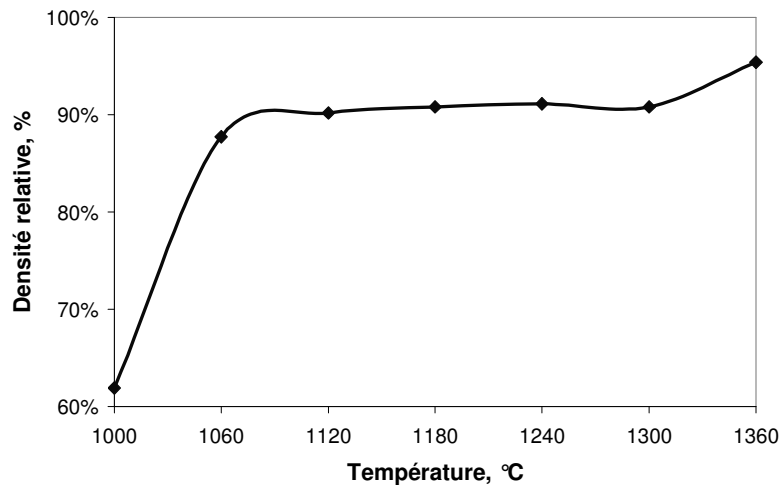


**Figure 66. Evolution de la densité relative, pour les quatre cinétiques de densification, pour des composants réalisés à partir de poudres de fer.**

Les courbes de densité relative des composants réalisés à partir de poudres de fer A, B et C indiquent que les densités relatives les plus importantes sont obtenues pour les cinétiques de densification comprises entre 5 et 10°C/min. En effet, les densités relatives diminuent pour les cinétiques de densification supérieures de 10°C/min, pour lesquelles on observe des distorsions après densification plus importantes.

### 3.4.5. Densité relative en fonction de la température de densification

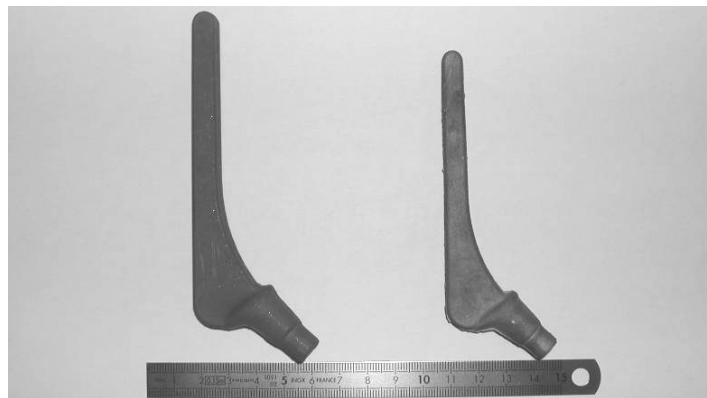
Une étude complémentaire a été réalisée pour valider le choix de la température maximale de densification (1360°C). Pour cela, des densifications ont été réalisées à différentes températures comprises entre 1000°C et 1360°C avec un incrément de 60°C et pour une cinétique de densification de 10°C/min, pour des éprouvettes de type 1 en poudre fer C à 60 % (Figure 67). Les résultats montrent que la valeur maximale de densité relative des composants densifiés est obtenue pour la température de 1360°C et confirme donc bien le choix de cette température de densification.



**Figure 67. Evolution de la densité relative, pour une cinétique de densification de 10°C/min, pour des composants réalisés à partir de la poudre Fe C à 60 %.**

#### **3.4.6. Densification de composants 3D complexes et épais réalisés à partir de poudre Fe C à 60 %.**

Des prothèses de hanche (échelle 2:3) ont été injectées avec du mélange de poudre fer C à 60 %, déliantées et puis densifiées (Figure 68). La densification du composant a été réalisée avec une cinétique de 10°C/min, jusqu'à une température de 1180°C et avec un temps de maintien de 120 min. Le composant a été posé sur un lit d'alumine, comme support de densification, pour limiter les déflexions dues à la gravité. Les mesures dimensionnelles montrent un retrait moyen de 13,1 %, ce qui représente une densité finale de 91,8 %.



**Figure 68. Prothèses de hanche injectée et densifiée, réalisées à partir de poudre de fer Fe C, chargée à 60 %.**

Ces travaux ont pour objectif de valider le mélange pour la réalisation de composants 3D complexes et épais (masse de 70 g, longueur maximale de 130 mm). En effet, ces travaux permettent de valider l'ensemble des méthodologies et développements expérimentaux sur un mélange de poudre de fer pour des applications multiples, couvrant les composants de tailles millimétriques jusqu'à plusieurs centimètres en longueur et environ un centimètre en épaisseur.

Le problème, induit par la réalisation de composants épais, se situe au niveau des étapes de déliantage et de densification où un risque de déformation ou de fluage, lié à la masse de l'objet, peut apparaître. Pour limiter ce problème lors de ces deux étapes, les prothèses de hanche ont été déliantées et densifiées sur un lit d'alumine. L'idéal serait de réaliser (par procédé MIM) des supports injectés adaptés aux formes des composants que l'on désire obtenir [SON 07].

### 3.4.7. Caractéristiques mécaniques des poudres de fer après densification

Des essais de traction ont été réalisés sur les éprouvettes densifiées, réalisées à partir des poudres de fer A, B et C. Ces mesures ont pour but de déterminer les contraintes à la rupture et les elongations maximales avant rupture pour ces éprouvettes densifiées (Tableau 39).

**Tableau 39. propriétés mécaniques des composants réalisés à partir de poudres de fer**

| <b>Matériau</b>        | <b>Densification,<br/>°C/min</b> | <b>Limite à la rupture,<br/>MPa</b> | <b>Elongation,<br/>%</b> |
|------------------------|----------------------------------|-------------------------------------|--------------------------|
| MIM-Fe2Ni (Norme EPMA) | -                                | 260                                 | 20                       |
| MIM-Fe8Ni (Norme EPMA) | -                                | 380                                 | 20                       |
| Fe A à 50 %            | 10                               | 200                                 | 3                        |
| Fe B / Ni à 55%        | 10                               | 420                                 | 3                        |
| Fe C à 60 %            | 10                               | 300                                 | 19                       |

La machine de traction utilisée est de type Instron<sup>®</sup>, modèle 6025. Pour réaliser ces essais de traction, les éprouvettes de traction de type 2 (longueur maximale de 23 mm) ont été utilisées. La longueur utile des ces éprouvettes est de 9 mm avec une section de 1,4 mm<sup>2</sup>. La vitesse d'essai choisie pour le déplacement de la traverse de la presse est 0,01 mm/s. La cellule de force choisie permet un effort axial maximum de 5 kN.

Les résultats montrent que le mélange réalisé avec la poudre de fer C chargée à 60 % possède une élongation largement supérieure aux autres mélanges plus faiblement chargés (50 et 55 %) et comparable aux valeurs de référence. Cela montre qu'un taux de charge élevé permet d'obtenir de bonnes propriétés mécaniques malgré les problèmes que cela peut engendrer pour les étapes de mélangeage et d'injection.

## 4. Conclusions

---

La réalisation d'injections, de déliantages et de densifications par diffusion à l'état solide, à partir de mélanges élaborés avec des poudres d'acier inoxydable et de fer, ont permis d'obtenir des séries de composants métalliques de formes « éprouvettes de traction et de flexion ».

Ces travaux ont validé l'ensemble des équipements de la plate forme technologique dédié au Moulage par Injection de Poudres Métalliques. En effet, les mélangeurs (à pales et bi-vis), la presse d'injection, l'étuve de déliantage et le four de frittage ont été utilisés et l'ensemble des paramètres de ces équipements ont été définis et ajustés en fonction des nuances de poudres.

Des caractérisations ont été effectuées sur ces composants pendant et à la fin du procédé : mesures de dimensions, de masses, de densités et des propriétés mécaniques. Ces caractérisations permettent de définir les propriétés physiques et mécaniques des composants et de déterminer si les nuances peuvent être utilisées pour des applications industrielles. De plus, les mesures dimensionnelles et de densité pour les composants densifiés, élaborés à partir de la poudre d'acier inoxydable 5 $\mu$ m, permettront de comparer et valider les résultats obtenus durant les simulations de l'étape de densification (Chapitre IV).

Dans l'avenir, des analyses précises des taux d'oxygène et de carbone devront être réalisées pour chacune des étapes afin de valider l'ensemble des constituants de composants réalisés par le MIM [MPI 07]. Par exemple, le 316L devra avoir une teneur en carbone inférieure à 0,03 %.

# **Chapitre IV**

## **Modélisation, Identification et Simulation de l'étape de densification**

## Sommaire

|                                                                              |     |
|------------------------------------------------------------------------------|-----|
| 1. Modèle numérique.....                                                     | 111 |
| 1.1. Définition générale.....                                                | 111 |
| 1.2. Description de la loi de comportement .....                             | 112 |
| 2. Mesures expérimentales.....                                               | 117 |
| 2.1. Dilatomètre horizontal .....                                            | 117 |
| 2.2. Mesures dilatométriques de la déflexion axiale.....                     | 117 |
| 2.3. Mesure du retrait géométrique par dilatométrie .....                    | 120 |
| 3. Détermination des paramètres expérimentaux .....                          | 124 |
| 3.1. Détermination de la densité relative .....                              | 124 |
| 3.2. Détermination du coefficient de Poisson pour les matériaux poreux ..... | 125 |
| 3.3. Détermination du taux de déflexion.....                                 | 126 |
| 3.4. Détermination de la viscosité uniaxiale .....                           | 127 |
| 4. Identification des paramètres de l'acier inox 316L 5 $\mu$ m .....        | 129 |
| 4.1. Identification de l'évolution de la taille des grains.....              | 129 |
| 4.2. Identification de la contrainte de densification.....                   | 130 |
| 4.3. Conclusions .....                                                       | 131 |
| 5. Simulation numérique de l'étape de densification .....                    | 132 |
| 5.1. Procédure pour réaliser une simulation.....                             | 132 |
| 5.2. Paramètres de simulation liés au matériau utilisé.....                  | 133 |
| 5.3. Géométrie et maillage du composant.....                                 | 134 |
| 5.4. Cinétiques et support considérées.....                                  | 134 |
| 5.5. Résultats de la simulation de l'étape de densification .....            | 134 |
| 5.6. Comparatifs entre simulation et expérimentation.....                    | 137 |
| 6. Conclusions.....                                                          | 138 |

# 1. Modèle numérique

---

Au niveau de la littérature, la plupart des auteurs se sont focalisés à réaliser la simulation de composants centimétriques épais. L'objectif de ce chapitre est de réaliser des simulations de l'étape de densification par diffusion à l'état solide d'une poudre fine d'acier inoxydable de granulométrie 5  $\mu\text{m}$ .

Pour simuler la densification par diffusion à l'état solide, afin d'optimiser les paramètres du procédé MIM et prévoir les dimensions des cavités des moules d'injection, un modèle macroscopique de la densification est utilisé sur des composants de petites tailles et d'une poudre fine. Ce modèle phénoménologique, utilisé pour décrire la loi de comportement associée à la densification, est élaboré à partir d'observations expérimentales. Les paramètres de ce modèle de comportement sont déterminés à partir de mesures expérimentales et notamment grâce à des mesures dilatométriques du retrait et de la déflexion pendant la phase de densification. Le modèle de densification par diffusion à l'état solide est utilisé pour prédire le retrait et l'évolution de la densité des composants pendant et après la phase de densification.

L'identification des paramètres pour un mélange élaboré avec de la poudre d'acier inoxydable 316L de granulométrie 5  $\mu\text{m}$  a été réalisée. Pour cette identification, les mesures dilatométriques (retrait) et de fluage (déflexion) pendant la densification ont été réalisées dans un dilatomètre horizontal.

## 1.1. Définition générale

Les composants injectés puis déliantés sont poreux. En effet, ils comprennent une phase solide constituée d'un squelette de poudres et des vides : les pores. La loi de comportement associée à la densification par diffusion à l'état solide des matériaux poreux peut être décrite par des modèles phénoménologiques dans le cadre de la mécanique des milieux continus. Les composants poreux, résultant de la densification par diffusion à l'état solide, peuvent être définis par une loi de comportement thermo-elasto-viscoplastique non linéaire [OLE 98].

Durant la phase de densification, les pores se rétractent ou disparaissent sous l'effet des contraintes de densification et/ou des efforts extérieurs. La densité relative et la porosité sont les deux paramètres apparents utilisés pour décrire la densification de la matière poreuse. La porosité  $\theta$  est définie par l'expression suivante:

$$\theta = \frac{V_{pores}}{V_{total}} \quad (14)$$

où  $V_{pores}$  est le volume de pores dans le composant et  $V_{total}$  est le volume total apparent du composant incluant le volume du squelette de poudres et le volume des pores.

La densité relative  $d$  peut être obtenue directement par l'expression :

$$d = 1 - \theta \quad (15)$$

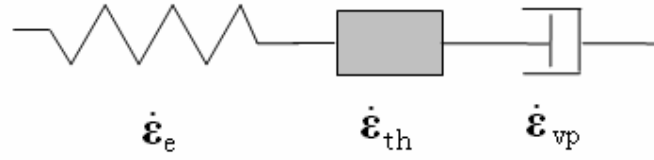
A la fin de l'étape de densification et dans l'hypothèse que cette dernière a été réalisée de manière optimum, les résultats finaux devraient donner  $\theta = 0$  et  $d = 1$ . Du point de vue industriel et pour certaines applications particulières (armement,...), cette étape de densification est complétée par une étape de Sinter HIP pour atteindre des densités finales de 100 % [SCH 97].

