

Simulation numérique et validation expérimentale de la phase d'injection de poudres métalliques à basse pression

par

Mohamed AZZOUNI

MÉMOIRE PAR ARTICLE PRÉSENTÉ À L'ÉCOLE DE TECHNOLOGIE
SUPÉRIEURE COMME EXIGENCE PARTIELLE À L'OBTENTION DE
LA MAÎTRISE AVEC MÉMOIRE EN GÉNIE MÉCANIQUE
M.Sc.A

MONTRÉAL, LE 14 SEPTEMBRE 2020

ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE
UNIVERSITÉ DU QUÉBEC



Mohamed Azzouni, 2020



Cette licence [Creative Commons](https://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/) signifie qu'il est permis de diffuser, d'imprimer ou de sauvegarder sur un autre support une partie ou la totalité de cette œuvre à condition de mentionner l'auteur, que ces utilisations soient faites à des fins non commerciales et que le contenu de l'œuvre n'ait pas été modifié.

PRÉSENTATION DU JURY

CE MÉMOIRE A ÉTÉ ÉVALUÉ

PAR UN JURY COMPOSÉ DE :

M. Vincent Demers, directeur de mémoire
Département de génie mécanique à l'École de technologie supérieure

M. Louis Dufresne, codirecteur de mémoire
Département de génie mécanique à l'École de technologie supérieure

M. Jean-François Chatelain, président du jury
Département de génie mécanique à l'École de technologie supérieure

M. Philippe Bocher, membre du jury
Département de génie mécanique à l'École de technologie supérieure

IL A FAIT L'OBJET D'UNE SOUTENANCE DEVANT JURY ET PUBLIC

LE 18 AOÛT 2020

À L'ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE

REMERCIEMENTS

J'aimerais avant tout remercier mes directeurs de recherche, Monsieur Vincent Demers et Monsieur Louis Dufresne pour leur support, leur disponibilité et leurs précieux conseils durant ce projet de maîtrise. Leurs connaissances et leur expertise dans leur domaine respectif m'ont permis de mener à bien ce mandat. J'exprime mes reconnaissances aux programmes MITACS et AeroCreate et à l'École de technologie supérieure pour leur soutien financier durant la réalisation du projet. Je souhaite également remercier les techniciens de l'école, plus particulièrement Éric Marcoux et Michel Drouin pour leur support. Mon profond remerciement pour Monsieur Jean-François Chatelain et Monsieur Philippe Bocher qui ont accepté de faire partie du jury et d'évaluer mon travail. J'aimerais de plus remercier le stagiaire Sarthak Kapur pour m'avoir aidé lors des tests d'injections et dans le développement du code Matlab. Enfin, mes remerciements les plus chaleureux s'adressent à mes parents, mes frères, ma sœur ainsi que mes nombreux amis pour leur soutien inconditionnel et leurs encouragements tout au long de mon parcours académique.

Simulation numérique avec une validation expérimentale de la phase d'injection de poudres métalliques à basse pression

Mohamed AZZOUNI

RÉSUMÉ

Le moulage par injection de poudre métallique à basse pression (LPIM) est une technique de mise en forme des pièces de forme complexe fabriquées en moyen volume. Il est caractérisé par un coût de fabrication réduit par rapport aux techniques de fabrication conventionnelles tout en gardant de bonnes propriétés mécaniques aux pièces finales. Cette technique comprend les étapes principales suivantes : la préparation du mélange, l'injection, le déliantage et enfin le frittage. Ce projet s'intéresse principalement à la phase d'injection afin de mieux comprendre le comportement de l'écoulement du mélange à l'intérieur de cavités. La simulation de cette étape est primordiale pour remédier aux défauts que peuvent apparaître lors de l'injection comme les lignes de soudure ce que réduit le nombre des essais de fabrication et donc une réduction du coût. Ainsi, des simulations numériques de l'injection ont été effectuées et validées à l'aide d'essais expérimentaux afin de confirmer le potentiel des logiciels commerciaux à prédire avec précision l'étape d'injection du procédé LPIM. Afin d'atteindre ce but, un mélange à base de l'acier inoxydable 17-4 PH et un ensemble de liants a été préparé. Une caractérisation de mélange comme la viscosité, la chaleur spécifique et la conductivité du mélange était faite expérimentalement et introduite par la suite dans le logiciel de simulation numérique Autodesk Moldflow Synergy 2019. Pour comparer les résultats numériques avec les données expérimentales, le mélange a été injecté à trois températures (80, 90 et 100°C) dans deux moules de formes différentes avec trois épaisseurs différentes.

Les résultats numériques de la longueur injectée et la vitesse de front d'écoulement étaient en bon accord avec les données expérimentales avec une différence relative inférieure à 3,7%. De plus la simulation a confirmé que la température de mélange n'a aucun effet sur la longueur et la vitesse de front puisque les injections ont été faites avec un débit volumique constant. Les profils de pression simulés étaient en bon accord avec les résultats l'expérimentaux sur la majorité de la zone de remplissage du moule avec une différence relative inférieure à 8,3%, mais ils ont une tendance à diverger de celles mesurées avec les capteurs à la fin du remplissage du moule. Cette surestimation de la pression simulée a été attribuée à l'air emprisonné qui a été observé indépendamment de la forme du moule, de la température du mélange, de l'emplacement du capteur et de l'épaisseur du moule. La diminution de la pression d'injection avec une augmentation de la température de mélange ou une augmentation de la cavité du moule de section transversale ont été presque parfaitement saisies par le modèle numérique pour la zone de remplissage inférieure à 75%.

Mots-clés : moulage par injection des poudres, basse pression, poudre métallique, mélange poudre-liant, simulation numérique, phase d'injection, pression à la cavité

Numerical Simulation and Experimental Validation of the Filling stage of Low Pressure Powder Injection Molding

Mohamed AZZOUNI

ABSTRACT

Low Pressure Metal Injection Molding (LPIM) is a forming technique of complex parts suitable for medium series. It is characterized by a reduced manufacturing cost compared to the conventional manufacturing techniques while retaining high mechanical properties in the final parts. This technique includes the following main steps: the preparation of the feedstock, the injection, the debinding and finally the sintering. This project is mainly interested on the injection phase in order to better understand the behavior of the flow of the feedstock inside the cavity. The numerical simulation of this step is essential to remedy the defects that may appear during the injection like the welding lines which means that the number of manufacturing tests is reduced and therefore a cost reduction. Thus, injection simulations have been performed and validated using experimental tests to confirm the potential of commercial software to accurately predict the injection stage of the LPIM process. In order to achieve this goal, a feedstock based on 17-4PH stainless steel and binders was prepared. An experimental characterization of the properties of the feedstock in terms of viscosity, thermal properties like specific heat and thermal conductivity and density was made experimentally and subsequently introduced into the digital simulation software Autodesk Moldflow Synergy 2019. To compare the numerical results with the experimental data, the mixture was injected at three temperatures (80, 90 and 100°C) into two molds of different shape with three different thicknesses. The main results investigated in this study are the injected length, the flow front velocity and the pressure inside the cavity.

The numerical results of the injected length and the flow front velocity were in good agreement with the experimental data with a relative difference less than 3.7%. Add to this, the simulation confirmed that the temperature of the feedstock has no effect on the injected length and the front velocity since the injections were made at a constant volumetric flow. The simulated pressure profiles were in good agreement with experiments over the majority of the mold filling range with a relative difference less than 8.3%, but tend to diverge from those measured with sensors at the end of the mold filling. This overestimation in the simulated pressure was attributed to trapped air that was observed irrespectively to the mold shape, feedstock temperature, sensor location, and mold thickness. The decrease in injection pressure with an increase in the melt temperature or an increase in cross-section mold cavity were almost perfectly captured by the numerical model for filling stage lower than 75%.

Keywords: powder injection molding, low pressure, metallic powder, feedstock, numerical simulation, filling stage, cavity pressure

TABLE DES MATIÈRES

	Page
INTRODUCTION	1
CHAPITRE 1 REVUE DE LA LITTÉRATURE	3
1.1 Moulage par injection des poudres métalliques.....	3
1.2 Injection des poudres métalliques à haute et à basse pression.....	6
1.3 Simulation numérique du moulage par injection de poudres.....	8
1.3.1 Paramètres d'entrée pour la simulation numérique	9
1.3.2 Comparaison des logiciels utilisés pour simuler l'injection du procédé PIM	17
CHAPITRE 2 ROBLÉMATIQUE ET OBJECTIFS.....	33
2.1 Problématique	33
2.2 Objectifs de recherche.....	33
CHAPITRE 3 MÉTHODOLOGIE EXPÉRIMENTALE	35
3.1 Préparation du mélange.....	35
3.1.1 Caractérisation de la poudre métallique.....	35
3.1.2 Choix des liants.....	37
3.2 Caractérisation des mélanges.....	38
3.2.1 Viscosité.....	38
3.2.2 Propriétés thermiques.....	39
3.2.3 desvolumique	40
3.3 Simulation numérique et validation expérimentale	42
3.3.1 Les données d'entrée.....	43
3.3.2 Résolution numérique	44
3.3.3 Validation expérimentale	46
CHAPITRE 4 MOLD FILLING SIMULATION AND EXPERIMENTAL INVESTIGATION OF METALLIC FEEDSTOCK USED IN LOW- PRESSURE POWDER INJECTION MOLDING.....	51
4.1 Abstract.....	51
4.2 Introduction.....	52
4.3 Numerical model.....	54
4.4 Model input and validation data	56
4.4.1 Feedstock preparation	56
4.4.2 Feedstock characterization.....	58
4.4.3 Numerical and experimental mold geometries and set-up.....	60
4.5 Results and discussion	62
4.5.1 Injected length and filling time.....	62

4.5.2	Influence of temperature on injection pressure.....	65
4.5.3	Influence of thickness on the injection pressure.....	67
4.5.4	Prediction of the pressure at the end of the mold filling using a phenomenological model.....	69
4.6	Conclusion	72
4.7	Acknowledgements.....	73
CONCLUSION DU PROJET.....		75
RECOMMANDATIONS DU PROJET		77
LISTE DE RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....		80

LISTE DES TABLEAUX

		Page
Tableau 1.1	Comparatif des caractéristiques typiques des procédés HPIM et LPIM (G Lamarre, 2016).....	7
Tableau 1.2	Comparaison entre les logiciels de simulation de l'injection du PIM (adapté de Raymond, 2012)	18
Tableau 4.1	Process parameters used for the numerical simulations and real-scale injections	56
Tableau 4.2	Melting point, density, and proportion of feedstock constituents	58
Tableau 4.3	Fitting coefficients of the second-order and Cross-WLF viscosity models	59
Tableau 4.4	Fitting coefficients for the rectangular and hourglass mold cavities	71

LISTE DES FIGURES

		Page
Figure 1.1	Pièces réalisés par le procédé PIM dans plusieurs domaines (adapté de Indo-MIM (2020)).....	4
Figure 1.2	Étapes du procédé PIM (adapté de CustomPartNet (2020))	6
Figure 1.3	Profil de viscosité typique d'un mélange (Barnes, Hutton, & Walters, 1989)	10
Figure 1.4	Courbes typiques des capacités calorifiques spécifiques du saphire et des échantillons (ASTM International, 2018).....	13
Figure 1.5	Un système TTO pour mesurer la conductivité thermique (adapté de Quantum-Design (2020a))	15
Figure 1.6	(a) Représentation schématique d'un dilatomètre (Jallabert, Vaca-Medina, Cazalbou, & Rouilly, 2013) (b) PVT expérimental d'un mélange PIM (présenté par des points) avec le modèle de Tait à double domaine (lignes) (Binet et al., 2005).....	17
Figure 1.7	Variation de température en fonction du temps en une point au centre de moule à une distance de 0.196 m de l'entrée pendant le remplissage jusqu'à la fin de solidification en écoulement monophasique (1-p) et multiphasique (2-p) (Samanta et al., 2008).....	19
Figure 1.8	Simulation numérique du remplissage du cavité (a) proche du point d'injection et (b) éloignée du point d'injection (Yin et al., 2011)	20
Figure 1.9	(a) Fraction volumique de poudre d'un mélange avec un chargement solide de 60 vol. % (b) le taux de cisaillement dans la plaque (Tseng et al., 2014).....	21
Figure 1.10	Influence de la température du mélange sur (a) le temps de remplissage (b) la pression de remplissage à diverses pressions de maintien (Sardarian et al., 2017b)	22
Figure 1.11	Résultats (a-b) expérimentaux et (c-d) de simulation de remplissage uniforme sans jet et avec jet (Sardarian et al., 2017a)	23

Figure 1.12	(a) Longueurs injectées expérimentales et simulées après 3 et 6 s avec une température fixée à 80°C, et (b) longueurs injectées pour différentes températures d'injection (Trad et al., 2020)24
Figure 1.13	Comparaison de position du front d'écoulement obtenu par (a) C-Mold (b) ProCAST (c) Moldflow et (d) expérimentalement (V. Bilovol et al., 2003)25
Figure 1.14	Profil de pression expérimentale, simulé au point d'injection et simulé au position de capteur (Binet et al., 2005)26
Figure 1.15	Simulation de la pression d'injection à la fin de remplissage (Berginc et al., 2009).....27
Figure 1.16	Profils de pression au trois points du moule (a) analyse non couplée sans modélisation de glissement et (b) analyse couplée avec modélisation de glissement (Chung, Ahn, Park, & German, 2010).....28
Figure 1.17	(a) Forme de la pièce avec les positions des capteurs (b) comparaison des résultats expérimentaux et numériques de la pression mesurée au buse et seuil (Ilinca, Hetu, et al., 2002).....29
Figure 1.18	Comparaison des résultats de remplissage entre la simulation (en haut) et expérimentale (en bas) (Thomas et al., 2009)30
Figure 1.19	(a) Profils rhéologiques des mélanges (b) comparaison des résultats simulés de pression maximale pour différents mélanges avec ceux mesurées expérimentalement (V. Bilovol et al., 2006)31
Figure 1.20	Les courbes de viscosité du matériau alumine (à gauche) et zircone (à droite) et les échelles qui montrent les zones de taux de cisaillement où le modèle Cross-WLF avec ou sans Herschel Bulkley peut influencer la forme de front d'écoulement (Drummer & Messingschlager, 2014).....32
Figure 3.1	Morphologie de la poudre d'acier 17-4PH36
Figure 3.2	(a) Analyseur de tailles de particules par diffraction laser LS 13-320 (b) Microscope électronique à balayage (Hitachi 3600N)37
Figure 3.3	(a) Le rhéomètre rotationnel Anton Paar MCR 302 (b) le système de mesure C-PTD 200 (c) comportement typique d'un fluide rhéofluidifiant39
Figure 3.4	(a) Machine DSC (b) Système de transferts thermiques TTO (Quantum-Design, 2020b).....40

Figure 3.5	(a) Un pycnomètre à l'hélium AccuPyc II 1340 (b) principe de fonctionnement d'un pycnomètre à Hélium42
Figure 3.6	Organigramme de la simulation numérique et validation expérimentale43
Figure 3.7	Vue 3D des pièces et le maillage d'éléments finis44
Figure 3.8	(a) Presse d'injection à basse pression (b-e) étapes d'injection (Lamarre et al., 2017).....47
Figure 3.9	Emplacement de caméra et des bandes de mesure de température48
Figure 3.10	(a) Les positions des capteurs (b) Capteur piezorésistif série 25Y49
Figure 4.1	SEM micrograph and (b) particle size distribution of 17-4PH dry powder57
Figure 4.2	Rheological and thermal properties of feedstock: (a) viscosity profiles with superimposed second-order and Cross-WLF models, (b) specific heat, and (c) thermal conductivity measured at different temperatures60
Figure 4.3	(a-b) 3D view of the rectangular and hourglass mold cavities with (c-d) the superimposed tetrahedral finite element mesh, (e) evolution of the pressure at the gate and the simulation time according to the mesh size ..61
Figure 4.4	Exploded view of the (a) rectangular, and (b) hourglass mold cavities showing the location of the pressure sensors62
Figure 4.5	Experimental and simulated injected lengths: (a-c) typical short shots obtained at 25, 50, and 75% filling stages, with feedstock at 90°C injected in the rectangular mold, and (d) injected lengths for different injection temperatures, and filling stages.....63
Figure 4.6	Simulated and experimental melt front velocity of: (a) the rectangular part and (b) hourglass parts for different injection temperatures (with circles, triangles, and squares representing tests performed at 80, 90, and 100°C, respectively), and top view of the mold cavities showing the melt front (c) during the gate filling, and (d) after the gate is completely filled, illustrating how the injected length was measured65
Figure 4.7	(a-b) Typical simulated and experimental pressure profiles obtained at different sensor positions for both cavities at 80°C, (c-d) comparison of experimental and simulated pressures at different filling stages

	(in %) and injection temperatures (measured at position P1 using a mold thickness of 4 mm).....	67
Figure 4.8	Typical simulated and experimental pressure profiles obtained at sensor position P1 and mold thickness of 5 mm for (a) rectangular, (b) hourglass cavities, and (c-d) comparison of experimental and simulated pressures at different filling stages and thicknesses (injection temperature = 90°C).....	69
Figure 4.9	(a-b) Experimental pressure profiles with superimposed third-order and sigmoid models, and (c) predicted pressure profiles at injection temperature of 90°C and mold thickness of 4 mm, with corresponding experimental validation.....	72

LISTE DES ABRÉVIATIONS, SIGLES ET ACRONYMES

MIM	Moulage par injection des poudres métalliques (<i>Metal Injection Molding</i>)
PIM	Moulage par injection des poudres (<i>Powder Injection Molding</i>)
LPIM	Moulage à basse pression des poudres métalliques (<i>Low-Pressure Metal Injection Molding</i>)
HPIM	Moulage à haute pression des poudres métalliques (<i>High-Pressure Metal Injection Molding</i>)
EVA	Éthylène-vinyle acétate
CW	Cire de Carnauba
SA	Acide stéarique (<i>Stearic Acid</i>)
PW	Cire de paraffine
vol. %	Pourcentage volumique
PPMS	Système de mesure de propriétés physiques
PVT	Pression-Volume-Température (Pressure Volume Temperature)
TTO	Option de transport thermique (<i>Thermal Transport Option</i>)
MEB/SEM	Microscopie électronique à balayage (<i>Scanning Electron Microscopy</i>)
DSC	Calorimétrie différentielle à balayage (<i>Differential Scanning Calorimetry</i>)
CFD	Dynamique numérique des fluides (<i>Computational Fluid Dynamics</i>)
FDM	Méthode des différence finies (<i>Finite Difference Method</i>)
FEM	Méthode des éléments finis (<i>Finite Element Method</i>)
FVM	Méthode des volumes finis (<i>Finite Volume Method</i>)

LISTE DES SYMBOLES ET UNITÉS DE MESURE

η	Viscosité du mélange (Pa·s)
$\dot{\gamma}$	Taux de cisaillement (s^{-1})
T	Température ($^{\circ}C$)
p	Pression (MPa)
V	Volume spécifique (cm^3/g)
ρ	Masse volumique des particules (g/cm^3)
k	Conductivité thermique ($w/m\cdot K$)
D	Tenseur de déformations
n	Degré de sensibilité au cisaillement selon la loi de puissance
t	Temps (s)
τ	Tenseur de contrainte visqueuse
C_p	Chaleur spécifique ($J/g\cdot^{\circ}C$)
g	Accélération de pesanteur (m/s^2)

INTRODUCTION

Ce présent document constitue le projet de maîtrise effectué pendant deux ans au sein du Laboratoire d'optimisation des procédés de fabrication avancée (LOPFA) à l'École de technologie supérieure (ÉTS) de Montréal. Ce sujet traite de procédé de moulage par injection des poudres métalliques (MIM) qui est une technique relativement nouvelle, qui donne la possibilité de produire des pièces métalliques avec un coût réduit, une complexité de forme élevée et des propriétés mécaniques élevées. Ce procédé possède un taux de croissance élevé dans plusieurs domaines comme l'automobile, l'électronique, les biens de consommation général, l'industrie médicale et l'aéronautique.

Le procédé industriel MIM consiste à injecter un mélange, préparé à base d'une poudre métallique et de liants, dans une cavité de moule. La pièce obtenue subit par la suite une opération de déliantage suivie d'une opération de frittage qui ont pour but l'élimination des liants et la densification de la pièce, respectivement. L'étape de l'injection est l'étape la plus importante dans l'obtention d'une pièce finale avec les meilleures propriétés mécaniques puisque au cours de laquelle plusieurs types de défauts tels que les lignes de soudure et les zones vides peuvent apparaître. La simulation numérique de la phase d'injection est un bon outil pour prédire ces défauts de conception. Dans ce contexte, ce projet s'intéresse à étudier le potentiel de l'outil de simulation Moldflow et de bien décrire le comportement d'un mélange lors du procédé d'injection des poudres métalliques à basse pression (LPIM). Les principaux résultats investigués dans cette étude sont la longueur injectée, la vitesse de front et la pression à l'intérieur du moule. En se basant sur des tests expérimentaux, une validation de ces résultats numériques a été faite par la suite.

Ce rapport est divisé en quatre chapitres. Le premier chapitre est une revue de la littérature sur les caractéristiques de procédé de moulage par injection des poudres métalliques (en anglais *Metal Injection Molding*, MIM) ainsi que leur différence avec les autres méthodes de fabrication usuelles. Les études existantes sur la simulation numérique de la phase d'injection du procédé MIM font aussi partie de ce premier chapitre. Il est suivi d'un deuxième chapitre

dans lequel la problématique de cette étude et leurs objectifs sont présentés. Ensuite, le chapitre trois présente la méthodologie suivie afin de caractériser le mélange et détaille les méthodes d'acquisition de données expérimentales ainsi que les modèles numériques utilisés dans ce projet. Le quatrième chapitre présente un article scientifique (soumis dans *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*) qui a comme objectif d'étudier la simulation numérique de la phase d'injection de poudres métalliques à basse pression (LPIM) et valider les résultats par des tests expérimentaux. Enfin, ce travail se termine par une conclusion qui contient un résumé des principaux résultats avec quelques recommandations pour des futurs travaux de recherche.

CHAPITRE 1

REVUE DE LA LITTÉRATURE

Le présent chapitre permet d'introduire le procédé d'injection des poudres métalliques et ses principales étapes ainsi qu'une revue de la littérature formelle des travaux existants sur la simulation numérique de la phase d'injection.

1.1 Moulage par injection des poudres métalliques

L'industrie moderne exige la production de divers composants en grandes quantités avec des formes complexes et de petites tailles. Le choix d'une méthode de production appropriée pour de tels composants peut être une tâche difficile où l'usinage traditionnel est généralement dispendieux, le forgeage rentable seulement en haut volume de production, les pièces coulées ont souvent des tolérances faibles, un fini de surface faible et de propriétés mécaniques basses. Certains types de composants peuvent être efficacement produits par des méthodes de métallurgie des poudres et plus spécifiquement par l'injection des poudres métalliques (en anglais *Powder Injection Molding*, PIM). Elle met en jeu la mise en forme de pièces de forme complexes à partir de l'injection sous pression d'un mélange de poudres (métallique ou céramique) et d'un liant polymérique et elle était utilisée avec succès depuis les années 1930. Par contre à cette époque, la forte variation des dimensions des pièces injectées et la faible qualité des équipement ne favorise pas le développement de cette technologie de fabrication où la maîtrise du procédé est perceptible plutôt à partir des années 1970 (Chang & Zhao, 2013). Même si le prix de certaines poudres PIM demeure élevé, l'utilisation de ce procédé est toujours en croissance depuis cette date. En 2010, à titre d'exemple, 8000 tonnes de poudre métallique ont été consommées dans le monde par le procédé PIM (i.e., taux de croissance annuel de près de 20%). Le procédé PIM est utilisé afin de produire, à un coût relativement faible, des pièces qui ont des géométries complexes et des bonnes propriétés mécaniques avec une masse volumique finale typiquement entre 95 et 100% et une tolérance dimensionnelle allant jusqu'à 0.5%. Ces différentes caractéristiques ont donné l'opportunité d'utiliser le

procédé de PIM pour fabriquer des pièces utilisées dans plusieurs domaines d'application (Figure 1.1). En 2011, les entreprises de PIM ont été intéressées à investir dans divers secteurs tels que les produits industriels qui possèdent 23% de marché mondial de PIM, le secteur électronique avec 11%, 8% dans le domaine médical et plusieurs d'autres domaines comme le domaine automobile, le dentaire, l'aéronautique et le militaire (Heaney, 2012).



Figure 1.1 Pièces réalisées par le procédé PIM dans plusieurs domaines
(adapté de Indo-MIM (2020))

Le schéma représentant les quatre différentes étapes du procédé PIM est présenté à la Figure 1.2. La préparation du mélange est la première étape du procédé PIM qui a pour but de produire un mélange homogène constitué de poudres métalliques ou céramique et d'un liant polymérique. 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 est de l'ordre de 60 à 70%. Ce pourcentage est un compromis entre un volume suffisant de liants de polymères pour assurer une bonne fluidité du mélange pour l'injection et un volume de poudres suffisant pour permettre une densification satisfaisante par diffusion à l'état solide (V. V. Bilovol, 2003). Les constituants sont mélangés dans un mélangeur à une

température typique variant de 80 à 200°C qui est en fait supérieure à la température de fusion du liant et inférieure à celle de la poudre. Après cette étape, ce mélange est injecté dans la cavité d'un moule ayant la forme de la pièce désirée. L'étape d'injection est aussi composée de quatre sous-étapes qui sont le remplissage du moule par le mélange fondu, le refroidissement de la pièce injectée, l'ouverture du moule et l'éjection de la pièce solidifiée (à cette étape, la pièce injectée s'appelle la pièce à vert). Le liant est ensuite retiré par un traitement de déliantage car aucun liant polymérique ne sera présent dans la pièce finale. L'élimination du liant est l'une des étapes les plus critiques du procédé PIM, car les défauts tels que les ballonnements, les cloques, les fissures de surface et de grands vides internes peuvent compromettre les propriétés finales de la pièce (González-Gutiérrez, Stringari, & Emri, 2012). Les techniques de déliantage les plus couramment utilisées sont le déliantage thermique, par solvant ou catalytique. Le déliantage thermique utilise les mécanismes de dégradation thermique des liants, qui est basé sur la dissociation successive des polymères sous l'effet de l'augmentation de la température pour produire des molécules légères qui sont ensuite évaporées hors de la surface de la pièce à vert. C'est une méthode facile mais trop longue en terme de temps (entre 10 et 60 heures) car une montée de température trop rapide entraîne l'apparition de fissures sur la surface de la pièce moulée. Le déliantage par solvant est souvent moins long que le déliantage thermique. Dans ce cas, la pièce à vert est placée dans un solvant, gazeux ou liquide, provoquant ainsi la formation d'un réseau interconnecté de pores que pourra ensuite emprunter le reste des constituants du liant lors d'une étape de déliantage thermique accéléré. Le déliantage catalytique peut être utilisé pour les liants qui se décomposent en des monomères en présence d'un catalyseur lorsqu'ils sont exposés à la température appropriée. À mesure que les monomères s'évaporent, des pores se créent qui exposent le polymère sous la surface et le processus de dépolymérisation se poursuit plus profondément dans la pièce moulée. Ainsi, le déliantage se produit de l'extérieur vers l'intérieur dans un temps moyen de 4 à 6 heures. Le frittage est la dernière étape du procédé PIM. Il est essentiellement un traitement thermique effectué à haute température juste en dessous de la température de fusion du matériau permettant la création de liens entre les particules par diffusion de la matière à l'état solide. Le frittage permet une densification de la pièce par un rétrécissement de 8 à 25%

de sa dimension injectée et une diminution importante du taux de porosité donnant à la pièce ses dimensions et sa résistance finales (Heaney, 2012).

