

Étude des mélanges utilisés en moulage par injection des poudres métalliques à base de superalliages

par

David LANGLAIS

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 19 NOVEMBRE 2021

ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE
UNIVERSITÉ DU QUÉBEC



David Langlais, 2021



Cette licence [Creative Commons](#) 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. Vladimir Brailovski, codirecteur de mémoire
Département de génie mécanique à l'École de technologie supérieure

Mme Martine Dubé, présidente du jury
Département de génie mécanique à l'École de technologie supérieure

Mme Nicole R. Demarquette, 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 15 NOVEMBRE 2021

À L'ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE

REMERCIEMENTS

Je tiens à remercier M. Vincent Demers et M. Vladimir Brailovski pour avoir fait de ce travail un projet agréable et enrichissant grâce leur bonne humeur, leur curiosité intellectuelle et surtout leur implication qui font d'eux de remarquables professeurs.

J'aimerais également remercier Salah Eddine Brika, Morgan Letenneur, Atefah Ayatollahi Tafti et Francis Ares pour leur support dans mon apprentissage des différents appareils utilisés dans ce travail.

Étude des mélanges utilisés en moulage par injection des poudres métalliques à base de superalliages

David LANGLAIS

RÉSUMÉ

Le moulage par injection des poudres métalliques est un procédé qui permet de fabriquer des pièces complexes en forme finale avec une précision dimensionnelle adéquate et d'excellentes propriétés mécaniques. Ce procédé s'exécute en quatre étapes. Premièrement, le mélange est formulé à partir d'une poudre métallique et d'un liant polymérique fondu; deuxièmement, ce mélange poudre-liant est injecté dans la cavité d'un moule, refroidi, et puis éjecté du moule; troisièmement, cette pièce est déliantée afin d'en retirer le liant; et quatrièmement, le frittage permet de consolider la pièce par diffusion à l'état solide du métal et finalement de produire une pièce métallique dense. Toutes ces étapes sont importantes, mais l'injection est particulièrement cruciale, car des défauts critiques peuvent y subvenir telles des fissures, des porosités ou des distorsions. Son succès repose sur le contrôle de la fluidité du mélange poudre-liant où plusieurs facteurs entrent en jeu, soit les paramètres d'injection, les caractéristiques de la poudre et la formulation du liant. Bien que l'influence générale de chacun de ces facteurs ait été observée, la corrélation entre ces paramètres et la moulabilité d'un mélange demeure complexe et la prédiction efficace des performances d'un mélange poudre-liant n'est encore possible que par des essais d'injections à l'échelle réelle ou des essais rhéologiques sur les mélanges qui sont des méthodes qui consomment beaucoup de ressources. Ainsi, le développement du procédé de moulage par injection des poudres métalliques est encore aujourd'hui limité par le manque de connaissances sur les mécaniques fondamentales de la rhéologie des mélanges poudre-liant. Le but de ce travail est d'étudier certaines de ces mécaniques par l'observation exclusive de l'impact des caractéristiques des poudres sèches sur l'étape d'injection, en conservant les paramètres d'injection et la formulation du liant constants afin d'en isoler l'effet. Pour ce faire, quatre poudres d'acier inoxydable de formes et de tailles différentes ont, dans un premier temps, été caractérisées à l'aide du rhéomètre à poudre FT4 afin de générer quatorze métriques décrivant leur comportement à l'écoulement. Par la suite, ces poudres ont été combinées à un liant afin de produire quatre mélanges poudre-liant dont le profil de viscosité a été mesuré par un rhéomètre rotatif. Finalement, l'aptitude des mélanges à être injectés (c.-à-d., leur moulabilité) a été évaluée pas des essais d'injections à l'échelle réelle. Les résultats ont démontré une forte corrélation entre la moulabilité et la viscosité à l'état fondu, confirmant le fait connu que la moulabilité peut être prédictive efficacement par des essais rhéologiques sur les mélanges. Or, de fortes corrélations ont également été observées entre la moulabilité et plusieurs métriques obtenues par l'approche de la rhéologie des poudres sèches, particulièrement la densité en vrac conditionnée (*CBD*) et l'énergie d'écoulement fondamentale normalisée (*NBFE*). Puisque la rhéologie sèche demande moins de ressources que la rhéologie des mélanges, cette méthode devient alors très prometteuse pour faciliter le développement et l'optimisation de mélanges poudre-liant pour l'étape d'injection.

Mots clés: Rhéologie des poudres sèches, Rhéologie des mélanges, Coulabilité des poudres, Moulabilité, Injection des poudres métalliques (MIM), Poudre métallique

Study of the feedstocks used in the metal injection molding of superalloys

David LANGLAIS

ABSTRACT

Metal injection molding is a process enabling net-shape production of intricate parts with adequate dimensional accuracy and excellent mechanical properties. This process consists in four steps. First, the powder is mixed with a molten binder to produce the feedstock; second, the feedstock is injected into a mold cavity, cooled down, and then ejected from the mold; third, a debinding process is applied to the part to remove the binder; and fourth, sintering consolidates the part by solid-state diffusion which finally generates a dense metallic part. All these steps are important, but the injection is particularly critical since it can generate part-impairing defects such as cracks, voids and distortions. Its success depends on adequate control of the feedstock's fluidity, where injection parameters, powders characteristics and binder formulation are all factors at play. Although the general influence of each of these factors is well-known, their correlation with moldability is still too complex to allow efficient prediction of the feedstock performance during injection other than by real-scale injections or by melt rheology which are resource-intensive methods. In other words, development of the metal injection molding process is still impaired today by the lack of knowledge about the fundamental mechanisms of the rheological behavior of feedstocks. The objective of this work is to study some of these mechanisms by the exclusive observation of the impacts of dry powder characteristics on the injection step, which means that the injection parameters and the binder formulation remain unchanged, in order to isolate its influence. Four stainless-steel powders of different sizes and shapes were first characterized by the FT4 powder rheometer which generated fourteen metrics describing their flow properties. Following, each powder was mixed with the same molten binder to produce four feedstocks that were measured with a rotational rheometer to obtain their viscosity profile. Finally, the performance of the feedstock during the injection (i.e., the moldability) was evaluated by real-scale injections. The results demonstrated a strong correlation between moldability and melt viscosity, which confirms that moldability can be efficiently predicted by melt rheology although this method remains resource-intensive. Yet, strong correlations of the moldability were also observed with many metrics obtained by the dry powder rheology, especially the conditioned bulk density (*CBD*) and the normalized basic flow energy (*NBFE*). Considering that dry powder rheology requires much less resources than melt rheology, this method shows good promise to enhance the development and optimization of feedstocks for the injection step.

Keywords: Dry powder rheology, Melt rheology, Powder flowability, Feedstock moldability, Metal injection molding (MIM), Metallic powder

TABLE DES MATIÈRES

| | Page |
|---|------|
| INTRODUCTION | 1 |
| CHAPITRE 1 REVUE DE LITTÉRATURE | 3 |
| 1.1 Le moulage par injection des poudres métalliques | 3 |
| 1.1.1 Le procédé MIM | 3 |
| 1.1.1.1 Le mélange poudre-liant | 4 |
| 1.1.1.2 L'injection | 5 |
| 1.1.1.3 Le déliantage | 6 |
| 1.1.1.4 Le frittage | 7 |
| 1.1.2 Capacité du MIM et pertinence industrielle | 7 |
| 1.1.3 Les variantes du MIM | 10 |
| 1.2 Caractérisation des poudres sèches | 11 |
| 1.2.1 Caractéristiques des poudres | 13 |
| 1.2.2 Propriétés à l'état libre | 16 |
| 1.2.2.1 Écoulement dynamique (rhéomètre à poudre FT4) | 16 |
| 1.2.2.2 Paramètres de densification | 20 |
| 1.2.2.3 Vitesse d'écoulement | 22 |
| 1.2.2.4 Angle de repos | 24 |
| 1.2.2.5 Observation visuelle | 25 |
| 1.2.2.6 Écoulement des poudres à l'état libre en fonction de leurs caractéristiques | 26 |
| 1.2.3 Propriétés à l'état aéré | 27 |
| 1.2.3.1 Lit de fluidisation | 27 |
| 1.2.3.2 Test d'aération (rhéomètre à poudre FT4) | 29 |
| 1.2.4 Propriétés à l'état consolidé | 30 |
| 1.2.4.1 Cellule de cisaillement | 31 |
| 1.2.4.2 Compressibilité | 33 |
| 1.2.4.3 Perméabilité (rhéomètre à poudre FT4) | 35 |
| 1.2.4.4 Écoulement des poudres à l'état consolidé en fonction de leurs caractéristiques | 36 |
| 1.3 Caractérisation des mélanges poudre-liant | 37 |
| CHAPITRE 2 PROBLÉMATIQUE ET OBJECTIFS | 39 |
| CHAPITRE 3 MÉTHODOLOGIE EXPÉRIMENTALE | 41 |
| 3.1 Caractérisation des poudres sèches | 41 |
| 3.2 Rhéologie des poudres sèches | 44 |
| 3.3 Rhéologie des mélanges poudre-liant | 47 |
| 3.4 Essais d'injection à l'échelle réelle | 49 |

| | | |
|------------|--|----|
| CHAPITRE 4 | RHEOLOGY OF DRY POWDERS AND METAL INJECTION MOLDING FEEDSTOCKS FORMULATED ON THEIR BASE | 51 |
| 4.1 | Abstract..... | 51 |
| 4.2 | Introduction..... | 52 |
| 4.3 | Materials and methods | 57 |
| 4.3.1 | Dry powder characterization..... | 57 |
| 4.3.2 | Powder rheology | 60 |
| 4.3.2.1 | Powder characterization under free surface conditions | 61 |
| 4.3.2.2 | Powder characterization under aerated conditions | 62 |
| 4.3.2.3 | Powder characterization under packed conditions..... | 63 |
| 4.3.3 | MIM feedstock characterization | 65 |
| 4.3.4 | Statistical analysis..... | 66 |
| 4.4 | Results..... | 67 |
| 4.4.1 | Dry powder rheology | 67 |
| 4.4.1.1 | Powder characterization in free surface conditions | 67 |
| 4.4.1.2 | Powder characterization in aerated conditions | 70 |
| 4.4.1.3 | Powder characterization in packed conditions..... | 72 |
| 4.4.2 | Feedstock melt rheology and injected length..... | 74 |
| 4.5 | Discussion..... | 76 |
| 4.6 | Conclusion | 79 |
| | CONCLUSION..... | 81 |
| | RECOMMANDATIONS | 83 |
| | LISTE DE RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES..... | 85 |