## 1.2. Description de la loi de comportement

### 1.2.1. Modèle thermo-élasto-viscoplastique de la densification

À haute température, la densification des matériaux polycristallins est contrôlée par les phénomènes de diffusion, qui peuvent être considérés comme des déformations de types et en particulier des métaux [NAB 00][NAB 02][SON 05]. Ainsi, la déformation du composant, incluant le retrait et la distorsion pendant la densification est dépendante de la cinétique de densification. Une loi de comportement viscoplastique, issue de la mécanique des milieux continue peut être alors utilisée pour décrire ce phénomène. D'autre part, le retrait lié à la densification peut être observé grâce à des mesures expérimentales, réalisées dans un dilatomètre horizontal. Il existe néanmoins des preuves indiquant que les composants injectés sont élastiques à la température ambiante. Il existe une transition, pendant la densification, entre la partie élastique et la partie visqueuse [CAI 97]. Les déformations élastiques et thermiques, dues aux variations de température, doivent alors être considérés [GAS 00][ZHA

02 a]. Le modèle de comportement thermo-elasto-viscoplastique de la densification par diffusion à l'état solide peut être représenté selon la figure suivante (Figure 69):



**Figure 69. Modèle de comportement thermo-elasto-viscoplastique de la densification incluant les vitesses de déformations élastique, thermique et viscoplastique [SON 06].**

La vitesse de déformation pendant l'étape de densification par diffusion à l'état solide se décompose en trois composantes : la vitesse de déformation élastique  $\dot{\epsilon}^e$ , la vitesse de déformation thermique  $\dot{\epsilon}^{th}$  et la vitesse de déformation viscoplastique  $\dot{\epsilon}^{vp}$ , elle s'écrit :

$$\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}^e + \dot{\epsilon}^{th} + \dot{\epsilon}^{vp} \quad (16)$$

#### 1.2.1.1. Vitesse de déformation élastique

La vitesse de déformation élastique, linéaire et isotrope, est exprimée par la relation suivante:

$$\dot{\epsilon}^e = C_e \dot{\sigma} \quad (17)$$

où  $C_e$  est la matrice d'acquiescement élastique. Cette équation peut également être exprimée grâce à la loi de Hooke, sous la forme :

$$\dot{\sigma} = D^e \dot{\epsilon}^e = D^e (\dot{\epsilon} - \dot{\epsilon}^{th} - \dot{\epsilon}^{vp}) \quad (18)$$

où  $D^e$  est le tenseur des taux de déformations élastiques.

#### 1.2.1.2. Vitesse de déformation thermique

La vitesse de déformation thermique est exprimée en fonction de l'expansion volumique sous l'effet de la température, définie par:

$$\dot{\epsilon}^{th} = \alpha \Delta \dot{T} \quad (19)$$

où  $\alpha$  est le coefficient de dilatation thermique,  $\Delta\dot{T}$  est l'incrément de température et  $I$  est la matrice identité du second ordre. Le coefficient  $\alpha$  peut être déterminé par des mesures expérimentales en dilatométrie.

### 1.2.1.3. Vitesse de déformation viscoplastique

La vitesse de déformation viscoplastique est déterminée par l'expression inverse de la loi de Hooke, exprimée sous forme :

$$\dot{\epsilon}^{vp} = \frac{dev \sigma}{2G} + \frac{\sigma_m - \sigma_s}{3K} I \quad (20)$$

où  $dev \sigma$  est le déviateur des contraintes,  $\sigma_m$  est la contrainte hydrostatique ( $\sigma_m = \text{tr}(\sigma)/3$ ),  $\sigma_s$  est la contrainte de densification,  $G$  est le module de cisaillement,  $K$  est le module de compressibilité et  $I$  est la matrice identité du second ordre.

## 1.2.2. Détermination des modules de cisaillement et de compressibilité

### 1.2.2.1. Modules de cisaillement et de compressibilité

Les modules de cisaillement visqueux  $G$  et de compressibilité visqueuse  $K$  sont respectivement définis par :

$$G = \frac{\eta_z}{2(1 + \nu_p)} \quad (21)$$

$$K = \frac{\eta_z}{3(1 - 2\nu_p)} \quad (22)$$

où  $\eta_z$  est la viscosité uniaxiale et  $\nu_p$  est le coefficient de Poisson pour un matériau poreux.

### 1.2.2.2. Viscosité uniaxiale

La viscosité uniaxiale peut être déterminée à partir de l'expression de la viscosité effective associée au matériau métallique dense et s'exprime par la relation:

$$\eta_z^n = \eta_{eff} d^2 \quad (23)$$

où  $d$  est la densité relative déterminée par mesure expérimentale. La viscosité effective associée au matériau métallique très dense  $\eta_{eff}$  s'écrit sous la forme suivante:

$$\eta_{eff} = \frac{kTG^3 d^2}{47,5V_a \delta_b D_{b0} \exp(-Q_d / RT)} \quad (24)$$

où  $k$  est la constante de Boltzmann,  $T$  est la température absolue,  $G$  est la taille de grain du matériau,  $d$  est la densité relative,  $V_a$  est le volume atomique,  $\delta_b$  est l'épaisseur du joint de grain,  $D_{b0}$  est le coefficient de diffusion,  $Q_d$  est l'énergie d'activation et  $R$  la constante des gaz parfaits [ZON 07].

### 1.2.2.3. Coefficient de Poisson pour les matériaux poreux

Afin d'estimer les modules de viscosité de cisaillement et de compressibilité, le coefficient de Poisson pour les matériaux poreux doit être déterminé. Une méthode directe, à partir de la mesure expérimentale du retrait pendant la phase de densification, permet d'obtenir ce coefficient de Poisson. Cette mesure, réalisée dans un dilatomètre, permet de mesurer simultanément les retraits axiaux et radiaux. Il est toutefois nécessaire d'utiliser un dilatomètre permettant des mesures axiales et radiales en simultané. D'autre part, les résultats des mesures sont influencés par différents paramètres comme la charge, les cycles de densification, etc [GIL 01]. Plusieurs expressions analytiques ou empiriques pour ce coefficient de Poisson ont été proposées. Bordia a proposé la relation empirique suivante entre le coefficient de Poisson et la densité relative [BOR 88], exprimée par:

$$\nu_p \approx \frac{1}{2} \sqrt{\frac{d}{3-2d}} \quad (25)$$

où  $d$  est la densité relative, comprise entre 0,6 (pour un taux de charge de 60 %) et 1 (une densification parfaite sans porosité résiduelle).

### 1.2.3. Contrainte de densification

La contrainte de densification (ou encore force motrice de densification) a une influence importante sur le comportement des poudres pendant la phase de densification. Cette

contrainte de densification peut être déterminée à partir des équations de Laplace qui prennent en compte l'évolution des microstructures durant la densification [GER 97][GER 03]. La contrainte de densification peut être définie comme la force motrice pour la densification par diffusion à l'état solide, au niveau macroscopique. Elle dépend non seulement de la taille des poudres mais également de la porosité des matériaux et de l'énergie de surface. Pour la simulation numérique, l'aspect le plus important n'est pas de choisir l'expression de la contrainte de densification mais de déterminer précisément les paramètres. Ces paramètres doivent être identifiés par méthode inverse à partir de données expérimentales. L'expression utilisée pour déterminer la contrainte de densification, proposée par Olevsky, a été largement utilisée pour la simulation numérique de la densification de poudres d'acier inoxydable [GER 98], [ZHA 02 b], [BLA 02]. La contrainte de densification, déterminée en fonction de la densité relative et de la taille des grains est exprimée sous la forme suivante:

$$\sigma_s = Bd^C \quad (26)$$

où  $d$  est la densité relative,  $B$  et  $C$  sont des constantes physiques à identifier par mesures dilatométriques du retrait et du fluage.

#### 1.2.4. Croissance des grains de poudres

La croissance des grains joue un rôle important dans l'étape de densification. En effet, la taille des grains de poudres a une importance primordiale sur la cinétique de l'étape de densification et sur les caractéristiques mécaniques des composants densifiés. Un modèle, adapté aux poudres d'acier inoxydable 316L, a été choisi pour prendre en compte la croissance des grains pendant la densification [KAS 92] [CHI 92]. Il s'exprime sous la forme:

$$\frac{dG}{dt} = \frac{A \exp(-Q_G / RT)}{G} \quad (27)$$

où  $G$  est la taille des grains,  $A$  est une constante de l'ordre de 0,675 à 1,101  $\mu\text{m}^2/\text{s}$  pour de la poudre d'acier inoxydable 316L densifiée,  $R$  est la constante des gaz parfait,  $T$  est la température absolue et  $Q_G$  est l'énergie d'activation de la croissance des grains. Lorsque la température est inférieure à 1200°C,  $Q_G = 315,8 \text{ kJ/mol}$ , autrement  $Q_G = 50 \text{ kJ/mol}$ , [ZHA 05].

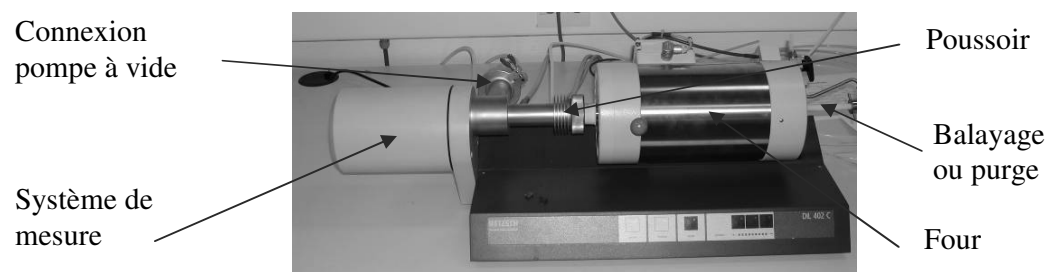
## 2. Mesures expérimentales

---

L'identification des paramètres du modèle numérique par méthode inverse, pour la phase de densification par diffusion à l'état solide, nécessite la construction d'une base de données expérimentales comprenant notamment des valeurs de mesures dilatométriques pour quantifier l'évolution du retrait et de la déflexion pendant la densification. Ces valeurs seront ensuite utilisées pour identifier les paramètres expérimentaux de la loi de comportement. Finalement, ces paramètres expérimentaux permettront d'identifier les paramètres numériques pour la simulation la densification par diffusion à l'état solide.

### 2.1. Dilatomètre horizontal

Les mesures dilatométriques ont été réalisées dans un dilatomètre horizontal équipé d'un four haute température (température maximale : 1650°C), Figure 70. Il peut fonctionner sous vide primaire ou balayage argon (30ml/min maximum). Ces mesures dilatométriques sont réalisées sous l'action d'une force extérieure induite par le poussoir. Cette force, appliquée par un ressort, a une valeur comprise entre 15 et 30 cN.



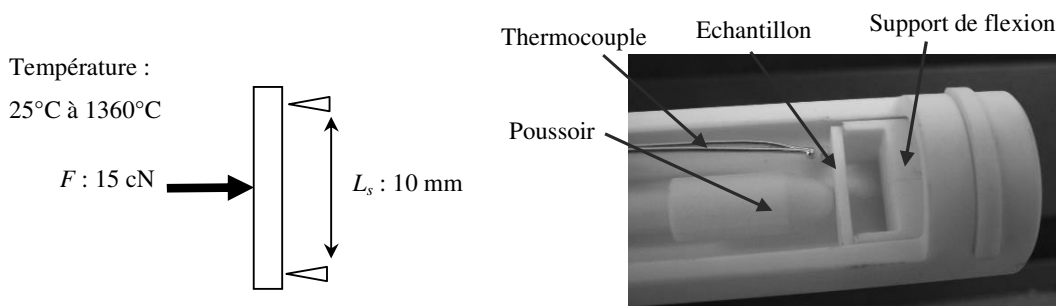
**Figure 70. Dilatomètre horizontal de type Netzsch 402 C.**

### 2.2. Mesures dilatométriques de la déflexion axiale

#### 2.2.1. Principe de la mesure de la déflexion dans le dilatomètre horizontal

Les mesures de fluage ont pour objectif de quantifier la déflexion d'un composant pendant l'étape de densification. Ces mesures permettent d'estimer le taux de déflexion et la viscosité du matériau pendant la phase de densification. Les mesures de fluage ont été réalisées avec

des éprouvettes de flexion déliantées de type 1, coupées en deux (longueur de 12 mm). Ces mesures ont été réalisées dans le dilatomètre horizontal et l'effort axial est transmis par l'intermédiaire du poussoir. L'éprouvette est posée en appui sur un support dont les deux appuis sont séparés d'une distance  $L_s$  imposée à 10 mm. Le poussoir est équipé d'une tête céramique possédant une forme en V, centrée au milieu de l'éprouvette (Figure 71).

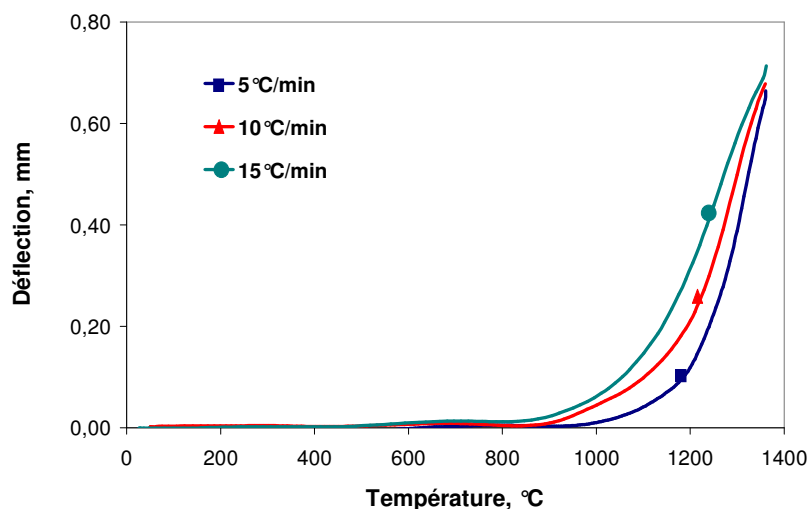


**Figure 71. Montage et support pour l'essai de fluage (flexion 3 points) avec une éprouvette de flexion de type 1 dans le dilatomètre horizontal.**

Des mesures ont été effectuées sur des éprouvettes réalisées à partir de poudres d'acier inoxydable de granulométrie 5  $\mu\text{m}$ . L'effort axial appliqué  $F$  est de 15 cN. Différentes cinétiques de densification ont été utilisées pour les mesures: 5, 10 et 15°C/min. Des mesures de déflexions ont été réalisées dans un premier temps sur les éprouvettes pendant la montée en température, pour des températures de densification comprises entre 25°C à 1360°C, puis dans un second temps l'ajout d'un temps de maintien de 120 minutes à la température maximale est investigué.

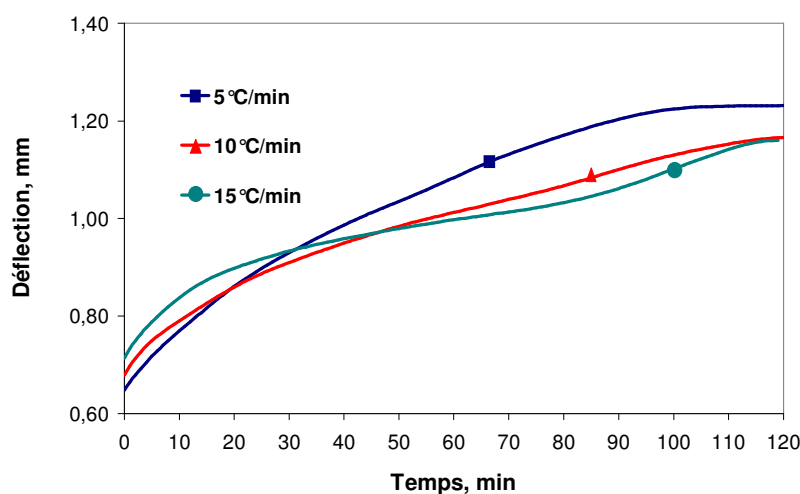
### **2.2.2. Evolution de la déflexion axiale pendant la densification**

Des mesures de déflexion axiale ont été réalisées dans le dilatomètre (Figure 71), pour des cinétiques de densification de 5, 10 et 15°C/min, avec des éprouvettes réalisées à partir de poudres d'acier inoxydable de granulométrie 5  $\mu\text{m}$ . Ces mesures ont été réalisées pendant la phase de chauffage pour des températures comprises entre 25°C et 1360°C ainsi que durant la phase de maintien en température pendant 120 minutes à la température maximale de 1360°C.