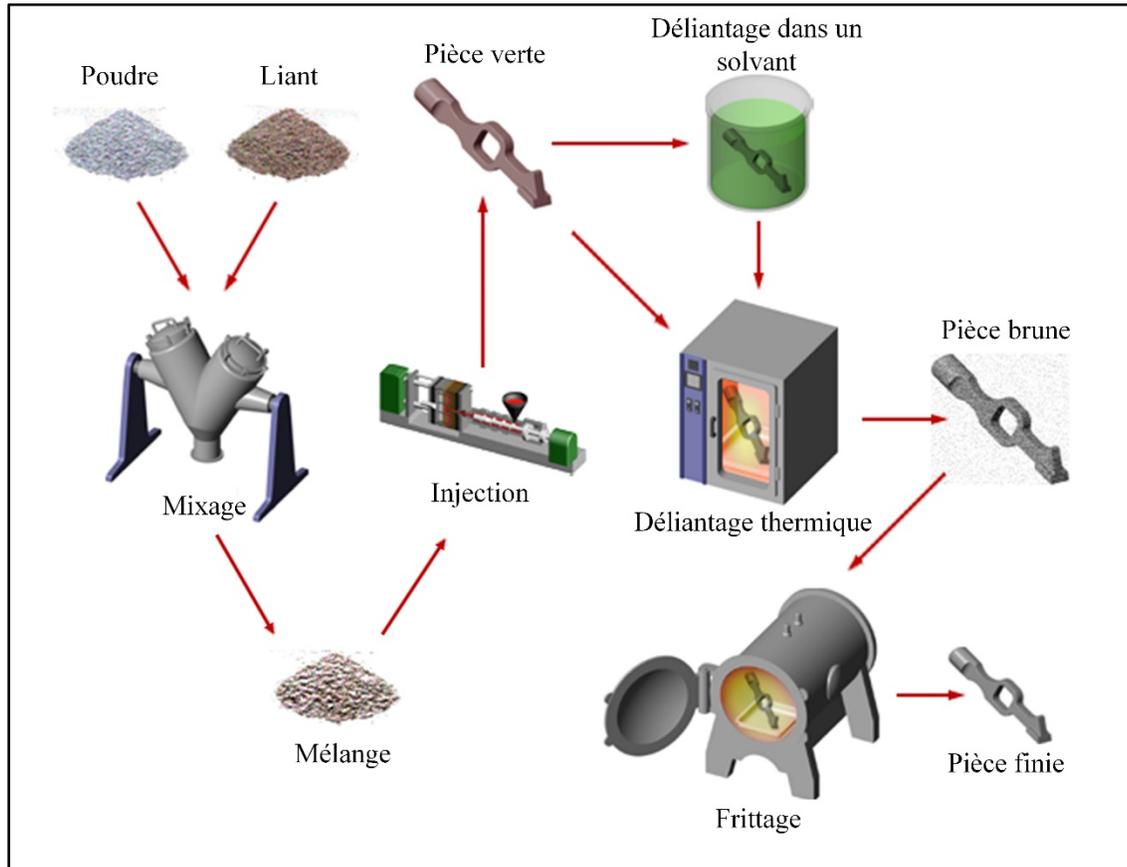


Figure 1.2 Étapes du procédé PIM (adapté de CustomPartNet (2020))

1.2 Injection des poudres métalliques à haute et à basse pression

Il existe deux méthodes principales du procédé PIM, soit le moulage par injection des poudres à haute pression (en anglais *High-Pressure Powder Injection Molding, HPIM*) qui est largement utilisé dans l'industrie depuis plusieurs décennies, et le moulage par injection des poudres à basse pression (en anglais *Low-Pressure Powder Injection Molding, LPIM*) qui est relativement récent. La technologie HPIM est adaptée à un volume de production élevé car le coût des presses à injection et de l'outillage est très élevé afin de produire et supporter des

pressions élevées pouvant aller jusqu'à 200 MPa. L'étape d'injection requiert une pression élevée car les mélanges utilisés possèdent une grande viscosité variant généralement entre 100 et 1000 Pa·s. Les mélanges HPIM sont généralement constitués de cire, d'agent surfactant et d'un polymère de soutien (aussi appelé *backbone polymer* en anglais). L'utilisation de tels mélanges permet d'éviter la séparation des poudres et du liant (phénomène aussi appelé la ségrégation des poudres) et ainsi maintenir l'homogénéité du mélange pendant toutes les étapes du procédé. Par contre, cette grande viscosité limite directement la fluidité du mélange et donc, la complexité des pièces injectées. Pour sa part, la technologie LPIM utilise des pressions d'injection faibles (< 1 MPa) car la viscosité du mélange dépasse rarement 50 Pa·s (typiquement entre 1 et 20 Pa·s) (Kamal & Isayev, 2012). Cette faible viscosité favorise la fabrication de pièces de forme complexe produites aussi bien à haut et faible volume de production. En effet, la faible viscosité des mélanges fait en sorte que la pression d'injection requise est faible diminuant ainsi la taille de la presse à injection et de l'outillage. Les mélanges LPIM sont généralement constitués de cire, d'agent surfactant et d'un agent épaississant, c'est-à-dire que le polymère de soutien est absent. L'utilisation de tels mélanges favorise par contre le phénomène de ségrégation des poudres qui peut être minimisé par l'épaississement des mélanges et/ou différentes stratégies au niveau de l'injection pour maintenir l'homogénéité du mélange. Le Tableau 1.1 présente les caractéristiques propres à chacun des deux procédés.

Tableau 1.1 Comparatif des caractéristiques typiques des procédés HPIM et LPIM (G Lamarre, 2016)

	HPIM	LPIM
Pression d'injection (MPa)	200	< 1
Coût de l'outillage	Élevé	Faible
Volume de production	Élevé seulement	Faible et élevé
Viscosité des mélanges (Pa·s)	< 1000	< 10
Ségrégation	Non	Oui

Tel que souligné plus haut, les avantages du procédé LPIM par rapport au HPIM sont nombreux où on cite le coût de production qui est plus faible dû à l'utilisation des machines moins coûteuses (Lamarre, Demers, & Chatelain, 2017). Malgré ces avantages, le niveau de maturité technologique du procédé LPIM demeure relativement faible car c'est un procédé jeune d'environ une quinzaine d'années surtout utilisé jusqu'à présent pour le moulage des pièces à base de céramique. Ce manque de connaissances général sur le procédé LPIM limite donc son utilisation large en industrie et justifie le besoin de développement.

1.3 Simulation numérique du moulage par injection de poudres

Le développement du procédé PIM (et plus particulièrement du LPIM dans le futur) et des nouveaux produits peuvent s'appuyer sur la simulation numérique afin d'optimiser les paramètres de l'étape d'injection puisqu'elle offre la possibilité de remédier les défauts de conception du moule avant d'entamer l'étape de production et diminuer les coûts des essais de calibration (Barrière, Gelin, & Liu, 2002; Kennedy & Zheng, 2013). Lorsque le procédé est correctement simulé, il est possible de prédire les températures, les taux de cisaillement, les pressions et les vitesses du front de l'écoulement afin d'effectuer les ajustement requis en pratique. L'obtention de ces grandeurs physiques qui est parfois difficiles ou simplement impossible à obtenir expérimentalement permet de mieux comprendre la patron d'écoulement du mélange à travers la cavité du moule et de perfectionner les caractéristiques des pièces moulées. L'obtention d'un modèle de simulation précis doit inclure nécessairement des paramètres d'entrée décrivant les mélanges comme profil de viscosité et les propriétés thermiques tels que la chaleur spécifique et la conductivité thermique. Ces différents paramètres d'entrée sont essentiels puisqu'ils permettent de caractériser le comportement du mélange lors de son écoulement dans le moule mais aussi sa réponse au phénomène de convection et de conduction thermique avec le moule lors de l'injection et de la solidification.

1.3.1 Paramètres d'entrée pour la simulation numérique

1.3.1.1 La viscosité et les modèles rhéologiques en PIM

La viscosité est une mesure de la résistance à l'écoulement donc à la déformation d'un fluide. Ainsi, on voit que pour une même contrainte de cisaillement appliquée, un fluide ayant une viscosité plus élevée se déformera plus lentement qu'un fluide ayant une viscosité plus faible. Les fluides dont la viscosité reste constante indépendamment de la contrainte de cisaillement sont qualifiés de fluides newtoniens tandis que d'autres dont la viscosité varie en fonction de la contrainte de cisaillement sont qualifiés de fluides non-newtoniens. Les mélanges poudres-liant utilisés dans le procédé PIM sont du type rhéofluidifiant, c'est-à-dire qu'ils sont non-newtoniens car leur viscosité diminue lorsque le taux de déformation en cisaillement augmente. La littérature propose plusieurs modèles pour décrire le comportement rhéofluidifiant de la viscosité en fonction du taux de déformation en cisaillement. Huang et al. (Huang, Liang, & Qu, 2003) ont utilisé pour un mélange à base de Fer-Nickel la loi de puissance donnée par l'équation (1.1).

$$\eta(\dot{\gamma}) = k \cdot \dot{\gamma}^{(n-1)} \quad (1.1)$$

où η est la viscosité du mélange exprimée en (Pa·s), $\dot{\gamma}$ est le taux de cisaillement (s^{-1}), k est une constante et n est un indice selon lequel on détermine le type de mélange. Si $n=1$, la viscosité ne dépend pas du taux de déformation en cisaillement et on obtient un mélange newtonien. Si $n<1$, il s'agit d'un fluide de nature rhéofluidifiant où la viscosité diminue en augmentant le taux de cisaillement. Dans le cas inverse ($n>1$), la viscosité augmente avec le taux de cisaillement et on parle dans ce cas d'un écoulement rhéoépaississant. Le défaut de ce modèle est l'incapacité de mettre en évidence le plateau newtonien qu'il existe parfois avant ou après une zone rhéofluidifiante comme illustré à la Figure 1.3 .

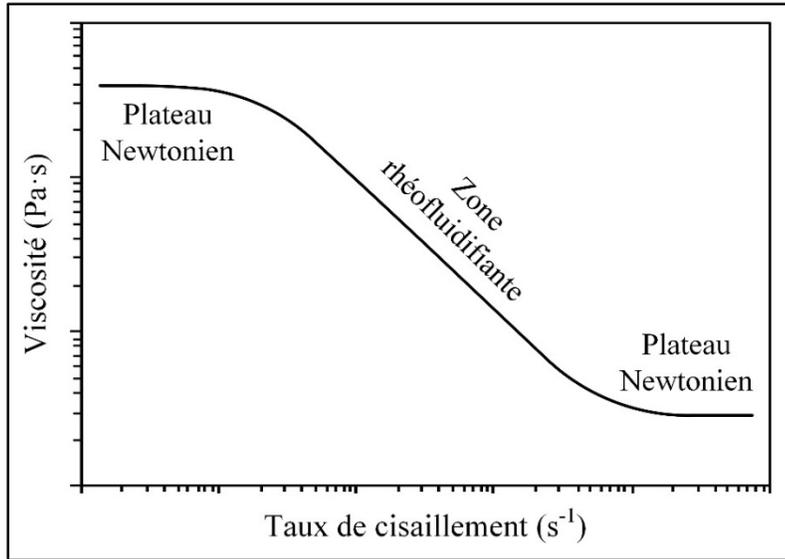


Figure 1.3 Profil de viscosité typique d'un mélange
(Barnes, Hutton, & Walters, 1989)

Pour couvrir à la fois les régions de viscosité newtoniennes et non newtoniennes des mélanges PIM et pour prendre en compte l'effet de la pression sur la viscosité, d'autres modèles ont été définis. On cite par exemple le modèle de Carreau exprimé par l'équation (1.2) qui a été développé et utilisé surtout pour les polymères.

$$\eta(\dot{\gamma}) = \eta_{\infty} + \frac{(\eta_0 - \eta_{\infty})}{[1 + (\lambda\dot{\gamma})^2]^{\frac{1-n}{2}}} \quad (1.2)$$

où η est la viscosité à taux de déformation en cisaillement infini, η_0 est la viscosité à taux de déformation en cisaillement nul, n est une constante avec la même interprétation que dans la loi de puissance décrite plus haut et λ est le temps caractéristique. Ce modèle a été modifié par Yasuda (connu sous le nom de modèle de Carreau-Yasuda) où les paramètres supplémentaires permettent une flexibilité supplémentaire qui décrit mieux les courbes de viscosité possédant plusieurs régions de caractères différents (V. V. Bilovol, 2003). Mathématiquement, le modèle de Carreau-Yasuda peut être écrit par l'équation (1.3) sous la forme suivante :

$$\eta(\dot{\gamma}) = \eta_{\infty} + \frac{(\eta_0 - \eta_{\infty})}{\left[1 + (\lambda \dot{\gamma})^a\right]^{\frac{1-n}{a}}} \quad (1.3)$$

λ , n et a sont des coefficients déterminés par la méthode de régression. Le modèle de Cross-WLF donnée par l'équation (1.4) est aussi largement utilisé en PIM pour représenter la viscosité des mélanges.

$$\eta(\dot{\gamma}) = \frac{\eta_0(T, P)}{1 + \left(\frac{\eta_0 \dot{\gamma}}{\tau^*}\right)^{1-n}} \quad (1.4)$$

où n et $\dot{\gamma}$ sont décrit précédemment, τ^* est une contrainte de transition et η_0 est une viscosité à taux de cisaillement nulle représentée par un modèle de type William-Landel-Ferry (WLF) donné par l'équation (1.5) pour prendre en compte les effets de température et de pression (Guerrier, Tosello, & Hattel, 2017).

$$\eta_0 = D_1 \exp\left(-\frac{A_1 \cdot (T - T^*)}{A_2 + (T - T^*)}\right) \quad (1.5)$$

Avec A_1 , A_2 et D_1 qui sont des constantes de matériau déterminées par régression. T^* est pris comme la température de transition vitreuse qui peut varier avec la pression à travers l'équation (1.6).

$$T^* = D_2 + D_3 P \quad (1.6)$$

Malgré la grande utilisation du modèle de Cross-WLF, ce modèle ne décrit généralement pas correctement le comportement rhéologique du mélange s'il existe un plateau newtonien à haut taux de déformation en cisaillement. Pour remédier à cet inconvénient, le modèle de second ordre donné par l'équation (1.7) permet de capturer le plateau newtonien visible à haut taux de déformation en cisaillement des mélanges PIM (Koszkul & Nabialek, 2004).

$$\ln(\eta) = A + B \ln(\dot{\gamma}) + CT + D[\ln(\dot{\gamma})]^2 + E \ln(\dot{\gamma})T + FT^2 \quad (1.7)$$

où les coefficients de A à F sont déterminés par la méthode de régression ou bien en utilisant un algorithme génétique comme le cas dans l'étude de Berginc et al. (Berginc, Brezočnik, Kampuš, & Šuštaršič, 2009).

1.3.1.2 Chaleur spécifique

La chaleur spécifique représente l'énergie nécessaire pour changer la température de 1 kg de matière de 1 kelvin. En simulation numérique, la chaleur spécifique est utilisée pour le lien entre la chaleur et la température lorsque le mélange s'écoule à travers la cavité. Lorsque le matériau se solidifie, une chaleur supplémentaire (chaleur latente) peut être créée, en particulier pour les matériaux semi-cristallins. Ceci est fréquemment ignoré par les logiciels de simulation car il nécessite un calcul explicite de la cristallisation, i.e., la valeur à un temps $t + \Delta t$ en fonction de la valeur en t qui complexifie significativement le calcul (Kennedy & Zheng, 2013). La chaleur spécifique est généralement mesurée en fonction de la température par la technique de calorimétrie différentielle à balayage (DSC). Cette méthode consiste à chauffer le matériau à étudier avec une vitesse de chauffage bien déterminée et un débit d'un gaz inerte de 10 à 50 ml/min. On obtient le profil de flux de chaleur en fonction de la température. La différence de flux de chaleur entre le matériau et un matériau de référence (le saphire dans ce cas) est enregistrée pour chaque température voulue comme montré à la Figure 1.4 conformément au standard ASTM E1269-11R18 (ASTM International, 2018).

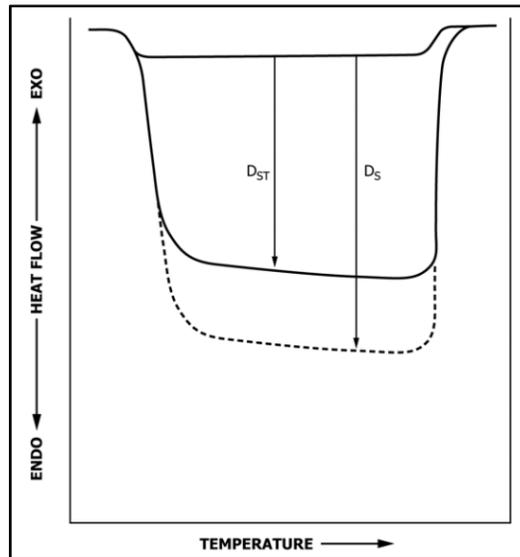


Figure 1.4 Courbes typiques des capacités calorifiques spécifiques du saphire et des échantillons (ASTM International, 2018)

La valeur de C_p du matériau étudié est calculée selon l'équation (1.8).

$$C_p(s) = C_p(st) \cdot \frac{D_s \cdot W_{st}}{D_{st} \cdot W_s} \quad (1.8)$$

Avec D_{st} et D_s sont la distance normale entre la courbe de l'échantillon vide et celle du saphire et la distance normale entre la courbe de l'échantillon vide et celle de l'échantillon testé à la même température, respectivement. W_{st} et W_s sont les masses respectives de l'échantillon et du saphire en mg. $C_p(st)$ est la capacité calorifique spécifique du saphire à une température qui sont données par la même norme.

1.3.1.3 Conductivité thermique

La conductivité thermique k , définie par la loi de Fourier (l'équation (1.9)) et exprimé en watts par mètre kelvin ($W/m \cdot K$), est une mesure de la propagation de la quantité de chaleur d'un matériau par conduction thermique.

$$\vec{q} = -k\nabla T \quad (1.9)$$

où \vec{q} est le flux de chaleur, k est la conductivité thermique et ∇T est le gradient de température. Afin d'estimer si le matériau est un bon conducteur de chaleur ou plutôt un isolant, les modèles mathématiques de Maxwell ou de Lewis-Nielsen peuvent être utilisés. Par contre, la mesure expérimentale de la conductivité est généralement nécessaire pour alimenter le modèle numérique et obtenir des résultats de simulation proches à la réalité (Kowalski, Duszczuk, & Katgerman, 1999). La Figure 1.5 présente un système de mesure des propriétés physiques (en anglais, *Physical Properties Measurement System*, PPMS) avec une configuration de transfert thermique (en anglais, *Thermal Transport Option*, TTO) qui peut être utilisée pour mesurer la conductivité thermique d'un matériau (Kasper A Borup et al., 2015). La procédure consiste à appliquer une impulsion de chaleur à partir d'une chaufferette, à l'extrémité de l'échantillon, afin de créer un différentiel de température surveillé avec deux thermomètres. Le TTO peut ensuite calculer la conductivité thermique directement à partir de la puissance de chauffage appliquée, résultante ΔT , et de la géométrie de l'échantillon.

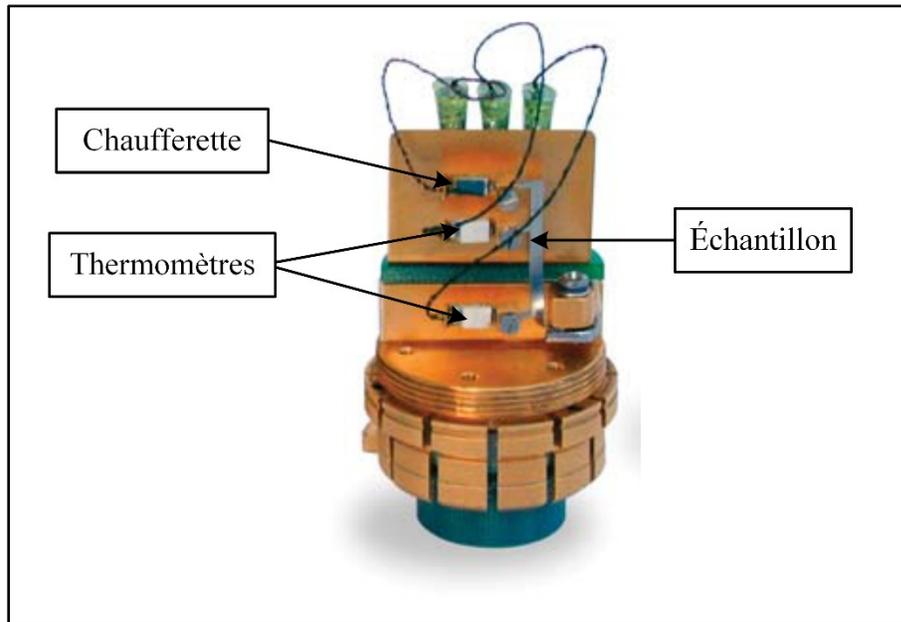


Figure 1.5 Un système TTO pour mesurer la conductivité thermique (adapté de Quantum-Design (2020a))

1.3.1.4 Pression-Volume-Température (PVT) et masse volumique

Le diagramme PVT présente la relation entre le volume spécifique d'un matériau en fonction de la pression et la température. Les valeurs de PVT sont déterminées à l'aide d'un dilatomètre (illustré à la Figure 1.6a) qui mesure la variation de volume pendant un balayage en température tout en gardant la pression constante (test isobare) pour ensuite changer la valeur de pression tout en la maintenant constante pendant un second balayage en température, et ainsi de suite. Le modèle le plus utilisé pour cette relation est le modèle de Tait à double domaine (en anglais, *two-domain Tait model*) (Binet, Heaney, Spina, & Tricarico, 2005) qui est présenté par l'équation (1.10).

$$V(p, T) = V_0(T) \left[1 - C \ln \left(1 + \frac{p}{B(T)} \right) \right] + V_i(p, T) \quad (1.10)$$

Avec $V(p, T)$ qui est le volume spécifique à température T (en K) et à pression p (en Pa), $V_0(T)$ est le volume spécifique à pression atmosphérique, $B(T)$ est la fonction de sensibilité à la pression (voir les équations (1.11) et (1.12)) et C est une constante universelle et égale à 0.0894, et $V_t(T, p)$ est donnée par l'équation (1.14).

$$V_0(T) = \begin{cases} b_{1s} + b_{2s}(T - b_5), & \text{si } T \leq T_{trans} \\ b_{1m} + b_{2m}(T - b_5), & \text{si } T > T_{trans} \end{cases} \quad (1.11)$$

$$B(T) = \begin{cases} b_{3s} \exp(-b_{4s}(T - b_5)), & \text{si } T \leq T_{trans} \\ b_{3m} \exp(-b_{4m}(T - b_5)), & \text{si } T > T_{trans} \end{cases} \quad (1.12)$$

où les indices « s » et « m » présentent respectivement les états solide et liquide de matériau. T_{trans} est la température de transition que sépare les deux domaines du modèle Tait qui a la forme linéaire en fonction de pression, comme présentée à l'équation (1.13).

$$T_{trans} = b_5 + b_6 p \quad (1.13)$$

$$V_t(p, T) = \begin{cases} b_7 \exp(b_8(T - b_5) - b_9 p), & \text{si } T \leq T_{trans} \\ 0, & \text{si } T > T_{trans} \end{cases} \quad (1.14)$$

Avec b_1 à b_9 qui sont de coefficients de lissage. La Figure 1.6b illustre un diagramme PVT typique avec le modèle de Tait à double domaine correspondant.