LISTE DES TABLEAUX

| | Page | |
|-------------|--|----|
| Tableau 1.1 | Comparaison du MIM avec d'autres techniques de fabrication Adapté de Heaney (2012, p. 30)..... | 9 |
| Tableau 1.2 | Comparaison entre les procédés LPIM et HPIM Adapté de Demers (2019)..... | 10 |
| Tableau 1.3 | Comparaison de l'elongation et la circularité | 16 |
| Tableau 1.4 | Coulabilité en fonction de <i>CI</i> et <i>HR</i> selon Carr Tiré de USP (2015) | 21 |
| Tableau 1.5 | Coulabilité selon l'angle de repos d'après Carr Tiré de Carr (1965)..... | 25 |
| Tableau 1.6 | Critère de coulabilité en fonction de l'apparence visuelle de la poudre Adapté de Spierings et al. (2016)..... | 26 |
| Tableau 1.7 | Comportement à l'écoulement selon la métrique <i>ffc</i> Tiré de Schwedes (2003)..... | 32 |
| Tableau 4.1 | Characteristics of the powders | 60 |
| Tableau 4.2 | Characteristics of the binder constituents | 66 |

LISTE DES FIGURES

| | Page | |
|-------------|--|----|
| Figure 1.1 | Les quatre étapes de mise en forme du procédé MIM Adaptée de Demers (2019) | 4 |
| Figure 1.2 | (a) Système de moulage complet avec vis à mouvement alternatif et (b) défauts d'injection en fonction de la vitesse et la pression selon le temps Tirées de German et Bose (1997, p. 100 et 148) | 6 |
| Figure 1.3 | Schématisation du déliançage Adaptée de German et Bose (1997, p. 185)..... | 6 |
| Figure 1.4 | Évolution de la microstructure lors du frittage Adaptée de German et Bose (1997, p. 226)..... | 7 |
| Figure 1.5 | Niche industrielle du PIM Tirée de German et Bose (1997, p.301) | 8 |
| Figure 1.6 | Quelques pièces fabriquées par le MIM Tirée de metalitec.zriha.com..... | 9 |
| Figure 1.7 | Différences entre les diamètres équivalents d'une particule Tirée de Trottier et Dhodapkar (2014)..... | 14 |
| Figure 1.8 | Effet du choix de l'unité de fréquence sur la PSD Tirée de Trottier et Dhodapkar (2014) | 15 |
| Figure 1.9 | Test d'écoulement dynamique du rhéomètre FT4 Tirée de freemantech.co.uk | 17 |
| Figure 1.10 | Exemple de résultats obtenus à partir d'un test d'écoulement dynamique Tirée de Leturia et al. (2014) | 19 |
| Figure 1.11 | Période basée sur le couple mesuré selon différentes poudres Tirée de Li et al. (2018)..... | 20 |
| Figure 1.12 | <i>FRI</i> en fonction de <i>HR</i> pour différentes poudres Tirée de Leturia et al. (2014) | 22 |
| Figure 1.13 | Débitmètre à entonnoir de Hall Tirée de ASTM B213-20 (2020)..... | 23 |
| Figure 1.14 | Principe de (a) l'angle de repos (<i>AOR</i>) et (b) l'angle d'avalanche Tirées de Krantz et al. (2009) | 25 |
| Figure 1.15 | Appareil typique pour la caractérisation de la fluidisation Tirée de ASTM D7743-12 (2012)..... | 28 |

| | | |
|-------------|--|----|
| Figure 1.16 | Modèle de fluidisation selon Geldart Tirée de ASTM D7743-12 (2012) | 29 |
| Figure 1.17 | Test d'aération du rhéomètre FT4 Tirée de freemantech.co.uk | 30 |
| Figure 1.18 | Cellules de cisaillement en (a) translation, ainsi qu'en rotation pour le modèle (b) annulaire et (c) celui du rhéomètre à poudre FT4 Adaptée de freemantech.co.uk | 31 |
| Figure 1.19 | Test de compressibilité du rhéomètre FT4 Adaptée de freemantech.co.uk | 34 |
| Figure 1.20 | Compressibilité en fonction du facteur de coulabilité (ff_c) Tirée de Leturia et al. (2014)..... | 34 |
| Figure 1.21 | Test de perméabilité du rhéomètre FT4 Tirée de freemantech.co.uk | 35 |
| Figure 1.22 | Différents types de moules pour évaluer la moulabilité: (a) spiral, adaptée de Lamarre, Demers, et Chatelain (2017); (b) zigzag, adaptée de Karataş, Sözen, Arcaklıoglu, et Erguney (2008); et (c) cunéiforme, adaptée de Demers, Turenne, et Scalzo (2015)..... | 37 |
| Figure 1.23 | Profile de viscosité typique d'un mélange basse pression Adaptée de Gholami et Demers (2018)..... | 38 |
| Figure 3.1 | (a) Analyseur par diffraction laser Beckman Coulter LS 13 320, tirée de beckman.com, (b) courbe cumulative typique de la distribution des tailles, tirée de German et Bose (1997, p. 62), (c) microscope électronique à balayage Hitachi S-3600N, tirée de semservice.com, et (d) exemple d'image obtenue par MEB et (e) suite à la segmentation | 43 |
| Figure 3.2 | (a) Pycnomètre Micromeritics AccuPyc II 1340, tirée de micromeritics.com, et (b) schéma du principe de fonctionnement du pycnomètre, adaptée de Van Vlierberghe, Graulus, Keshari Samal, Van Nieuwenhove, et Dubruel (2014)..... | 44 |
| Figure 3.3 | Le rhéomètre à poudre FT4 Adaptée de micromeritics.com | 45 |
| Figure 3.4 | Outils du FT4 : (a) lame, (b) piston ventillé et (c) tête de cisaillement Tirées de freemantech.co.uk et micromeritics.com | 46 |
| Figure 3.5 | (a) Récipient du FT4 et son mécanisme de nivellation ainsi que (b) les deux types de bases Adaptées de freemantech.co.uk..... | 46 |

| | | |
|------------|--|----|
| Figure 3.6 | (a) Le rhéomètre rotatif MCR 302 de Anton-Paar, tirée de medicalexpo.com, (b) la géométrie de test des cylindres concentriques, adaptée de seis.bristol.ac.uk, et (c) les trois types de comportements rhéologiques | 48 |
| Figure 3.7 | (a) Presse à injection basse pression actuelle de l'ETS ainsi que (b) le prototype original, adaptée de Lamarre et al. (2017) et (c) le moule spiral (dimensions en mm), adaptée de Lamarre et al. (2017)..... | 50 |
| Figure 4.1 | SEM images of dry powders: (a) G-12, (b) W-10, (c) W-7, and (d) W-3 | 58 |
| Figure 4.2 | Particle size distributions obtained using (a-b) laser diffraction and (c-d) image analysis | 59 |
| Figure 4.3 | Schematic representation of the FT4 powder rheometer setups used to characterize dry powders under different stress conditions Adapted from Freeman Technology (2016) | 61 |
| Figure 4.4 | Summary of the shear test methodology to obtain the cohesion parameter (τ_0) and calculate the flow factor ($ff\gamma$) Adapted from ASTM International (2015c)..... | 65 |
| Figure 4.5 | Parameters measured in free surface conditions: (a) conditioned bulk density (CBD), (b) descending flow energy (FED), (c) specific energy (SE), (d) stability index (SI), (e) basic flow energy (BFE), and (f) flow rate index (FRI) | 70 |
| Figure 4.6 | Parameters measured in aerated conditions: (a) aerated energy (AE), and (b) aeration ratio (AR)..... | 71 |
| Figure 4.7 | Parameters measured in packed conditions: (a) compressibility (CPS), (b) pressure drop (PD), (c) shear stress (τ), (d) cohesion parameter (τ_0), (e) and flow factor ($ff\gamma$) | 74 |
| Figure 4.8 | (a) Viscosity profile (90°C), and (b) spiral flow distance (SFD) for feedstocks formulated with powders G-12, W-10, W-7, and W-3 | 76 |
| Figure 4.9 | Interrelations between the spiral flow distance (SFD), feedstock melt viscosity (a), and dry powder rheology metrics (b-o)..... | 78 |