**Figure 72.** Evolution des déflexions axiales pendant la phase de chauffage pour des cinétiques de densification de 5, 10 et 15°C/min mesurées sur des éprouvettes réalisées avec des poudres d'acier inoxydable de granulométrie 5  $\mu$ m.

Les courbes obtenues pendant la phase de chauffage montrent que les déflexions axiales augmentent fortement à partir de 700°C pour une cinétique de 10°C/min et 900°C pour une cinétique de 5°C/min (Figure 72). Les courbes obtenues pendant la phase de maintien à température (1360°C, pour les trois mêmes cinétiques) montrent que les déflexions axiales augmentent durant cette phase de maintien (Figure 73).



**Figure 73.** Evolution des déflexions axiales au cours de la phase de maintien pour des cinétiques de densification de 5, 10 et 15°C/min, mesurées sur des éprouvettes réalisées avec des poudres d'acier inoxydable de granulométrie 5  $\mu$ m.

## 2.3. Mesure du retrait géométrique par dilatométrie

La dilatométrie permet de mesurer la dilatation ou la contraction dans le cas du frittage d'un composant soumis à un cycle thermique. Dans le cas de composants poreux réalisés par le procédé de moulage par injection de poudres métalliques, les mesures dilatométriques permettent de déterminer le retrait pendant la phase de densification par diffusion à l'état solide.

### 2.3.1. Densification sans charge

Pendant les mesures dilatométriques, les composants subissent l'action de la gravité seulement en flexion verticale sous poids propre. Pour nos mesures de flexion horizontale, la gravité et le frottement peuvent être ignorés. Ces mesures peuvent donc être définies comme « densification sans charge ». De plus, la vitesse de déformation élastique est négligeable. La loi de comportement régissant le mécanisme physique de densification est définie par:

$$\dot{\epsilon} = \alpha \dot{T} - \frac{\sigma_s}{3K} \quad (28)$$

La vitesse de retrait axial est exprimée sous la forme :

$$\frac{dL}{Ldt} = \alpha \dot{T} - \frac{\sigma_s}{3K} \quad (29)$$

La partie de gauche de cette équation peut être déterminé par mesure du retrait dans le dilatomètre, tout comme le coefficient d'expansion thermique  $\alpha$ . Il en résulte que le rapport entre la contrainte de densification  $\sigma_s$  et le module de compressibilité  $K$  peut être exprimé par:

$$\frac{\sigma_s}{K} = 3\left(\alpha \dot{T} - \frac{dL}{Ldt}\right) \quad (30)$$

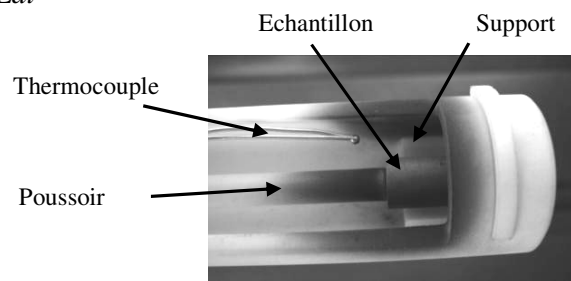


Figure 74. Support utilisé pour la mesure du retrait dans le dilatomètre.

### 2.3.2. Echantillons pour les mesures de retrait dans le dilatomètre

Les composants utilisés pour les mesures dilatométriques doivent être de forme cylindrique avec un rapport entre la longueur et le diamètre supérieur ou égal à 1,5 ( $L/d \geq 1,5$ ) [GER 97]. Les cylindres utilisés possèdent les caractéristiques géométriques suivantes : diamètre de 5 mm et longueur de 10 mm (rapport d'élancement de 2).

### 2.3.3. Pré-densification des composants

Après déliantage, les composants (carottes d'injection) ont été pré-densifiés à une température de 800°C (rampe de 2,6°C/min et temps de maintien de 30 min). La densité relative après pré-densification  $d_i$  est déterminée en utilisant le rapport entre la densité apparente et la densité théorique ( $d_i = d_{app} / d_{th}$ ). La densité apparente  $d_{app}$  est calculée par le rapport entre la masse  $m$  du composant après pré-densification et le volume apparent  $V_{app} = \pi d^2 l / 4$ , où  $d$  est le diamètre et  $l$  la longueur du cylindre. La densité théorique de la poudre est 7,9 g/cm<sup>3</sup>. La densité relative des composants en poudres d'acier inoxydable 5 µm (chargés initialement à 60 %), après pré-densification est 64,3 %.

### 2.3.4. Cycles de densification pour les mesures dilatométriques

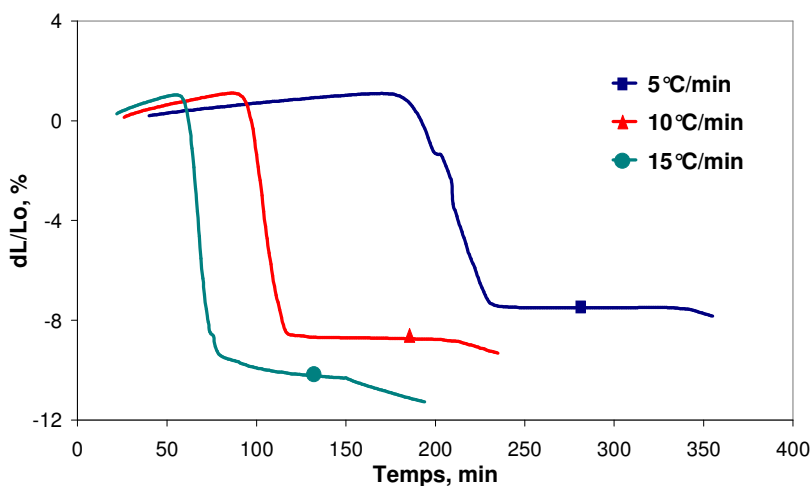
Les mesures du retrait ont été réalisées pendant la phase de densification dans le dilatomètre horizontal avec des composants pré-densifiés. Les densifications ont été réalisées suivant différents cycles décrits dans le Tableau 40. La différence entre les différents cycles est la cinétique de chauffage jusqu'à la température maximale de densification fixée à 1360°C. Les cinétiques de densification varient de 5 à 15°C/min. Cet interval est souvent choisi comme base d'étude pour la densification des aciers inoxydables [GER 97][GER 98]. Cela permet donc de pouvoir mettre en évidence l'influence de la cinétique de chauffage sur les résultats finaux en termes de retrait final et de densité finale.

**Tableau 40. Description des cycles de mesures dilatométriques**

| Etapes                   | Cycle 5°C/min | Cycle 10°C/min | Cycle 15°C/min |
|--------------------------|---------------|----------------|----------------|
| Rampe de montée          | 5°C/min       | 10°C/min       | 15°C/min       |
| Température finale       | 1360°C        |                |                |
| Temps de maintien        | 120 min       |                |                |
| Rampe de refroidissement | 20°C/min      |                |                |
| Température ambiante     | 25°C          |                |                |
| Atmosphère               | Vide primaire |                |                |

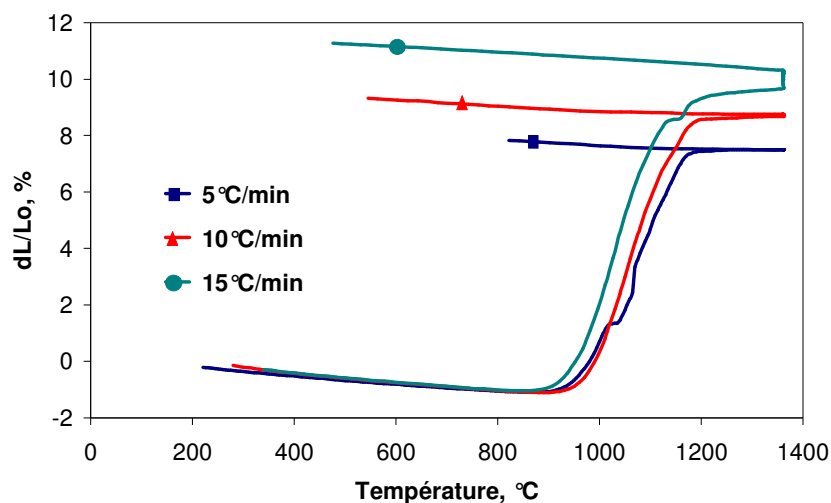
### 2.3.5. Mesures dilatométriques pendant la densification

Des mesures dilatométriques ont été effectuées avec des composants réalisés à partir de mélanges de poudres d'acier inoxydable 5  $\mu\text{m}$  pour trois cycles de densification (5, 10 et 15°C/min jusqu'à 1360°C). La Figure 75 relate l'évolution du retrait ( $dL/L_0$ ), tracée en fonction du temps de densification.



**Figure 75. Evolution du retrait en fonction du temps pour différentes cinétiques de densification, pour des composants cylindriques réalisés à partir de poudres d'acier inoxydable 5  $\mu\text{m}$ .**

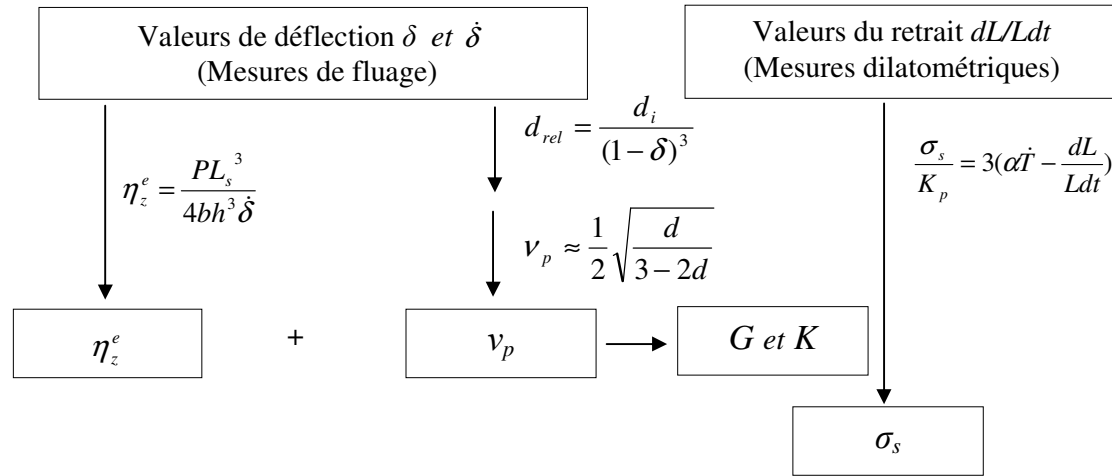
L'évolution du retrait ( $dL/L_0$ ) est tracée en fonction de la température de densification sur la Figure 76. Ces courbes indiquent que le retrait augmente lorsque la cinétique de montée en température varie entre 5 et 15°C/min. Le retrait le plus important (11,3 %) est en effet obtenu pour la cinétique correspondant à 15°C/min. De plus, les courbes montrent que la température de début de densification est d'environ 900°C. Celle-ci est comparable à celle obtenue pour la même nuance de poudres de granulométrie 16 µm [SON 07].



**Figure 76. Evolution du retrait en fonction de la température pour différentes cinétiques de densification pour des composants cylindriques réalisés à partir de poudres d'acier inoxydable de granulométrie 5 µm.**

### 3. Détermination des paramètres expérimentaux

A partir des différents tests expérimentaux réalisés précédemment (mesures dilatométriques du retrait et de la déflexion) différentes grandeurs peuvent être déterminées. La densité relative  $d$ , le coefficient de Poisson  $\nu_p$  et la viscosité uniaxiale  $\eta_p$  peuvent être déterminés à partir des mesures de déflexion. Les modules de cisaillement  $G$  et compressibilité  $K$  peuvent être obtenus à partir de des paramètres. La contrainte de densification  $\sigma_s$  est obtenue à partir des mesures dilatométriques et du module de compressibilité  $K$  (Figure 77).



**Figure 77. Procédure de détermination des paramètres du modèle à partir des mesures expérimentales de déflexion et de retrait dans le dilatomètre.**

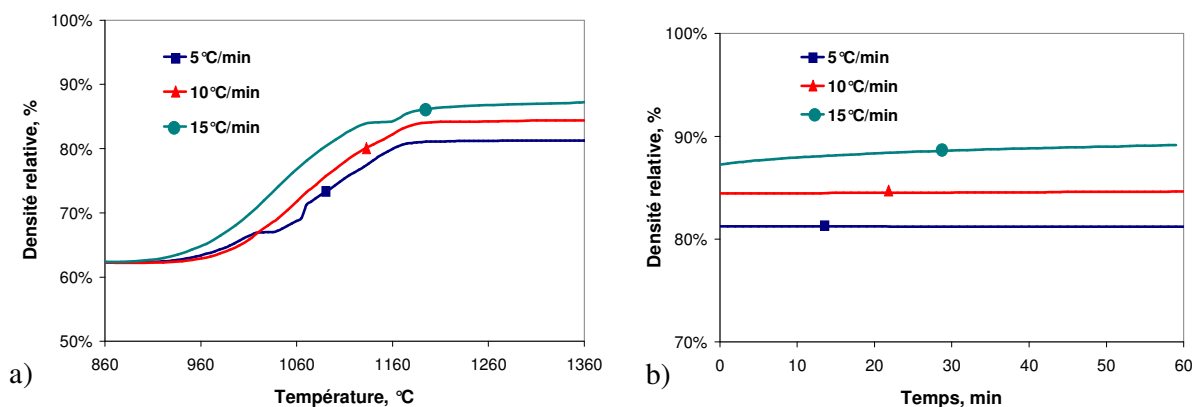
#### 3.1. Détermination de la densité relative

Les mesures de retrait réalisées dans le dilatomètre pendant l'étape de densification, permettent de déterminer la densité relative des composants densifiés [SON 06]. En effet, la densité relative des composants densifiés peut être définie par :

$$d_{rel} = \frac{d_i}{(1-\delta)^3} \quad (31)$$

où  $d_i$  est la densité après pré-densification et  $\delta$  le retrait final mesuré après densification. A partir des mesures de retrait réalisées avec des cinétiques de densification de 5, 10 et

15°C/min (Figure 75 et Figure 76), les évolutions de la densité relative pendant la phase de chauffage (Figure 78 a) et la phase de maintien en température (Figure 78 b) de l'étape de densification ont été déterminées. La densité relative la plus importante, environ 89 %, est obtenue pour la cinétique de 15°C/min. De plus, cette densité relative augmente fortement à partir d'une température de densification de 1000°C. Cette valeur est proche de celle obtenue pour un acier inoxydable possédant une granulométrie plus importante (16µm) [SON 08]. Finalement, pour cette poudre d'acier inoxydable de granulométrie fine de 5µm, la densité relative n'est que faiblement influencée par le temps de maintien à la température maximale de densification. Les essais ont été réalisés sous vide primaire. Des densités plus importantes peuvent être obtenues avec l'utilisation d'atmosphères plus propices, par exemple un balayage de 100 % d'hydrogène ou un balayage 95% $H_2$ /5% $N_2$ .