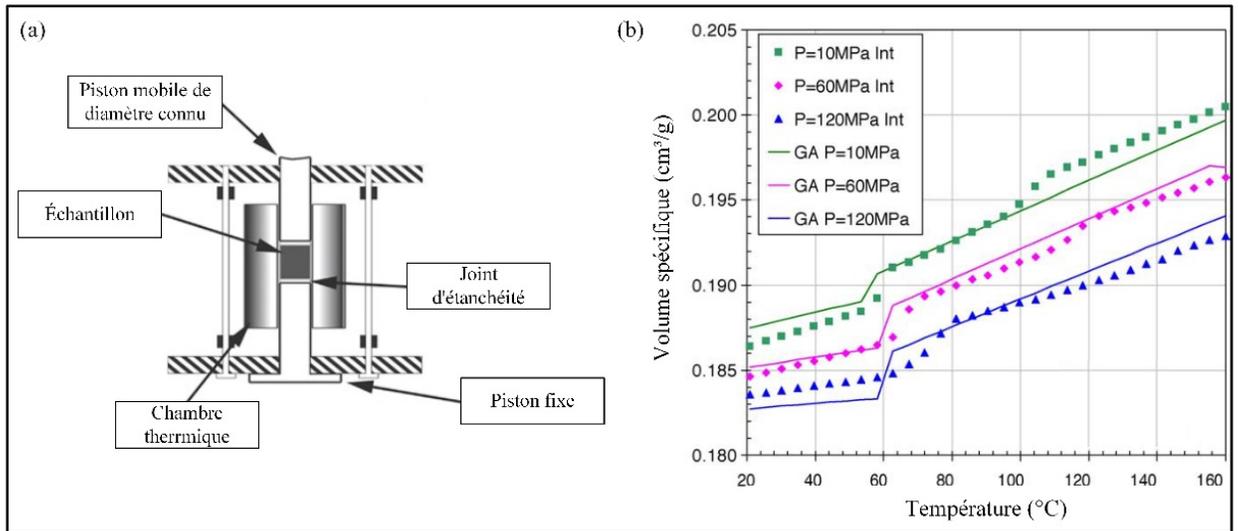


Figure 1.6 (a) Représentation schématique d'un dilatomètre (Jallabert, Vaca-Medina, Cazalbou, & Rouilly, 2013) (b) PVT expérimental d'un mélange PIM (présenté par des points) avec le modèle de Tait à double domaine (lignes) (Binet et al., 2005)

Puisque la masse volumique est l'inverse de volume spécifique (équation (1.15)), on peut donc la déduire sa valeur à n'importe quelle pression et température à partir du diagramme PVT.

$$\rho = \frac{1}{V} \quad (1.15)$$

1.3.2 Comparaison des logiciels utilisés pour simuler l'injection du procédé PIM

La simulation de la phase d'injection du procédé PIM a été depuis longtemps l'intérêt pour plusieurs chercheurs puisqu'elle aide à prédire la réponse d'un mélange dans une cavité sans passer par les étapes expérimentales longues et coûteuses. Pour atteindre ce but, la communauté a utilisé jusqu'à présent différents logiciels de simulation qui prennent en compte diverses approches au niveau des modèles rhéologiques (loi de puissance, Cross-WLF, Carreau-Yassuda mentionnés plus haut), de la dimension du domaine (2.5D ou bien 3D), ou bien des méthodes de résolution des équations de l'écoulement incluant la méthode des volumes finis (FVM), la méthode des éléments finis (FEM), et la méthode des différences finies (FDM) (Raymond, 2012). Le Tableau 1.2 présente une liste des principaux logiciels utilisés dans la

littérature pour simuler le procédé PIM, où ces derniers sont décrits en détail dans les sections suivantes.

Tableau 1.2 Comparaison entre les logiciels de simulation de l'injection du PIM (adapté de Raymond, 2012)

Logiciel	Domaine	Méthode de résolution	Modèle
ANSYS (Fluent, CFX)	3D	FVM/FEM	Cross
Moldex3D	3D	FVM	Carreau Yasuda, Cross WLF
Moldflow	3D	FEM	Cross WLF, Second ordre
PIMSolver	2.5D	FEM/FDM	Cross WLF
Plasview3D	3D	FEM	Cross WLF
Pohang University	3D	FEM	Non
ProCast	3D	FEM	Carreau Yasuda
Sigmasoft	3D	FEM	Cross WLF

1.3.2.1 Ansys

Pour simuler le procédé de PIM, Samanta et al. (2008) ont utilisé le logiciel ANSYS Fluent pour étudier l'influence du modèle multiphasique comparativement à un modèle monophasique sur la solidification de mélange. Un modèle monophasé considère le mélange poudre-liant comme étant un seul fluide homogène avec des propriétés du mélange et un seul ensemble d'équation de conservation est résolu pour simuler le remplissage du moule. Par contre le modèle multiphasique considère que le mélange fondu est composé de deux fluides distincts soit la poudre et le liant qui sont considérés comme deux fluides distincts avec leurs propres propriétés. Les résultats obtenus avec le modèle multiphasique ont montré une concentration de liant plus élevée à la surface de la cavité du moule (phénomène de ségrégation) entraînant ainsi une conductivité thermique locale plus faible, et réduisant le transfert de chaleur comparativement au modèle monophasé. La différence au niveau des temps de solidification notée par les auteurs et reportée à la Figure 1.7 permet de confirmer que l'utilisation d'une approche multiphasique pourrait fournir un aperçu de la ségrégation des particules contrairement au modèle monophasique.

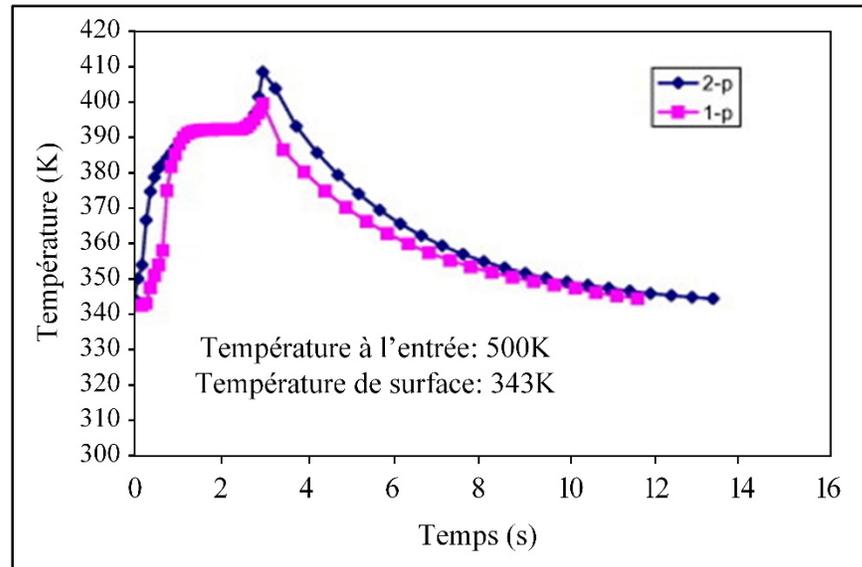


Figure 1.7 Variation de température en fonction du temps en un point au centre de moule à une distance de 0.196 m de l'entrée pendant le remplissage jusqu'à la fin de solidification en écoulement monophasique (1-p) et multiphasique (2-p) (Samanta et al., 2008)

ANSYS a été utilisé aussi par Yin et al. (Yin, Wang, Qu, Jia, & Johnson, 2011) afin de simuler la phase d'injection d'un mélange à base de poudre de fer dans un moule contenant plusieurs empreintes. Les résultats ont montré que la distance séparant l'empreinte de l'attaque du moule affectait la précision de la forme des pièces. En effet, les résultats de simulation présentés à la Figure 1.8 montrent qu'un remplissage complet est observé pour la cavité loin du point d'injection par rapport à celle située proche du point d'injection qui ont été expliqués par des changements dans le mode de remplissage du moule et des échanges de chaleur peuvent entraîner ces différences dans la qualité de la forme de la pièce injectée.

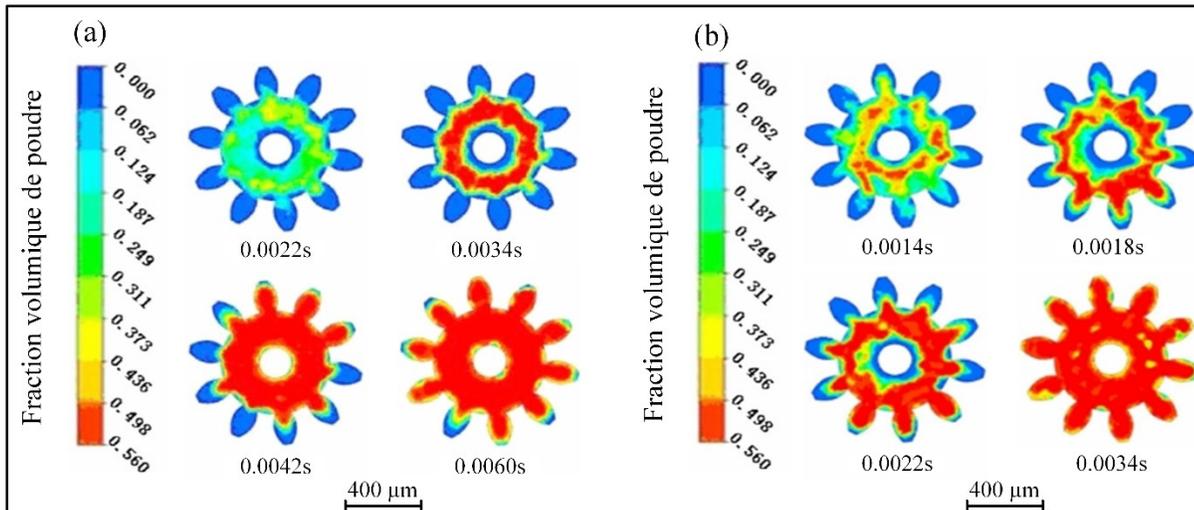


Figure 1.8 Simulation numérique du remplissage de la cavité (a) proche du point d'injection et (b) éloignée du point d'injection (Yin et al., 2011)

1.3.2.2 Moldex3D

En 2009, Jenni et Wilfinger ont publié un article sur la simulation de la phase d'injection d'une poudre à base de tungstène en mettant en œuvre un outil de prédiction du phénomène de séparation de la poudre et du liant dans Moldex3D (Jenni & Wilfinger, 2009). Bien que les résultats de simulation n'aient pas été concluants, les auteurs ont proposé une approche originale pour déterminer expérimentalement de la ségrégation dans une pièce PIM en utilisant la calorimétrie différentielle à balayage (DSC). Moldex3D a également été utilisé par Tseng et al. (Tseng, Chang, Tien, & Hsu, 2014) afin d'investiguer la présence du phénomène de ségrégation lors de l'injection d'une pièce PIM. Dans un premier lieu, en se basant sur une comparaison des résultats d'imagerie par résonance magnétique nucléaire (en anglais *Nuclear Magnetic Resonance*, NMR) avec les résultats du modèle d'équilibre de mélanges (ou bien *suspension balance model* en anglais), ils ont montré que les prédictions de modèle SBM sont en bon accord avec les résultats expérimentaux. La Figure 1.9a montre le schéma de la fraction volumique de poudre d'une pièce rectangulaire. La majeure partie de la concentration en surface est presque uniforme. Cependant, il y a une zone de concentration trop faible, en particulier autour de point d'injection. Cette zone présente bien une zone de ségrégation de la

poudre en raison des taux de cisaillement maximaux dans la région de point d'injection, comme le montre la Figure 1.9b.

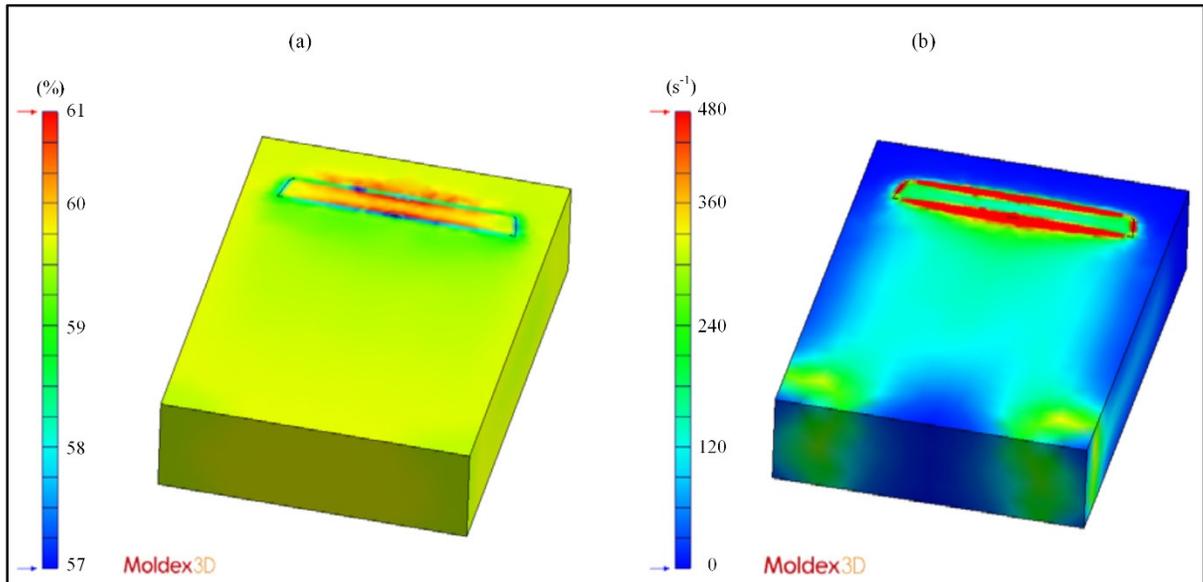


Figure 1.9 (a) Fraction volumique de poudre d'un mélange avec un chargement solide de 60 vol. % (b) le taux de cisaillement dans la plaque (Tseng et al., 2014)

1.3.2.3 Moldflow

Le logiciel Moldflow a été utilisé par plusieurs groupes de recherche afin de simuler le procédé conventionnel HPIM (i.e., environ dix études reportées dans la littérature). Aussi, Moldflow a été récemment utilisé pour simuler l'étape d'injection du procédé LPIM pour des mélanges à base de céramique et à base de métaux. Durant le remplissage de la cavité, une comparaison de la forme du front d'écoulement entre les injections réelles et les simulations était faite (Sardarian, Mirzaee, & Habibolahzadeh, 2017b). Dans la même étude, les auteurs ont investigué l'influence de température et de la pression d'injection sur le temps de remplissage et la pression dans la cavité. En effet, les résultats de simulation présentés à la Figure 1.10 permettent de prédire qu'une diminution du temps de remplissage ainsi qu'une diminution de

la pression de remplissage surviennent lorsque la température et la pression d'injection augmentent.

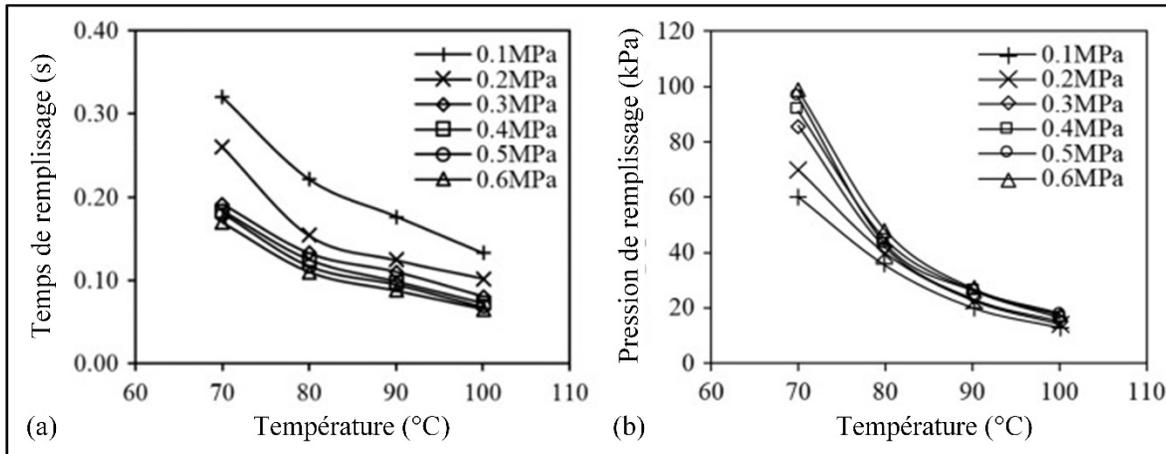


Figure 1.10 Influence de la température du mélange sur (a) le temps de remplissage (b) la pression de remplissage à diverses pressions de maintien (Sardarian et al., 2017b)

Le même groupe des chercheurs (Sardarian, Mirzaee, & Habibolahzadeh, 2017a) ont utilisé Moldflow synergy dans une seconde étude afin de mesurer la densité apparente et la résistance à la flexion des pièces produites par LPIM. Ils ont signalé qu'en augmentant la vitesse d'injection au-dessus d'une valeur critique, un phénomène de jet (appelé *jetting* en anglais) pouvait se produire pendant le remplissage de la cavité et où ce phénomène augmentait avec l'augmentation de la pression et de la température. La Figure 1.11 montre les résultats expérimentaux et de simulation du remplissage de la cavité du moule dans des conditions optimales ne produisant pas de jet (Figure 1.11a-c, obtenu à 70°C et 0.1 MPa) et des conditions produisant le jet (Figure 1.11b-d, obtenu à 100°C et 0.6 MPa).

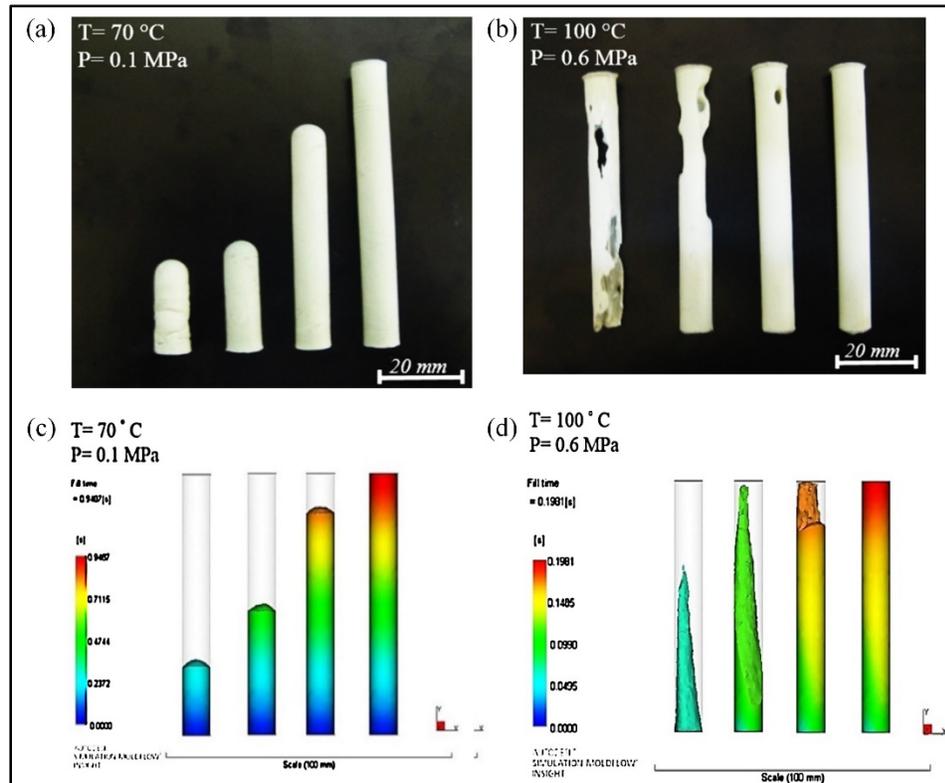


Figure 1.11 Résultats (a-b) expérimentaux et (c-d) de simulation de remplissage uniforme sans jet et avec jet (Sardarian et al., 2017a)

Dernièrement, Moldflow a été utilisé par Trad et al. (Trad, Demers, Côté, Sardarian, & Dufresne, 2020) pour simuler le remplissage du moule avec un mélange LPIM à base d'acier inoxydable. Les résultats de simulation de la longueur injectée, la vitesse de front et le temps de remplissage sont très proches de ceux obtenus par l'expérimentation avec une différence relative maximale de 4.4%. Ils ont montré dans la même étude que le changement de température de mélange n'influait pas la longueur injectée (Figure 1.12) puisque les injections avaient été faites dans un cylindre à section constante avec un débit volumique constant. Ces auteurs ont aussi souligné que la pression dans la cavité du moule devait être mesurée dans le futur afin de valider les prédictions obtenues par simulations numériques.

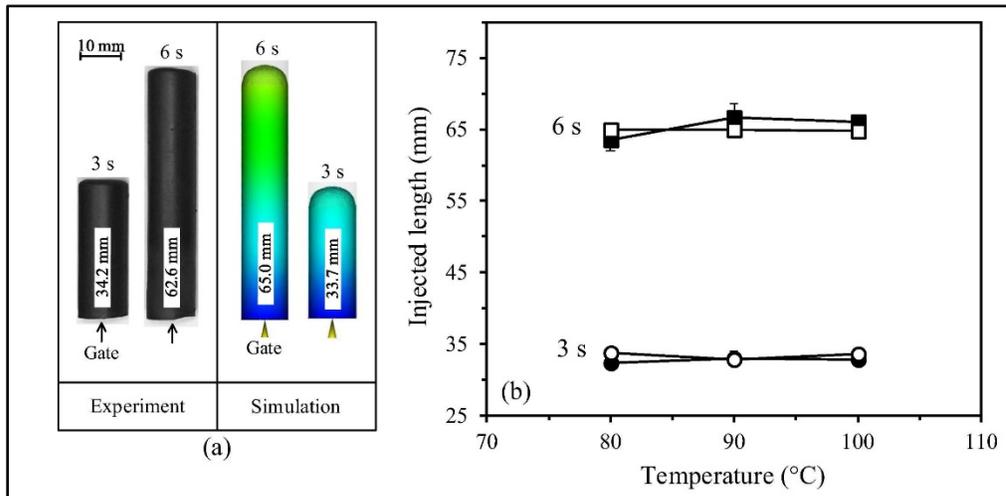


Figure 1.12 (a) Longueurs injectées expérimentales et simulées après 3 et 6 s avec une température fixée à 80°C, et (b) longueurs injectées pour différentes températures d'injection (Trad et al., 2020)

Moldflow a été utilisé avec succès aussi pour simuler la phase d'injection du procédé conventionnel HPIM. Par exemple une étude faite par Bilovol et al. au début des années 2000 (V. Bilovol, Kowalski, Duszczuk, & Katgerman, 2003) compare la performance de trois logiciels pour simuler le procédé HPIM (C-Mold, Procast et Moldflow). Les résultats numériques d'avancement de front de matière, la température et la pression ont été comparés avec des essais expérimentaux obtenus à l'aide d'un moule équipé de deux capteurs de pression et trois thermocouples. Les prédictions de position du front de remplissage et la température faite par Moldflow (Figure 1.13) étaient plus précises que les deux autres logiciels .

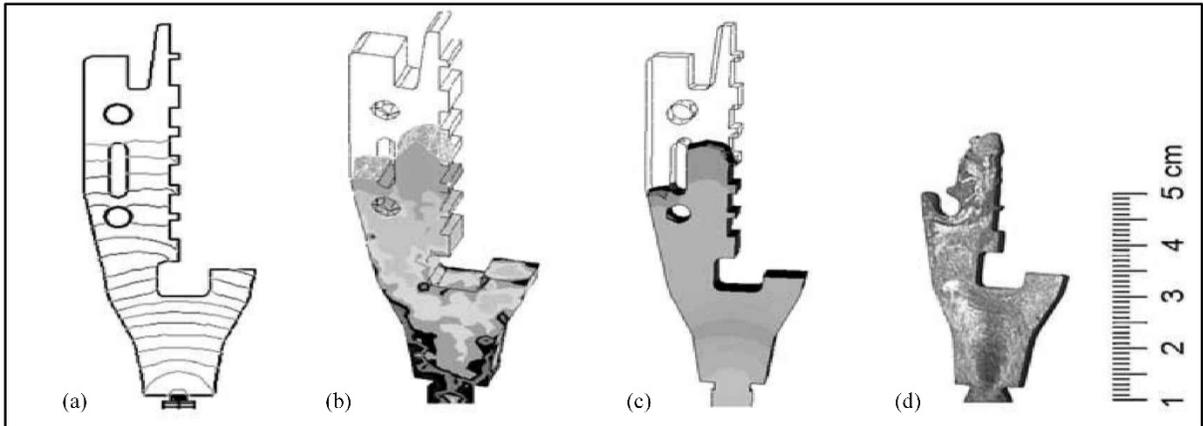


Figure 1.13 Comparaison de position du front d'écoulement obtenu par (a) C-Mold (b) ProCAST (c) Moldflow et (d) expérimentalement (V. Bilovol et al., 2003)

Quelques années plus tard en 2005, Binet et al. (2005) ont utilisé Moldflow dans le but de comparer les résultats numériques du moulage par injection de poudre d'un mélange haute viscosité à base d'acier 316L avec ceux obtenus expérimentalement. Le mélange avait préalablement été caractérisé expérimentalement (viscosité, propriétés thermiques et profil PVT) puis implémenté dans le modèle pour prédire la pression à l'intérieur du moule. Les résultats de validation présentés à la Figure 1.14 confirment que Moldflow est un logiciel performant pour quantifier localement la pression à travers la cavité du moule.

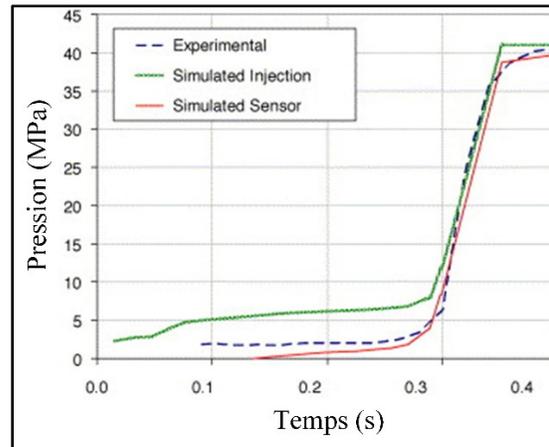


Figure 1.14 Profil de pression expérimentale, simulé au point d'injection et simulé au position de capteur (Binet et al., 2005)

Similairement, une étude faite par Berginc et al. (2009) a montré de nouveau le potentiel du logiciel Moldflow dans la simulation numérique de phase d'injection d'un mélange HPIM où les résultats numériques de pression à la position d'un capteur indiqué à la Figure 1.15 été similaires à ceux obtenus expérimentalement.