LISTE DES SYMBOLES ET UNITÉS DE MESURE

| | |
|--------------------------|--|
| <i>AD</i> | Densité apparente |
| <i>AE</i> | Énergie aérée |
| <i>AE</i> ₄ | Énergie aérée pour un écoulement d'air de 4 mm/s |
| <i>AR</i> | Ratio d'aération |
| <i>BFE</i> | Énergie d'écoulement basique |
| <i>CPS</i> | Compressibilité |
| <i>CPS</i> ₁₅ | Compressibilité pour une contrainte de compression de 15 kPa |
| <i>CBD</i> | Densité en vrac conditionnée |
| <i>D</i> ₁₀ | Taille de particule au 10 ^e rang centile |
| <i>D</i> ₅₀ | Taille de particule au 50 ^e rang centile |
| <i>D</i> ₉₀ | Taille de particule au 90 ^e rang centile |
| <i>FE</i> | Énergie d'écoulement |
| <i>FE</i> _A | Énergie d'écoulement durant l'ascension de la lame |
| <i>FE</i> _D | Énergie d'écoulement durant la descente de la lame |
| <i>FE</i> _{D11} | Énergie d'écoulement durant la 11 ^e descente de la lame |
| <i>ff</i> _c | Facteur d'écoulement |
| <i>FRI</i> | Indice du taux d'écoulement |
| <i>m</i> _{cond} | Masse conditionnée de l'échantillon de poudre |
| <i>NBFE</i> | Énergie d'écoulement basique normalisée |
| <i>PD</i> | Chute de pression |
| <i>PD</i> ₁ | Chute de pression pour une contrainte de compression de 1 kPa |
| <i>SE</i> | Énergie spécifique |

| | |
|----------------------|--|
| SFD | Longueur d'écoulement en spirale |
| SI | Indice de stabilité |
| V_{comp} | Volume comprimé de l'échantillon de poudre |
| V_{cond} | Volume conditionné de l'échantillon de poudre |
| $\dot{\gamma}_{ref}$ | Taux de cisaillement de référence |
| σ_1 | Contrainte de consolidation |
| σ_c | Limite mécanique non confinée |
| τ | Limite mécanique en cisaillement |
| τ_0 | Paramètre de cohésion |
| τ_7 | Limite mécanique en cisaillement pour une contrainte de compression de 7 kPa |

INTRODUCTION

Le moulage par injection des poudres métalliques (*metal injection molding* ou MIM) est un procédé qui permet de rentabiliser la fabrication de pièces métalliques de formes complexes en haut volume de production. Cette technique permet une mise en forme finale ou presque, ce qui veut dire que peu ou pas d'opérations subséquentes seront nécessaires pour finaliser la forme de la pièce. Cela est particulièrement avantageux pour des matériaux qui sont difficilement usinable comme l'acier inoxydable ou le titane. Pour ces raisons, le procédé MIM est couramment utilisé dans les domaines de l'aérospatiale, du médical et des produits de consommateurs, entre autres.

Le procédé MIM consiste en quatre étapes principales, dont 1) le mélange de la poudre métallique avec un polymère fondu pour générer un mélange poudre-liant, 2) l'injection de ce mélange dans la cavité d'un moule, son refroidissement et puis son éjection, 3) le déliantage où le liant est retiré en majorité ou en totalité de la pièce, et 4) le frittage où la pièce métallique est consolidée par diffusion à l'état solide. Bien que toutes ces étapes soient importantes, une attention particulière doit être portée à l'étape d'injection où l'intégrité de la pièce peut se retrouver compromise par des défauts majeurs, tels des fissures ou des vides. L'injection est cependant complexe puisque le comportement rhéologique du mélange poudre-liant est affecté à la fois par les paramètres d'injection (ex. : température, pression), les caractéristiques de la poudre (ex. : taille, forme) et la formulation du liant. Bien que l'influence générale de chacun de ces intrants soit connue, le manque de connaissance sur les mécanismes fondamentaux affectant la rhéologie des mélanges poudre-liants fait en sorte que leur optimisation se réalise par de longs et coûteux tests par essais et erreurs, ce qui pose un handicap au développement de cette technologie. Le présent travail vise à approfondir les connaissances de l'impact des caractéristiques des poudres sur la rhéologie des mélanges poudres-liants et idéalement d'en permettre la prédiction, et ce, par l'utilisation de techniques de caractérisation innovantes n'ayant pas encore été appliquées au domaine du MIM.

Le premier chapitre consiste en une revue de littérature où le procédé MIM est tout d'abord présenté plus en détail, et est ensuite suivie d'une présentation des diverses techniques actuelles de caractérisation des poudres et des mélanges poudre-liant. Par la suite, le deuxième chapitre présente clairement la problématique étudiée par ce travail ainsi que les objectifs fixés pour y remédier. Le chapitre trois consiste en une présentation complémentaire de la méthodologie, puisque celle-ci est déjà élaborée en profondeur dans l'article scientifique se trouvant au chapitre quatre, où l'on retrouve la présentation et l'analyse des résultats.

CHAPITRE 1

REVUE DE LITTÉRATURE

Ce chapitre débute par une explication générale du procédé étudié, le moulage par injection des poudres. Suivent alors deux autres sections sur la caractérisation des poudres sèches et la caractérisation des mélanges poudre-liant, dont l'application est essentielle au contrôle du procédé et qui permettront de présenter la problématique et les objectifs du projet au prochain chapitre.

1.1 Le moulage par injection des poudres métalliques

Suivant de près les développements technologiques de l'injection plastique, le moulage par injection des poudres connaît sa première application commerciale vers les années 1930 avec la mise en forme d'une enveloppe en céramique pour les bougies d'allumage. C'est vers les années 1970 que cette technologie verra émerger sa variante métallique, connue en anglais sous le nom de *Metal Injection Molding* (MIM), qui représente aujourd'hui la vaste majorité des pièces fabriquées par injection des poudres (German, 2012). Afin de brosser un portrait global de ce procédé, les prochaines sections aborderont spécifiquement les étapes du procédé MIM, sa pertinence industrielle et ses variantes.

1.1.1 Le procédé MIM

Essentiellement, le procédé MIM consiste en une séquence de quatre étapes illustrées à la Figure 1.1. Première étape, le mélange poudre-liant est préparé en mélangeant la poudre au liant polymérique fondu. La deuxième étape consiste en l'injection de ce mélange visqueux dans la cavité d'un moule, sa solidification par refroidissement, et son éjection du moule pour former la pièce à vert. Troisième étape, le déliantage est effectué afin de retirer le liant de la pièce injectée pour obtenir une pièce dite à brun. À la quatrième et dernière étape, la pièce est frittée à haute température afin de permettre la consolidation des particules métalliques par

diffusion à l'état solide afin d'obtenir une pièce métallique dense aussi appelée pièce à gris. Les sous-sections suivantes élaborent brièvement chacune de ces étapes.

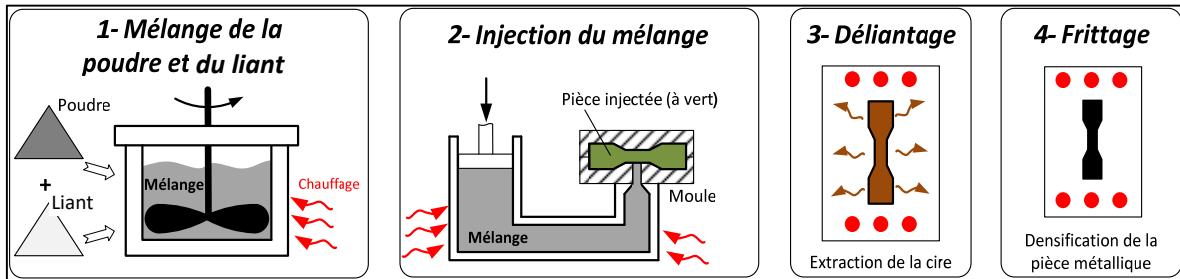


Figure 1.1 Les quatre étapes de mise en forme du procédé MIM
Adaptée de Demers (2019)

1.1.1.1 Le mélange poudre-liant

Le rôle du liant est d'agir comme agent de transport afin d'acheminer la poudre métallique dans le moule. Une cire est souvent utilisée à cet effet, mais les liants sont souvent composés de plusieurs ingrédients afin de tailler sur mesure le comportement d'écoulement du mélange lors de l'injection. Par exemple, on peut y ajouter un agent épaississant tel que l'éthylène-acétate de vinyle afin d'en augmenter la viscosité, ou encore un agent surfactant tel que l'acide stéarique afin d'assurer un meilleur mouillage entre les particules de poudre solide et le liant liquide. Ali, Demers, Cote, et Demarquette (2020) ont démontré que l'acide stéarique réduit la viscosité du mélange, permettant ainsi d'en augmenter la proportion de poudre métallique et conséquemment de maximiser les propriétés mécaniques de la pièce finale. Bien que cet effet n'ait pas été observé clairement dans cet article, l'impact de l'agent surfactant est probablement influencé par taille et la forme des particules; ces caractéristiques déterminent la surface spécifique d'une poudre, et donc la surface totale d'interaction entre la poudre et le liant. La préparation du mélange débute par le chauffage suffisant du liant afin de le faire fondre, mais sans trop, afin d'éviter sa dégradation (c.-à-d., chauffage typiquement sous 120 °C). Par la suite, la poudre métallique y est intégrée et mélangée jusqu'à l'obtention d'un produit homogène.