**Figure 78. Evolution de la densité finale, pour différentes cinétiques de densification : a) pendant la phase de chauffage et b) pendant la phase de maintien en température pour un composant réalisé avec la poudre inox 5µm.**

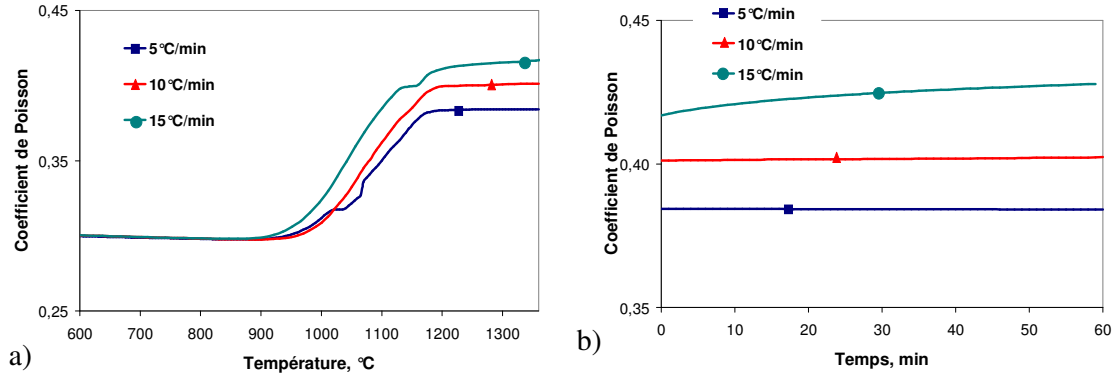
### 3.2. Détermination du coefficient de Poisson pour les matériaux poreux

Le coefficient de Poisson pour les matériaux densifiés est exprimé par :

$$\nu_p \approx \frac{1}{2} \sqrt{\frac{d}{3-2d}} \quad (32)$$

où  $d$  est la densité relative du matériau. La densité relative initiale dans les mélanges correspond au taux de charge initial de poudres. Pour le mélange de poudres d'acier inoxydable 5 µm, le taux de charge initiale et donc la densité relative initiale est de 60 %. Le

coefficient de Poisson correspondant à cette valeur de densité relative est :  $\nu_p = 0,289$ . L'évolution de ce coefficient de Poisson est calculée à partir des courbes d'évolution de la densité relative (Figure 78 a et b), elles-mêmes déterminées à partir des mesures de retrait effectuées dans le dilatomètre pendant l'étape de densification (Figure 79 a et b). Pour la densité maximale, un coefficient de Poisson d'environ 0,43 est obtenu. Cette valeur est comparable à celle obtenue pour une poudre inox de granulométrie 16  $\mu\text{m}$  [SON 08].



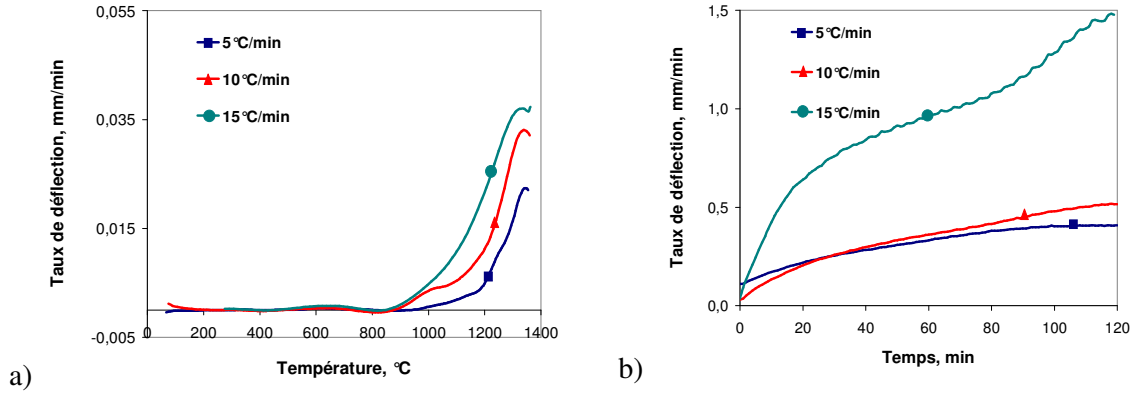
**Figure 79. Evolution du coefficient de Poisson a) pendant le chauffage et b) pendant le maintien en température pour un composant réalisé avec la poudre d'inox 5 $\mu\text{m}$ .**

### 3.3. Détermination du taux de déflexion

Le taux de déflexion  $\dot{\delta}$  est déterminé à partir des mesures de la déflexion pendant la phase de densification. La relation liant ces valeurs est donnée par [SON 07] :

$$\dot{\delta} = \Delta\delta \frac{k_h}{\Delta T} \quad (33)$$

où  $\Delta\delta$  est la déflexion mesurée,  $k_h$  est la cinétique de densification et  $\Delta T$  est la température de densification. Les courbes de taux de déflexion sont données pour la phase de chauffage (Figure 80 a) et la phase de maintien en température (Figure 80 b).



**Figure 80. Taux de déflexion : a) pendant le chauffage et b) pendant le maintien en température pour des cinétiques de densification de 5, 10 et 15°C/min.**

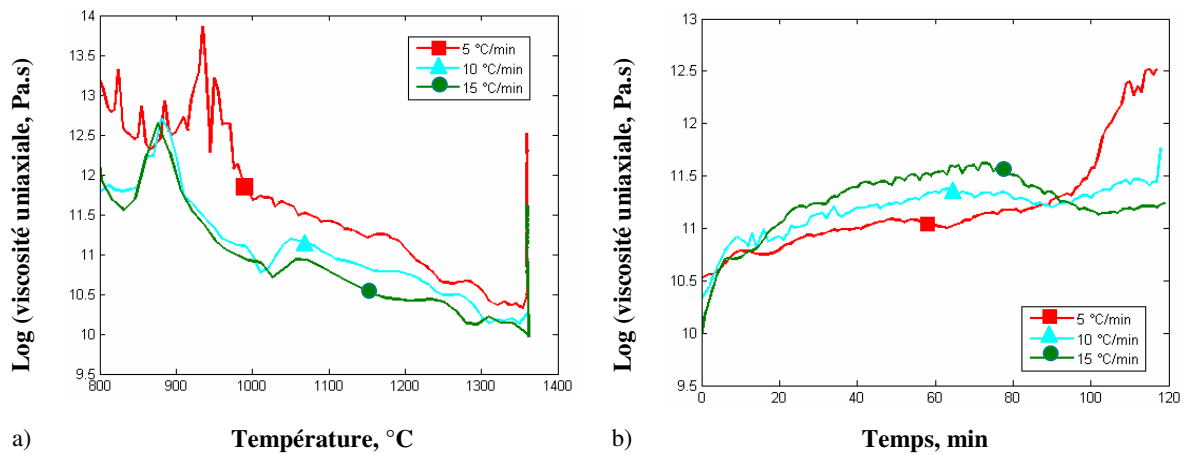
Les courbes d'évolution des taux de déflexion montrent que les valeurs augmentent progressivement à partir d'une température de 900°C, correspondant à la température de début de densification observée pour les mesures de déflexion (Figure 72). Par ailleurs, ces valeurs augmentent très fortement pendant la phase de maintien en température pour le cycle de 15°C/min. Ces valeurs de taux de déflexion seront utilisées pour déterminer la viscosité uniaxiale expérimentale.

### 3.4. Détermination de la viscosité uniaxiale

La viscosité uniaxiale  $\eta_z^e$ , déterminée par mesures expérimentales, est exprimée en fonction du taux de déflexion pendant la phase de densification [SON 07]:

$$\eta_z^e = \frac{1}{\dot{\delta}} \frac{FL_s^3}{4bh^3} \quad (34)$$

où  $\dot{\delta}$  est le taux de déflexion déterminé à partir des mesures expérimentales de déflexion (Figure 80 a et b),  $\rho_a$  est la densité apparente,  $g$  est la gravité,  $L_s$  est la longueur entre les deux supports (10 mm),  $h$  et  $b$  sont respectivement l'épaisseur et la largeur de l'éprouvette avant déformation et  $F$  est l'effort axial appliqué sur l'éprouvette (15 cN). Les courbes d'évolution de la viscosité uniaxiale expérimentale, issues des exploitations, pendant la phase de montée en température, avec des cinétiques de 5, 10 et 15°C/min et pendant le maintien en température de l'étape de densification sont illustrées en Figure 81.



**Figure 81. Evolution de la viscosité uniaxiale : a) pendant la montée en température pour des cinétiques de densification à 5, 10 et 15°C/min et b) pendant le maintien en température pour une poudre d’acier inoxydable de granulométrie 5 µm.**

Pour mieux visualiser les évolutions des viscosités uniaxiales, les courbes sont tracées avec le logarithme des valeurs de viscosité. Ces courbes montrent que la température a une importance sur la viscosité du matériau. En effet, les viscosités, quelle que soit la cinétique de densification utilisée, diminuent lorsque la température de densification augmente. Par contre, pendant la phase de maintien en température, les viscosités augmentent. Pour comparaison, les valeurs des viscosités uniaxiales obtenues pour une poudre d’acier inoxydable de granulométrie de 16µm sont comprises entre 9 et 10 Pa.s pour une température supérieure à 1050°C, pendant la phase de maintien en température [SON 08].

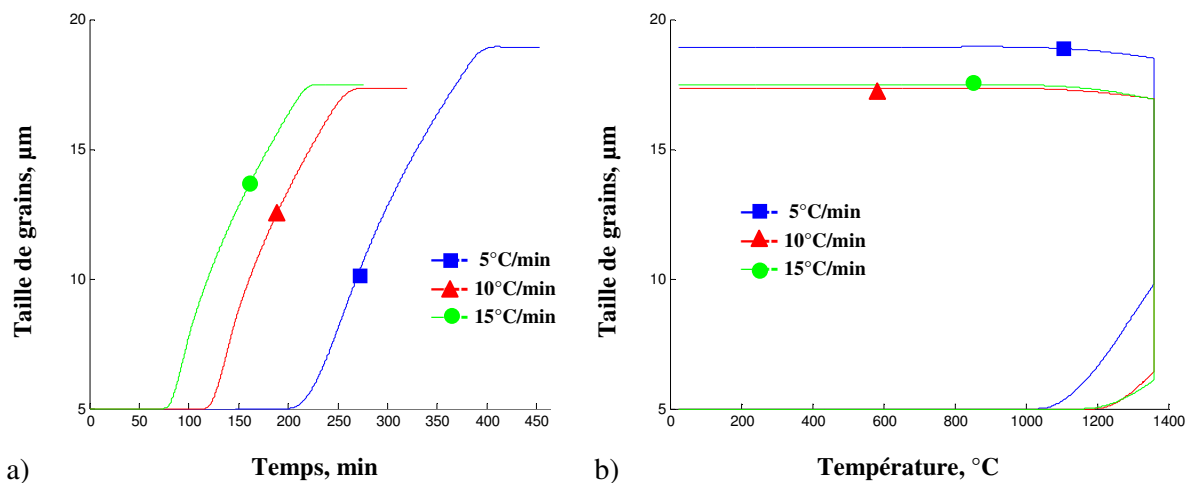
## 4. Identification des paramètres de l'acier inox 316L 5 $\mu$ m

L'identification a pour objectif de déterminer la contrainte  $\sigma_s$  de densification, utilisée dans pour la loi de comportement thermo-elasto-viscoplastique.

La méthode choisie est une méthode inverse basée sur la minimisation d'une fonction « objectif », au sens des moindres carrés, avec une norme  $L^2$ . Cette méthode a déjà été utilisée auparavant au sein de l'équipe de recherche [SON 06][AYA 06]. Elle a conduit à l'identification de paramètres avec une estimation correcte. Dans le présent chapitre, la contrainte de densification  $\sigma_s$  et notamment les paramètres  $B$  et  $C$  seront identifiés à partir des valeurs de retrait déterminées par essais dilatométriques et mesures associées.

### 4.1. Identification de l'évolution de la taille des grains

L'évolution de la taille des grains pendant la phase de densification est une donnée importante de la simulation numérique pour obtenir des simulations fiables et précises (Figure 82). En effet, pendant la densification, les particules de poudres sont siège de diffusion à l'état solide. C'est-à-dire que les grains de poudre s'agglomèrent pour former des grains de tailles supérieures.



**Figure 82. Courbes d'évolution de la taille de grain en fonction : a) du temps et b) de la température pendant la densification pour une poudre inox 5 $\mu$ m (cinétiques de 5, 10 et 15 °C/min avec un temps de maintien en température de 120 min).**

Les courbes, réalisées en la Figure 82, indiquent que la taille de grains commence à augmenter à partir d'une température de densification de 1310°C. A partir de cette température, la taille de grains augmente pendant la phase de chauffage et la phase de maintien à température maximale de densification (1360°C). La taille de grains ne varie plus lorsque la température de densification commence à décroître. Les cinétiques de 10 et 15°C/min conduisent, après 120 minutes de maintien, à une taille de grain homogène d'environ 17,5 µm, alors que la cinétique la plus lente (5°C/min) prédit une taille de grain finale d'environ 18,9 µm.