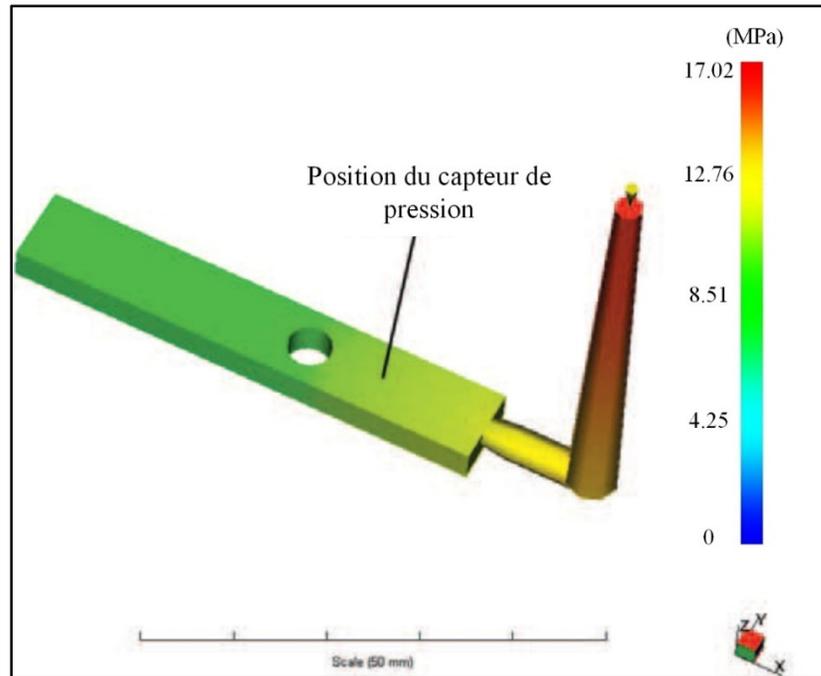


Figure 1.15 Simulation de la pression d'injection à la fin de remplissage (Berginc et al., 2009)

1.3.2.4 PIMSolver

PIMSolver utilise la résolution par la méthode des éléments finis (FEM) et la méthode des différences finies (FDM) pour résoudre les équations de mouvement et calculer l'avancement du front d'écoulement et la température à travers les moules utilisés pour le procédé PIM. En 2007, Atre et al. (Atre, Park, Zauner, & German, 2007) ont utilisé ce logiciel pour étudier l'effet de la modification des paramètres d'entrée, tels que les conditions d'injection, la forme de la pièce et les propriétés de mélanges sur la qualité des pièces à vert. En se basant sur cette analyse de sensibilité, ils ont créé une procédure afin d'identifier efficacement les paramètres devant être optimisés pendant la phase d'injection. L'année suivante Ahn et al. (Ahn, Chung, Atre, Park, & German, 2008) ont proposé de coupler les analyses de remplissage et de refroidissement pour améliorer la précision des simulations numériques pendant le remplissage du moule d'un mélange haute viscosité à base d'acier inoxydable. Comme le montrent la Figure 1.16, les résultats de simulation par PIMSolver obtenus à partir de l'analyse couplée avec la

considération de condition de glissement fournissent un meilleur ajustement aux données expérimentales.

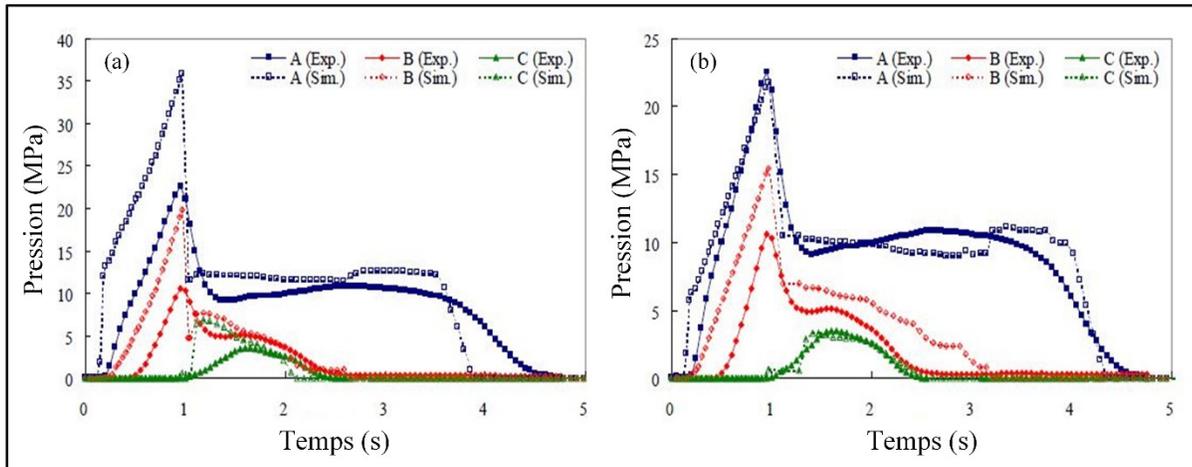


Figure 1.16 Profils de pression au trois points du moule (a) analyse non couplée sans modélisation de glissement et (b) analyse couplée avec modélisation de glissement (Chung, Ahn, Park, & German, 2010)

1.3.2.5 Plasview3D

Depuis 1995, le développement de Plasview3D s'est concentré sur les matières plastiques qui a été ensuite naturellement transposé avec succès vers la simulation du procédé PIM. Pendant la simulation d'une pièce rectangulaire, Ilinca et al. (Ilinca, Hetu, Derdouri, & Stevenson, 2002) ont validé la capacité de quantifier la pression à l'intérieur de la cavité par des mesures expérimentales de la pression à différents emplacements dans le moule (Figure 1.17).

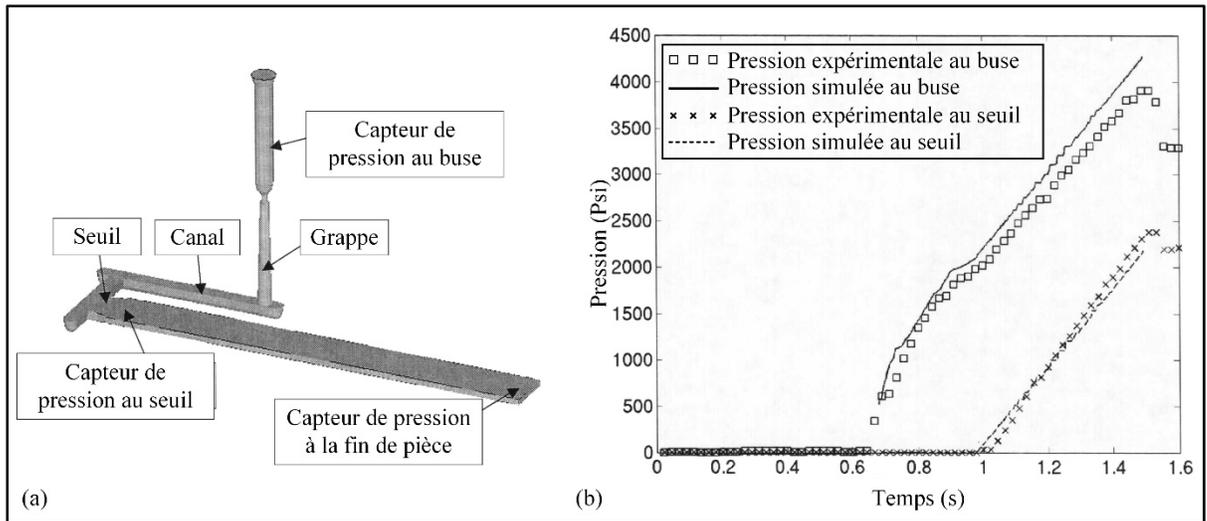


Figure 1.17 (a) Forme de la pièce avec les positions des capteurs (b) comparaison des résultats expérimentaux et numériques de la pression mesurée au buse et seuil (Ilinca, Hetu, et al., 2002)

Une étude comparative de la position du front d'écoulement entre des résultats de simulation obtenus par Plasview3D et des injections réelles a été réalisée plus tard par Thomas et al. (Thomas, Baril, Hetu, & Ilinca, 2009). La Figure 1.18 montre que les profils de remplissage simulés concordent très bien avec les essais interrompus obtenus expérimentalement. De plus, la simulation numérique a été en mesure de capturer le phénomène de jet dans la cavité tel qu'observé pendant les mesures expérimentales. Dans la même étude, ils ont montré à l'aide de microtomographie aux rayons X l'apparition de phénomène de ségrégation qui se propage avec l'écoulement survenant entre la région d'écoulement à grande et basse vitesses.

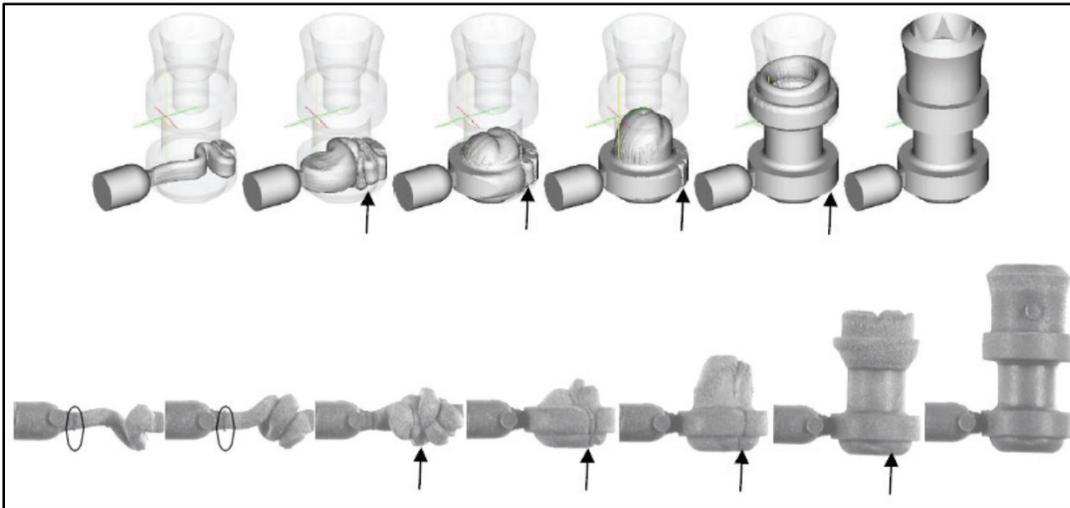


Figure 1.18 Comparaison des résultats de remplissage entre la simulation (en haut) et expérimentale (en bas) (Thomas et al., 2009)

1.3.2.6 Procast

Afin de quantifier l'influence du modèle de viscosité utilisé sur les prédictions numériques, Bilovol et al. a utilisé le logiciel ProCast car le modèle de Carreau-Yasuda y est déjà implémenté (V. Bilovol, Kowalski, Duszczuk, & Katgerman, 2006). La Figure 1.19a montre les données expérimentales de viscosité qui ont été obtenues dans la plage de taux de déformation en cisaillement de 26 à 105 s^{-1} . Ces données ont été utilisées pour créer des fonctions de viscosité approximatives pour le mélange 5 jusqu'à le mélange 8 sur la base du modèle Carreau-Yasuda (En changeant d'un mélange à un autre la plage de taux de déformation en cisaillement ou bien en fixant la valeur de η_0). Les résultats de pression obtenus à partir des simulations avec le logiciel ProCAST sont comparés avec les résultats de pression expérimentaux qui ont été obtenus à l'aide d'un capteur de pression piézoélectrique. Les résultats illustrés à la Figure 1.19b montre que plus le modèle de viscosité utilisé décrit bien la viscosité réelle, plus la pression simulée est proche de celle obtenue expérimentalement.

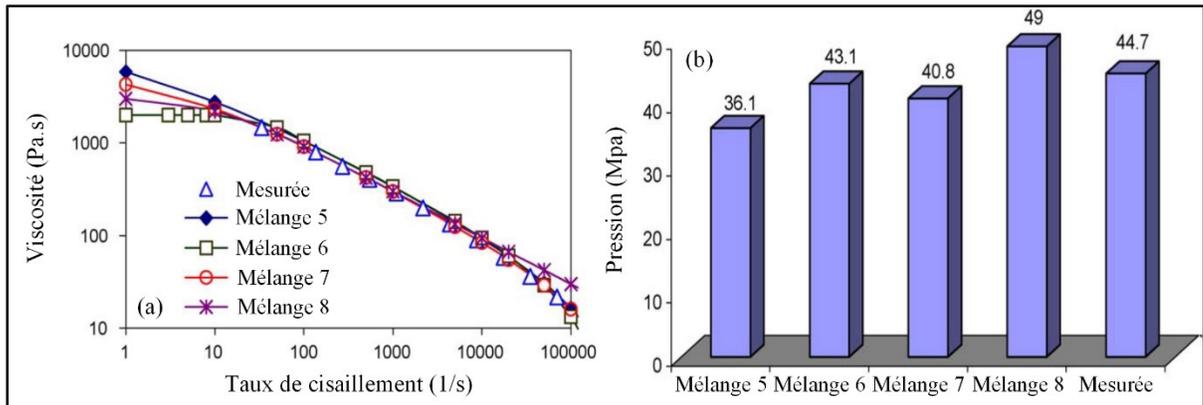


Figure 1.19 (a) Profils rhéologiques des mélanges (b) comparaison des résultats simulés de pression maximale pour différents mélanges avec ceux mesurés expérimentalement (V. Bilovol et al., 2006)

1.3.2.7 Sigmasoft

Drummer et al. (Drummer & Messingschlager, 2014) ont étudié la simulation du moulage par injection des mélanges à base d'alumine et zircone. Ils ont utilisé les modèles Cross-WLF et une combinaison des modèles de Cross-WLF avec Herschel Bulkley pour simuler la forme du front d'écoulement à l'aide du logiciel Sigmasoft. La Figure 1.20 montre les courbes de viscosité de l'alumine et de la zircone et les échelles de taux de cisaillement où le modèle Cross-WLF avec Herschel Bulkley semble influencer le modèle d'écoulement. Comme on peut le voir après 6% de remplissage du mélange à base d'alumine, seule la surface de fusion ne touchant pas la paroi du moule est affectée par Herschel-Bulkley. Lorsque la masse fondue atteint la paroi du moule, la vitesse de cisaillement est trop élevée pour être affectée par Herschel-Bulkley. Les résultats au niveau du taux de déformation en cisaillement montrent que Herschel-Bulkley avait plus d'influence sur le mélange à base de zircone que celui à base d'alumine.

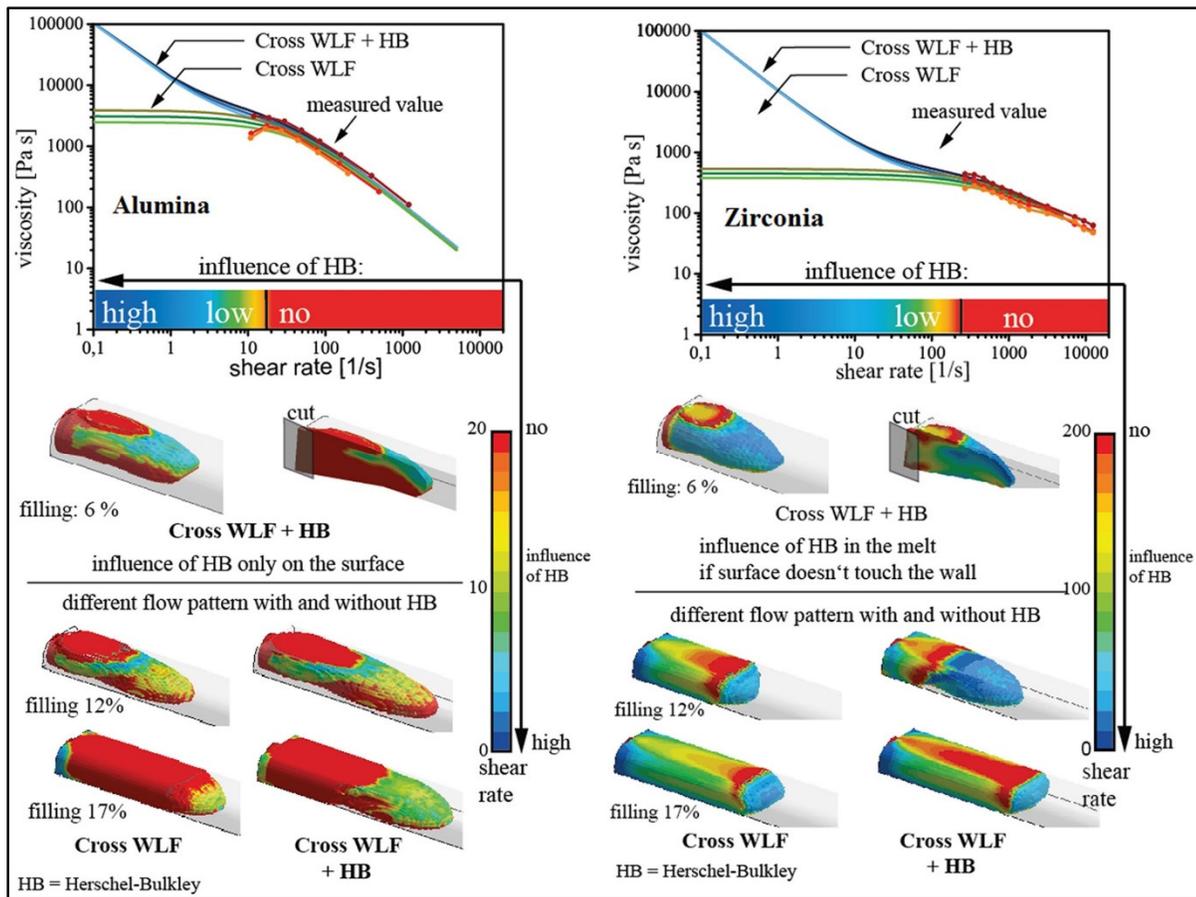


Figure 1.20 Les courbes de viscosité du matériau alumine (à gauche) et zircone (à droite) et les échelles qui montrent les zones de taux de cisaillement où le modèle Cross-WLF avec ou sans Herschel Bulkley peut influencer la forme de front d'écoulement (Drummer & Messingschlager, 2014)

CHAPITRE 2

ROBLÉMATIQUE ET OBJECTIFS

2.1 Problématique

La revue de la littérature a montré que la simulation numérique peut être utilisée avec succès afin de prédire l'écoulement du mélange poudre-liant pendant la phase d'injection du procédé PIM. L'utilisation de cet outil permet d'optimiser les paramètres du procédé afin de minimiser les défauts de conception des moules avant d'entamer l'étape de production, de diminuer les coûts des essais de calibration et finalement accélérer les phases d'industrialisation des nouvelles pièces. Par contre, la vaste majorité des études en simulation numérique du procédé PIM ont été réalisées jusqu'à maintenant sur l'approche conventionnelle HPIM qui utilise des mélanges haute viscosité et où il existe un nombre très limité s'intéressant au procédé LPIM qui utilise des mélanges basse viscosité. En effet et au meilleur des connaissances de l'auteur, la simulation numérique des mélanges à basse viscosité utilisés dans le procédé LPIM a été réalisée seulement par deux équipes de recherche et que très récemment pour un mélange à base de céramique et à base métallique. Par contre dans ces deux cas, les mesures de validation expérimentale se sont intéressées uniquement à la validation de l'écoulement sans aucune validation précise des résultats de pression simulée. Il y a donc un manque de connaissances au niveau de la validation expérimentale des résultats de simulation numérique de la pression développée à travers la cavité d'un moule lors de la phase d'injection du procédé LPIM.

2.2 Objectifs de recherche

Ce projet de recherche a pour objectif de caractériser expérimentalement un mélange poudre-liant à basse viscosité, d'implémenter les lois de matériaux dans un modèle de simulation numérique, de simuler la pression d'injection lors d'un moulage LPIM typique et de valider ces pressions simulées par des essais expérimentaux. Spécifiquement, les propriétés du mélange telles que la viscosité, la masse volumique, la chaleur spécifique, la conductivité

thermique et le point de fusion seront obtenues expérimentalement puis introduites dans le logiciel Autodesk Moldflow Synergy. Les résultats de simulation numérique en termes de longueur injectée, de vitesse de front, et de pression seront comparés aux données expérimentales pour différentes températures du mélange, d'épaisseurs de moule et de formes du moule. Le présent travail représente, au meilleur de la connaissance de l'auteur, les premières mesures de validation de la pression d'injection simulée à différents endroits dans un moule pour un mélange à basse pression utilisé pour le procédé LPIM.

CHAPITRE 3

MÉTHODOLOGIE EXPÉRIMENTALE

Ce chapitre contient un aperçu sur la méthodologie utilisée pour réaliser ce projet où les étapes et les équipements utilisés pour caractériser le mélange ainsi que les différentes procédures qui ont mené aux résultats expérimentaux présentés. Ensuite un bref descriptif sur la simulation numérique et la validation est effectué.

3.1 Préparation du mélange

3.1.1 Caractérisation de la poudre métallique

Dans cette étude, une poudre d'acier inoxydable 17-4PH atomisée à l'eau (Epson Atmix Corporation, Japon) possédant une forme quasi sphérique et une taille moyenne de particules de 12 μm a été utilisée (Figure 3.1). Ce matériau à haute résistance est généralement constitué de 17% de chrome et 4% de nickel tandis que la technique d'atomisation à l'eau fournit une poudre avec des propriétés intéressantes telles qu'une forme plutôt sphérique une petite taille des particules qui sont adaptées au moulage par injection de poudres métalliques.

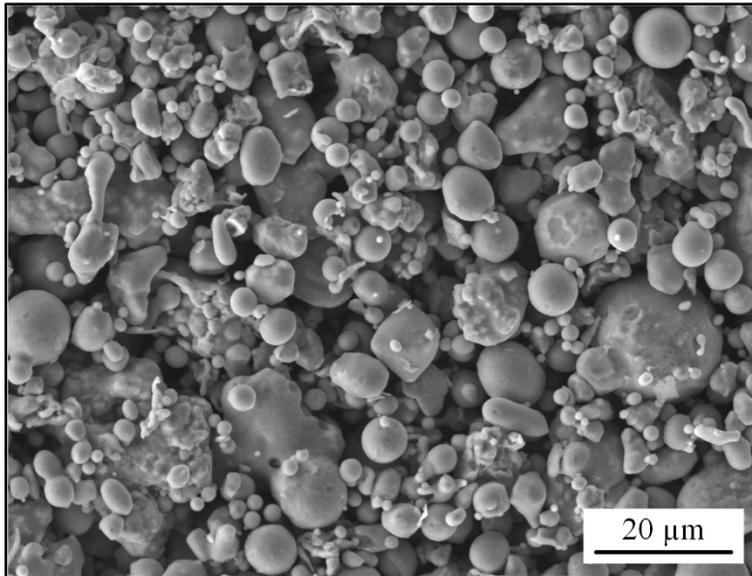


Figure 3.1 Morphologie de la poudre d'acier 17-4PH

Pour déterminer la distribution de forme des particules et leurs tailles, l'analyseur de tailles de particules par diffraction laser Beckman Coulter LS 13-320 (Figure 3.2a) a été utilisé dans ce travail.

La Figure 3.2b présente un microscope électronique à balayage Hitachi S3600N qui a été utilisé pour observer la morphologie des particules. Pour l'examen des surfaces des poudres sèches et l'ensemble poudre-liant, les modes détecteur d'électrons secondaires et détecteur d'électrons rétrodiffusés ont été utilisés respectivement.

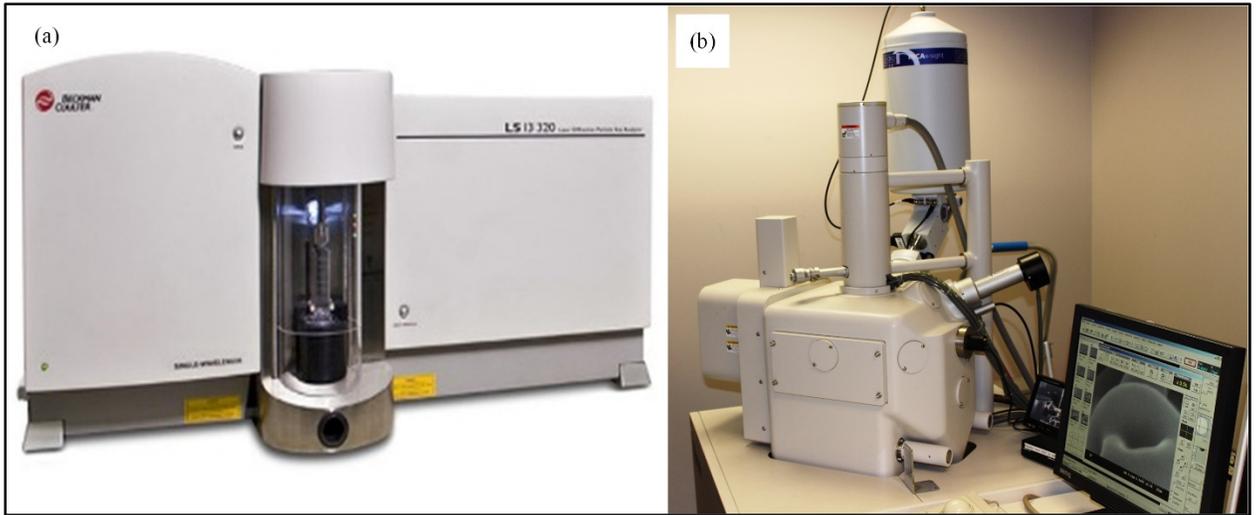


Figure 3.2 (a) Analyseur de tailles de particules par diffraction laser LS 13-320 (b) Microscope électronique à balayage (Hitachi 3600N)

3.1.2 Choix des liants

Le but fondamental des liants est de fournir un média de transport à la poudre et ainsi faciliter la mise en forme de pièces pendant le moulage par injection et de fournir le support de la poudre après l'étape d'injection. Les propriétés des liants ont une influence sur la distribution des particules métalliques, le processus de mise en forme, et les propriétés finales du composant fritté. Parmi ces caractéristiques, le liant et les particules métalliques doivent être inertes l'un par rapport à l'autre. Le liant ne doit pas réagir avec les particules de métal et, à leurs tours, les particules de métal ne doivent pas dégrader les liants. Le mélange de poudre-liant (appelé mélange ou matière première) doit satisfaire à diverses exigences pour le moulage réussi des composants sans formation de défauts. La viscosité du mélange doit être dans une plage idéale pour un moulage réussi. D'une part, une viscosité trop faible pendant le processus de moulage entrainera la séparation des poudres et des liants. D'autre part, une viscosité trop élevée entrave le processus de mélange et de moulage (Heaney, 2012). En se basant sur d'anciens travaux (Fareh, Demers, Demarquette, Turenne, & Scalzo, 2016) le liant a été formulé à partir de trois constituants principaux qui sont i) un constituant principal, ii) un agent surfactant et iii) un agent épaississant. La cire de paraffine (PW) et la cire de carnauba (CW)

forment ensemble le constituant primaire puisqu'ils sont rigides à température ambiante et très peu visqueux à haute température. L'acide stéarique (SA) a été utilisé comme agent surfactant pour améliorer l'homogénéité des matières premières et des propriétés de mélange. Enfin, l'éthylène acétate de vinyle (EVA) joue le rôle d'un agent épaississant pour adapter la viscosité de mélange afin de prévenir la ségrégation poudre-liant. Tous ces constituants sont largement utilisés en moulage par injection des poudres

3.2 Caractérisation des mélanges

Dans le but de bien caractériser un mélange PIM, des propriétés intrinsèques doivent être définies. Il s'agit principalement des propriétés rhéologiques qui sont définies par la viscosité du mélange et des propriétés thermiques tel que la conductivité et la chaleur spécifique. Pour obtenir ces propriétés, plusieurs méthodes sont utilisées comme expliqué dans les sous sections suivantes.