1.1.1.2 L'injection

L'injection consiste à acheminer le mélange poudre-liant dans le moule. Un exemple de système de moulage complet est présenté à la Figure 1.2a. Le système de moulage se divise principalement en deux parties incluant le moule et le système d'injection. Le moule est typiquement une coquille permanente formée de deux cavités ou plus s'assemblant temporairement afin de former la cavité de la pièce à fabriquer. Suite à l'injection, le mélange est refroidi, solidifié, puis les cavités sont séparées afin de permettre l'éjection de la pièce à vert. Les parties du moule sont généralement maintenues à une température légèrement inférieure à la température de solidification du mélange afin de permettre un refroidissement uniforme. Le système d'injection quant à lui peut prendre différentes formes, comme par exemple une vis à mouvement alternatif telle qu'illustrée à la Figure 1.2a, où la vis produit un mouvement rotatif et translatif afin de transporter le mélange et produire la pression nécessaire pour l'injection. Peu importe le système d'injection, il est chauffé afin de conserver le mélange à son état visqueux, et il est contrôlé en débit volumique, en pression d'injection, ou bien selon ces deux modes. Ces paramètres d'injection sont particulièrement critiques, car un contrôle inadéquat peut mener à plusieurs défauts majeurs. En effet, tel que l'on peut le constater en observant la Figure 1.2b, un débit trop élevé au début de l'injection causera un phénomène de jet pulvérisant le mélange poudre-liant sur les parois opposées du moule et ainsi un refroidissement en surface beaucoup plus rapide que pour le reste de la pièce (phénomène aussi connu en anglais sous le nom de *jetting*). À l'inverse, un débit trop faible au début de l'injection causera un *short shot*, où le moule ne se remplira pas complètement, car le mélange se solidifiera prématurément. Suite aux premiers instants de l'injection, en approchant le remplissage complet du moule, il faut éviter de conserver un débit d'injection trop élevé ou encore d'appliquer une pression d'injection trop forte, car le mélange va déborder du moule générant ainsi des bavures (*flashes*). Finalement, une fois le moule bien rempli, une pression est maintenue pendant quelques instants afin de pallier le rétrécissement de la pièce engendré par son refroidissement. À défaut de maintenir une pression suffisante, des vides (*voids*) seront présents dans la pièce finale, alors que le maintien d'une pression trop élevée causera des fissures (*cracks*).

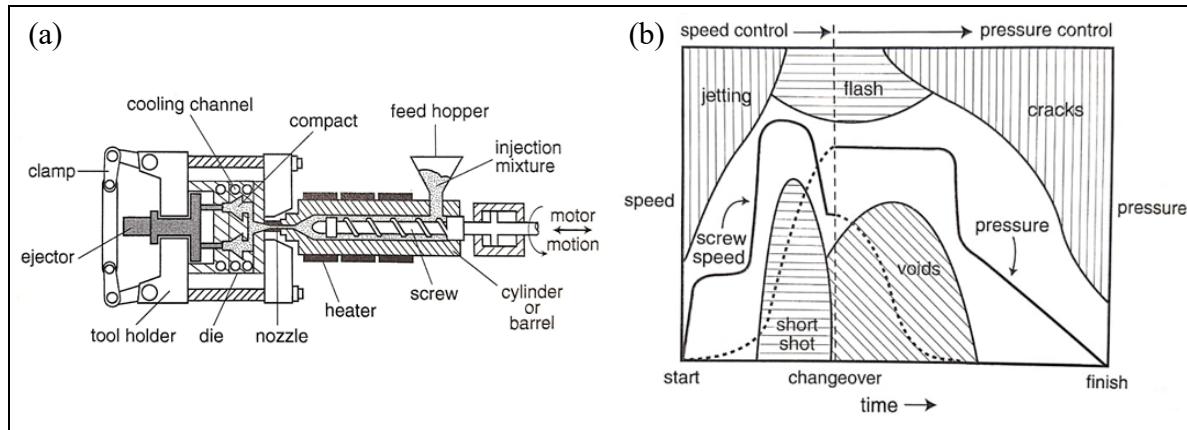


Figure 1.2 (a) Système de moulage complet avec vis à mouvement alternatif et (b) défauts d'injection en fonction de la vitesse et la pression selon le temps

Tirées de German et Bose (1997, p. 100 et 148)

1.1.1.3 Le déliantage

Le déliantage vise à retirer partiellement ou totalement le liant de la pièce avant le frittage. Pour ce faire, une multitude de techniques thermiques, chimiques ou thermochimiques peuvent être utilisées, mais le choix est souvent limité par les types de polymères à retirer de la pièce à vert. Par exemple, un déliantage par solvant est typiquement utilisé pour la cire tandis qu'un déliantage thermique permettra de décomposer thermiquement les polymères non solubles. La Figure 1.3 présente une schématisation du processus de déliantage, où l'on peut voir que le liant (en gris pâle) est progressivement retiré de la pièce et où l'on constate qu'une petite quantité de liant demeure entre les particules. Ces ponts serviront à soutenir la pièce jusqu'au frittage et y seront éliminés thermiquement par la même occasion.

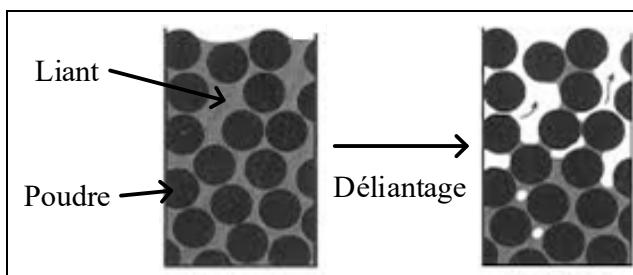


Figure 1.3 Schématisation du déliantage
Adaptée de German et Bose (1997, p. 185)

1.1.1.4 Le frittage

Le frittage est une opération qui vise à consolider la pièce par diffusion à l'état solide des particules métalliques. En d'autres mots, la pièce est chauffée à une température proche de son point de fusion afin de permettre des phénomènes de transport de masse entre les particules métalliques. Cela aura pour effet de rapprocher les particules entre elles, et ainsi de produire la densification et le rétrécissement de la pièce afin d'atteindre une densité finale généralement supérieure à 95 % de la densité du matériau corroyé. Tel qu'illustré à la Figure 1.4, la poudre libre qui est chauffée passe par plusieurs stades (stade initial et intermédiaire) pour favoriser la formation de joints interparticulaires, qui se regroupent pour finalement former des joints de grains pendant le stade final du frittage.

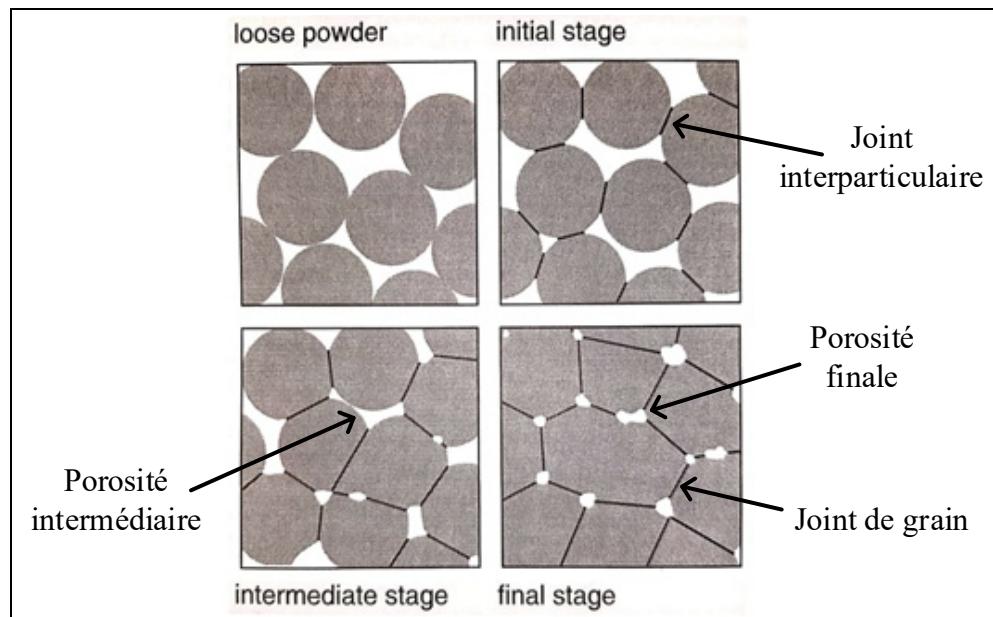


Figure 1.4 Évolution de la microstructure lors du frittage
Adaptée de German et Bose (1997, p. 226)

1.1.2 Capacité du MIM et pertinence industrielle

Tel qu'illustré à la Figure 1.5, le procédé MIM devient particulièrement intéressant par rapport à d'autres procédés conventionnels de fabrication lorsque les pièces sont de forme complexe

et fabriquées en haut volume de production. En effet, plusieurs facteurs en font un procédé coûteux, dont la séquence de mélange, injection, déliantage et frittage, mais aussi le coût de l'outillage et des poudres fines. Les procédés de pressage uniaxe (*press and sinter*) et de coulée sous pression (*die casting*) sont alors comparativement moins coûteux lorsque les pièces à fabriquer ne sont pas trop complexes et en permettent l'utilisation. Dans le même ordre d'idée, le procédé de coulée par modèle perdu s'avère également moins coûteux pour les pièces complexes mais seulement pour un faible volume de production. Le procédé MIM, qui peut utiliser tous types de métaux en poudre tels l'acier inoxydable ou le titane, possède cependant un avantage significatif par rapport aux procédés de moulage conventionnel du fait que ceux-ci sont limités à des métaux à bas point de fusion tel l'aluminium. Il est toutefois estimé qu'une production minimale d'environ 10 000 pièces par an est nécessaire afin de rentabiliser le procédé MIM (Kryacheck, 2004).