## 4.2. Identification de la contrainte de densification

### 4.2.1. Algorithme de calcul

Une méthode inverse est également utilisée pour la détermination numérique de la contrainte de densification. Cette méthode est basée sur la minimisation d'une fonction « objectif », écrite au sens des moindres carrés, sous la forme :

$$\begin{cases} \min G(x) \\ G(x) = \sum_{i=1}^n |\lambda^n(T_{i,x}) - \lambda^e(T_i, x)|^2 \\ x = [B, C] \end{cases} \quad (35)$$

où  $G(x)$  est la fonction « objectif »,  $\lambda^e$  est la contrainte de densification expérimentale,  $\lambda^n$  est la contrainte de densification numérique et  $B$  et  $C$  des constante.

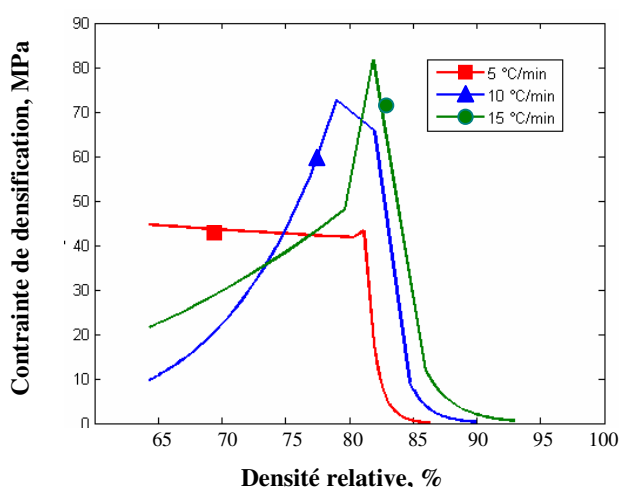
### 4.2.2. Détermination des paramètres $B$ et $C$

Les paramètres  $B$  et  $C$ , issus de l'expression de la contrainte de densification  $\sigma_s$  ont été identifiés à partir des courbes de retrait et de déflexion pendant la densification. Les valeurs de ces deux paramètres sont données dans le Tableau 41. Pour chacun des deux paramètres, une valeur est donnée pour une densité relative inférieure à 80 % et une autre pour une densité supérieure ou égale à 80 %. Les courbes d'évolution de la contrainte de densification  $\sigma_s$  en fonction de la densité relative  $d$  montrent bien les changements d'allure des courbes pour cette valeur de densité relative (Figure 83). Une valeur importante de contrainte de densification d'environ 80 MPa est obtenue. Cette valeur importante est due à l'utilisation de poudres fines

couplées à l'utilisation d'une cinétique de densification élevée. Ce résultat a déjà été observé pour une poudre de nuance Wc-Co, de granulométrie 8  $\mu\text{m}$  [PET 04].

**Tableau 41. Paramètres  $B$  et  $C$  utilisés pour déterminer la contrainte de densification, pour des cinétiques de densification de 5, 10 et 15°C/min**

|                            | Valeur Initiale | 5°C/min   |                        | 10 °C/min |                        | 15 °C/min |                        |
|----------------------------|-----------------|-----------|------------------------|-----------|------------------------|-----------|------------------------|
|                            | [PET 04]        | $d < 0,8$ | $d \geq 0,8$           | $d < 0,8$ | $d \geq 0,8$           | $d < 0,8$ | $d \geq 0,8$           |
| <b><math>B</math>, MPa</b> | 3,9             | 39,11     | $1,476 \times 10^{-7}$ | 726,28    | $5,733 \times 10^{-4}$ | 112,55    | $3,043 \times 10^{-2}$ |
| <b><math>C</math></b>      | 3,3             | 0,2997    | -93,13                 | 9,787     | -58,77                 | 3,740     | -39,42                 |



**Figure 83. Evolution de la contrainte de densification en fonction de la densité relative pour des cinétiques de densification à 5, 10 et 15°C/min.**

### 4.3. Conclusions

L'identification des paramètres physiques de la loi de comportement thermo-elasto-viscoplastique, pour une poudre d'acier inoxydable 316L de granulométrie 5 $\mu\text{m}$ , a été réalisée à partir de différentes mesures expérimentales par méthode inverse. Ces mesures ont été réalisées soit par fluage pour déterminer la déflexion et en déduire la viscosité uniaxiale du matériau pendant la phase de densification, soit par dilatométrie pour déterminer le retrait pendant la densification et en déduire la contrainte de densification. Ces paramètres ainsi identifiés sont ensuite utilisés pour simuler numériquement, avec un logiciel de simulation par éléments finis, l'étape de densification par diffusion à l'état solide, et donc prédire les caractéristiques (retraits et formes) des composants densifiés sans passer par une phase expérimentale.

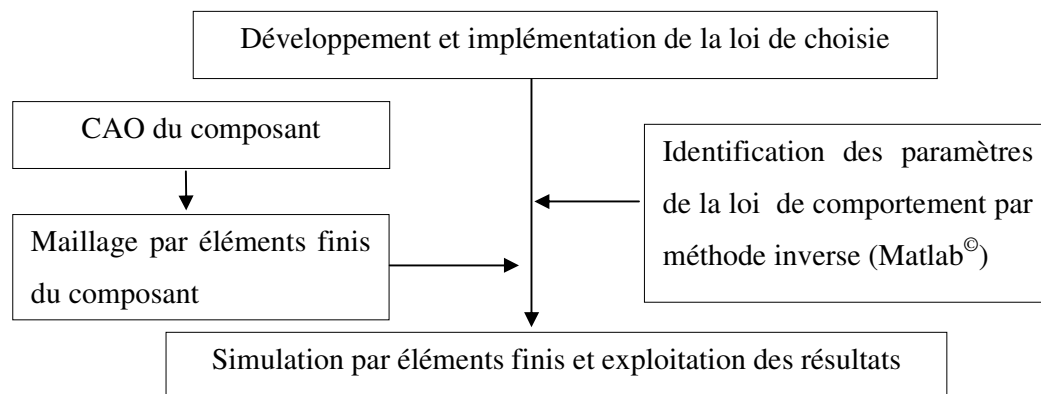
## 5. Simulation numérique de l'étape de densification

---

L'objectif de la simulation numérique est de déterminer le retrait, la densité relative et l'évolution de la forme du composant pendant et après la phase de densification, pour un composant élaboré par le procédé MIM, sans être obligé de réaliser des expérimentations. En effet, pour une nouvelle nuance de poudres ou pour de nouvelles formes de pièces, il est indispensable de connaître le retrait final après densification pour pouvoir prévoir les dimensions initiales du composant et donc estimer les dimensions de la cavité du moule. Il faut aussi déterminer les paramètres « procédés » et notamment les paramètres de la densification (cinétique de chauffage, température de densification) pour obtenir des résultats en termes de densité relative finale, suffisamment bons pour avoir un composant industrialisable (densité élevée, maîtrise des tolérances et des propriétés mécaniques, ...). Pour éviter de réaliser de multiples expérimentations (méthodes tests-erreurs), coûteuses en termes de temps et d'argent, la simulation numérique est une alternative très intéressante.

### 5.1. Procédure pour réaliser une simulation

Pour mettre en œuvre des simulations numériques de la phase de densification, plusieurs étapes successives sont à réaliser. Un organigramme, donné Figure 84, présente le cheminement de celles-ci :



**Figure 84. Organigramme pour la réalisation d'une simulation numérique.**

Tout d'abord, il faut implémenter dans un logiciel de simulation par éléments finis la loi de comportement choisie. Dans notre cas, la loi de comportement thermo-élasto-viscoplastique a été implémentée dans le logiciel Abaqus®. Les paramètres de cette loi doivent être identifiés pour la nuance de poudres que l'on souhaite utiliser pour la simulation. Après avoir modélisé la géométrie du composant désirée, elle sera maillée avec un maillage 3D. Bien sur, un maillage fin permettra d'obtenir des résultats très précis par contre il sera plus coûteux en termes de temps de calcul et de ressources informatiques. Finalement, les calculs doivent être lancés après la procédure d'identification des paramètres de la loi thermo-élasto-viscoplastique en vue obtenir les résultats souhaités.

## 5.2. Paramètres de simulation liés au matériau utilisé

La loi de comportement a été implémentée dans le logiciel Abaqus®, à l'aide de la subroutine utilisateur Umat. Différentes simulations ont été réalisées au cours des travaux de thèse et post-doctorat de J. Song [SON 08]. Les résultats obtenus sur des composants centimétriques et épais ont déjà permis de valider l'approche développée et la méthodologie mise en place en terme de densité finale et de dimensions géométriques appliquées à des pièces industrielles. Cette procédure a été déployée pour notre application (poudre d'acier inoxydable de granulométrie 5µm).

**Tableau 42. Caractéristiques de la poudre et du mélange utilisées pour la simulation numérique de l'étape de densification**

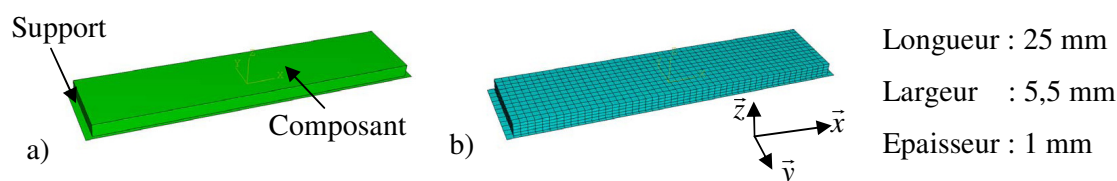
|                           |                          |
|---------------------------|--------------------------|
| Type du matériau          | Acier inoxydable 316 L   |
| Densité de la poudre      | 7,9 g.cm <sup>-3</sup>   |
| Forme                     | Sphérique                |
| Granulométrie             | 5 µm                     |
| Taux de charge du mélange | 60 % en volume de poudre |

Les simulations numériques ont été réalisées en prenant le comportement de la poudre d'acier inoxydable 316L, de granulométrie 5µm, utilisée pour réaliser des mélanges MIM (cf Chapitre II), afin de comparer les résultats de ces simulations avec les résultats expérimentaux obtenus dans le chapitre III. Les caractéristiques de cette poudre et du mélange utilisé pour

réaliser les composants sont données dans le Tableau 42. Ces données, notamment la granulométrie, la densité et le taux de charge de poudres sont utilisées comme paramètres initiaux du programme de simulation.

### 5.3. Géométrie et maillage du composant

La géométrie retenue, pour réaliser les simulations numériques de la phase de densification par diffusion à l'état solide, correspond à une éprouvette de flexion de longueur initiale 25 mm, de largeur 5,5 mm et d'épaisseur 1 mm (Figure 85). Cette géométrie correspond à l'empreinte du moule de l'éprouvette de type 1, utilisée pour injecter les mélanges MIM. Elle est choisie pour pouvoir comparer les résultats des simulations avec les résultats expérimentaux, en termes de retrait et de densité.



**Figure 85. a) Modélisation CAO de l'éprouvette de flexion et de son support de densification ; b) Maillage de l'éprouvette et du support.**

### 5.4. Cinétiques considérées et supports utilisés

Le composant moulé puis délianté possède une distribution de densité relative uniforme de 60 %. Les cycles de densification retenus correspondent à 5, 10 et 15°C/min jusqu'à 1360°C, avec un temps de maintien de 120 min. Les composants sont posés à plat sur des supports en alumine. La simulation est réalisée avec une modélisation du support de densification, avec un coefficient de frottement choisie de 0,5. La gravité est négligée : en effet, le composant est mince et sera donc moins sensible à ce phénomène physique.

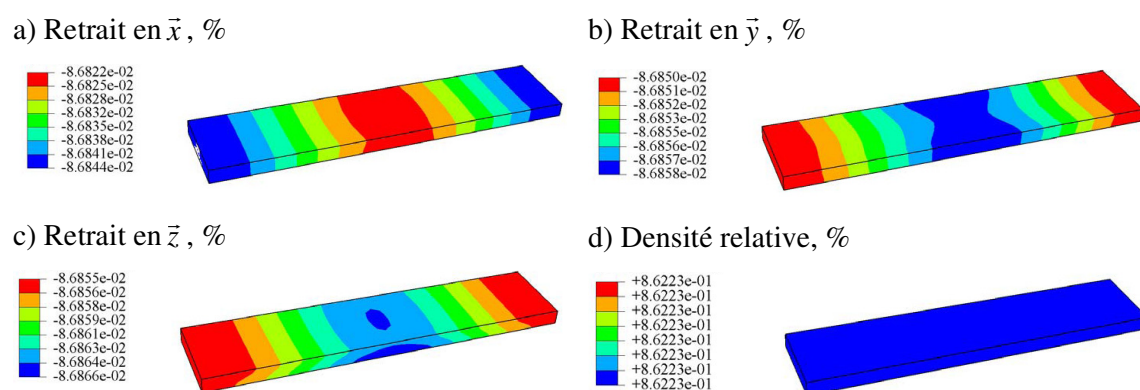
### 5.5. Résultats de la simulation de l'étape de densification

Des simulations de l'étape de densification par diffusion à l'état solide ont été réalisées. Ces simulations ont permis de déterminer le retrait et la densité finale pour des éprouvette de

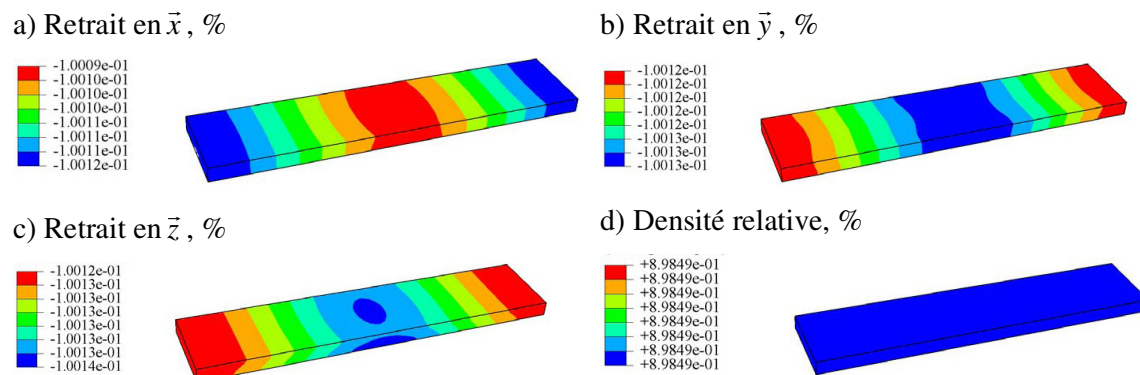
flexion, réalisées par le procédé MIM à partir de poudres d'acier inoxydable 316L de granulométrie 5  $\mu\text{m}$  et de forme sphérique. Ces simulations ont été réalisées pour les différents cycles de densification utilisés pour les expérimentations. Ces cycles de densification ont des cinétiques de chauffage de 5, 10 et 15°C/min, avec une température maximale de densification de 1360°C.