3.2.1 Viscosité

La caractérisation rhéologique dans ce projet consiste à mesurer la viscosité du mélange poudre-liant à différentes températures en fonction du taux de déformation en cisaillement variable. Ce test a pour but d'évaluer la capacité d'injecter le mélange à l'état liquide dans la cavité de moule. Le profil de viscosité a été obtenu en utilisant un rhéomètre rotationnel Anton Paar MCR 302 qui est présenté à la Figure 3.3a. Le système de mesure installé était C-PTD 200 (Figure 3.3b) qui est formé d'un cylindre concentrique CC-17 et d'un contenant qui sont reliés à un régulateur thermique Peltier. Le mélange à l'état liquide a été versé dans le cylindre puis un mouvement de rotation de bob est appliqué afin d'appliquer un taux de déformation en cisaillement et d'obtenir les profils de viscosité montrant généralement le comportement rhéofluidifiant d'un tel mélange PIM (Figure 3.3c). Les tests ont été faits à des taux de cisaillement compris entre 0,5 et 3500 s⁻¹ à trois températures différentes (80, 90 et 100°C). Chaque condition de test a été répétée trois fois avec différents échantillons à l'état fondu. Tel

que décrit plus bas, ces données rhéologiques ont été finalement implémentées dans le logiciel Moldflow.

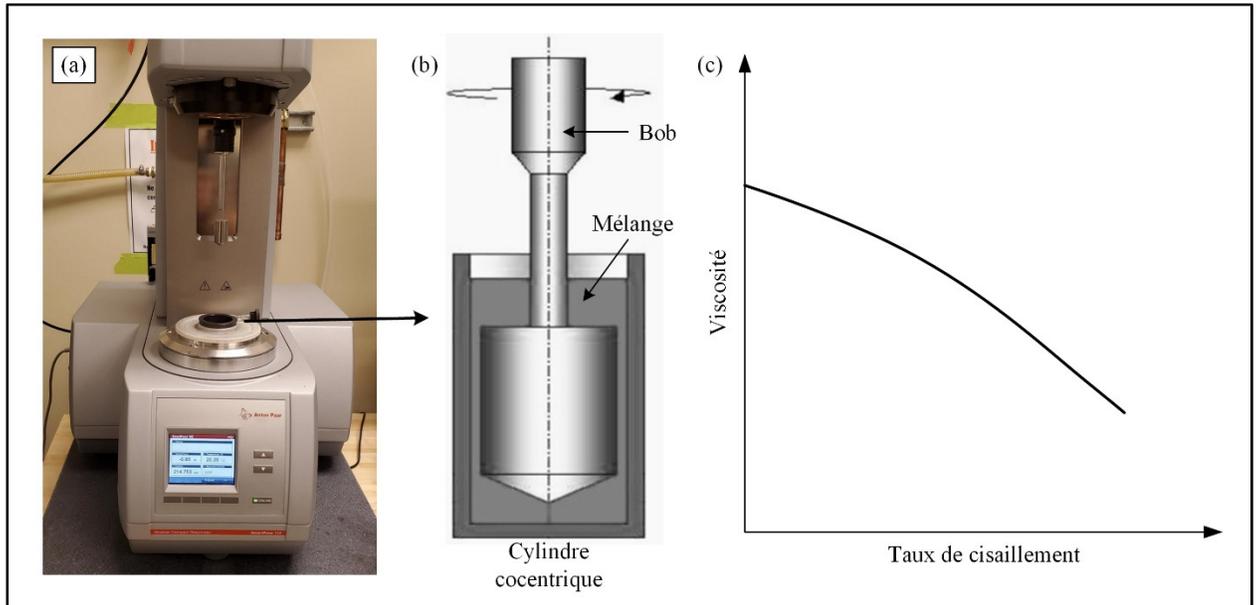


Figure 3.3 (a) Le rhéomètre rotationnel Anton Paar MCR 302 (b) le système de mesure C-PTD 200 (c) comportement typique d'un fluide rhéofluidifiant

3.2.2 Propriétés thermiques

Afin de déterminer le point de fusion du mélange et sa chaleur spécifique C_p à différentes températures (dont la méthode de la mesure a été présentée dans le chapitre 1), la méthode de calorimétrie différentielle à balayage (DSC) a été utilisée à l'aide d'une machine Perkin Elmer Pyris 1 montrée à la Figure 3.4a. Tel que prescrit par la norme ASTM E1269-11R18 (ASTM International, 2018), les thermogrammes DSC ont été enregistrés à partir du deuxième cycle de chauffage afin de minimiser l'historique thermique de l'échantillon et de maximiser le contact thermique entre le fond de la capsule et l'échantillon.

Le programme machine qui a été appliqué pour ces tests est comme suit :

- Chauffage de 20°C à 120°C avec une vitesse de chauffage de 10°C / min sous flux d'azote sec à 50 ml / min

- Maintiens à 120°C 2 min sous flux d'azote sec à 50 ml / min
- Refroidissement de 20°C à 120°C avec une vitesse de refroidissement de 10°C / min sous débit d'azote sec à 50 ml / min
- Répétition des trois premières étapes pour obtenir le deuxième cycle de chauffage

La conductivité thermique k a été mesurée en utilisant le système de transfert thermique TTO (Figure 3.4b) intégré dans un système de mesure de propriétés physiques P670 dont le fonctionnement est déjà mentionné dans le chapitre 1. Les tests ont été faits dans un intervalle de température entre 0 et 120°C et au laboratoire des propriétés physiques à l'université de Dalhousie.

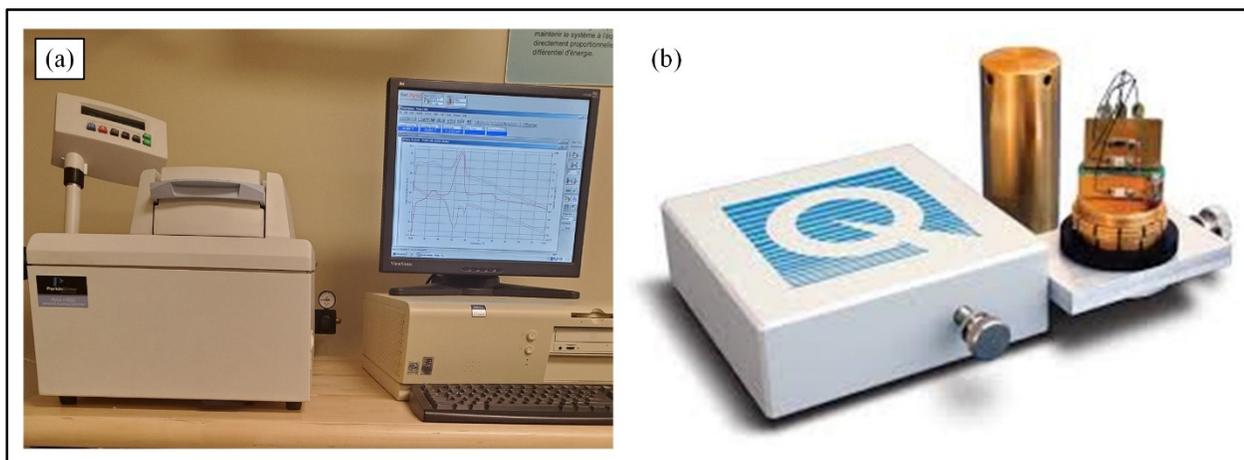


Figure 3.4 (a) Machine DSC (b) Système de transferts thermiques TTO (Quantum-Design, 2020b)

3.2.3 Masse volumique

Pour déterminer la masse volumique du mélange à température ambiante, un pycnomètre AccuPyc II 1340 (Figure 3.5a) a été utilisé. Ce pycnomètre, qui est composé de deux chambres de volume connu utilise la méthode du déplacement de gaz d'hélium pour mesurer le volume avec précision.

Comme illustré à la Figure 3.5b et selon la procédure décrite dans le standard ASTM B923-16 (ASTM International, 2016), le mélange est placé dans la première chambre de l'instrument, l'hélium est admis dans la chambre après l'ouverture de la valve d'entrée, puis envoyé vers la chambre interne de précision (appelée aussi chambre d'expansion) après l'ouverture de la valve d'expansion. Les pressions mesurées par le manomètre lors du remplissage de la chambre qui contient l'échantillon puis de sa décharge dans la chambre d'expansion permettent de calculer le volume de la phase solide du mélange conformément à la loi des gaz parfaits donnée par l'équation (3.1).

$$V_{\dot{E}chan} = V_{Ch.\dot{E}ch} - V_{Ch.Exp} \cdot \left(\frac{P_2}{P_1 - P_2} \right) \quad (3.1)$$

où $V_{\dot{E}chan}$ est le volume de l'échantillon, $V_{Ch.\dot{E}ch}$ est le volume de la chambre d'échantillon, $V_{Ch.Exp}$ est le volume de la chambre d'expansion, P_1 est la pression de gaz dans la chambre d'échantillon et P_2 est la pression de gaz après l'expansion dans la totalité de volume. Suite à la mesure de la masse de l'échantillon avec une balance de haute précision, la masse volumique du mélange peut être calculée.

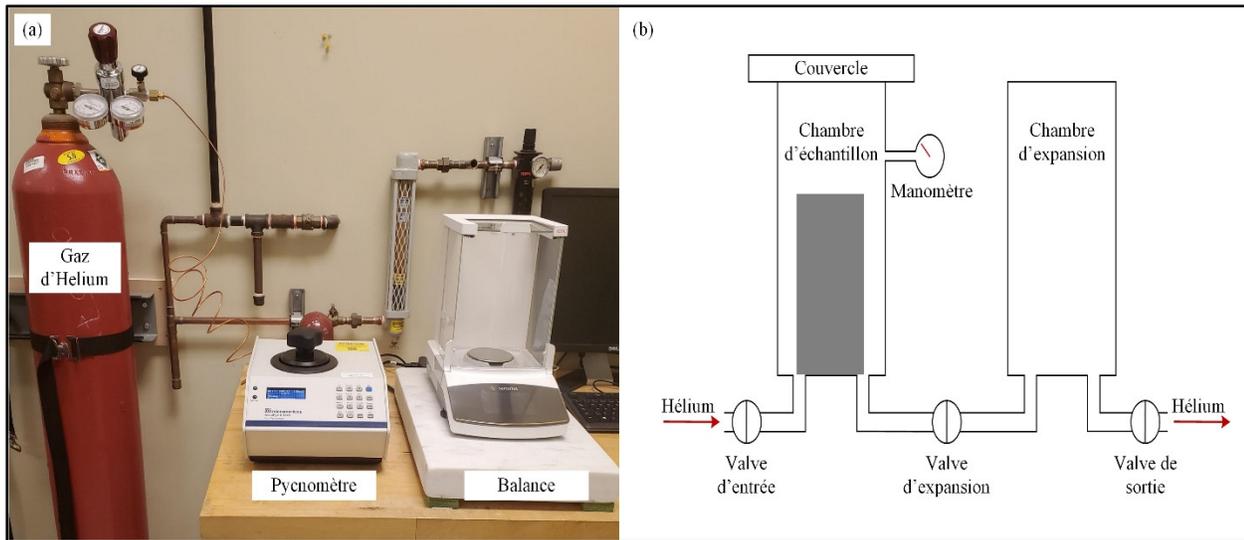


Figure 3.5 (a) Un pycnomètre à l'hélium AccuPyc II 1340 (b) principe de fonctionnement d'un pycnomètre à Hélium

3.3 Simulation numérique et validation expérimentale

Plusieurs résultats récents dans la littérature montrent que le logiciel Moldflow est bien adapté à la prédiction de l'injection des mélanges poudre-liant, et donc ce progiciel a été sélectionné pour ce projet (Berginc et al., 2009; Binet et al., 2005; Liu, Li, Huang, Wei, & Zeng, 2008; Sardarian et al., 2017b). La démarche suivie pour réussir la simulation du procédé LPIM en utilisant ce logiciel est résumé à la Figure 3.6. La première étape consiste à mettre en place les paramètres d'entrées qui définissent le mieux la procédure expérimentale en termes des propriétés du mélange et les conditions initiales du procédé. Ensuite le solveur résout l'ensemble des équations de conservation qui décrivent le mouvement de fluide tout au long de l'injection. La dernière étape est la visualisation et la validation des résultats obtenus en les comparant avec les résultats de tests expérimentaux.

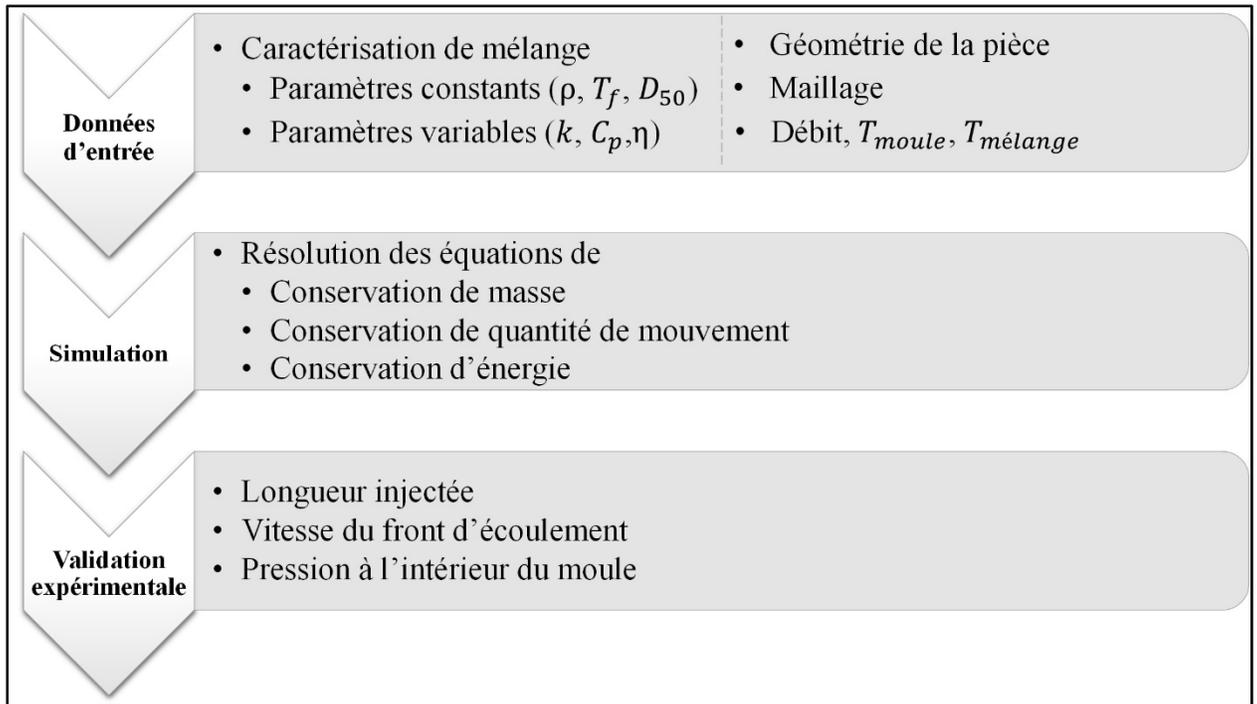


Figure 3.6 Organigramme de la simulation numérique et validation expérimentale

3.3.1 Les données d'entrée

Cette phase de prétraitement a pour objectif de préparer les données du problème telles que les propriétés constantes du fluide qui sont le diamètre moyen des particules (D_{50}), la température de fusion (T_f) et la masse volumique (ρ) et d'autres propriétés variables comme les propriétés rhéologiques et thermiques. Le modèle matriciel est utilisé pour introduire la chaleur spécifique (C_p) et la conductivité (k) en fonction de la température. Quant à la définition de la viscosité (η), le modèle de second ordre a été utilisé dans les simulations numériques (procédure décrites dans l'article scientifique présenté dans le chapitre 4). La détermination des coefficients a été effectuée à l'aide de l'outil « Curve Fitting » du logiciel Matlab.

L'importation de la géométrie de la pièce en 3D illustrée à la Figure 3.7, la génération du maillage et la définition des conditions aux limites du procédé sont aussi faites dans cette étape. Le modèle CAD a été généré par le logiciel Solidworks, le maillage quant à lui a été généré en

utilisant une structure tétraédrique imposé par le module PIM de Moldflow. La présentation des pièces 3D et l'étude de convergence seront faites en détail dans le chapitre 4. La dernière étape avant de lancer la simulation du procédé consiste à bien définir les conditions aux limites telles que la température de surface du moule, les paramètres de solveur (le pas de temps et la limite des itérations) et les caractéristiques de la presse à injection comme sa pression maximale et le type d'asservissement (vitesse de piston ou bien débit). L'activation de l'effet de la gravité et de l'inertie est aussi essentielle pour simuler l'injection en PIM et obtenir des fronts d'écoulement similaire à celui de l'expérimentale.

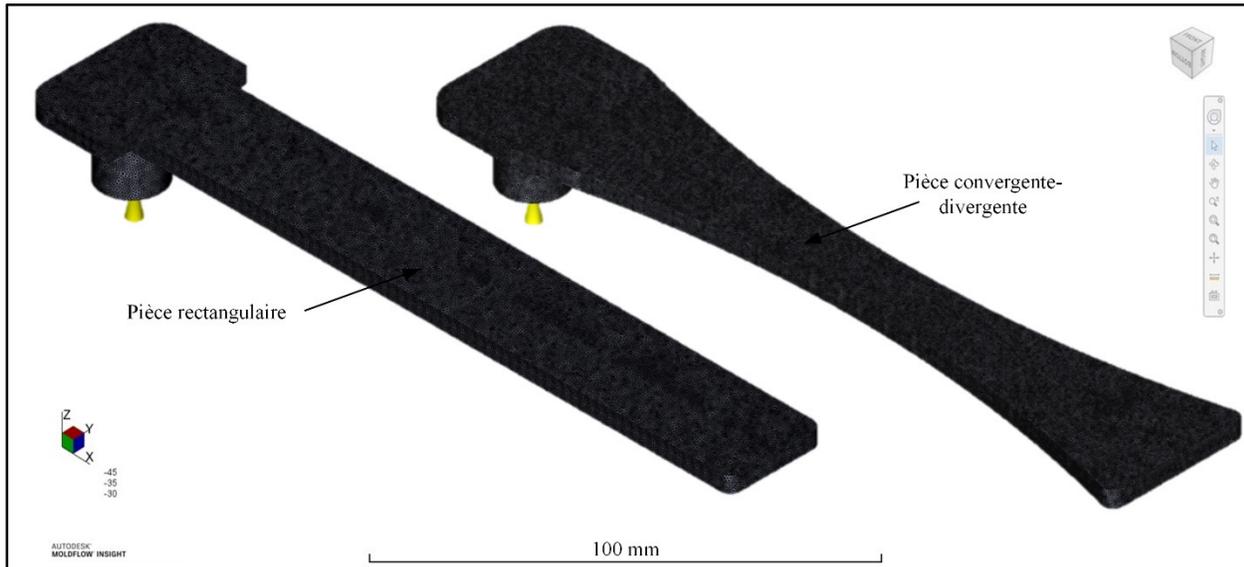


Figure 3.7 Vue 3D des pièces et le maillage d'éléments finis

3.3.2 Résolution numérique

Après la définition des paramètres de problème, la simulation numérique est lancée dans le solveur de Moldflow. La résolution consiste à résoudre l'ensemble des équations de conservation tel que la conservation de la masse, la conservation de la quantité de mouvement et la conservation de l'énergie (Diersch, 1990) (les équations (3.2), (3.5) et (3.6) respectivement) en utilisant la méthode des éléments finis (FEM).

Conservation de la masse

$$\frac{D\rho}{Dt} + \rho(\nabla \cdot \vec{u}) = 0 \quad (3.2)$$

Avec la dérivé matérielle d'une particule de fluide est donné par

$$\frac{D(\cdot)}{Dt} = \frac{\partial(\cdot)}{\partial t} + \vec{u} \cdot \nabla(\cdot) \quad (3.3)$$

Puisque la masse volumique de mélange est considérée constante tout au long de la phase d'injection l'équation de conservation de masse se simplifie et devient l'équation (3.4)

$$\nabla \cdot \vec{u} = 0 \quad (3.4)$$

Conservation de la quantité de mouvement

$$\rho \frac{D\vec{u}}{Dt} = -\nabla p + \nabla \cdot \bar{\bar{\tau}} + \rho \vec{g} \quad (3.5)$$

Conservation de l'énergie

$$\rho C_p \frac{DT}{Dt} = \nabla \cdot (k \nabla T) + \bar{\bar{\tau}} : \nabla \vec{u} + \beta T \frac{Dp}{Dt} \quad (3.6)$$

où p est la pression, t est le temps, ρ est la masse volumique, \vec{u} est le vecteur vitesse, \vec{g} est l'accélération gravitationnelle, T est la température, C_p est la chaleur spécifique, k est la conductivité thermique, β est l'expansivité du polymère qui est défini par l'équation (3.7), $\bar{\bar{\tau}}$ est le tenseur de contrainte visqueuse qui est défini par l'équation (3.8).

$$\beta = -\frac{1}{\rho} \frac{\partial \rho}{\partial T} \quad (3.7)$$

$$\bar{\bar{\tau}} = \eta(\dot{\gamma}) \cdot \dot{\gamma} \quad (3.8)$$

Où $\eta(\dot{\gamma})$ est la viscosité définie par l'un des modèles de rhéologies déjà mentionnés et $\dot{\gamma}$ est le taux de cisaillement donné par l'équation (3.9) où $\overset{\equiv}{\underline{\underline{D}}}$ est le tenseur de taux de déformation.

$$\dot{\gamma} = \sqrt{2\overset{\equiv}{\underline{\underline{D}}} : \overset{\equiv}{\underline{\underline{D}}}} \quad (3.9)$$

3.3.3 Validation expérimentale

Cette étape permet d'évaluer la qualité de la solution numérique par rapport aux résultats expérimentaux au niveau de différentes quantités physiques tels que la longueur injectée, la vitesse du front d'écoulement et la pression. Au meilleur des connaissances de l'auteur, la validation expérimentale des résultats de pression du procédé LPIM décrite plus bas a été effectuée pour la première fois dans le cadre de ce projet de maîtrise.

3.3.3.1 Longueur injectée

La longueur injectée obtenue par le logiciel Moldflow est comparée avec des injections à l'échelle réelle selon différentes conditions d'essais interrompus à 25, 50, 75 et 100% de remplissage. Ces injections ont été faites en utilisant une presse à injection à basse pression disponible au laboratoire MIM de l'École de technologie supérieure (Figure 3.8a). Cet appareil est conçu pour étudier le moulage des mélanges à très faible viscosité selon les étapes montrées à la Figure 3.8b-e. Le mélange est chauffé jusqu'à la température d'injection et mélangé à l'aide d'un mélangeur planétaire à 15 tr/min pendant 45 minutes sous vide. Ensuite le piston descend et le mélange commence à remplir le cylindre d'injection (Figure 3.8b) où ce dernier est translaté jusqu'à l'alignement de l'extrémité du cylindre avec le point d'injection du moule (Figure 3.8c). Une force du vérin pneumatique est appliquée sur la plaque supérieure de moule puis le piston est commandé en montée pour remplir un volume dans la cavité du moule qui correspond à un pourcentage de remplissage désiré (Figure 3.8d). Après l'injection, le mélange restant est retourné dans le contenant pour être mélangé avant une prochaine injection (Figure 3.8e). Les injections ont été effectuées en utilisant un débit massique constant, où l'injection

est contrôlée par une course de piston constante (11.8 mm/s). La température du mélange était 80, 90 et 100°C et la température du moule était maintenue à 40°C.

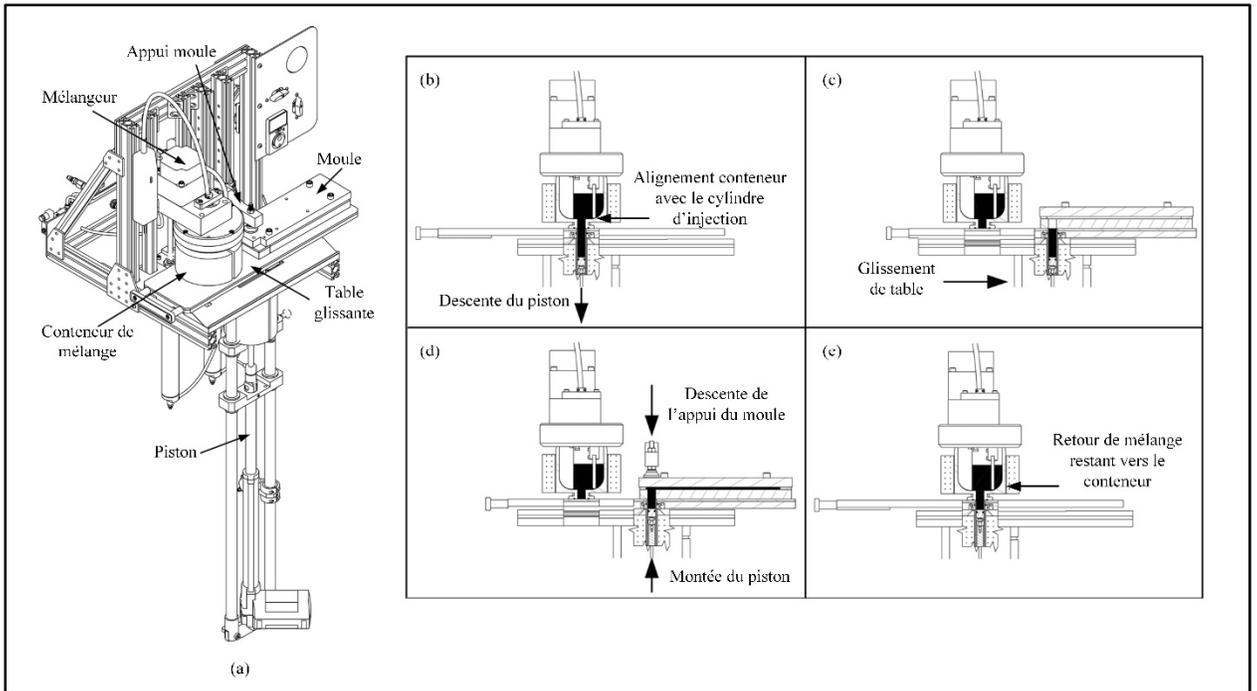


Figure 3.8 (a) Presse d'injection à basse pression (b-e) étapes d'injection (Lamarre et al., 2017)

3.3.3.2 Vitesse du front d'écoulement

Afin de mesurer la vitesse de front d'écoulement dans la cavité du moule, une caméra a été installée au-dessus du moule qui était muni d'une plaque supérieure transparente en polycarbonate afin de suivre la progression du front (voir Figure 3.9). Le logiciel Virtual Dub a été utilisé pour ajuster le nombre d'images par seconde (fps) souhaité et la capture d'images obtenue a été traitée à l'aide du logiciel Aviméca qui permet d'ajuster le front dans l'axe d'écoulement du mélange. Par la suite, le logiciel Regressi a été utilisé pour calculer la dérivée de ces coordonnées spatiales par rapport au temps et finalement obtenir la vitesse de propagation du fluide dans la cavité.