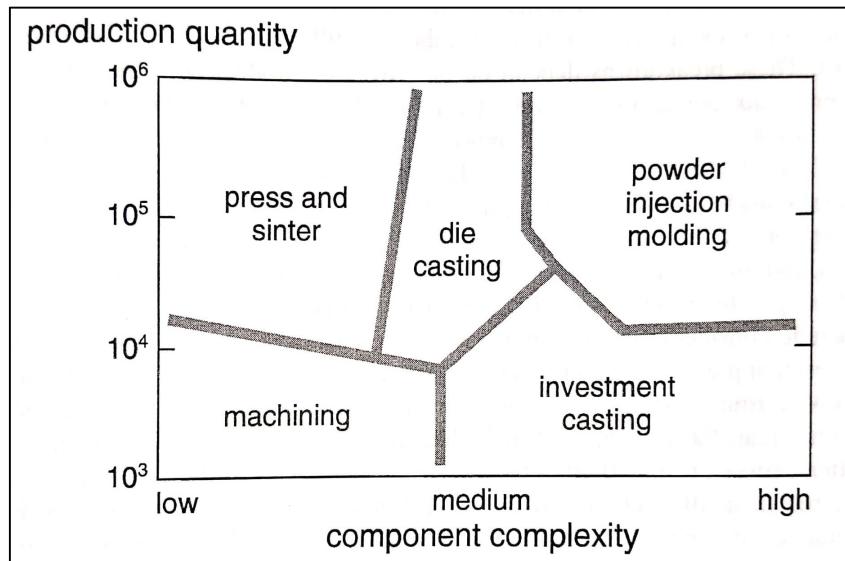


Figure 1.5 Niche industrielle du PIM
Tirée de German et Bose (1997, p.301)

Tel que résumé au Tableau 1.1, les pièces fabriquées par le procédé MIM offrent aussi plusieurs avantages, tels qu'une complexité accrue, une excellente résistance mécanique ainsi qu'un très bon fini de surface. Toutes ces caractéristiques font en sorte que les pièces fabriquées par le procédé MIM sont souvent en forme finale ou quasi-finale où peu ou pas d'opérations

additionnelles post-frittage sont nécessaires pour finaliser la pièce. Cela est particulièrement avantageux pour des matériaux difficilement usinables, comme l'acier inoxydable, les superalliages et le titane. En contrepartie, le procédé MIM est généralement limité à des pièces de petite taille dues aux contraintes du procédé.

Tableau 1.1 Comparaison du MIM avec d'autres techniques de fabrication
Adapté de Heaney (2012, p. 30)

| Caractéristique de la pièce | MIM | Métallurgie des poudres | Moulage | Usinage |
|--|-----------|-------------------------|---------|----------|
| Masse (g) | 0.030–300 | 0.1–10 000 | 1 et + | 0.1 et + |
| Épaisseur de mur (mm) | 0.025–15 | 2 et + | 5 et + | 0.1 et + |
| Résistance mécanique (%) de la valeur théorique) | 95–100 | 75–85 | 94–97 | 100 |
| Fini de surface (μm) | 0.3–1 | 2 | 3 | 100 |

Pour toutes ces raisons, le procédé MIM est couramment utilisé dans plusieurs domaines tels que l'aérospatiale, le médical, l'automobile et les biens courants de consommation. La Figure 1.6 montre quelques exemples de pièces fabriquées par ce procédé.



Figure 1.6 Quelques pièces fabriquées par le MIM
Tirée de metalitec.zriha.com

1.1.3 Les variantes du MIM

Depuis moins de 20 ans (Goncalves, 2001), une nouvelle variante du procédé MIM nommée le moulage par injection basse pression des poudres métalliques (LPIM) a été proposée. Typiquement, le procédé MIM est effectué en haute pression, aussi appelé le moulage par injection haute pression des poudres métalliques (HPIM). Le Tableau 1.2 offre une comparaison rapide entre ces deux variantes du procédé MIM.

Tableau 1.2 Comparaison entre les procédés LPIM et HPIM
Adapté de Demers (2019)

| | LPIM | HPIM |
|--|--------|----------|
| Viscosité du mélange poudre-liant (Pa·s) | 0.1-20 | 100-1000 |
| Pression d'injection maximale (MPa) | 1 | 200 |
| Température d'injection maximale (°C) | 120 | 200 |
| Force de serrage (kN) | 5 | 1000 |

L'utilisation d'une pression d'injection plus faible est doublement avantageuse puisque l'équipement de moulage est plus petit et donc moins dispendieux, ce qui permet de rentabiliser les faibles volumes de production, et où des formes plus complexes peuvent être fabriquées grâce à l'utilisation d'un mélange moins visqueux. En contrepartie, le contrôle des paramètres du procédé et des propriétés du mélange s'en retrouve d'autant plus critiques afin d'assurer la bonne fabrication de la pièce. En effet, l'un des défis les plus importants du LPIM est d'éviter la ségrégation, car dû à la plus basse viscosité du mélange, la poudre se sépare plus facilement du liant, ce qui entraîne des défauts de fabrication. D'autres variantes sont aussi en développement, comme le 2C-PIM, le Micro-PIM et le PSH-MIM. Le 2C-PIM vise à réaliser des pièces constituées de deux matériaux ou plus en effectuant un moulage simultané ou du surmoulage (Suri, 2012). Le Micro-PIM, pour sa part, consiste en un domaine où les pièces fabriquées comportent au moins une dimension inférieure à 100 µm (Piotter, 2015). Pour ce qui est du PSH-MIM, c'est une technique où l'on insère volontairement des porosités dans la pièce, pour par exemple en améliorer les propriétés d'échange thermique (Nishiyabu, Matsuzaki, & Tanaka, 2007).

1.2 Caractérisation des poudres sèches

La sélection de la poudre constitue un aspect crucial du procédé MIM puisque ce constituant contribue à définir le comportement de l'écoulement du mélange lors de l'injection, les propriétés de la pièce à vert et les propriétés de la pièce finale. En effet, les caractéristiques de la poudre influencent entre autres la viscosité mélange poudre-liant, la résistance mécanique de la pièce à vert et le rétrécissement de la pièce au frittage (German & Bose, 1997). En revanche, la caractérisation des poudres sèches demeure une étape relativement complexe car une multitude de techniques expérimentales peuvent être utilisées à cet effet (Ramakrishnan, 2020).

Les poudres peuvent être décrites selon leurs caractéristiques et leurs propriétés. Les caractéristiques telles que leur taille, leur forme, leur texture (par exemple, la rugosité) et leur densité sont typiquement utilisées pour décrire les particules. Les propriétés (aussi appelées propriétés en vrac) expliquent comment les particules interagissent entre elles et quantifient, en fait, la coulabilité d'un lot de poudre (c.-à-d., la facilité avec laquelle les particules glissent les unes par rapport aux autres). Par contre, la coulabilité d'une poudre ne peut être mesurée par un seul paramètre puisque cette dernière dépend à la fois des caractéristiques de la poudre mais aussi des conditions d'utilisation (Prescott & Barnum, 2000). Par exemple, une certaine poudre pourra bien s'écouler dans un certain type de silo, mais pas dans un autre. Krantz, Zhang, et Zhu (2009) ont confirmé ce fait en réalisant une comparaison entre différentes méthodes de caractérisation de la coulabilité. Ils ont démontré que la performance à l'écoulement prédictive par les méthodes dites « statiques » n'était pas nécessairement en accord avec les méthodes dites « dynamiques ». Plus précisément, les méthodes statiques décrivent un état où il y a peu ou pas d'énergie cinétique, comme lorsque la poudre se coince dans un silo, alors que les méthodes dynamiques impliquent des mouvements interparticulaires intenses, comme dans le transport pneumatique de poudres. Ces différentes méthodes engendrent essentiellement des contraintes différentes sur la poudre, ce qui affecte en retour la coulabilité. Les auteurs suggèrent alors que la meilleure méthode de caractérisation est celle qui se rapproche le plus des conditions du procédé dans lequel la poudre est utilisée. De plus,

si la poudre est soumise à différents niveaux de contraintes durant le processus, il faut alors utiliser plusieurs méthodes de caractérisation afin d'en brosser un portrait représentatif.

Étant donné la vaste gamme de techniques permettant de mesurer les propriétés des poudres, il apparaît judicieux d'établir des catégories afin de regrouper celles qui sont similaires. Les groupes des techniques utilisés dans ce travail sont ceux à l'état aéré, libre et consolidé tels que présentés par Leturia, Benali, Lagarde, Ronga, et Saleh (2014):

- L'état aéré où la poudre est très peu contrainte. La poudre est aérée à l'aide d'un jet d'air, ce qui combat l'effet de la gravité et sépare les particules réduisant ainsi le frottement entre ces dernières. Un exemple de cet état en industrie est le transport pneumatique des poudres.
- L'état libre représente des conditions faiblement ou moyennement contraintes. L'appellation "libre" vient du fait que la poudre est libre de s'écouler dans au moins une direction, comme l'écoulement au travers un entonnoir ou sous l'action d'un bras mélangeur.
- L'état consolidé représente des conditions fortement contraintes. Sous une pression suffisante, qui dépend des propriétés de la poudre, un lot de poudre devient tel un solide avec une résistance mécanique. Ce phénomène cause entre autres les blocages dans les silos.