### 5.5.1. Simulation pour des cinétiques de 5, 10 et 15°C/min jusqu'à 1360°C

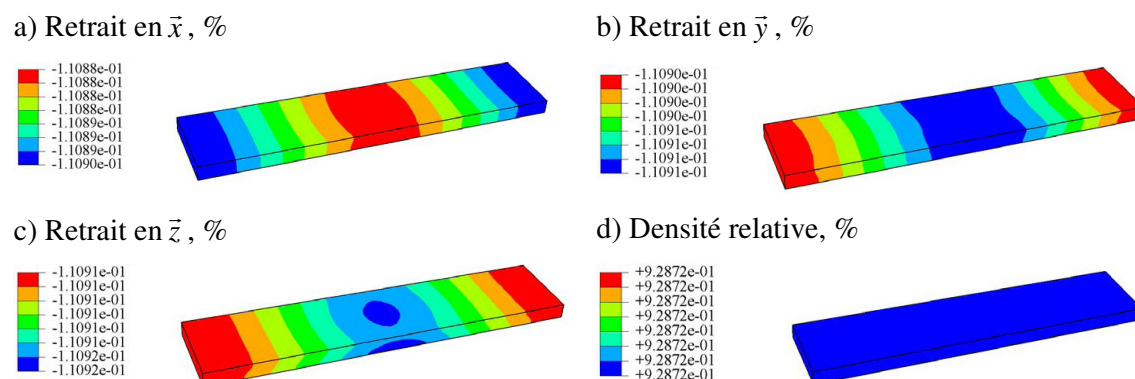
Les résultats des simulations, réalisées pour les cinétiques de densification 5, 10 et 15°C/min, sont indiqués en les Figure 86, Figure 87 et Figure 88. Les résultats sont donnés pour les retraits suivant la longueur (en  $\bar{x}$ ), la largeur (en  $\bar{y}$ ) et l'épaisseur (en  $\bar{z}$ ) et pour la densité relative.



**Figure 86. Retrait suivant a) la longueur, b) la largeur et c) l'épaisseur et d) la densité relative après densification sur la cinétique de 5°C/min.**



**Figure 87. Retrait suivant a) la longueur, b) la largeur et c) l'épaisseur et d) la densité relative après densification sur la cinétique de 10°C/min.**



**Figure 88. Retrait suivant a) la longueur, b) la largeur et c) l'épaisseur et d) la densité relative après densification sur la cinétique de 15°C/min.**

Les différentes simulations indiquent que le retrait après densification est isotrope. En effet, quelque soit la cinétique de densification utilisée, les retraits suivant les trois dimensions (longueur, largeur et l'épaisseur) sont du même ordre.

### 5.5.2. Résultats des différentes simulations

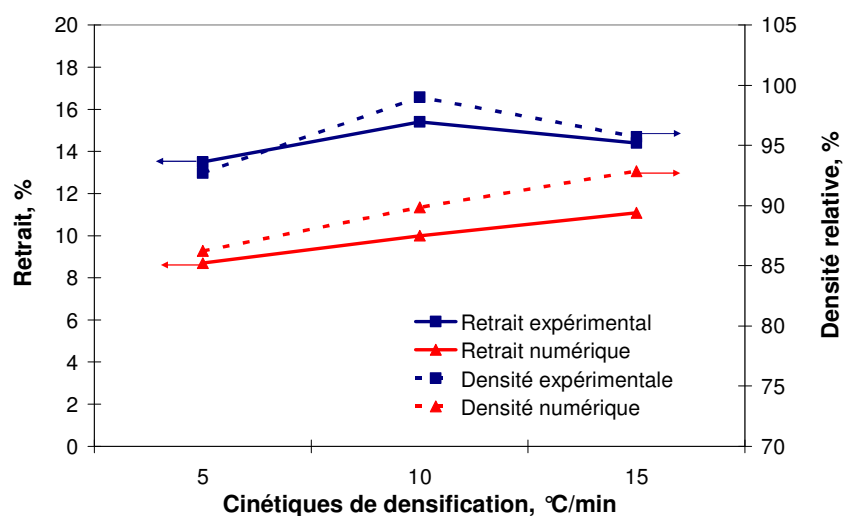
Les résultats des simulations (retrait et densité relative) sont récapitulés dans le Tableau 43. Ils montrent que le retrait et donc la densité relative augmentent lorsque la cinétique de densification croît. Les valeurs de densité sont relativement faibles par rapport aux résultats expérimentaux.

**Tableau 43. Retrait et densité relative simulés après densification des éprouvettes de type 1 réalisées avec de la poudre d'inox 5 µm.**

| Cinétiques | Retrait, % | Densité relative, % |
|------------|------------|---------------------|
| 5°C/min    | 8,69       | 86,22               |
| 10°C/min   | 10,00      | 89,85               |
| 15°C/min   | 11,09      | 92,87               |

## 5.6. Comparatifs entre simulation et expérimentation

Un comparatif a été réalisé entre les résultats de retrait et de densité relative obtenus grâce aux expérimentations réalisées avec la poudre d'acier inoxydable 316L de granulométrie 5 $\mu$ m (mélangée avec le mélangeur bi-vis) et les simulations réalisées pour cette même poudre de forme sphérique (Figure 89). Les résultats montrent que les valeurs obtenues par simulation sont plus faibles que les valeurs obtenues expérimentalement. Les simulations mériteraient donc un recalage pour améliorer le caractère prédictif des résultats.



**Figure 89. Comparatif entre la densité relative mesurée expérimentalement et la densité relative simulée, pour différentes cinétiques, pour des composants réalisés à partir de poudres inox 5  $\mu$ m.**

## 6. Conclusions

---

Dans ce chapitre et à partir des développements numériques réalisés dans le cadre de la thèse de J. Song [SON 06], des procédures d'identification des différents termes des modules de compressibilité  $K$  et de cisaillement  $G$  et de la contrainte de densification  $\sigma_s$  ont été mis en place pour une poudre d'acier inoxydable 316L de granulométrie  $5\mu\text{m}$ . La méthodologie d'identification est basée sur une méthode inverse en utilisant les résultats des essais de fluage et de dilatométrie, réalisés dans une dilatomètre horizontal. Les paramètres du modèle ont été identifiés pour différentes cinétiques de densification (5, 10 et  $15^\circ\text{C}/\text{min}$ ) et un temps de maintien de 120 min à la température de  $1360^\circ\text{C}$ .

Après cette phase d'identification paramétrique à partir des composants, la simulation numérique, par méthode éléments finis, appliquée sur une éprouvette de flexion de petite taille a été réalisée. Les simulations donnent des valeurs de retrait et de densité plus faibles que les résultats expérimentaux. Il serait donc nécessaire de recalibrer les données pour fiabiliser les simulations et donc obtenir des résultats numériques utilisables pour prédire correctement le retrait et donc pouvoir dimensionner précisément les moules d'injection.

## **Conclusions et Perspectives**

## Conclusions

---

Les travaux de thèse présentés dans ce mémoire ont consisté, en premier lieu, à mettre en place un protocole expérimental pour la réalisation de mélanges bi-phasiques, à partir de poudres métalliques et de liants, puis à réaliser des composants métalliques par le procédé MIM, à partir des mélanges développés et enfin à identifier et simuler le comportement de ces matériaux et composants durant l'étape finale du procédé MIM.

Dans un premier temps, les travaux concernant l'étape initiale du procédé MIM (la préparation et mélangeage) ont permis de développer une procédure pour l'obtention de mélanges bi-phasiques (poudres métalliques + liants). Pour cela, il a fallu dans un premier temps mettre en place un équipement pour réaliser les mélanges (mélangeurs à pales), qui a été développé et amélioré au cours des travaux. Ensuite, un mélangeur bi-vis, spécifique à ce type de mélangeage, a été acquis, testé puis mis en service au sein de l'équipe. Pour chacun de ces équipements, une méthodologie et des protocoles ont dû être développés tout en identifiant les paramètres influents du procédé.

Les paramètres les plus influents lors des étapes de mélangeage sont :

- la vitesse de rotation des pales ou des vis,
- la température et le temps de mélangeage, afin d'obtenir un mélange homogène sans ségrégation.

Pour pouvoir comparer les résultats entre eux, les mélanges doivent être réalisés avec les mêmes paramètres « procédé » pour chacune des étapes définies ci-dessus.

Après avoir mis en place une stratégie et un protocole opératoire performant pour les deux équipements de mélangeage, de nombreux mélanges ont été réalisés et caractérisés pour les nuances de poudre d'acier inoxydable 316L, de fer ou de fer/nickel. L'influence des paramètres « matériaux » afin de réaliser des mélanges MIM possédant de bonnes caractéristiques de viscosité et d'homogénéité en vue des étapes du procédé MIM et notamment pour l'injection a été étudiée et analysée.

Les paramètres « matériaux » à optimiser pour une poudre choisie sont :

- la formulation (choix des liants et de leurs proportions),
- le taux de charge en poudre,
- le choix du liant primaire et des autres liants.

La mise en place de cette étape de mélangeage est primordiale pour la suite des étapes du procédé MIM et notamment pour réaliser des composants de bonnes qualités géométriques et dimensionnelles, afin de valider les simulations numériques réalisées au sein de l'équipe depuis une dizaine d'années. En effet, la constitution de cette base de données donnant accès à l'ensemble des constituants, des densités et des viscosités (données indispensables à la simulation des étapes du procédé MIM), est notamment construite afin d'obtenir des simulations plus fiables et prédictives.

Ensuite, les travaux de cette thèse, concernant les trois dernières étapes du procédé MIM (injection, déliantage et densification), ont permis de réaliser des micro-composants métalliques sans défauts, à partir de mélanges réalisés en interne.

Les travaux concernant l'étape d'injection des mélanges élaborés avec les poudres d'acier inoxydable 316L ou les poudres de fer ont permis de réaliser des petites éprouvettes de traction et de flexion et un composant épais de forme 3D complexe, de type prothèse de hanche. Les mélanges homogènes réalisés en interne ont été facilement injectés avec de bonnes répétabilités aux niveaux dimensionnels. Les composants injectés, sans présence de ségrégation apparente, ont été utilisés dans la suite des travaux expérimentaux et notamment pour étudier les étapes de déliantage et de densification.

Des déliantages ont été réalisés à partir des éprouvettes injectées. Ils ont permis d'obtenir des composants avec de très faibles distorsions géométriques, avec peu de retrait par rapport aux dimensions des composants injectés, ainsi qu'avec des pertes de masse homogènes et contrôlées.

Des densifications par diffusion à l'état solide ont été réalisées avec les composants précédemment obtenus. Ces travaux ont permis d'obtenir des séries de composants densifiés qui ont pu être caractérisés. Les résultats ont montré que les composants obtenus possèdent de

bonnes caractéristiques au niveau de la densité finale, ainsi que des propriétés mécaniques minimales requises associées à ce type de procédé.

La seconde partie du mémoire concerne l'identification des paramètres de la loi de comportement pour la poudre d'acier inoxydable 316L de granulométrie 5 $\mu$ m. Elle a été réalisée par méthode inverse à partir de différents tests expérimentaux de type fluage et dilatométrie. Les résultats ainsi obtenus, ont été utilisés dans les algorithmes de calcul pour déterminer les différents paramètres de la loi de comportement thermo-elasto-viscoplastique. Ces paramètres ont été utilisés dans le but de simuler l'étape de densification par diffusion à l'état solide, et donc déterminer les caractéristiques des composants densifiés sans passer par une phase expérimentale. Enfin, des simulations numériques de l'étape de densification ont été réalisées pour obtenir des résultats numériques de retrait et de densité relative.

En résumé, les travaux de thèse ont permis de définir l'ensemble des procédures et protocoles expérimentaux pour :

- réaliser, à partir de poudres métalliques et de liants polymères sous forme de granulés, des mélanges (feedstocks) prêts et aptes à être injectés,
- procéder au moulage par injection des mélanges ainsi préparés, et définir et optimiser les paramètres de moulage afin d'obtenir des composants sans défauts, avec retraits géométriques maîtrisés,
- mettre au point et instrumenter les étapes de déliantage et de densification par diffusion à l'état solide, afin d'obtenir les composants aux formes souhaitées et avec les propriétés physiques associées.

## Perspectives

---

Les perspectives de recherche pour la suite des travaux de thèse peuvent être définies suivant trois axes.

Tout d'abord, la plateforme technologique dédiée au mélangeage, mise en place au sein du laboratoire, pourra encore être développée et améliorée afin de transférer l'élaboration des mélanges sur des volumes plus importants (quelques dizaines ou centaines de kilogrammes par an). Certains équipements pourront soit être changés comme le four de frittage au profit, par exemple, d'un four hydrogène afin d'améliorer la densité finale et de diminuer les teneurs en oxygène et en carbone. D'autres équipements pourront être modifiés ou améliorés comme les moules d'injections, pour produire des composants plus petits et plus complexes, afin notamment de s'orienter vers les micro-technologies.

Ensuite, au niveau des recherches liées aux poudres d'aciers inoxydables en faibles granulométries, des travaux pourront être menés pour optimiser les paramètres « matériaux » et « procédé » de l'étape de mélangeage afin d'obtenir des mélanges de meilleures qualités, d'étudier de façon plus approfondi l'étape de déliantage, qui est l'étape où le moins de travaux ont été réalisés (cycles, atmosphère, support,...), et d'étudier une poudre de granulométrie inférieure à 5 $\mu$ m en vue de passer au procédé de micro-MIM.

De plus, des études poussées de mesures et de suivis, aux cours des étapes MIM, des taux d'oxygène et de carbone devront être réalisées en fonction des liants et des formulations proposées ainsi que pour les équipements utilisés pour un respect complet de la norme associée à la réalisation de composants MIM.

Les méthodologies développées dans le cadre des travaux de thèse pourront être étendues aux développements de nouvelles nuances de poudres, tel que :

- carbures (Wc-Co),
- alliages zircalloy (armement),
- alliages pour applications magnétiques, biomédicales,...

L'extension de ces travaux peut être envisagée dans trois domaines :

- le développement autour des poudres céramiques,
- le développement dans le domaine de nano-poudres,
- l'utilisation de nanotubes de carbone comme matériau de renfort.

Bien sur, ces mélanges seront développés en vue de réaliser des micro-composants de plus en plus petits, possédant des propriétés en adéquation avec les applications visées. Par exemple, des métaux précieux peuvent être renforcés avec des nanotubes pour lutter contre les rayures pour des applications dans le domaine du luxe. L'élaboration de ces mélanges pourra être validée grâce à la presse de micro-bi-injection Battenfeld® pour injecter des micro-composants bi-matières MIM et CIM par exemple.