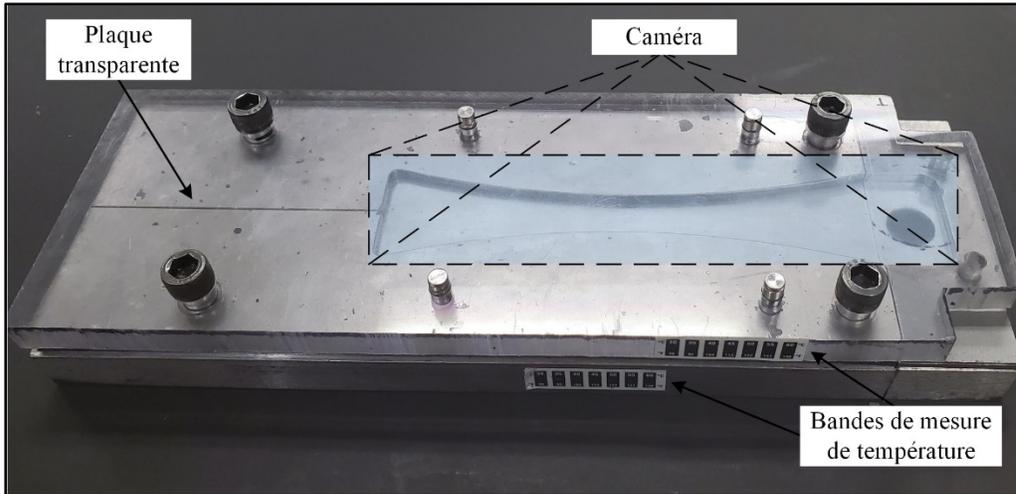


Figure 3.9 Emplacement de caméra et des bandes de mesure de température

3.3.3.3 Pression

Afin de quantifier la pression dans la cavité de moule rectangulaire lors du remplissage, quatre localisations pour un capteur piezorésistif (ou trois localisations dans le cas du moule sablier) ont été utilisées sur la surface du moule tout au long de la longueur de pièce à injecter comme montré à la Figure 3.10a. Le capteur de série 25Y, qui est affiché à la Figure 3.10b, a été commandé chez la compagnie Omni Instruments et possède une pression maximale de 50 kPa. La relation entre la tension électrique et la pression a été définie avec les fiches d'étalonnage d'usine. À partir de ces valeurs, la relation linéaire de la pression en fonction de la tension (définie par l'équation (3.10)) a été introduite dans le programme Labview qui a généré à la fin de l'injection un fichier texte contenant la réponse de chaque capteur en fonction du temps de remplissage.

$$p = \left(\frac{p_{\max}}{V_e} \right) \left(\frac{V_m}{C_e} \right) \quad (3.10)$$

où p est la pression expérimentale en kPa, p_{\max} est la pression maximale de capteurs qui est 50 kPa, V_e est la tension d'excitation qui est égale 32 Volts DC, V_m est la tension mesurée par le

capteur (entre 0 et 8 V) et C_e est la constante d'étalonnage qui est égale 0.25. Donc l'équation finale de la pression peut être réécrite selon l'équation (3.11).

$$p = 6.25 \cdot V_m \quad (3.11)$$

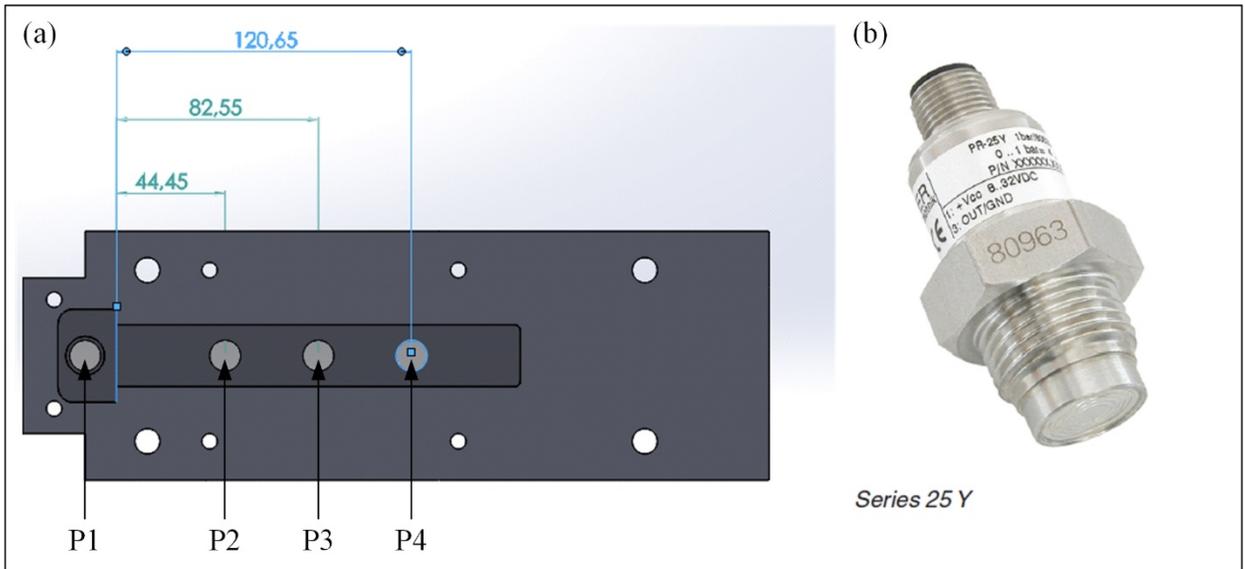


Figure 3.10 (a) Les positions des capteurs (b) Capteur piezorésistif série 25Y

CHAPITRE 4

MOLD FILLING SIMULATION AND EXPERIMENTAL INVESTIGATION OF METALLIC FEEDSTOCK USED IN LOW-PRESSURE POWDER INJECTION MOLDING

Mohamed Azzouni¹, Vincent Demers¹, Louis Dufresne¹

¹ École de technologie supérieure, 1100 Notre-Dame West, Montreal, QC H3C 1K3, Canada

Article soumis pour publication, juillet 2020

Ce chapitre présente un article dans lequel les résultats obtenus durant la réalisation de ce projet ont été discutés. Cet article, qui a été soumis dans « The International Journal of Material Forming », a comme objectif de simuler la phase de remplissage d'un mélange à base de poudre métallique utilisé dans le moulage par injection à basse pression. Une validation des résultats numériques, qui ont été obtenus par le logiciel de simulation Autodesk Moldflow 2019, a été présentée dans ce chapitre. Cette validation a été faite en réalisant des tests d'injection expérimentaux en termes de la longueur injectée, la vitesse de front d'écoulement et la pression à l'intérieur du moule.

4.1 Abstract

The mold filling stage of the low-pressure powder injection molding process was numerically simulated and validated by experimental injections. A feedstock formulated from a 17-4PH stainless steel powder (60 vol. %) and a wax-based binder system (40 vol. %) was characterized to obtain its thermal properties and rheological profiles at different temperatures; these were then implemented into the Autodesk Moldflow Synergy 2019 package. Simulation results, including those pertaining to the injected length, the melt front velocity, and the pressure, were validated using a laboratory injection press and two instrumented molds. The simulated injected lengths predicted by the model were similar to the experimental short-shot results, with a relative difference below 0.5%. Since the injections were performed at constant

volumetric flow, the injected length was not influenced by the feedstock temperature, but only by the shape of the mold cavity. In general, the simulated pressure profiles accurately reflected the values obtained experimentally over the majority of the mold filling stage, except at the end of the injection, where the simulated values possibly took into account compressed air trapped in the mold because of the “air tight boundary condition” imposed on the numerical model, and which is not present in the actual physical mold. This interesting simulation capability to predict the injection pressure experienced by a low-pressure (metallic or ceramic) powder injection molding feedstock was, to the best of the authors’ knowledge, validated experimentally for the first time, in this study.

Keywords

Low-pressure powder injection molding, numerical simulation, metallic powder, feedstock, mold filling

4.2 Introduction

Powder injection molding (PIM) is a shaping technique used to produce small and complex shape parts from metallic powders. This manufacturing technology consists in combining a powder with a polymer binder to form a feedstock that is injected into a mold cavity. After molding, the resulting green part is then debound and sintered to extract the binder and obtain a metallic component exhibiting a density close to the theoretical one (Heaney, 2012). Depending on the feedstock viscosity, the PIM technology can be categorized under two approaches, namely high-pressure powder injection molding (HPIM) and low-pressure powder injection molding (LPIM). The first approach uses high-viscosity feedstocks ranging from 100 to 1000 Pa·s, which are injected into mold cavities using a high pressure typically varying from 20 to 200 MPa (German & Bose, 1997). The second approach uses low-viscosity feedstocks (< 100 Pa·s) that are injected at pressures generally lower than 1 MPa (typically varying from 10 to 500 kPa (Costa, Michels, & Kipper, 2018; Rei, Milke, Gomes, Schaeffer, & Souza, 2002)). Although the manufacturing readiness level of the LPIM approach is significantly lower as compared to the HPIM approach, the LPIM process has demonstrated important

benefits, and can become cost-effective, either in low- or in high-production volumes, due to the reduction in the size of the injection machines and of the mold shells, which occurs thanks to a significant reduction in injection pressures (Medvedovski & Peltsman, 2012).

Mold filling is one of the most important steps of the PIM process that must be controlled in order to obtain a complete mold filling while avoiding defects such as voids, sinks, jetting, welding lines, warpage, and cracks. Numerical simulations have been successfully used to predict different physical quantities, such as the material flow behavior, filling times, the melt front velocity, and the pressure in the mold cavity, in order to optimize the process parameters and overcome molding defects (Thornagel, 2010). For metallic-based feedstocks, the injection stage has mostly been simulated for high-viscosity powder-binder mixtures generally developed for the HPIM process. Ilinca et al. (Ilinca, Hétu, Derdouri, & Stevenson, 2002) used Plasview3D to investigate the pattern of the flow injected into an “M” shape cavity, which was validated using short-shot injections, thus confirming the non-uniform flow in the cavity predicted by this package. The same research team used stainless steel-based feedstock to assess the injection pressure within a rectangular part, where the experimental pressure recorded from two different positions confirmed the simulation results obtained by Plasview3D (Ilinca, Hetu, et al., 2002). Ahn et al. (Ahn et al., 2008) proposed to combine filling and cooling analyses to improve the accuracy of numerical simulations during the mold filling of a stainless steel-based feedstock. They found that the accuracy of the pressure values predicted by the PIMsolver package increases when a slip (boundary condition) behavior is introduced into the model. Tseng et al. (Tseng et al., 2014) used Moldex3D to investigate the powder segregation phenomenon occurring during the injection stage. The numerical results obtained with a suspension balance model provided by the software predicted segregation lines in the vicinity of the gate that were also experimentally validated using nuclear magnetic resonance imaging. Zheng et al. (Zheng, Wei, Zhou, & Zhu, 2008) implemented a second-order rheological model in MoldFlow to confirm that the predicted pressure profiles were in good agreement with the experimental results, and finally used the numerical simulations to redesign the gate and optimize the injection process parameters. Bilovol et al. (V. Bilovol et al., 2003, 2006) confirmed that the rheological model used by simulation software is one of the most important

parameters for the numerical simulation of the injection stage. Using a stainless steel-based feedstock used in HPIM processes, they also compared the pressures and temperatures simulated by Moldflow, C-Mold, and ProCAST with experimental results before concluding that the Moldflow software was the most promising commercial package for predicting flow patterns, weld line locations, and temperature profiles.

For LPIM processes, the numerical simulation of the injection stage has received, to the best of the authors' knowledge, only limited attention in a few recent studies. Sardarian et al. (Sardarian et al., 2017a, 2017b) used Moldflow Synergy to predict the filling time and pressure for an alumina-based feedstock used in LPIM. The same research team also showed the powerful capacity of the Moldflow Synergy package to better understand the influence of temperature, pressure, and flow rate on the jetting phenomenon, and to optimize injection parameters (Sardarian, Mirzaee, & Habibolahzadeh, 2017c). Ben Trad et al. (Trad et al., 2020) confirmed the ability of the Moldflow package to successfully simulate the injected length, the melt front velocity, the filling time, and the segregation phenomenon for a metallic-based feedstock, also in LPIM (Zhang & Lin, 2007). Although the potential to predict the flow behavior of metallic- or ceramic-based LPIM feedstocks has been demonstrated, the simulated injection pressures obtained by these previous research teams have never been validated with experimental measurements. The aim of this study is to verify the ability of the Moldflow simulation tool to predict the in-cavity pressure during the injection stage of LPIM metallic feedstock.

4.3 Numerical model

The Moldflow model is defined by the following governing equations, which describe the conservation of mass, momentum, and energy, as well as the material behavior and boundary conditions.

Conservation of mass:

$$\frac{\partial \rho}{\partial t} + \nabla \cdot (\rho \mathbf{u}) = 0 \quad (4.1)$$

Conservation of momentum:

$$\rho \frac{D\mathbf{u}}{Dt} = -\nabla p + \nabla \cdot \boldsymbol{\tau} + \rho \mathbf{g} \quad (4.2)$$

Conservation of energy:

$$\rho C_p \frac{DT}{Dt} = \nabla \cdot (k \nabla T) + \boldsymbol{\tau} : \nabla \mathbf{u} + \beta T \frac{Dp}{Dt} \quad (4.3)$$

where the material derivative is defined by:

$$\frac{D(\cdot)}{Dt} = \frac{\partial(\cdot)}{\partial t} + \mathbf{u} \cdot \nabla(\cdot) \quad (4.4)$$

and p is the pressure, t is the time, ρ is the density, \mathbf{u} is the velocity vector, \mathbf{g} is the gravitational acceleration, T is the temperature, C_p is the specific heat, k is the thermal conductivity, $\boldsymbol{\tau}$ is the viscous stress tensor, and β is the polymer expansivity, which is defined as follows:

$$\beta = -\frac{1}{\rho} \frac{\partial \rho}{\partial T} \quad (4.5)$$

In Moldflow, the evolution of viscosity according to the shear rate and temperature is described using either Cross-WLF or second-order models. The choice of one or the other of these models depends on the shape of the viscosity profile (Binet et al., 2005; Jiang, Wang, Xie, & Huang, 2005). The Cross-WLF model described in Eqs. (4.6) and (4.7) is used when the viscosity remains constant at low shear rates and shows an important and continuous decrease over the high shear rate range.

$$\eta = \frac{\eta_0}{1 + \left(\frac{\eta_0 \dot{\gamma}}{\tau^*}\right)^{1-n}} \quad (4.6)$$

where η_0 is the zero shear viscosity described by:

$$\eta_0 = C \exp\left(-\frac{A \cdot (T - D)}{B + (T - D)}\right) \quad (4.7)$$

and where η is the viscosity of molten feedstock, $\dot{\gamma}$ is the shear deformation rate, T is the absolute temperature, and all parameters, namely, n , the power law index, τ^* the critical shear

stress at the transition to shear thinning, and A , B , C , and D , are data-fitted coefficients. The second-order model described in Eq. (4.8) is used when the viscosity quickly decreases at low shear deformation rates and shows a Newtonian plateau at high shear rates (Koszkul & Nabialek, 2004; Wang, Li, & Han, 2012):

$$\ln(\eta) = E + F \ln(\dot{\gamma}) + GT + H [\ln(\dot{\gamma})]^2 + I \ln(\dot{\gamma})T + JT^2 \quad (4.8)$$

where η , $\dot{\gamma}$, and T were defined above, and E to J are the data-fitted coefficients. The process parameters used for the numerical simulations, as well as for the real-scale injections, are reported in Tableau 4.1.

Tableau 4.1 Process parameters used for the numerical simulations and real-scale injections

Mold temperature (°C)	40
Feedstock temperature (°C)	80, 90, and 100
Piston speed (mm/s)	11.8
Volume flow rate (cm ³ /s)	2.3

4.4 Model input and validation data

4.4.1 Feedstock preparation

Water-atomized stainless steel 17-4PH powder (Epson Atmix Corporation, Japan) was combined with a wax-based binder at 60 vol. % of powder to formulate the feedstock. A scanning electron microscope (Hitachi 3600, secondary electrons detector) was used to assess the particle shape of the dry powder (Figure 4.1a), while the particle size characterized by D_{10} , D_{50} , and D_{90} at 3.4, 11.8, and 31.3 μm , respectively, was measured using an LS 13320 Beckman Coulter laser diffraction particle analyzer (Figure 4.1b). The binder system was formulated from paraffin wax, carnauba wax, stearic acid, and ethylene vinyl acetate according to the proportions given in Tableau 4.2. These constituents were selected due to their extensive use in LPIM, to facilitate the ejection of the part after the filling stage, and to promote the surfactant and thickening effects, and thereby enhance the chemical links between the powder

and binder, while controlling the segregation phenomena (Leverkoehne et al., 2001; Li, Liu, Luo, & Yue, 2007; Majewska-Glabus, Zhuang, Vetter, & Duszczuk, 1995).

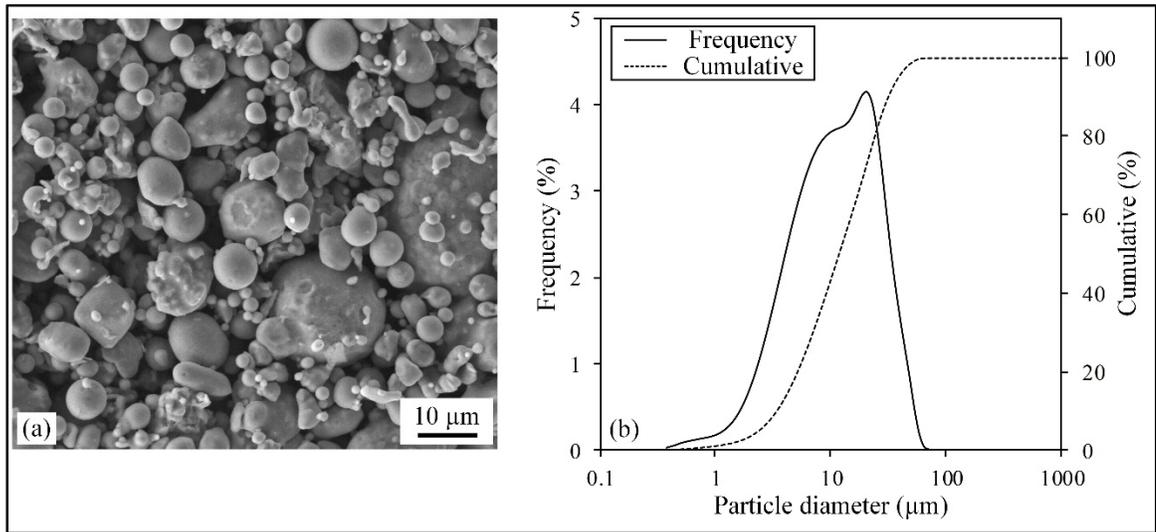


Figure 4.1 SEM micrograph and (b) particle size distribution of 17-4PH dry powder

The melting points and density of each single binder constituent are given in Tableau 4.2. According to the ASTM B923-16 standard method (ASTM-B923-16, 2016), an AccuPyc II 1340 helium gas pycnometer was used to determine the density of the metallic powder, binders, and feedstock, while the melting point of each binder and feedstock was evaluated using a Perkin Elmer Pyris 1 DSC according to the ASTM D3418-15 standard (ASTM-D3418-15, 2015). The DSC tests were performed over temperatures ranging from 20 to 120°C, using a heating rate of 10°C/min, under a dry nitrogen gas flow rate of 50 mL/min. The feedstock melting point of 77.5°C was determined from the last peak obtained during the second heating cycle.

Tableau 4.2 Melting point, density, and proportion of feedstock constituents

Constituents	Melting point (°C)	Density (g/cm³)	Volume fraction (vol. %)
17-4 PH powder	> 1404	7.69	60
Paraffin wax (PW)	58.8	0.91	30
Carnauba (CW)	84.5	1.00	7
Stearic acid (SA)	73.9	1.00	2
Ethylene vinyl acetate (EVA)	49.0	0.98	1

4.4.2 Feedstock characterization

To ensure accurate flow simulations, the feedstock properties were characterized using melt rheology, calorimetry, and thermal conductivity. The feedstock viscosity profiles reported in Figure 4.2a were measured using an Anton Paar MCR 302 rotational rheometer with a measuring cylinder and cup configuration (CC-17) placed into the temperature-controlled measuring system, C-PTD 200. At three different temperatures (80, 90, and 100°C) a molten feedstock was poured into the cup of the rheometer, and then a shear rate ranging from 0.5 to 3500 s⁻¹ was applied. The experimental viscosity profiles were obtained by repeating each condition three times to calculate average viscosity profiles for each condition. The experimental profiles were fitted according to the rheological model presented in Eqs. (4.6) to (4.8) using Matlab to obtain the fitting coefficients reported in Tableau 4.3, which were finally implemented into Moldflow. In this project, the quasi-Newtonian plateaus observed for all testing temperatures in Figure 4.2a were best captured by the second-order model given in Eq. (4.8).

Tableau 4.3 Fitting coefficients of the second-order and Cross-WLF viscosity models

Fitted Coefficient	Value
n	4.464 E-1
τ^* (Pa)	4.693 E-2
A	1.290 E1
B (K)	6.118 E1
C (Pa·s)	9.937 E6
D (K)	2.767 E2
E	5.794
F	-7.673 E-1
G	-5.995 E-2
H	5.843 E-2
I	-1.258 E-3
J	2.522 E-4

The specific heat (C_p) of the feedstock was obtained with a PerkinElmer Pyris 1 differential scanning calorimeter (DSC) according to ASTM-E1269 (ASTM-E1269-11, 2018), using the same procedure describe above for the melting point, and reported in Figure 4.2b. The feedstock thermal conductivity (k) presented in Figure 4.2c was obtained at different temperatures using a Quantum Design Physical Property Measurement System (PPMS P670) with a Thermal Transport Option (TTO) according to the test method given in (Kasper A. Borup et al., 2015). These thermal properties (i.e., C_p and k) were implemented in Moldflow as a material law matrix.

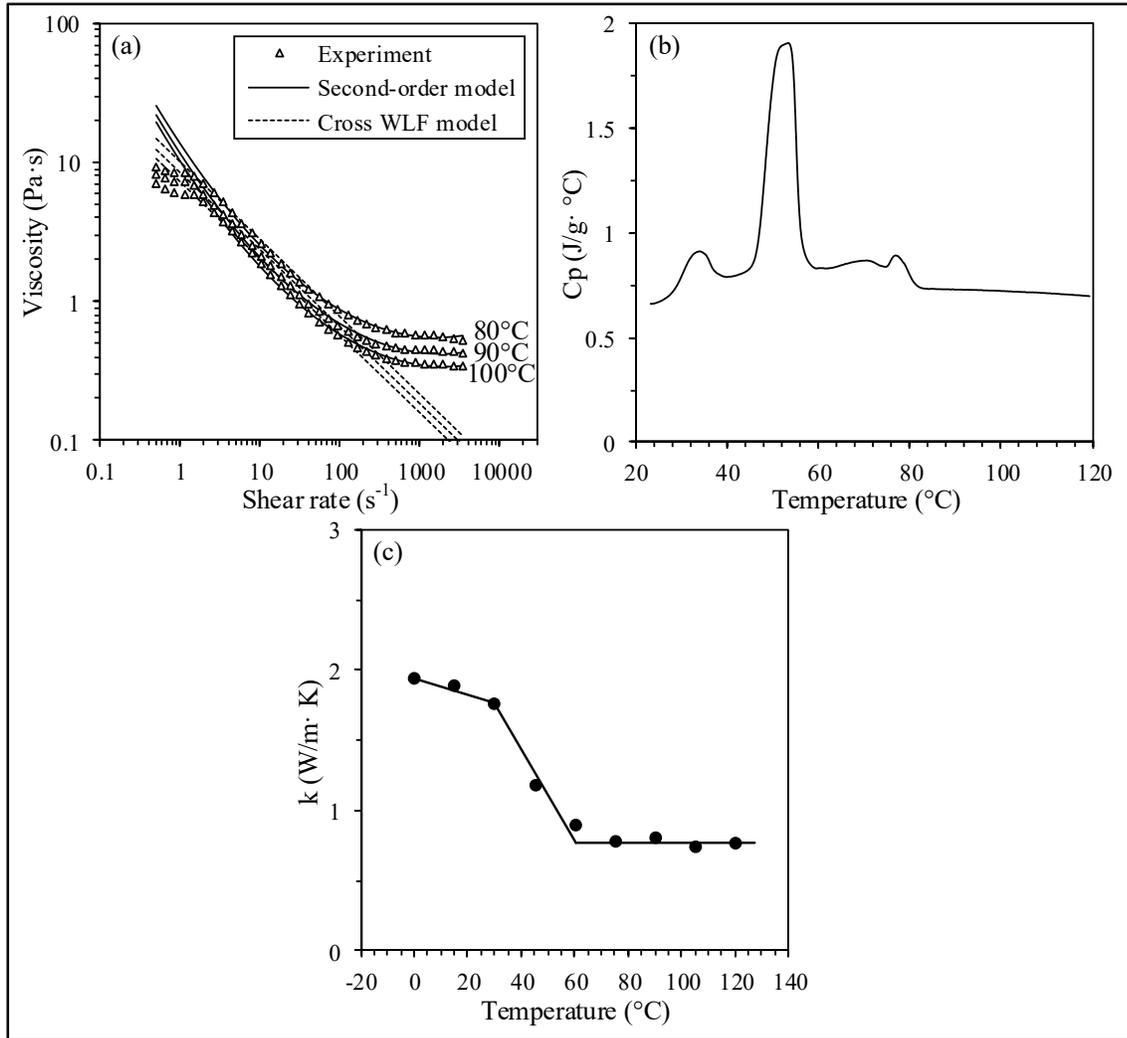


Figure 4.2 Rheological and thermal properties of feedstock: (a) viscosity profiles with superimposed second-order and Cross-WLF models, (b) specific heat, and (c) thermal conductivity measured at different temperatures

4.4.3 Numerical and experimental mold geometries and set-up

Numerical simulations of the injection stage were performed in two different mold cavities using Moldflow Synergy 2019 (Autodesk Inc.). The rectangular and hourglass 3D models illustrated in Figure 4.3a-b were meshed using 3D tetrahedral elements containing between 1 and 4 million elements according to the thickness of the part, which was varied from 3 to 5 mm. The morphology and the mesh size of 0.5 mm illustrated in Figure 4.3c-d offer a good

compromise between the accuracy of the results and an adequate time required for simulations. Indeed, the mesh sensitivity analysis reported in Figure 4.3e confirms that below 0.5 mm, the injection pressure results become independent of the mesh size, but that the simulation time is significantly affected.