La ligne est particulièrement mince en ce qui concerne les états libre et consolidé où plusieurs méthodes de tests pour l'état consolidé sont en mesure d'appliquer une contrainte relativement faible, alors que l'état libre est particulièrement sensible à la densité des particules. Ainsi, les gammes de contraintes générées par ces deux états peuvent se chevaucher. Pendant la caractérisation d'un lot de poudre, le terme « cohésive » permet de qualifier un lot de poudre possédant une faible coulabilité. La cohésion désigne en fait la propension de la poudre à exhiber des forces d'attraction interparticulaires, par exemple les forces de Van der Waals, les forces électrostatiques ou les forces de pont capillaire liées à l'humidité (Mostoufi, 2021). Lorsque les forces cohésives deviennent plus importantes que le poids des particules, il s'avère alors que la poudre affiche une tendance à s'agglomérer et à se comporter de plus en plus comme un solide. Une poudre cohésive est donc une poudre dont le comportement à

l'écoulement est gouverné par les forces de cohésion, ce qui est généralement un indicateur d'une moins bonne capacité à s'écouler dans un environnement non contraint (Lumay et al., 2012; Schulze, 2014).

Les prochaines sections présentent les principales méthodes de caractérisation des poudres sèches. Les méthodes permettant de mesurer les caractéristiques intrinsèques des poudres seront abordées en premier, puis suivront celles qui mesurent les propriétés des poudres aux états libre, aéré et consolidé.

1.2.1 Caractéristiques des poudres

La taille des particules est typiquement quantifiée par le diamètre et la distribution des diamètres des particules qui appartiennent à un lot de poudre. Puisque les particules sont très rarement des sphères parfaites, on calcule alors un diamètre équivalent. Tel que schématisé à la Figure 1.7, on peut mesurer le volume de la particule en considérant que ce volume provient d'une sphère parfaite, puis ensuite en extraire le diamètre. On peut aussi appliquer cette technique à d'autres caractéristiques des particules telles que l'aire de surface, l'aire projetée, la longueur maximale (ou diamètre de Feret) ou encore la taille de tamisage. Il est important de connaître l'origine du diamètre équivalent, car il n'est pas interchangeable. Par exemple, le diamètre calculé à partir du volume de la particule sera différent de celui calculé à partir de son aire surfacique, et cet écart s'accentue au fur et à mesure que la forme de la particule s'éloigne d'une sphère parfaite.

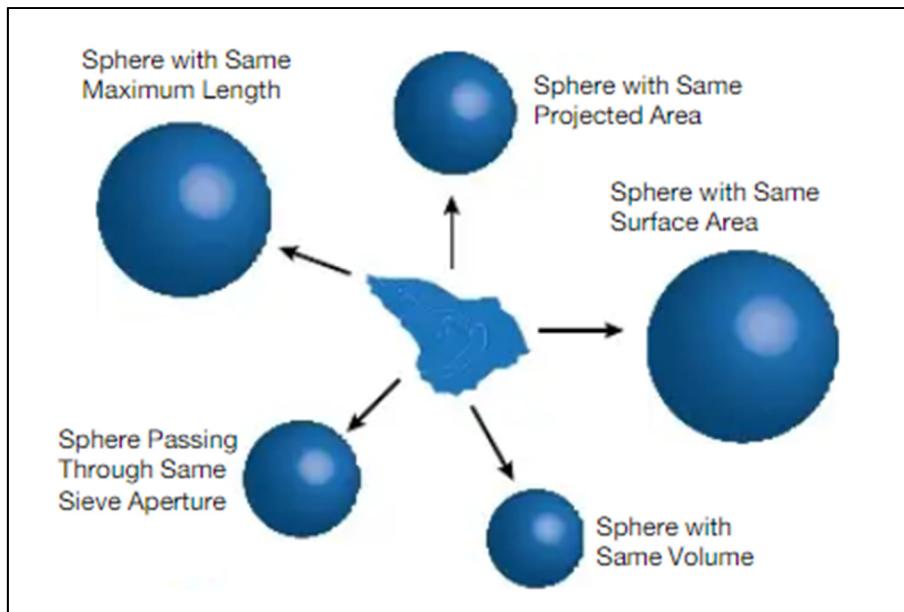


Figure 1.7 Différences entre les diamètres équivalents d'une particule
Tirée de Trottier et Dhodapkar (2014)

Pour les poudres métalliques, la taille des particules est polydispersée, c.-à-d. que la taille varie d'une particule à l'autre et donc un lot de poudre possèdera une distribution de la taille des particules. C'est en raison de la méthode de fabrication utilisée, typiquement l'atomisation où un filet de métal en fusion est pulvérisé par un jet d'eau ou de gaz, générant ainsi des particules de différentes tailles et formes lors de la solidification. Ainsi, il convient de déterminer la distribution des tailles de particules (ou en anglais *Particle Size Distribution*, PSD) au sein d'un lot de poudre. La PSD est une estimation statistique qui, pour être représentative de la population, implique souvent des échantillons de centaines de milliers d'individus. Pour obtenir la distribution des particules, une unité de fréquence doit être utilisée afin de calculer la proportion des différentes tailles de particules. Cette unité peut être le nombre, la surface ou encore le volume tel que présenté à la Figure 1.8, où le panneau de gauche présente les différentes courbes de fréquence différentielle obtenues pour un même lot de poudre. Dans cet exemple, les particules de 10 µm de diamètre représentent environ 30 % du nombre total de particules, 20 % de la surface totale mesurée, ou encore 10 % du volume total. Par la suite, la sommation des fréquences différentielles nous permet d'obtenir les courbes cumulatives, telles que présentées dans le panneau droit de la Figure 1.8. On observe alors que 10 % des particules

sont $< 3 \mu\text{m}$ selon le nombre, $< 7 \mu\text{m}$ selon la surface et $< 9 \mu\text{m}$ selon le volume. En fait, la PSD est couramment définie par trois métriques incluant le D_{10} , D_{50} , et D_{90} qui sont en fait les diamètres équivalents des 10^e, 50^e et 90^e percentiles. L'exemple précédent, basé sur le D_{10} , démontre qu'il est primordial que connaître l'unité de fréquence utilisée car les résultats s'en retrouvent fortement influencés.

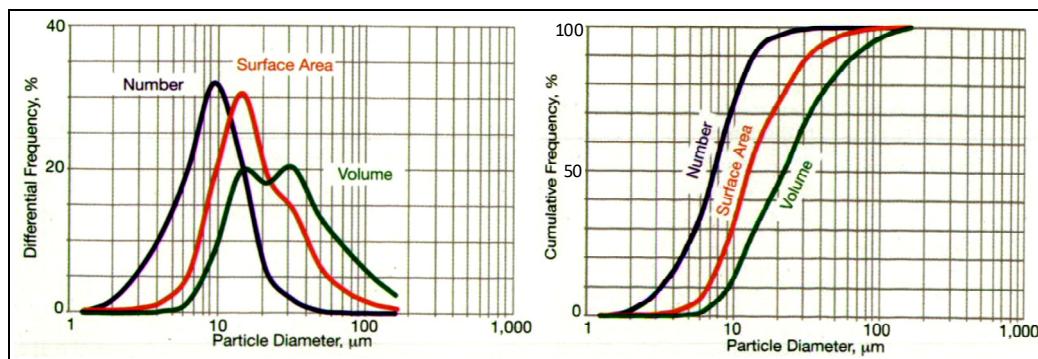
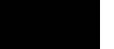


Figure 1.8 Effet du choix de l'unité de fréquence sur la PSD
Tirée de Trottier et Dhodapkar (2014)

Dans le domaine du MIM, on utilise typiquement la diffraction laser pour obtenir la PSD d'un lot de poudre. Essentiellement, ce procédé projette un faisceau lumineux sur un écoulement de particules dispersées, et permet d'obtenir le volume des particules par la mesure de l'angle et l'intensité des faisceaux diffractés. Typiquement, le volume est aussi utilisé pour quantifier la fréquence des tailles, bien que cette technique permette également de compter les particules. En d'autres mots, le volume est utilisé pour calculer autant le diamètre des particules que leur fréquence. La taille et la distribution de la taille ne tiennent cependant pas compte de la forme des particules. Tel qu'expliqué par Singh et Ramakrishnan (1996), un nombre impressionnant de termes et d'indices ont été développés dans une tentative de saisir les aspects les plus importants de la forme d'une particule. Parmi les plus basiques, on compte les termes tels que « sphérique », « angulaire » ou « irrégulière » afin de qualifier une forme. Bien qu'étant encore largement utilisée, cette approche dépend largement de l'observateur et est ainsi sujette à interprétation. Une approche plus objective est d'utiliser des indices quantitatifs, tels que l'elongation qui est le rapport entre la longueur et la largeur de la particule. La circularité est aussi une mesure couramment utilisée qui se calcule par le ratio entre le périmètre d'un cercle

ayant la même aire qu'une particule et le périmètre actuel de cette même particule. Tel que l'on peut le constater en observant le Tableau 1.3, ces deux métriques réagissent différemment aux changements de forme et doivent idéalement être utilisées simultanément pour quantifier la forme d'une particule.

Tableau 1.3 Comparaison de l'élongation et la circularité

| | | | | |
|-------------|---|---|--|---|
| Forme |  |  |  |  |
| Élongation | 1 | 1 | 0.5 | 0.5 |
| Circularité | 1 | 0.79 | 0.70 | 0.84 |

1.2.2 Propriétés à l'état libre

L'état libre désigne une situation où la poudre peut occuper librement l'espace et est ainsi représentatif d'un écoulement généralement peu contraint. Par exemple, il peut s'agir d'un écoulement par gravité à travers une trémie ou encore de l'action d'un bras mélangeur dans un lit de poudre.