Par ailleurs, les procédures d'identifications et de simulations pourront être améliorées en affinant les mesures expérimentales : par exemple par l'emploi d'un micro-tomographe rayons X pour mieux caractériser et quantifier les phénomènes de ségrégation au cours du mélangeage et des étapes suivantes. Ensuite, différents modèles, pour mieux prédire la densité finale, pourront être développés et plus particulièrement en ce qui concerne la contrainte de densification. Enfin, des simulations pourront être réalisées sur les pièces industrielles plus complexes et plus épaisses pour pouvoir observer d'autres phénomènes non considérés lors des premières simulations.

Une voie numérique à long terme est la modélisation de l'étape de mélangeage et d'injection en prenant en compte la forme des vis d'extrusion et d'injection afin de minimiser la démixtion du mélange pouvant survenir lors de sa préparation. L'approche numérique permettra de minimiser la ségrégation lors de l'étape de mélangeage, ce qui améliorera la qualité des composants réalisés.

## **Bibliographie**

- [ABE 02] **J. Abenojar, F. Velasco, J.M. Torralba, J.A. Bas, J.A. Calero and R. Marcès**, Reinforcing 316L stainless steel with intermetallic and carbide particles, *J. of Materials Science and Engineering*, A335, 2002, pp. 1-5.
- [ABE 03] **J. Abenojar, F. Velasco, A. Bautista, M. Campos, J.A. Bas and J.M. Torralba**, Atmosphere influence in sintering process of stainless steels matrix composites reinforced with hard particles, *J. of Composites Science and Technology*, Vol. 63, 2003, pp. 69-79.
- [ALC 99] **J. Alcock**, Co-injection promises further growth for MIM, *Metal Powder Report*, Vol. 54, 6, 1999, pp. 1-30.
- [ALL 08] **www.alliance.com**, 2008.
- [ANG 93] **H.H. Angermann and O.O. Van Der Biest**, Low temperature debinding kinetics of two-component model systems, *Intern. J. Powder Metal.*, Vol. 29, 3, 1993, pp. 293-250.
- [ANW 95] **M.Y. Anwar, P.F. Messer, B. Ellis and H.A. Davies**, Injection molding of 316L stainless steel powder using novel binder system, *Powder Metallurgy*, Vol. 38, 2, 1995, pp. 113-119.
- [AYA 06] **G. Ayad, T. Barriere and J.C. Gelin**, Optimization of powder segregation occurring in metal injection molding of stainless steels, *Int. J. of Forming Process*, Vol. 9, 2006, pp. 9-28.
- [BAR 00] **T. Barrière**, Expérimentations, Modélisation et Simulation Numérique du Moulage par Injection de Poudres Métalliques, Thèse de doctorat, Université de Franche-Comté, 2000.
- [BAR 01] **T. Barriere, J.C. Gelin and B. Liu**, Experimental and numerical investigations on the properties and quality of parts produced by MIM, *Powder Metallurgy*, Ed. by Maney Publishing, Vol. 44, n°3, 2001, pp. 228-234.
- [BAR 02] **T. Barriere, J.C. Gelin and B. Liu.**, Improving mould design and injection parameters in metal injection moulding by accurate 3D finite element simulation, *J. of Materials Processing and Technology*, Ed by Elsevier, Vol. 125-126, 2002, pp. 518-524.
- [BAR 03] **T. Barriere, B. Liu and J.C. Gelin**, Determination of the optimal parameters in metal injection molding from experiments and numerical modeling, *J. of Materials Processing and Technology*, Ed. by Elsevier, Vol. 143-144, 2003, pp. 636-644.
- [BAR 05] **T. Barrière**, Présentation de la technologie de micro-moulage et moulage, *Cours Micro-fabrication*, ENSMM, 2005.
- [BAR 08] **F. M. Barreiros, M. T. Viera and J.M. Castanho**, Role of Nanostructured Layers on Powders during Sintering of Low Carbon Austenitic Stainless Steel, *Euro PM2008*, Vol. 2, 2008, pp 311-316.

- [BER 07] **O. Bergman**, Influence of oxygen partial pressure in sintering atmosphere on properties of Cr-Mo prealloyed powder metallurgy steel, *J. of Powder Metallurgy*, Vol. 50, n°3, 2007, pp. 243-249.
- [BIE 07] **Y. Bienvenu**, Conférence sur « La métallurgie des Poudres », Besançon, ENSMM, 2007.
- [BIL 00] **V.V. Bilovol, L. Kowalski and J. Duszczyk**, Application of fully 3-D simulation for studying of pressure development during powder injection moulding process, *P.I.M 2000*, Ed. by German R.M., Pennsylvania State University, USA, 2000, pp. 1-15.
- [BLA 02] **D. Blaine and R. German**, Simulation of PIM Stainless Steel, *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials-2002*, MPIF, Princeton, NJ., 2002, pp. 255-266.
- [BLO 97] **M. Bloemacher and D. Weinand**, Catamold<sup>®</sup>: A new direction for powder injection molding, *J. of Materials Processing*, Vol. 63, 1997, pp. 918-922.
- [BOR 88] **R.K. Bordia and G.W. Scherer**, On constrained sintering-I Constitutive model for a sintering body, *Acta Metall.*, Vol. 36, n°9, 1988, pp. 2393-2397.
- [CAI 97] **P.Z. Cai, G.L. Messing and D.L. Green**, Determination of the mechanical response of sintering compacts by cyclic loading dilatometer, *J. Am.Ceram. Soc.*, Vol. 80, n°2, 1997, pp. 445-452.
- [CAV 08] **U. Cavdar**, Sintering with Induction, *EURO PM2008*, Vol. 3, 2008, pp 33.
- [CHI 92] **S.E. Chidiac, D.S. Wilkinson and F.A. Mirza**, Finite-element modeling of transient heat-transfer and microstructural evolution in welds. II: Modeling of grain-growth in austenitic stainless-steels, *Metall. Trans., B, Process Metall*, Vol. 23, n°6, 1992, pp. 841-845.
- [COR 03] **R.G Cornwall**, North american overview of powder injection molding markets, *PIM 2003*, 17-19 march 2003, Penn state university, pp.1-16.
- [DOB 05] **L.A. Dobrzanski, G. Herranz, A. Varez, B. Levenfed and J.M. Torralba**, Metal injection moulding of HS12-1-5-5 high-speed steel using a PW-HDPE based binder, *J. of Materials Processing and Technology*, 2005, in print.
- [DUA 06] **B. Duan, X. Qu, M. Qin and S. Guo**, Powder injection molding of Fe-Ni soft magnetic alloys, *Rare Metals*, Vol. 25, Spec. Issue., October 2006, p. 440.
- [DUT 98 a] **M. Dutilly and J.C. Gelin**, A multiphase flow approach accounting for thermo-mechanical coupling for modelling the powder injection molding, *Simulation of Materials Processing: Theory, Methods and Application*, Ed. by Shen and Dawson, 1998, pp. 635-640.
- [DUT 98 b] **M. Dutilly, O. Ghouati and J.C. Gelin**, Finite element analysis of the debinding and densification phenomena in the process of metal injection molding, *Materials Processing Technology*, Vol. 83, 1998, pp. 170-175.

- [DVO 05] **P. Dvorak, T. Barriere and J.C. Gelin**, Jetting in Metal Injection Molding of 316 L Stainless Steel, J. of Powder Metallurgy, Ed. by Maney Publishing, Vol. 3, n°48, 2005, pp. 254-260.
- [DVO 08] **P. Dvorak, T. Barriere and J.C. Gelin**, Direct observation of mould cavity filling in ceramic injection moulding, J. of the European Ceramic Society, Vol. 28, 2008, pp. 1923-1929.
- [ELM 95] **M. El-Morabit**, Contribution à l'étude du déliantage thermique de matériaux céramiques: système  $AL_2O_3$ -(PVA PEG), Thèse de doctorat, I.N.S.A. Lyon, 1995, pp. 1-130.
- [FRO 92] **L. Froyen and L. Delaey**, Removal of low molecular, J. Mat. Sci., 1992, pp. 1-10.
- [FU 08] **M.W. Fu**, The application of surface demoldability and moldability to side-core design in die and mold CAD, J. of Computer-Aided Design, Vol. 40, 2008, pp. 567-575.
- [GAS 00] **M. Gasik and B. Zhang**, A constitutive model and FE simulation for the sintering process of powder compacts, Compu. Mater. Sci., Vol. 18, 2000, pp. 93-101.
- [GEL 05 a] **J.C. Gelin**, Mise en forme des matériaux, ENSMM, 2005.
- [GEL 05 b] **J.C. Gelin, G. Ayad, T. Barrière and D. Renault**, Optimal design of material and process parameters in Powder Injection Molding in International Conference on Technology of Plasticity, 8<sup>th</sup> ICTP 2005 Conference, CDROM n° 481, Verona, Italy, 2005, pp. 6.
- [GEL 08] **J.C. Gelin, T. Barriere and J. Song**, Processing defects and resulting mechanical properties after metal injection molding, J. of Eng. Materials Technology, Trans. ASME, in print, 2008.
- [GER 89] **R.M. German**, Optimisation of the powder binder mixture for powder injection molding, Adv Powder Metall, Vol. 3, 1989, pp. 51-65.
- [GER 90] **H. Zang, R.M. German and A. Bose**, Wick debinding distorsion of injection molded powder compacts, Int. J. Powder Metallurgy, Vol. 26, n°3, 1990, pp. 217-230.
- [GER 96] **R.M. German**, Sintering theory and practice, Ed. by Wiley J. & Sons, 1996.
- [GER 97] **R.M. German and A. Bose**, Injection Molding of Metals and Ceramics, Princeton, New Jersey, USA, 1997.
- [GER 00 a] **R.M. German**, Design and applications, published by Innovation Material Solutions, 2000.
- [GER 00 b] **R.M. German**, Research productivity and the value to the P.I.M. market, P.I.M. 2000, Int. Conference on Injection Moulding of Metals and Ceramics, Ed. by German R.M., Penn States University Press, 2000.

- [GER 03] **R.M. German**, Strength evolution in debinding and sintering, Proceedings of the 3rd International Conference on the Science, Technology & Applications of Sintering, September 15-17, 2003, State College, Pennsylvania, USA.
- [GER 07] **R.M. German**, Status of PIM Research and Development, P.I.M. 2007, Int. Conference on Injection Moulding of Metals and Ceramics, Ed. by M.P.I.F, 2007.
- [GER 08 a] **R.M. German**, PIM breaks the \$1 bn barrier, J. of Metal Powder Report, 2008, pp 8-10.
- [GER 08 b] **R.M. German**, Divergences in global powder injection moulding, J. Powder Injection Moulding, Vol. 2, No. 1, 2008.
- [GIL 01] **O. Gillia, C. Gosserond and D. Bouvard**, Viscosity of WC-Co compacts during sintering, Acta Mater., 2001, Vol. 49, pp. 413-1420.
- [HAE 04] **D.F. Haeney, T. J. Mueller and P A. Davies**, Mechanical properties of metal injection moulding 316L stainless steel using both prealloy and master alloy techniques, 2004.
- [HAR 97] **T. Hartwig, H. Meinhardt, P. Kunert, P. Veltl and M. Weber**, MIM of 316L powders with large particle sizes, P.I.M. 97, Ed. by E.P.M.A., Proceeding of the 1st European symposium on powder injection moulding, Munich, Germany, 1997, pp. 181-190.
- [HAR 98] **T. Hartwig, G. Veltl, F. Petzoldt, H. Kunze, R. Scholl and B. Kieback**, Powders for metal injection molding Journal of the European Ceramic Society, Vol. 18, Issue 9, 1998, pp. 1211-1216.
- [HUA 03] **B. Huang, S. Liang and X. Qu**, The rheology of metal injection modling, J. of Materials Processing Technology, vol. 137, 2003, pp 132-137.
- [ISM 08] **M.H. Ismail, I. Subuki, M. A. Omar, I. Todd and H. A. Davies**, Properties of MIM Gas-Atomized 316L Stainless Steel using a Palm Stearin Developped in Malaysia, Euro PM2008 – Powder Injection Moulding, Vol. 2, 2008, pp 269-274.
- [JOR 07] **H. Jorge and A. M. Cunha**, Development of a Water-Soluble Binder for PIM: Effect of the Back-Bone Polymer and the Surfactant, Euro PM2007, Vol. 2, 2007, pp 239-244.
- [JOR 08] **H. Jorge, R. C. V. Simao and A. M. Cunha**, Metal Injection Moulding Using a Water-Soluble Binder: Effect of the Back-Bone Polymer in the Process, Euro PM2008, Vol. 2, 2008, pp 231-235.
- [KAS 92] **B.P.T. Kashyap**, Grain growth behavior of type 316L stainless steel, Mat. Sci. Eng. A: Structural Materials: Properties, Microstructure and Processing, Vol. 149, n°2, 1992, pp. 13-16.

- [KEO 08] **T.C. Keong**, Feedstock Development for Micro Metal Injection Molding ( $\mu$ -MIM), Euro PM2008, Vol. 2, 2008, pp 317-323.
- [KOL 06] **S. Kolosov, G. Vansteenkiste, N. Boudeau, J.C. Gelin and E. Boillat**, Homogeneity aspects in selective laser sintering (SLS), Journal of Materials Processing Technology, Vol. 177, Issues 1-3, 2006, pp. 348-351.
- [KOW 99] **L. Kowalski, J. Duszczuk and L. Katgerman**, Thermal conductivity of metal powder-polymer feedstock for powder injection molding, J. of Materials Science, Vol. 34, 1999, pp. 1-5.
- [KRA 00] **T. Kraft and H. Riedel**, Optimization of parts produced from ceramic powders, In Microstructure, Mechanical properties and processes EUROMAT 1999, Vol. 3, ed. Y. Bréchet, Wiley-VCH, Weinheim, 2000, pp. 337-342.
- [KRA 04] **T. Kraft and H. Riedel**, Numerical simulation of solid state sintering: model and application, Journal of Europe ceramic society, Vol. 24, 2004, pp. 345-361.
- [KRU 07] **J.P. Kruth, G. Levy, F. Klocke and T.H.C Childs**, Consolidation phenomena in laser and powder-bed based layered manufacturing, Annals of the CIRP, Vol. 52, 2007, pp. 730-736.
- [KUK 01] **G. Kukla**, Micro Injection Moulding, International Journal of Forming Processes, Vol. 4, n°3-4, 2001, pp 253-269.
- [KUL 96] **K. M. Kulkarni**, Factors affecting dimensional precision of MIM Parts under production conditions, Advances Powder Metallurgy & Particulate Materials, Vol. 19, 1996, pp. 157-170.
- [KUL 99 a] **K. M. Kulkarni**, Quality control of MIM feedstock using pycnometer density, P/M Science & Technology Briefs, Vol. 1, n° 1, 1999, pp. 23-26.
- [KUL 99 b] **K. M. Kulkarni**, Ten years of MIM feedstock production for high-volume applications, Powder Injection Molding Symposium, State College, PA, April 1999.
- [KUL 00] **K. M. Kulkarni**, Metal Powders and Feedstocks for Metal Injection Molding, Int. J. Powder Metall., Vol. 36, n°3, 2000, pp. 43-52.
- [LAM 02] **O. Lame, D. Bouvard and H. Wiedemann**, Anisotropic shrinkage gravity induced creep during sintering of steel powder compacts, Powder Metallurgy, Vol. 45, n° 2, 2002, pp. 181-185.
- [LAN 93] **B. Lanteri**, Etude du comportement rhéologique d'un mélange polymère-céramique destiné à l'injection, Thèse de doctorat soutenue le 01/12/1993, Ecole des Mines de Paris, 1993, pp. 1-100.