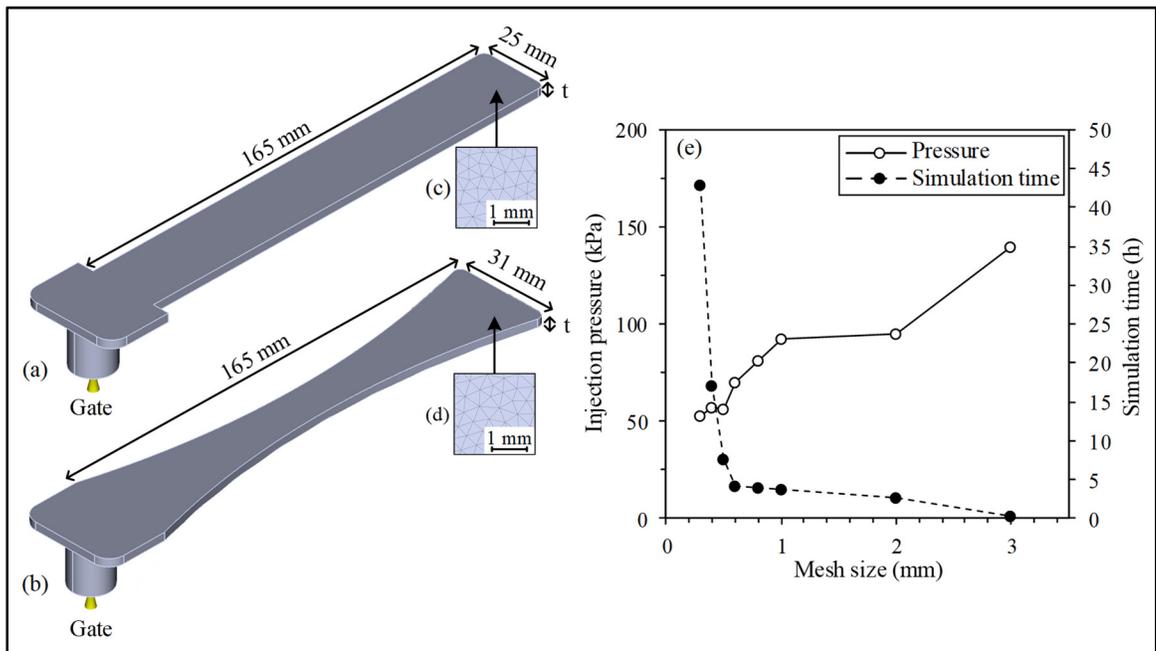


Figure 4.3 (a-b) 3D view of the rectangular and hourglass mold cavities with (c-d) the superimposed tetrahedral finite element mesh, (e) evolution of the pressure at the gate and the simulation time according to the mesh size

Simulation results (injected length, melt front velocity, and pressure) were then validated using a laboratory injection press and the two instrumented molds illustrated in Figure 4.4 that were equipped with piezo-resistive pressure sensors (series 25Y, Omni instruments: maximum pressure of 50 kPa and accuracy +/- 0.25 kPa). The flow pattern and the melt front velocity were experimentally measured using the methodology developed by Pengcheng et al. (Xie, Guo, Jiao, Ding, & Yang, 2014), where the steel upper plate illustrated in Figure 4.4 was replaced by a transparent material. In this study, the injections were recorded using a camera

(30 frames per second) and post-processed using the Avimeca and Regressi software packages to obtain the melt front position and velocity.

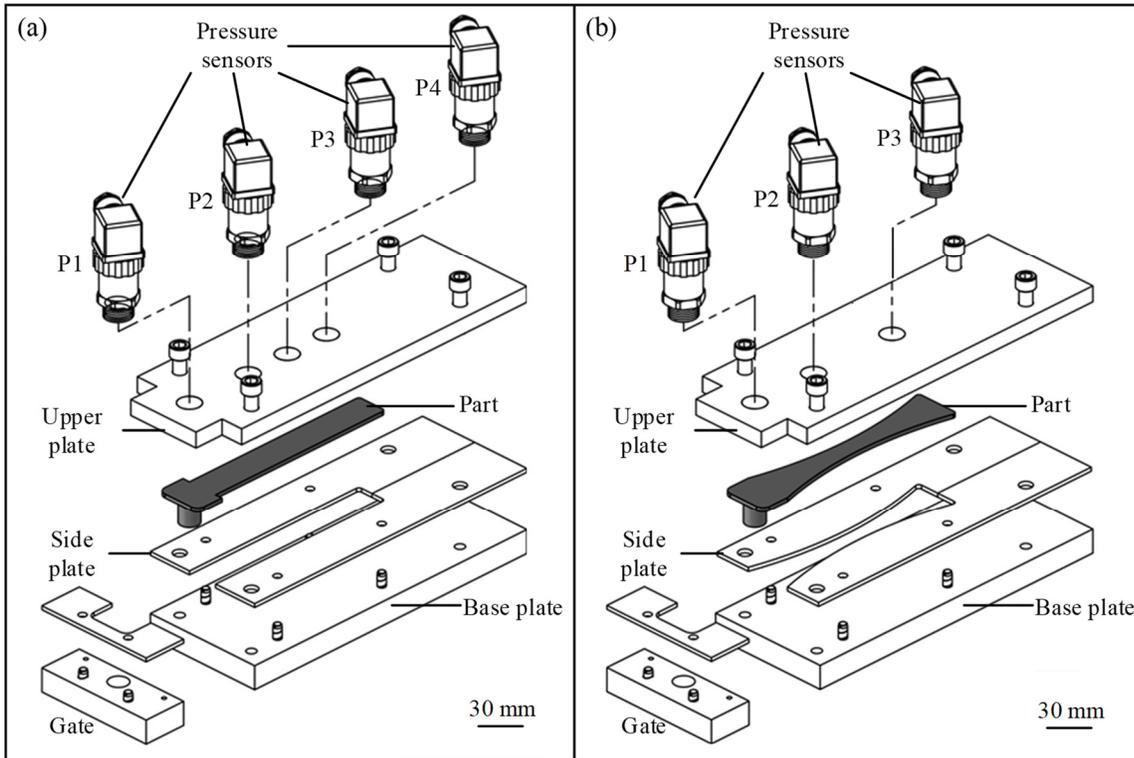


Figure 4.4 Exploded view of the (a) rectangular, and (b) hourglass mold cavities showing the location of the pressure sensors

4.5 Results and discussion

4.5.1 Injected length and filling time

A qualitative comparison between the simulated and experimental short-shot results is shown in Figure 4.5a-c for three different filling stages. The injected lengths obtained at different temperatures for the rectangular mold cavity are reported in Figure 4.5d. Since the injections were performed at constant volumetric flow, the injected length was not influenced by the feedstock temperature. In this injection approach, a constant stroke plunger controls the injection flow, and thus, the injected length instead of the feedstock properties, while a non-

constant pressure profile is expected to be developed inside the mold cavity (this topic is investigated below). In other words, the injected length depends on the shape of the mold cavity, instead of on the feedstock properties when this injection principle is used. Similarly to the results obtained by Ben Trad et al. (Trad et al., 2020), the injected lengths obtained experimentally and numerically were in a good agreement, with a relative difference less than 0.5%.

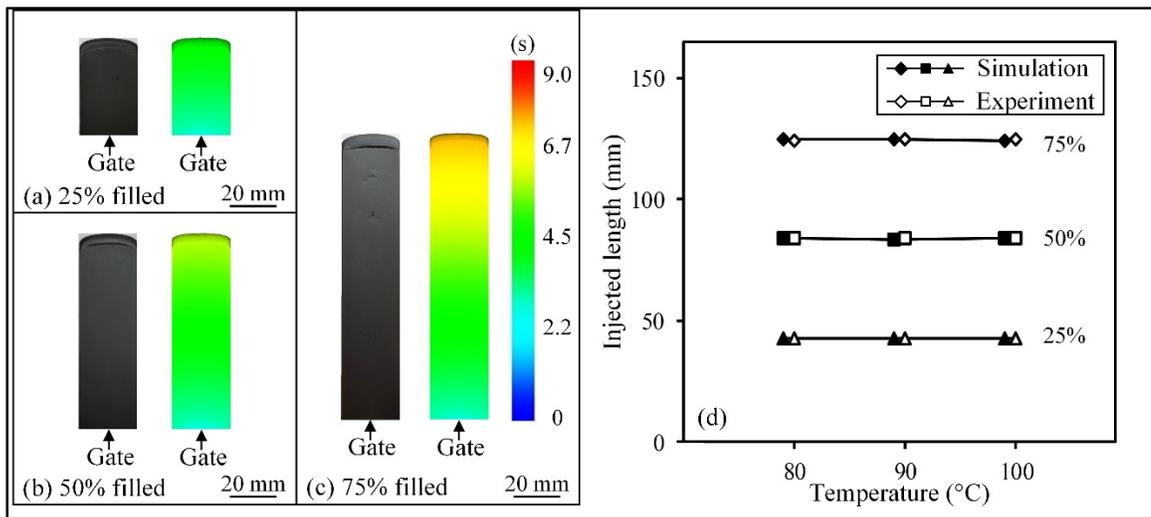


Figure 4.5 Experimental and simulated injected lengths: (a-c) typical short shots obtained at 25, 50, and 75% filling stages, with feedstock at 90°C injected in the rectangular mold, and (d) injected lengths for different injection temperatures, and filling stages

The evolution of the melt front velocity along the flow direction according to the injected length is presented in Figure 4.6a-b for both mold cavities (rectangular and hourglass) and different injection temperatures (80, 90, and 100°C). As expected, the velocity profile is completely different for the two mold geometries. During gate filling, a transitory zone is characterized by an acceleration, for the rectangular shape (Figure 4.6a), and a rather constant feedstock velocity, for the hourglass shape (Figure 4.6b). During the first seconds of the mold filling, this transitional regime illustrated by vertical phantom lines in Figure 4.6a-b corresponds to the expansion of the feedstock passing from a non-constrained to a constrained fluid, as illustrated in Figure 4.6c-d. Since the injected length was measured from the zero

position indicated in Figure 4.6c-d, the feedstock velocity obtained in a rectangular constant cross-section mold cavity remains almost constant at around 2 cm/s when the gate is completely filled. During the hourglass part filling, the melt flow velocity follows a concave down profile instead, due to the continuous decrease in the cross-section mold cavity, where the feedstock velocity reaches its maximum value of 3.1 cm/s in the center of the part. Downstream from this maximum velocity value, and as observed by Bosioc et al. (Bosioc, Susan-Resiga, & Muntean, 2008), the melt front decreases due to the increase in the cross-section mold cavity. For the two mold geometries, the simulated melt front velocities were in a good agreement with the experimental observations, irrespective of the feedstock temperature, with a maximum relative difference of 3.7% (a difference of 8.6% was found during the gate filling).

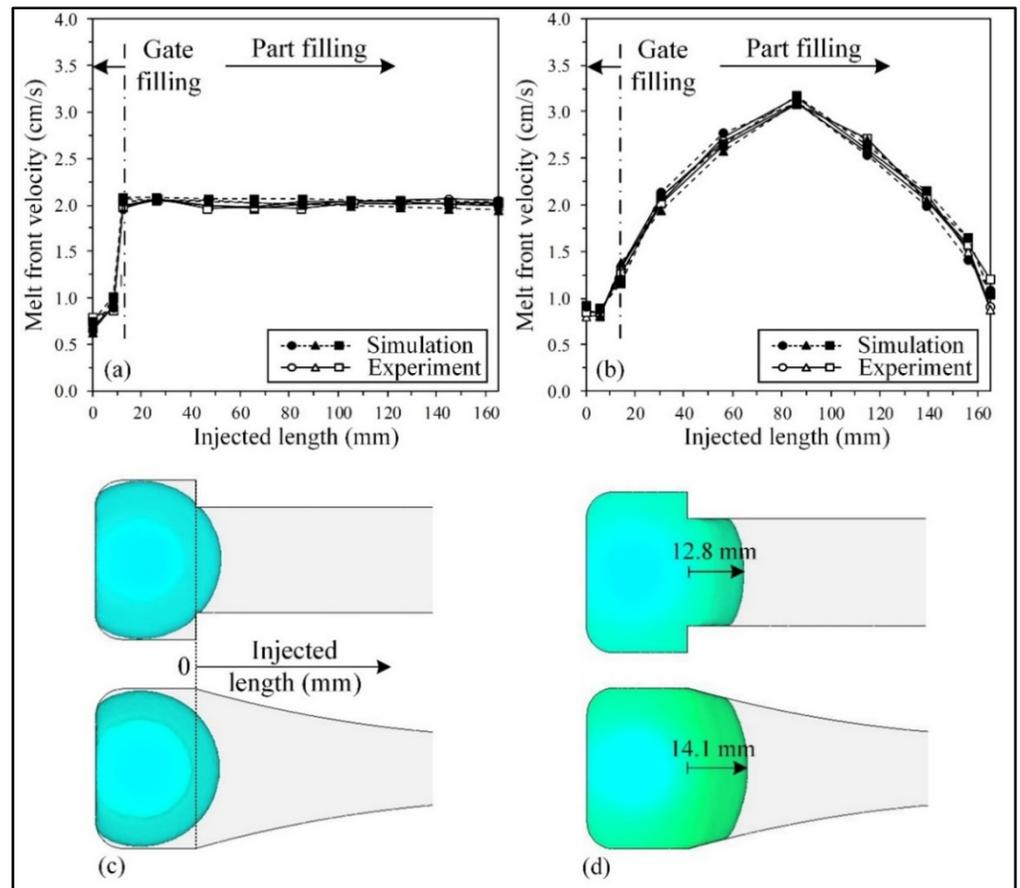


Figure 4.6 Simulated and experimental melt front velocity of: (a) the rectangular part and (b) hourglass parts for different injection temperatures (with circles, triangles, and squares representing tests performed at 80, 90, and 100°C, respectively), and top view of the mold cavities showing the melt front (c) during the gate filling, and (d) after the gate is completely filled, illustrating how the injected length was measured

4.5.2 Influence of temperature on injection pressure

The pressure profiles developed in the mold cavity during typical injections at 80°C are presented in Figure 4.7a-b, where the notations P1 to P4 in Figure 4.7a and P1 to P3 in Figure 4.7b refer to the sensor position illustrated in Figure 4.4a-b. In general, the measured pressure profiles can be divided into three zones. During the gate filling, the pressure remains at zero because no feedstock is in contact with the sensor. Note that this value remains at zero over a

longer filling stage as the sensor is positioned far from the gate. Just before the feedstock/sensor contact, a negative pressure value was systematically measured experimentally for all sensor positions, cavities, and feedstock temperatures. This minor, but unexpected, reading was attributed to a sensor preheating phenomenon produced by an increase in air temperature downstream from the feedstock melt front. These temporal decreases in pressure were not modeled, and were thus not seen in the numerical simulations. As the melt front reaches the sensor surface (e.g., for the filling stage higher than 5% located at the sensor P1 in Figure 4.7a), the pressure starts to increase, up to where the mold is completely filled. During this filling stage, the local pressure continuously increases to overcome the internal friction experienced by the molten feedstock. In general, the simulated pressure profiles obtained in Figure 4.7a-b are in good agreement with experiments over the majority of the mold filling range, but diverge during the last part of the mold filling.

The injection pressures obtained numerically and experimentally at positions P1 were extracted at different filling stages for different injection temperatures, and are reported in Figure 4.7c-d for both cavities. As can be qualitatively seen in the pressure profiles, the simulated pressures at different injection temperatures are similar to those obtained experimentally, with a maximum relative difference of about 8.3%, except at the end of the mold filling, where this value reaches 33.1%. This overestimation of the simulated pressure occurring only over the last moment of the filling stage could be explained by a boundary condition/end effect. In fact, mold cavities are not air tight, and so there is no actual pressure build-up inside the mold. The difference in pressure observed at the end of the mold filling, together with the design of a more physically appropriate boundary condition, will be studied in a future work. For injections performed at constant volumetric flow, the decrease in injection pressure with an increase in the melt temperature seen in Figure 4.7c-d for both cavities was expected, due to the intrinsic decrease in feedstock viscosity illustrated in Figure 4.2a.

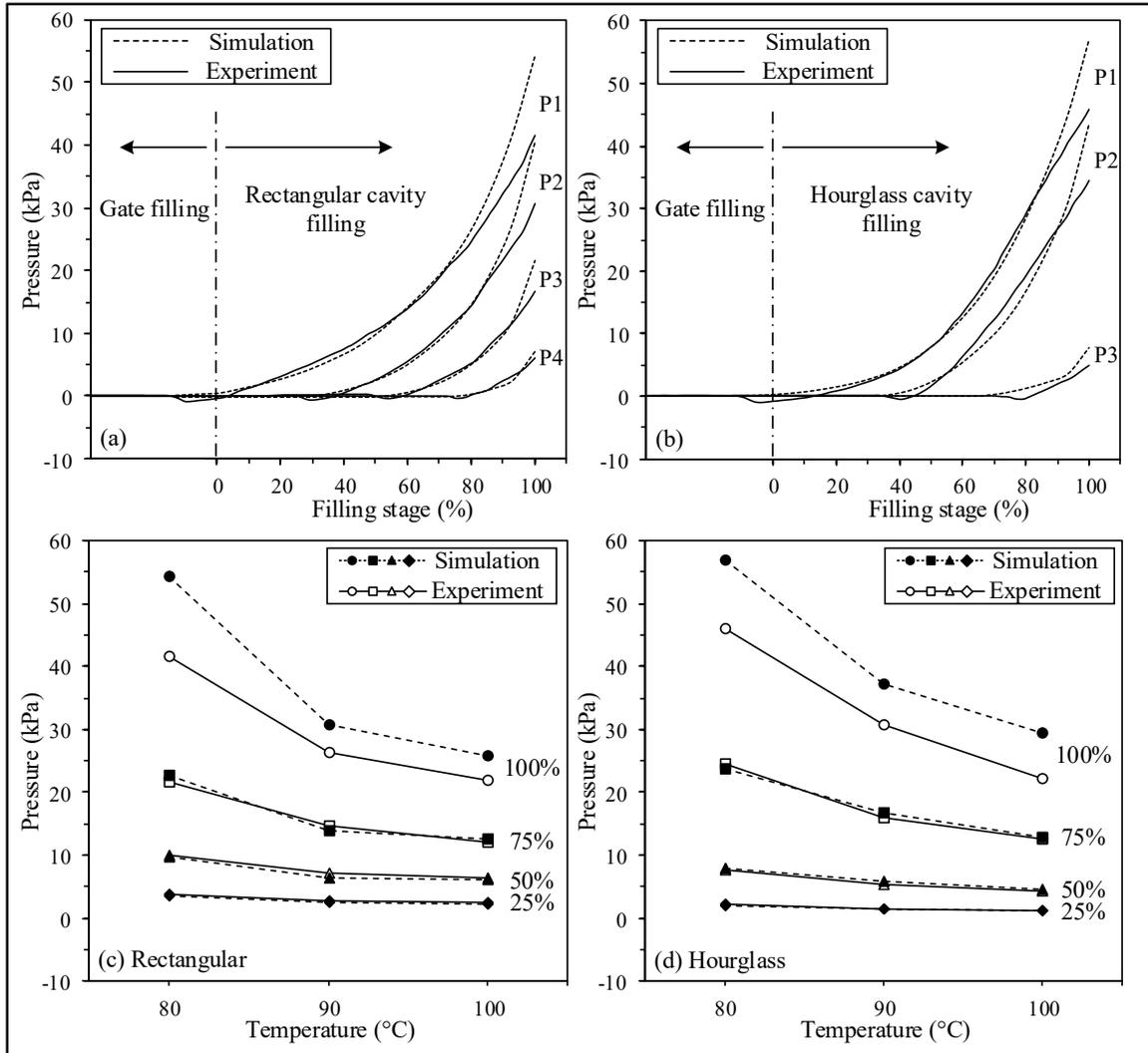


Figure 4.7 (a-b) Typical simulated and experimental pressure profiles obtained at different sensor positions for both cavities at 80°C, (c-d) comparison of experimental and simulated pressures at different filling stages (in %) and injection temperatures (measured at position P1 using a mold thickness of 4 mm)

4.5.3 Influence of thickness on the injection pressure

The influence of mold thickness on the injection pressure is presented in Figure 4.8 for the rectangular and hourglass mold geometries at the sensor position P1, using a constant injection temperature (90°C). As seen in the previous section, the three distinctive zones are visible in Figure 4.8a-b for both mold geometries, even when using another mold thickness (i.e., zero,

negative, and increase in pressure). The injection pressures obtained numerically and experimentally at position P1 were extracted from such pressure profiles at different filling stages, for three different thicknesses of 3, 4, and 5 mm, and are reported in Figure 4.8c-d for both cavities. As expected, an increase in mold thickness produces a decrease in injection pressure, since an increase in overall cross-section mold cavity requires less pressure to inject the same constant flow, or in other words, to inject the same feedstock flow, using the same injection force applied by the piston. The injection pressure at different mold thicknesses predicted by the numerical model were in good agreement with the experimental observations over the majority of the mold filling range, with a relative difference of less than 7.6% (i.e., almost perfect prediction for filling stage lower than 75%, where significant divergence, perhaps due to trapped air, was highlighted at the end of the mold filling). Note that this overpressure obtained at the end of the injection by simulation was visible regardless of the mold thickness.

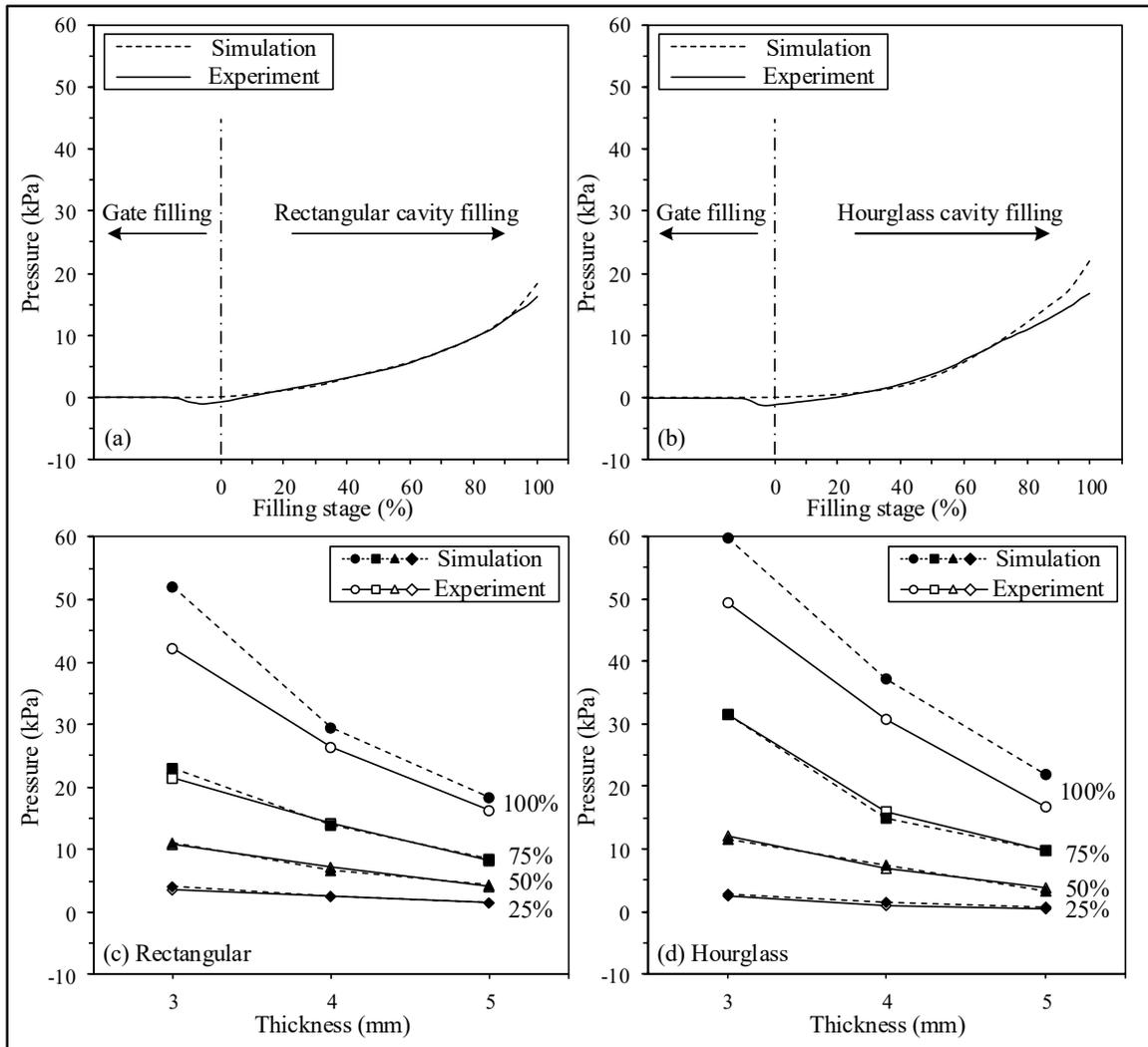


Figure 4.8 Typical simulated and experimental pressure profiles obtained at sensor position P1 and mold thickness of 5 mm for (a) rectangular, (b) hourglass cavities, and (c-d) comparison of experimental and simulated pressures at different filling stages and thicknesses (injection temperature = 90°C)

4.5.4 Prediction of the pressure at the end of the mold filling using a phenomenological model

Because predicting the pressure along the whole injection stage is essential, a phenomenological model was proposed to bypass the overpressure obtained by numerical simulation and predict the injection pressure, especially at the end of the mold filling. To that

end, the four experimental pressure profiles measured at the sensor position P1 for the limit conditions (as illustrated in Figure 4.9a-b with white and black dots) were used to obtain fitted coefficients and propose a model for each mold cavity, as denoted by continuous and dashed lines in Figure 4.9a-b. For the rectangular and hourglass mold cavities, the pressure profiles can be described by the third-order and sigmoid functions presented in Eq. (4.9) and Eq. (4.10) according to the percentage of filling stage (X) and the desired thickness (Y) or temperature (Y), for a constant temperature of 90°C or constant mold thickness of 4 mm, respectively.

$$P_{rectangular}(X, Y) = a + bX + cY + dX^2 + eXY + fX^3 + gX^2Y \quad (4.9)$$

$$P_{hourglass}(X, Y) = h + \frac{(i/Y) - h}{j + l \exp(-kX)} \quad (4.10)$$

These two models and their related coefficients reported in Tableau 4.4 were obtained using the Curve Fitting Toolbox implemented in MATLAB ($R^2 > 99.8\%$). To simplify the model, the negative pressures observed experimentally at the beginning of the filling stage (see Figure 4.7 & Figure 4.8) were removed and considered to be zero. These models were then used to predict the pressure profiles for an injection temperature of 90°C and a mold thickness of 4 mm in Figure 4.9c, while the experimental data were used to validate the predicted pressure profiles calculated by phenomenological models. As seen in Figure 4.9c, this approach can be used to better assess the pressure at the end of the mold filling, with a maximum relative difference of about 20% instead of 33.1%, as previously predicted by numerical simulations.