1.2.2.1 Écoulement dynamique (rhéomètre à poudre FT4)

Unique au rhéomètre à poudre FT4 (Freeman Technology), le test d'écoulement dynamique consiste à introduire une lame en forme d'hélice dans un lit de poudre et à mesurer la résistance qu'elle rencontre lors de son parcours. Tel que présenté à la Figure 1.9a, la lame trace un parcours hélicoïdal au travers du lit de poudre (illustré par une ligne bleue) pendant lequel les forces axiales et le couple de la lame sont mesurées en fonction de la distance parcourue afin de calculer l'énergie d'écoulement (c.-à-d., le travail). En fait, une énergie d'écoulement faible indique une poudre d'une bonne coulabilité. La Figure 1.9b nous présente un plus gros plan de la lame, où l'on peut constater que pour le mouvement descendant, la lame repousse la poudre vers le fond du récipient ce qui crée une action compressive et ainsi un écoulement forcé. Pour

ce qui est de la remontée, le sens de rotation est inversé soulevant ainsi la poudre, mais puisque la surface est libre, l'écoulement est alors beaucoup moins forcé que pour la descente.

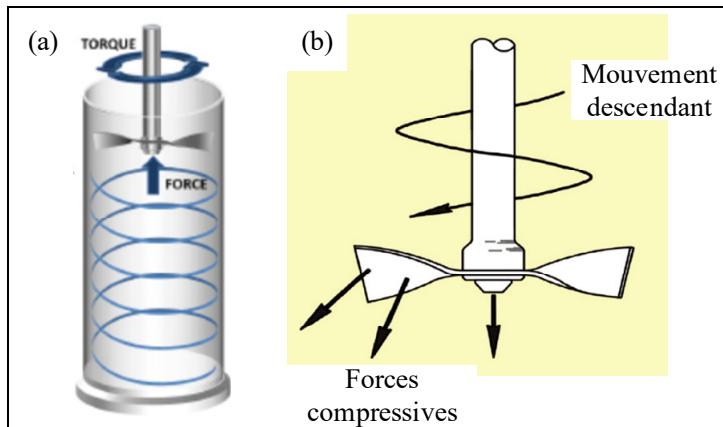


Figure 1.9 Test d'écoulement dynamique du rhéomètre FT4
Tirée de freemantech.co.uk

Quatre métriques standard peuvent être extraites d'un test d'écoulement dynamique, soit l'énergie d'écoulement fondamentale (*BFE*), l'énergie d'écoulement spécifique (*SE*), l'indice de stabilité (*SI*) et l'indice de sensibilité au taux d'écoulement (*FRI*). La métrique *BFE* est mesurée pendant le mouvement descendant de la lame et ainsi simule le comportement de la poudre pour un écoulement non contraint mais forcé. Inversement, la métrique *SE* est mesurée pendant le mouvement ascendant de la lame pour obtenir la coulabilité d'un écoulement faiblement sollicité. La métrique *SI* observe l'évolution de l'énergie d'écoulement après plusieurs cycles de test, et ainsi permet de détecter si la coulabilité de la poudre évolue en fonction de l'usure des poudres causée, par exemple, par l'attrition ou l'agglomération. Finalement, la métrique *FRI* observe elle aussi l'évolution de l'énergie d'écoulement, mais cette fois-ci en fonction de la vitesse de la lame (qui peut aussi être vue comme le taux d'écoulement). Typiquement, on observe que plus la vitesse de la lame diminue, plus l'énergie mesurée augmente. Selon le manufacturier, il y a principalement deux phénomènes qui expliquent ce comportement. Premièrement, plus la vitesse de la lame est élevée, plus il y a d'air entraîné dans la poudre ce qui agit comme un lubrifiant interparticulaire. Deuxièmement, à plus basse vitesse, la zone de perturbation causée par la lame dans le lit de poudre est plus

grande, générant ainsi une résistance plus élevée sur la lame. Ces deux phénomènes sont affectés par les caractéristiques des poudres, ce qui fait en sorte que *FRI* évolue d'une poudre à l'autre. Leturia et al. (2014) ont également proposé une nouvelle métrique, *NBFE*, qui consiste toute simplement en la métrique *BFE* divisée par la masse de l'échantillon. Au rhéomètre FT4, les échantillons de poudre testés ont un volume précis, mais étant donné que la densité apparente peut varier, et ce même pour des poudres d'un même matériau, la masse des échantillons peut varier significativement. Ainsi, la métrique *NBFE* permet d'affranchir l'énergie d'écoulement de l'effet de la densité apparente.

La Figure 1.10 montre un exemple de résultats générés par le test d'écoulement dynamique. Brièvement, la séquence de test consiste en 11 passages de la lame au travers du lit de poudre, où les passages #1 à #7 sont effectués à une vitesse de lame constante (100 mm/s) et les passages #8 à #11 à vitesse décroissante (de 100 à 10 mm/s). L'énergie indiquée sur le graphique est celle mesurée pendant la descente de la lame seulement, les graphiques pour l'énergie montante ne sont typiquement pas présentés dans la littérature. L'indice *BFE* est simplement la valeur mesurée pendant la descente #7 et peut ainsi être lue directement sur le graphique. L'indice *SE* s'obtient de façon similaire, mais ne peut être identifié sur ce graphique, car il dépend de l'énergie mesurée durant l'ascension de la lame. Les indices *SI* et *FRI* sont respectivement les ratios entre les passages #7 et #1 ainsi que #11 et #8. La méthodologie pour obtenir ces métriques et leur signification sont expliquées plus en détail au chapitre 4. R. Freeman (2007), en étudiant plusieurs poudres de calcaire et poudres de lactose, a conclu que l'indice *BFE* est une bonne métrique pour différencier les poudres, particulièrement celles étant non cohésives. Leturia et al. (2014) ont pour leur part conclu que les métriques *BFE* et *SE* sont particulièrement utiles pour différencier des poudres similaires, mais que pour des poudres drastiquement différentes, les résultats du test dynamique sont difficiles à interpréter étant donné la complexité des phénomènes mesurés par ce test.

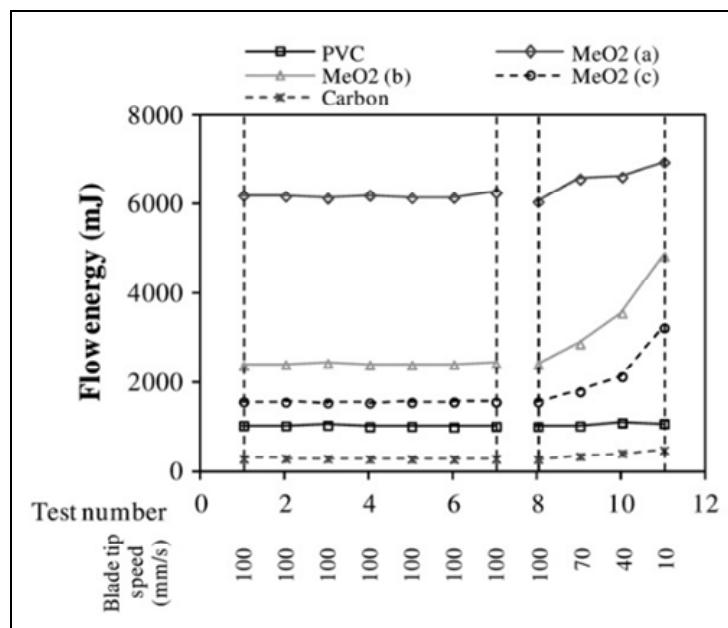


Figure 1.10 Exemple de résultats obtenus à partir d'un test d'écoulement dynamique
Tirée de Leturia et al. (2014)

Li, Leturia, et Saleh (2018) ont récemment proposé une nouvelle métrique quantifiant la coulabilité des poudres basée sur le mouvement périodique. En effet, il s'avère pendant la rotation constante d'une lame dans un lit de poudre, le couple mesuré suit une tendance périodique dont l'amplitude et le temps de cycle dépendent de la cohésivité des poudres. Tel qu'expliqué précédemment, l'intensité des forces cohésives dépendent du matériau et augmentent en fonction de l'aire de surface (favorisant plus d'interactions entre les particules). Plus une poudre est cohésive, plus elle aura tendance à s'agglomérer. La Figure 1.11 nous montre les résultats obtenus sur quatre poudres différentes. Les auteurs expliquent que plus la poudre est cohésive, plus un vide important sera créé par le passage de la lame, ce qui causera en retour une amplitude et un temps de cycle plus élevés sur le couple mesuré. Ainsi, cette méthode offre une nouvelle interprétation de la qualité de l'écoulement des poudres.