- [LIK 04] **D. Liksonov, T. Barriere, N. Boudeau, J.C. Gelin and L. Maslov**, Powder Injection Molding of Femoral Implant Stems, World Euro Pm 2004, Ed. by EPMA, Vienne, October 2004, pp. 599-603.
- [LIN 98] **H.K. Lin and K.S. Kang**, In situ dimensional changes of powder injection molded compacts during solvent debinding, Acta. Mate, Vol. 46, 1998, pp. 4303-4309.
- [LIU 05] **L. Liu, N.H Loh, B.Y. Tay, S.B. Tor, Y. Murakoshi and R. Maeda**, Mixing and characterisation of 316L stainless steel feedstock for micro powder injection molding, Materials Characterization, Vol. 54, 2005, pp. 230-238.
- [MAN 92] **Manguin-Fritsch**, Modélisation et optimisation de la dégradation thermique des liants utilisés en injection de céramiques, Thèse de doctorat soutenue le 01/11/1992, Ecole des Mines de Paris, 1992, pp. 1-100.
- [MAS 08] **J. Mascarenhas**, Microwave Sintering of Sputter Coated 316L Powders, Euro PM2008, Vol. 3, 2008, pp. 21.
- [MET 07] **J. of Metal Powder Report**, 7, 2007, p. 1.
- [MON 95] **I.H. Moon, K.M. Choo and M.J. Suk**, Cold isostatic pressing of brown metal injection molded parts, Vol. 31, n° 3, 1995, pp. 231-237.
- [MPI 07] **Materials Standards for Metal Injection Molded Parts**, Published by MPIF, 2007 edition, pp. 1-28.
- [NAB 00] **F.R.N. Nabarro**, Grain size, stress and creep in polycrystalline solids, Physics of the Solid States, Vol. 42, n°8, 2000, pp. 1417-1419.
- [NAB 02] **F.R.N. Nabarro**, Creep at very low rate, Metall. Mater. Trans. A, Vol. 33A, 2002, pp. 213-218.
- [NIS 07] **K. Nishiyabu, Y. Kanoko and S. Tanaka**, Micro Metal Powder Injection Moulding by LIGA Lost Form technology and Using Nano-size Metal Particle, Euro PM2007, Vol. 2, Toulouse, France, 2007, pp. 137-150.
- [NYB 98] **L. Nyborg et al.**, Interactions between surface-active additives and 316L stainless steel powder for MIM, Metal Powder Report, Vol. 53, Issue 4, April 1998, pp. 38.
- [OKS 08] **Z. Oksiuta and N. Baluc**, Hot Isostatic Pressing of Elemental and Pre-alloyed ODS Ferritic Steel Powders, Euro PM2008, Powder manufacturing & Processing, 2008, pp. 21-26.
- [OLE 97] **A. Olevsky, G. Timmermans, B. Shtern, L. Froyen and L. Delaey**, The permeable element method for modelling of deformation processes in porous and powder materials: theoretical basis and checking by experiments, Powder Technology, Vol. 93, Issue 2, 1 October 1997, pp. 127-141.

- [OLE 98] **E.A. Olevsky**, Theory of sintering: from discrete to continuum, J. of Materials Science and Engineering. R, Vol. 23, 1998, pp. 41-100.
- [OLE 00] **E. Olevsky and A. Molinari**, Instability of sintering of porous bodies, International Journal of Plasticity, Vol. 16, 2000, pp. 1-37.
- [OSA 03] **T. Osada, K. Nishiyabu, Y. Karasaki, S. Tanaka and H. Miura**, Investigations on the variation of feedstock properties in Micro MIM Products, PIM 2003, Powder injection molding, Penn State College, Pennsylvania, Ed. by R.M. German, USA, pp. 1-11.
- [PET 95] **F.P. Petzoldt**, General introduction to metal injection moulding, Metal injection moulding, E.P.M.A. Short Course, Ed. by E.P.M.A., I.F.A.M., 1995.
- [PET 04] **A. Peterson and J. Agren**, Constitutive behavior of WC-Co materials with different grain size sintered under load, Acta Mater., 2004, Vol. 52, pp.1847-1858.
- [PIC 91] **N. Piccirillo and D. Lee**, Jetting in powder injection molding, Advanced in Powder Metallurgy, 1991, Vol. 2, pp. 119-126.
- [PIN 05] **A.J. Pinkerson and L. Lin**, Multiple-layer deposition of steel components using gas- and water-atomised powders: the differences and the mechanisms leading to them, J. of Applied Surface Science, 247, 2005, pp 175-181.
- [PIO 01] **V. Piottter, W. Bauer, T. Benzler and A. Emde**, Injection molding of components for microsystems. Microsyst Technol 7, 2001, pp 99-102.
- [PIO 06] **V. Piottter and R. Ruprech**, Stand und Entwicklungen beim Spritzgießen von Mikroteilen, VDI-K Fachtagung Spritzgießen 2006, 15/16 Februar 2006.
- [POI 88] **A. Poitou**, Approche mécanique du mélange par extrusion, Thèse de doctorat soutenue en 1988, Ecole des Mines de Paris, 1988, pp. 1-120.
- [QUI 07] **C. Quinard, T. Barrière and J.C. Gelin**, “Development of Metal/Polymer Mixtures for Micro Powder Injection Moulding”, April 17-20, edited by E. Cueto and F. Chinesta, 10<sup>th</sup> ESAFORM Conference on Material Forming, Zaragoza, Spain, 2007.
- [QUI 08 a] **C. Quinard, T. Barrière and J.C. Gelin**, Development and property identification of 316L stainless steel feedstock for PIM and  $\mu$ PIM, Powder Technology, vol. 190, 2009, pp.123-128.
- [QUI 08 b] **C. Quinard, Z. Cheng, T. Barrière, J.C. Gelin and B. Liu**, Viscous behaviour and critical channel size of 316L stainless feedstock tested by micro capillary dies, Steel Research International, Special Edition, Vol. 2, 2008, pp 536-543.
- [REI 04 a] **M. Reiterer, T. Kraft, U. Janosovits and H. Riedel**, Finite element simulation of cold isostatic pressing and sintering of SiC components, Journal of Ceramics International Vol. 30, 2004, pp. 177-183.

- [REI 04 b] **M. Reiterer, T. Kraft and H. Riedel**, Manufacturing of a gear wheel made from reaction bonded alumina—numerical simulation of the sinterforming process, Journal of the European Ceramic Society, Vol. 24, Issue 2, 2004, pp. 239-246.
- [SCH 97] **W. Schatt and K-P. Wieters**, Powder Metallurgy – Processing and Materials, Ed. by EPMA, 1997.
- [SCH 00] **G. Schlieper, G. Dowson and B. Williams**, Metal Injection Moulding, European Powder Metallurgy Association, Ed. by EPMA, 2000, p32.
- [SHA 95] **H.M. Shaw and M.J. Edirisinghe**, Shrinkage and particle packing during removal of organic vehicle from ceramic injection mouldings, Journal of the European Ceramic Society, Vol. 15, Issue 2, 1995, pp. 109-116.
- [SHO 07] **H. Shokrollahi and K. Janghorban**, Soft magnetic composite materials (SMCs), Journal of Materials Processing technology, 2007.
- [SMO 97] **A. Smolders and J. Sleurs**, Practical Experiences with Some Principles Pertinent to CIM, J. of the European Ceramic Society, 17, 1997, pp. 171-175.
- [SON 05] **J. Song, G. Ayad, T. Barriere, J.C. Gelin, B. Liu and D. Renault**, Modelling, simulation and identification of the solid state sintering after metal injection moulding, ESAFORM 2005, Cluj-Napoca, Romania, Proceedings of the 8th Esaform Conference on Material Forming, Vol. 1, 2005, pp.171-174.
- [SON 06] **J. Song, J.C. Gelin, T. Barriere and B. Liu**, Experiments and numerical modelling of solid state sintering for 316L stainless steel components, J. of Materials Processing and Technology 177, 2006, pp. 352-355.
- [SON 07] **J. Song**, Experiments, Modelling and Numerical Simulation of the Sintering Process for Metallic or Ceramic Powders, Ph.D. Thesis, University of Franche-Comté and Southwest Jiaotong University, 2007.
- [SON 08] **J. Song, T. Barriere, B. Liu, J.C. Gelin and M. Gerard**, Experimental and numerical analysis on sintering behaviours of injection moulded components in 316L stainless steel powder, Powder Metallurgy, in press, 2008.
- [SUR 03] **P. Suri, S. V. Atre, R. M. German and J. P. de Souza**, Effect of mixing on the rheology and particle characteristics of tungsten-based powder injection molding feedstock, J. of Materials Science and Engineering, A356, 2003, pp. 337-344.
- [VAN 98] **O. Van der Biest and A.L. Maximenko**, Computer modelling and optimization of thermal debinding in powder injection moulding, Metal Powder Report, Vol. 53, Issue 4, April 1998, pp. 39.

- [VAN 04] **G. Vansteenkiste, N. Boudeau, H. Leclerc, T. Barriere, J.C. Gelin, C. Roques-Carmes, C. Millot, C. Benoit and E. Boillat**, Investigations in direct tooling for micro-technology with SLS, Proceedings of Fourth International Conference on Laser Assisted Net Shape Engineering, Erlangen, Germany, 2004, pp. 425-434.
- [VAN 05] **M. Van Geet, G. Volckaert and S. Roels**, The use of microfocus X-ray computed tomography in characterising the hydration of a clay pellet/powder mixture, Applied Clay Science, Vol. 29, Issue 2, April 2005, pp. 73-87.
- [VIE 08] **M. T. Viera, A. G. Martins, F. M. Barreiros, M. Matos and J. M. Castanho**, Surface modification of stainless steel powders for microfabrication, J. Mat. Tech., vol. 201, 2008, pp. 651-656.
- [WOH 97] **H. Wohlfromm, M. Blomacher, D. Weinard and E-M. Langer**, Novel Materials in Metal Injection Moulding, PIM-97, Munich, Germany, October 1997, pp. 54-61.
- [ZAV 00] **A. Zavaliange and D. Bouvard**, Numerical simulation of anisotropy in sintering due to prior compaction, Powder metallurgy, Vol. 36, n° 7, 2000, pp. 58-65.
- [ZEE 07] **B. Zeep, P. Norajitra, V. Piottter, J. Boehm, R. Ruprecht and J. Hausselt**, Net shaping of tungsten components by micro powder injection moulding, Fusion Engineering and Design 82, Issues 15-24, October 2007, pp. 2660-2665.
- [ZHA 02 a] **R. Zhang, R.S. Engel, N.J. Salamon and R.M. German**, Simulation of free sintering shrinkage and distortion behavior of stainless steel powder compacts, International Conference on Process Modeling in Powder Metallurgy & Particulate Materials, Oct. 28-29, Newport Beach, CA, 2002.
- [ZHA 02 b] **R. Zhang, R.S. Engel, N.J. Salamon and R.M. German**, Finite element analysis on the sintering of stainless steel 316L powder compacts, PM<sup>2</sup>TEC2002 World Congress on Powder Metallurgy & Particulate Materials, Orlando, FL, June 16/21, 2002, pp. 19-41.
- [ZHA 05] **R. Zhang**, Numerical simulation of solid-state sintering of metal powder compact dominated by grain boundary diffusion, PhD thesis, The Pennsylvania State University, USA, 2005, pp. 1-100.

# Résumé de thèse

## Résumé

Le procédé de Moulage par Injection de Poudres Métalliques (MIM) permet la réalisation de composants métalliques de formes complexes. Ce procédé se soustrait à d'autres procédés de fabrications plus complexes et plus coûteux pour la production de pièces en moyennes et grandes séries. Les travaux de thèse ont permis d'apporter des contributions au niveau des méthodologies d'élaboration de mélanges dédiés au MIM et au  $\mu$ MIM avec des poudres de granulométries fines ( $5\text{ }\mu\text{m}$ ) pour plusieurs nuances (acier inoxydable, fer et fer/nickel). Ces travaux ont aboutis à l'élaboration et la caractérisation des mélanges, la maîtrise des étapes d'injection, de déliantage et de densification et à l'obtention de micro-composants métalliques exempts de défauts. Une base de données expérimentale comportant des informations sur les paramètres procédés et les conditions opératoires a été construite. Une partie de ces travaux a fait partie d'un contrat de recherche avec transfert industriel en partenariat avec la société Paul Wurth S.A. (Luxembourg). D'un point de vue numérique, les contributions portent sur l'identification d'une loi de comportement de poudres de fines granulométries et la simulation de l'étape de densification appliquée aux cas de microcomposants pour prédire les dimensions et la densité finale.

**Mots-clés :** Moulage par Injection de Poudre Métalliques (MIM), mélanges, densification, identification et simulation numérique.

## Abstract

The Powder Injection Moulding process (PIM) permits the realisation of metallic components with complex shape. The PIM is used, compared with other processes more complex and costly, for the production in medium and important series. The thesis works have contributed for mixing method to realise the feedstock, dedicated for PIM and  $\mu$ PIM, with fine size powder ( $5\text{ }\mu\text{m}$ ). This work led to the development and characterization of the feedstock, control of injection, debinding and sintering stages and obtaining of micro-metallic components to get an experimental database containing information on the process parameters and operating conditions. Part of this work corresponds to a research contract with the industrial transfer with Paul Wurth S.A. (Luxembourg). From a numerical point of view, the contributions focus on the identification of a law of behaviour of fine size powder of and simulation of sintering stage to predict the size and final density.

**Keywords:** Powder Injection Moulding (PIM), mixing, sintering, identification and numerical simulation.