Tableau 4.4 Fitting coefficients for the rectangular and hourglass mold cavities

Fitted Coefficient	Y value	
	Temperature	Thickness
<i>a</i>	2.819	1.295
<i>b</i>	-5.069 E-2	1.323 E-1
<i>c</i>	-3.929 E-2	-4.604 E-1
<i>d</i>	8.903 E-3	4.044 E-3
<i>e</i>	2.61 E-3	4.332 E-3
<i>f</i>	2.856 E-5	2.404 E-5
<i>g</i>	-1.15 E-4	-1.248 E-3
<i>h</i>	9.289 E-4	3.712 E-4
<i>i</i>	1.245 E-1	2.617 E-3
<i>j</i>	1.123 E-5	8.975 E-5
<i>k</i>	6.363 E-2	6.817 E-2
<i>l</i>	1.622 E-3	9.577 E-4

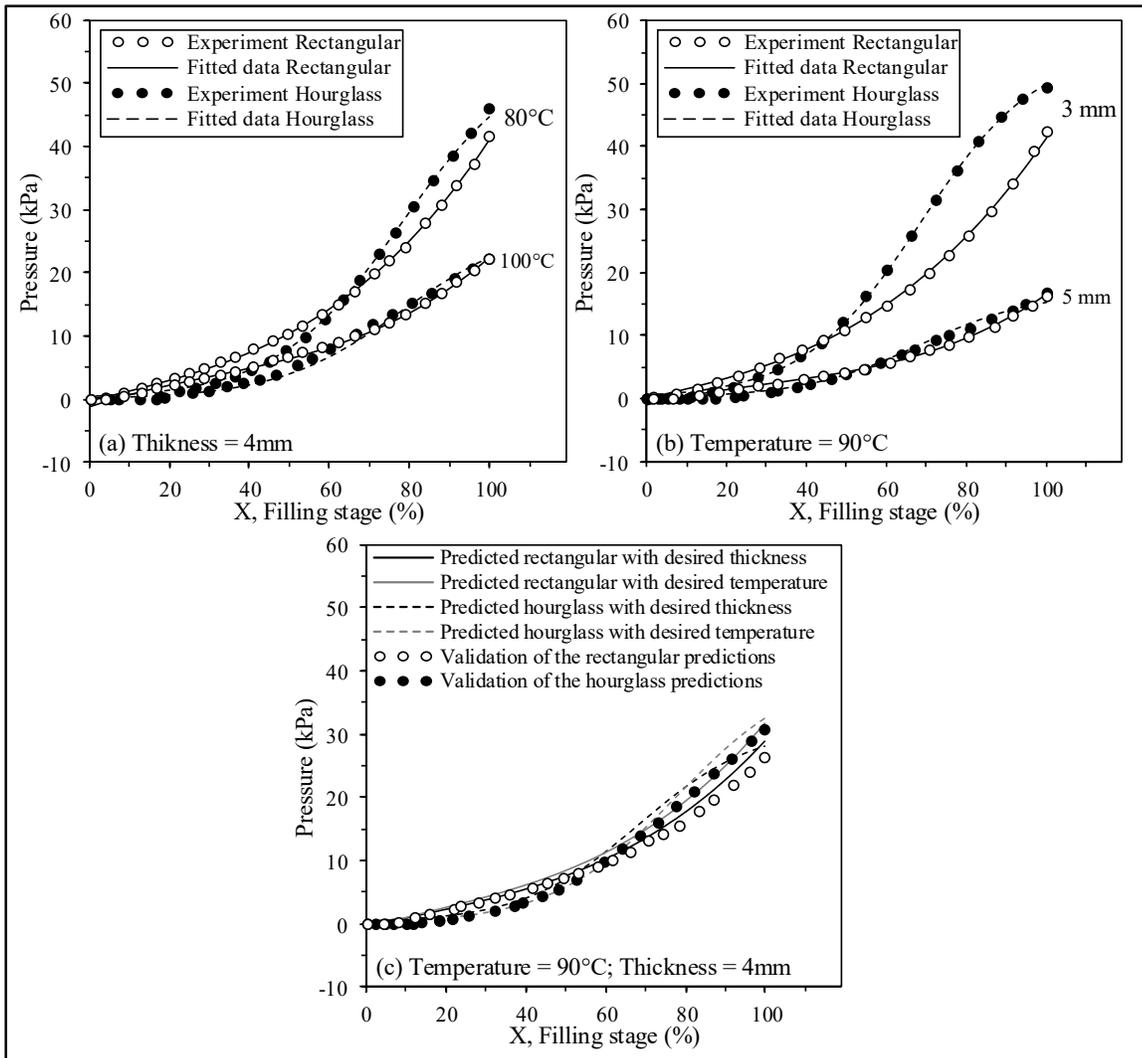


Figure 4.9 (a-b) Experimental pressure profiles with superimposed third-order and sigmoid models, and (c) predicted pressure profiles at injection temperature of 90°C and mold thickness of 4 mm, with corresponding experimental validation

4.6 Conclusion

The potential to simulate the mold filling behavior of metallic-based feedstock with the low-pressure powder injection molding process (LPIM) using the commercial software Autodesk Moldflow Synergy 2019 was investigated. A feedstock formulated from 17-4 PH stainless steel powder and a wax-based binder system (solid loading of 60 vol. %) was characterized to obtain

the melting point, density, thermal conductivity, viscosity, and specific heat capacity, which were implemented in the numerical model. The simulated injected length, melt front velocity, and injection pressure were validated with real-scale injections in two different mold cavities (rectangular and hourglass) using three thicknesses (3, 4, and 5 mm) and three feedstock temperatures (80, 90, and 100°C). The present study allowed us to reach some conclusions, which are summarized as follows:

- Since the experimental and simulated injections were performed at constant volumetric flow, the injected length, as well as the melt front velocity, were not influenced by the feedstock temperature, but only by the shape of the mold cavity. In this respect, the injected length and the melt front velocity predicted by the numerical model were in good agreement with the experimental observations, with a maximum relative difference of 0.5% and 3.7%, respectively.
- The simulated pressure profiles were in good agreement with experiments over the majority of the mold filling range, with a relative difference less than 8.3%, but tended to diverge from those measured with sensors at the end of the mold filling. This overestimation observed in the simulated pressure was attributed to an end effect (i.e., absence of mold venting in Moldflow PIM package) that was observed irrespective of the mold shape, feedstock temperature, sensor location, and mold thickness. Since simulating the pressure value over the whole injection stage is essential, this difference in pressure observed at the end of the mold filling needs to be studied in future work.
- The decrease in injection pressure with an increase in the melt temperature or an increase in cross-section mold cavity were almost perfectly captured by the numerical model for filling stages lower than 75%.
- The interesting simulation capability of the LPIM injection pressure was, to the best of the authors' knowledge, validated experimentally for the first time, in this study.

4.7 Acknowledgements

This work was carried out with the financial support of the Mitacs Globalink Graduate Fellowship and the Natural Science and Engineering Research Council (NSERC). Special

thanks to Mr. Sarthak Kapoor for his cooperation and help with the experiments in this research.

CONCLUSION DU PROJET

Les travaux présentés dans ce mémoire de maîtrise avaient pour objectif de caractériser expérimentalement l'écoulement d'un mélange poudre-liant à basse viscosité injecté à basse pression à l'intérieur de cavité et de comparer ces résultats expérimentaux avec des résultats numériques obtenus à l'aide du logiciel Autodesk Moldflow Synergy 2019. Un mélange contenant 60 vol. % d'acier inoxydable 17-4 PH et 40 vol. % d'un liant constitué de cire de paraffine, de cire de carnauba, d'acide stéarique et d'éthylène-acétate de vinyle a été formulé et caractérisé expérimentalement. Les mesures de caractérisation thermique et rhéologique du mélange (point de fusion, chaleur spécifique, conductivité et viscosité) ont été ensuite implémentées dans le modèle numérique. Les résultats de simulations numériques de la longueur injectée, la vitesse du front d'écoulement et la pression à l'intérieur de moule ont été validés avec des injections à échelle réelle dans deux cavités de moule différentes (rectangulaire et sablier) en utilisant trois épaisseurs (3, 4 et 5 mm) et trois températures de mélange (80, 90 et 100°C).

Puisque les injections expérimentales et simulées ont été effectuées avec un débit volumique constant, la longueur injectée ainsi que la vitesse du front d'écoulement n'ont pas été influencées par la température du mélange, mais uniquement par la forme de la cavité du moule. À cet égard, la longueur injectée et la vitesse du front de fusion prédites par le modèle numérique étaient similaires aux observations expérimentales avec une différence relative maximale de 3,7%. Les profils de pression simulés étaient en bon accord avec les expériences sur la majorité de la phase de remplissage du moule (i.e., 75% de remplissage) avec une différence relative inférieure à 8,3%. Par contre, il a été relevé que les valeurs de pression d'injection prédites par la simulation juste à la fin du remplissage divergeaient significativement de celles mesurées par les capteurs. Cette surestimation de la pression simulée pourrait possiblement être attribuée à l'air emprisonné qui a été simulé indépendamment de la forme du moule, de la température de la matière première, de l'emplacement du capteur et de l'épaisseur du moule. La diminution de la pression d'injection

avec une augmentation de la température de mélange ou une augmentation de la cavité du moule de section transversale ont été presque parfaitement saisies par le modèle numérique pour la zone de remplissage inférieure à 75%. Notons finalement qu'au meilleur des connaissances de l'auteur, la validation expérimentale des résultats de pression simulée du procédé LPIM tous mélanges confondus a été effectuée pour la première fois dans le cadre de ce projet de maîtrise à l'aide d'un capteur basse pression.

RECOMMANDATIONS DU PROJET

D'après les résultats mentionnés, on remarque bien la faisabilité de prédire le comportement d'un mélange utilisé pour moulage par injection à basse pression tout en utilisant un outil de simulation numérique. Plusieurs possibilités d'amélioration demeurent toutefois à considérer. Voici donc quelques recommandations pour de futurs travaux de recherche :

- Décrire plus précisément les paramètres du processus et des conditions aux limites du moule pour résoudre le problème de pression en fin d'injection. En particulier, les résultats de simulation en pression dépendent fortement de la solidification des mélanges lors de la phase d'injection, qui, à son tour, dépend des valeurs des propriétés thermiques tels que la chaleur spécifique et la conductivité thermique. À l'heure actuelle, on note un manque au niveau des études sur le comportement thermique des mélanges dans la littérature. Une future étude sur la caractérisation thermique des mélanges LPIM et son effet sur le comportement de l'écoulement dans la cavité est fortement recommandé.
- Étudier l'effet de la température du moule. Durant ce projet, une seule température de moule a été utilisée pour toutes les injections expérimentales et numériques. De plus la température été constante pour toute la surface. L'application d'une température de surface non uniforme peut provoquer des défauts de remplissage dans la cavité provenant de débalancement de l'écoulement (connu en anglais sous le nom de *filling imbalance*). Il sera intéressant d'effectuer des simulation en utilisant ces paramètres non constants pour valider la performance de Moldflow à reproduire des conditions s'approchant un peu plus de conditions réelles et s'éloignant des conditions de contrôlées en laboratoire.
- Investiguer la simulation des autres étapes du procédé LPIM: Vu que la phase d'injection de mélange était la seule phase étudié dans ce projet, la simulation numérique des autres phases tel que le déliantage et le frittage sera important afin de

valider le potentiel de logiciel Moldflow dans le procédé LPIM tout en utilisant des autres types de poudres métalliques et des pièces de forme plus complexes.

LISTE DE RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- Ahn, S., Chung, S., Atre, S., Park, S., & German, R. (2008). Integrated filling, packing and cooling CAE analysis of powder injection moulding parts. *Powder Metallurgy*, 51(4), 318-326.
- ASTM-B923-16. (2016). *Standard Test Method for Metal Powder Skeletal Density by Helium or Nitrogen Pycnometry*. Norme
- ASTM-D3418-15. (2015). *Standard Test Method for Transition Temperatures and Enthalpies of Fusion and Crystallization of Polymers by Differential Scanning Calorimetry*. Norme
- ASTM-E1269-11. (2018). *Standard Test Method for Determining Specific Heat Capacity by Differential Scanning Calorimetry*. Norme
- ASTM International. (2016). *Standard Test Method for Metal Powder Skeletal Density by Helium or Nitrogen Pycnometry*. Norme ASTM B923-16.doi: <https://doi.org/10.1520/B0923-16>
- ASTM International. (2018). *Standard Test Method for Determining Specific Heat Capacity by Differential Scanning Calorimetry*. Norme ASTM E1269-11.doi: 10.1520/E1269-11R18
- Atre, S., Park, S.-J., Zauner, R., & German, R. M. (2007). Process simulation of powder injection moulding: identification of significant parameters during mould filling phase. *Powder Metallurgy*, 50(1), 76-85.
- Barnes, H. A., Hutton, J. F., & Walters, K. (1989). *An introduction to rheology* (Vol. 3). Elsevier.

- Barrière, T., Gelin, J.-C., & Liu, B. (2002). Improving mould design and injection parameters in metal injection moulding by accurate 3D finite element simulation. *Journal of Materials Processing Technology*, 125, 518-524.
- Berginc, B., Brezočnik, M., Kampuš, Z., & Šuštaršič, B. (2009). A numerical simulation of metal injection moulding. *Materiali in tehnologije*, 1(43), 43-48.
- Bilovol, V., Kowalski, L., Duszczuk, J., & Katgerman, L. (2003). Comparison of numerical codes for simulation of powder injection moulding. *Powder Metallurgy*, 46(1), 55-60.
- Bilovol, V., Kowalski, L., Duszczuk, J., & Katgerman, L. (2006). The effect of constitutive description of PIM feedstock viscosity in numerical analysis of the powder injection moulding process. *Journal of Materials Processing Technology*, 178(1-3), 194-199.
- Bilovol, V. V. (2003). *Mould filling simulations during powder injection moulding* (TU Delft, Delft University of Technology).
- Binet, C., Heaney, D., Spina, R., & Tricarico, L. (2005). Experimental and numerical analysis of metal injection molded products. *Journal of Materials Processing Technology*, 164, 1160-1166.
- Borup, K. A., De Boor, J., Wang, H., Drymiotis, F., Gascoin, F., Shi, X., . . . Iversen, B. B. (2015). Measuring thermoelectric transport properties of materials. *Energy & Environmental Science*, 8(2), 423-435.
- Borup, K. A., de Boor, J., Wang, H., Drymiotis, F., Gascoin, F., Shi, X., . . . Snyder, G. J. (2015). Measuring thermoelectric transport properties of materials. *Energy & Environmental Science*, 8(2), 423-435. doi: 10.1039/C4EE01320D. Repéré à <http://dx.doi.org/10.1039/C4EE01320D>

- Bosioc, A., Susan-Resiga, R., & Muntean, S. (2008). Design and Manufacturing of a Convergent-Divergent Test Section for Swirling Flow Apparatus. Dans *Proceedings of the 4th German–Romanian Workshop on Turbomachinery Hydrodynamics (GRoWTH)*.
- Chang, I., & Zhao, Y. (2013). *Advances in powder metallurgy: properties, processing and applications*. Elsevier.
- Chung, S.-T., Ahn, S., Park, S. J., & German, R. M. (2010). Powder Injection Moulding: Modelling & Simulation: Simulation Tool for Powder Injection Molding and Its Applications. Dans *European Congress and Exhibition on Powder Metallurgy. European PM Conference Proceedings* (pp. 1). The European Powder Metallurgy Association.
- Costa, C., Michels, A., & Kipper, M. (2018). Welding lines formation in holes obtained by low pressure injection molding of ceramic parts. *Cerâmica*, 64(369), 97-103.
- CustomPartNet (2020). Metal injection molding steps. Repéré le 17 mai à <https://www.custompartnet.com/wu/metal-injection-molding>
- Diersch, H. J. (1990). Fletcher, CAJ, Computational Techniques for Fluid Dynamics. Vol. I: Fundamental and General Techniques. Vol. II: Specific Techniques for Different Flow Categories. Berlin etc., Springer-Verlag 1988. XIV, 409 pp., 183 figs./XI, 484 pp., 183 figs., DM 198, 00 as a Set. ISBN 3-540-18151-2/3-540-18759-6 (Springer Series in Computational Physics). *ZAMM-Journal of Applied Mathematics and Mechanics/Zeitschrift für Angewandte Mathematik und Mechanik*, 70(9), 409-410.
- Drummer, D., & Messingschlager, S. (2014). Ceramic injection molding material analysis, modeling and injection molding simulation. Dans *AIP Conference Proceedings* (Vol. 1593, pp. 582-586). American Institute of Physics.
- Fareh, F., Demers, V., Demarquette, N. R., Turenne, S., & Scalzo, O. (2016). Molding properties of inconel 718 feedstocks used in low-pressure powder injection molding. *Advances in Materials Science and Engineering*, 2016.

- G Lamarre, S. (2016). *Conception, fabrication et validation d'une presse à injection basse pression pour le procédé des poudres métalliques* (École de technologie supérieure).
- German, R. M., & Bose, A. (1997). Injection molding of metals and ceramics. *Metal Powder Industries Federation, Princeton, NJ*.
- González-Gutiérrez, J., Stringari, G. B., & Emri, I. (2012). *Powder injection molding of metal and ceramic parts*. InTech.
- Guerrier, P., Tosello, G., & Hattel, J. H. (2017). Flow visualization and simulation of the filling process during injection molding. *CIRP Journal of Manufacturing Science and Technology*, 16, 12-20.
- Heaney, D. (2012). Handbook of Metal Injection Molding. Dans. Elsevier.
- Huang, B., Liang, S., & Qu, X. (2003). The rheology of metal injection molding. *Journal of Materials Processing Technology*, 137(1-3), 132-137.
- Ilinca, F., Hetu, J.-F., Derdouri, A., & Stevenson, J. (2002). Three-dimensional filling and post-filling simulation of metal injection molding. *Journal of Injection Molding Technology*, 6(4), 229.
- Ilinca, F., Héту, J. F., Derdouri, A., & Stevenson, J. (2002). Metal injection molding: 3D modeling of nonisothermal filling. *Polymer Engineering & Science*, 42(4), 760-770.
- Indo-MIM (2020). Metal injection molding. Repéré le 17 mai à <https://www.indo-mim.com/metal-injection-molding-process/>

- Jallabert, B., Vaca-Medina, G., Cazalbou, S., & Rouilly, A. (2013). The pressure–volume–temperature relationship of cellulose. *Cellulose*, 20(5), 2279-2289.
- Jenni, M., & Wilfinger, T. (2009). PIMSIM: Optimisation of powder injection moulding using advanced moulding simulations. *Powder Metallurgy*, 52(4), 279-281. doi: 10.1179/003258909X12519752703787. Repéré à <http://dx.doi.org/10.1179/003258909X12519752703787>
- Jiang, B.-Y., Wang, L., Xie, L., & Huang, B.-Y. (2005). Viscosity model parameters fitting of feedstock in MIM simulation and analysis. *Chinese Journal of Nonferrous Metals*, 15(3), 429-434.
- Kamal, M. R., & Isayev, A. I. (2012). *Injection molding: Technology and fundamentals*. Carl Hanser Verlag GmbH Co KG.
- Kennedy, P., & Zheng, R. (2013). *Flow analysis of injection molds*. Carl Hanser Verlag GmbH Co KG.
- Koszkul, J., & Nabialek, J. (2004). Viscosity models in simulation of the filling stage of the injection molding process. *Journal of Materials Processing Technology*, 157(158), 183-187.
- Kowalski, L., Duszczyk, J., & Katgerman, L. (1999). Thermal conductivity of metal powder-polymer feedstock for powder injection moulding. *Journal of materials science*, 34(1), 1-5.
- Lamarre, S. G., Demers, V., & Chatelain, J.-F. (2017). Low-pressure powder injection molding using an innovative injection press concept. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 91(5-8), 2595-2605.

- Leverkoehne, M., Coronel-Hernandez, J., Dirscherl, R., Gorlov, I., Janssen, R., & Claussen, N. (2001). Novel binder system based on paraffin-wax for low-pressure injection molding of metal-ceramic powder mixtures. *Advanced Engineering Materials*, 3(12), 995.
- Li, Y.-m., Liu, X.-Q., Luo, F.-h., & Yue, J.-L. (2007). Effects of surfactant on properties of MIM feedstock. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 17(1), 1-8.
- Liu, Y.-j., Li, X.-g., Huang, Y.-g., Wei, S.-s., & Zeng, G.-s. (2008). Comparison of rheological analytic model with numerical simulation in powder injection molding filling process. *Journal of Central South University of Technology*, 15(1), 51-56.
- Majewska-Glabus, I., Zhuang, L., Vetter, R., & Duszczyk, J. (1995). Thermal debinding of Fe 3 Al-X metal powder compacts. *Journal of materials science*, 30(24), 6209-6217.
- Medvedovski, E., & Peltsman, M. (2012). Low pressure injection molding of advanced ceramic components with complex shapes for mass production. *Advanced Processing and Manufacturing Technologies for Structural and Multifunctional Materials VI*, 35-51.
- Quantum-Design (2020a). Thermal Transport Option. Repéré le 18 juin à https://www.qdusa.com/siteDocs/productBrochures/1084-500_PPMS_TTO.pdf
- Quantum-Design (2020b). Thermal Transport Option (TTO). Repéré le 01 juillet à <https://www.qdusa.com/products/ppms.html>
- Raymond, V. (2012). Metal Injection Molding Development: Modeling and Numerical Simulation of Injection with Experimental Validation. (*Masters thesis, École Polytechnique de Montréal*). Repéré à <https://publications.polymtl.ca/1030/>
- Rei, M., Milke, E., Gomes, R., Schaeffer, L., & Souza, J. (2002). Low-pressure injection molding processing of a 316-L stainless steel feedstock. *Materials Letters*, 52(4-5), 360-365.

- Samanta, S. K., Chattopadhyay, H., Pustal, B., Berger, R., Godkhindi, M. M., & Bührig-Polaczek, A. (2008). A numerical study of solidification in powder injection molding process. *International journal of heat and mass transfer*, 51(3-4), 672-682.
- Sardarian, M., Mirzaee, O., & Habibolahzadeh, A. (2017a). Influence of injection temperature and pressure on the properties of alumina parts fabricated by low pressure injection molding (LPIM). *Ceramics International*, 43(6), 4785-4793.
- Sardarian, M., Mirzaee, O., & Habibolahzadeh, A. (2017b). Mold filling simulation of low pressure injection molding (LPIM) of alumina: Effect of temperature and pressure. *Ceramics International*, 43(1), 28-34.
- Sardarian, M., Mirzaee, O., & Habibolahzadeh, A. (2017c). Numerical simulation and experimental investigation on jetting phenomenon in low pressure injection molding (LPIM) of alumina. *Journal of Materials Processing Technology*, 243, 374-380.
- Thomas, Y., Baril, E., Hetu, J. F., & Ilinca, F. (2009). Development of titanium dental implant by MIM: experiments and simulation. *Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials-2009*, 4-81-84-94.
- Thornagel, M. (2010). Simulating flow can help avoid mould mistakes. *Metal Powder Report*, 65(3), 26-29.
- Trad, M. A. B., Demers, V., Côté, R., Sardarian, M., & Dufresne, L. (2020). Numerical simulation and experimental investigation of mold filling and segregation in low-pressure powder injection molding of metallic feedstock. *Advanced Powder Technology*.
- Tseng, H.-C., Chang, Y.-J., Tien, C.-H., & Hsu, C.-H. (2014). Prediction of powder concentration for filling simulation of metal injection molding. Dans *SPE Annual Tech meeting*.

- Wang, W., Li, X., & Han, X. (2012). Numerical simulation and experimental verification of the filling stage in injection molding. *Polymer Engineering & Science*, 52(1), 42-51.
- Xie, P., Guo, F., Jiao, Z., Ding, Y., & Yang, W. (2014). Effect of gate size on the melt filling behavior and residual stress of injection molded parts. *Materials & Design*, 53, 366-372.
- Yin, H., Wang, Q., Qu, X., Jia, C., & Johnson, J. L. (2011). Computational simulation and experimental analysis of the mold-filling process in μ PIM. *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 21(4), 045023.
- Zhang, M. M., & Lin, B. (2007). Simulation of ceramic injection molding for zirconia optical ferrule. Dans *Key Engineering Materials* (Vol. 336, pp. 997-1000). Trans Tech Publ. doi: <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/KEM.336-338.997>. Repéré à <https://www.scientific.net/KEM.336-338.997>
- Zheng, Z.-X., Wei, X., Zhou, Z.-Y., & Zhu, Q.-L. (2008). Numerical simulation of tungsten alloy in powder injection molding process. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 18(5), 1209-1215.