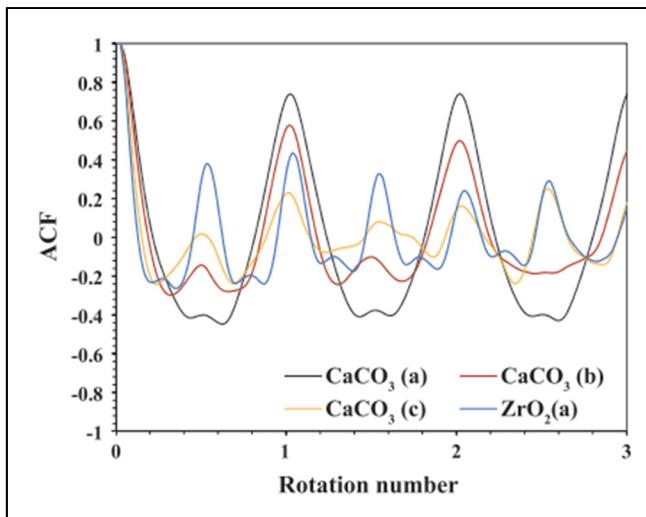


Figure 1.11 Période basée sur le couple
mesuré selon différentes poudres
Tirée de Li et al. (2018)

1.2.2.2 Paramètres de densification

Grâce à la facilité avec laquelle ils peuvent être obtenus, deux paramètres sont particulièrement populaires en métallurgie des poudres afin d'évaluer la densification, soit l'indice de Carr (*CI*) (Carr, 1965) et le ratio d'Hausner (*HR*) (Hausner, 1967). Les équations ci-dessous montrent comment ces indices sont calculés:

$$CI = \frac{\rho_t - \rho_0}{\rho_t} \quad (1.1)$$

$$HR = \frac{\rho_t}{\rho_0} \quad (1.2)$$

où ρ_t représente la densité tapée et ρ_0 , la densité non tapée. La densité non tapée est représentative de l'état « original » de la poudre, sans historique de manipulation, alors que la densité tapée est le résultat du réarrangement des particules sous l'effet de vibrations. La norme ASTM D7481-18 (2018b) explique la méthodologie générale afin d'obtenir ces valeurs pour plusieurs types de poudres. Plus spécifiquement pour les poudres métalliques, la densité non tapée est déterminée par une chute libre gérée par le débitmètre à entonnoir de Hall (ASTM

B212-17 (2017)) ou encore par l'entonnoir de Carney (ASTM B417-18 (2018a)). En ce qui concerne la densité tapée, elle s'obtient suite à la percussion verticale d'un échantillon de poudre jusqu'à ce que le volume ne varie plus; des recommandations spécifiques aux poudres métalliques sont indiquées dans la norme ASTM B527-15 (2015a). Carr (1965) a initialement proposé de classer la coulabilité des poudres en fonction de la métrique CI . La classification étant qualitative et empirique, plusieurs plages de valeurs différentes ont fait leur apparition dans la littérature. D'après *The United States Pharmacopeia* (2015) (abrégé USP), organisme œuvrant entre autres dans le domaine pharmaceutique, l'échelle la plus reconnue serait celle indiquée au Tableau 1.4. Puisque la métrique HR se calcule avec les mêmes termes que CI , on peut également intégrer HR à cette classification. On constate donc que plus la poudre est sensible à la densification (c.-à-d., plus CI et HR sont élevés), moins bonne est sa coulabilité.

Tableau 1.4 Coulabilité en fonction de CI et HR selon Carr
Tiré de USP (2015)

| Indice de Carr, CI (%) | Ratio de Hausner, HR | Coulabilité |
|--------------------------|------------------------|----------------------|
| <10 | 1.00-1.11 | Excellente |
| 11-15 | 1.12-1.18 | Bonne |
| 16-20 | 1.19-1.25 | Satisfaisante |
| 21-25 | 1.26-1.34 | Passable |
| 26-31 | 1.35-1.45 | Mauvaise |
| 32-37 | 1.46-1.59 | Très mauvaise |
| >38 | >1.60 | Extrêmement mauvaise |

Leturia et al. (2014) ont réalisé une étude comparative entre le ratio d'Hausner (HR) ainsi que le test d'écoulement dynamique du rhéomètre FT4. Ils ont conclu que l'indice FRI classe les poudres selon un ordre de grandeur similaire à celui de HR pour les poudres de bonne coulabilité, mais que HR permet une meilleure différenciation entre les poudres plus cohésives. La Figure 1.12 démontre ce point où l'on voit que pour $HR > 1.4$, le FRI mesuré change peu entre les poudres. Par contre, il est aussi mentionné que le rhéomètre FT4 offre une meilleure

répétitivité comparativement au ratio d'Hausner qui lui est plus dépendant des manipulations de l'opérateur.

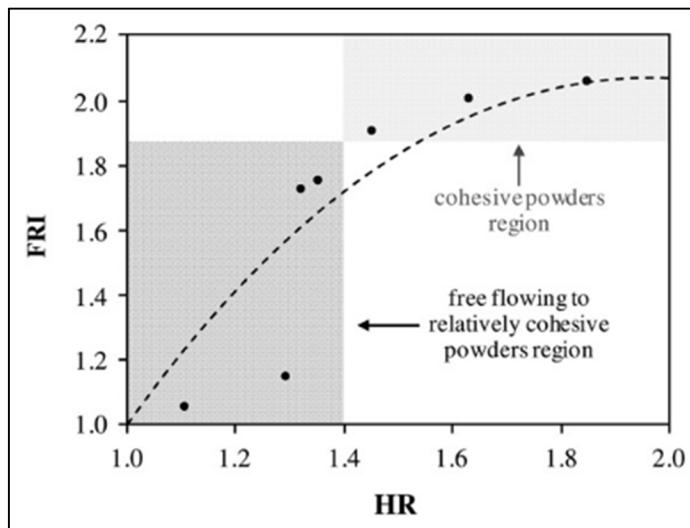


Figure 1.12 FRI en fonction de HR pour différentes poudres
Tirée de Leturia et al. (2014)

1.2.2.3 Vitesse d'écoulement

La vitesse d'écoulement consiste généralement à mesurer le débit massique de la poudre à travers un orifice lorsqu'un lot de poudre est soumis à la gravité. Les conditions dans lesquelles ces tests sont effectués sont cruciales, dont les 3 variables les plus importantes sont le type de contenant utilisé (par exemple, un entonnoir ou un cylindre), la forme et la taille de l'orifice où la poudre s'écoule, et la méthode par laquelle le débit est mesuré (The United States Pharmacopeia, 2015). La méthode la plus répandue dans l'industrie de la métallurgie des poudres consiste à utiliser le débitmètre à entonnoir de Hall (Luk, 2015), tel qu'illustrée à la Figure 1.13. Comme on peut le constater, la forme de l'entonnoir est définie avec un angle total de 60° , alors que l'orifice de sortie à un diamètre de 2.54 mm. Telle que décrite dans la norme ASTM B213-20 (2020), la mesure de l'écoulement doit se faire en mesurant le temps nécessaire pour que 50 g de poudre s'écoule complètement au travers de l'entonnoir. En revanche, il se peut que pour des poudres plus cohésives, la poudre ne s'écoule pas au travers

du débitmètre de Hall. Deux alternatives sont possibles, soit le débitmètre de Carney (ASTM B964-16, (2016a)) ou le débitmètre de Gustavsson (ISO 13517:2020, (2020)). Par rapport au débitmètre de Hall, le premier propose un orifice plus grand (5.08 mm) alors que le second consiste en un angle d'entonnoir plus faible (30° au total), ce qui facilite l'écoulement. Malgré tout, il est possible que les poudres fines étudiées ne s'écoulent à travers aucun des débitmètres mentionnés précédemment, rendant ainsi cette mesure de la vitesse d'écoulement tout simplement impossible à réaliser. De plus, les données prélevées par les débitmètres ne peuvent pas être utilisées pour effectuer le design d'équipement en industrie, et ainsi sont limitées à des études comparatives (Luk, 2015).

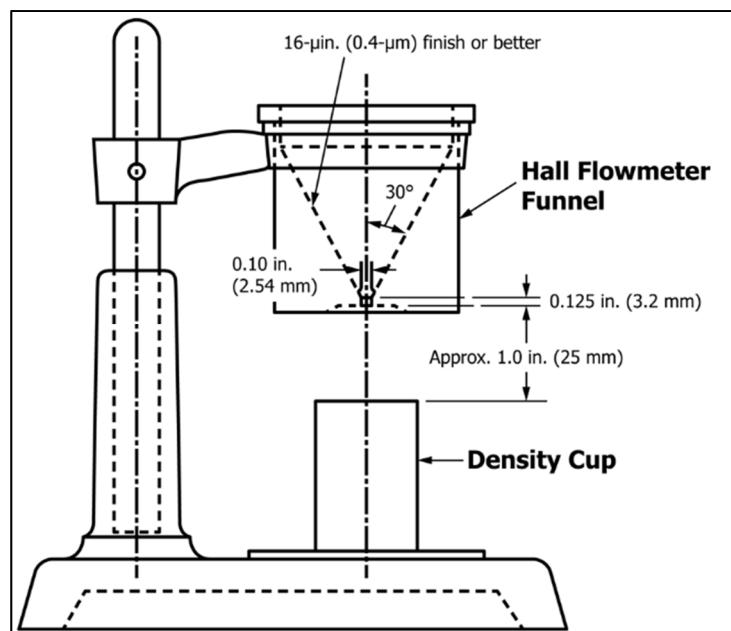


Figure 1.13 Débitmètre à entonnoir de Hall
Tirée de ASTM B213-20 (2020)

Mellin et al. (2017) ont comparé la métrique *BFE* aux mesures obtenues par les débitmètres de Hall et de Gustavsson. Malgré le fait que ces deux méthodes ont été en mesure de différencier les poudres observées, aucune corrélation n'a été identifiée entre elles. Cela laisse sous-entendre que les contraintes générées dans ces tests sont significativement différentes, malgré le fait qu'elles semblent toutes deux appartenir à l'état de contrainte libre.

1.2.2.4 Angle de repos

L'angle de repos (*AOR*) consiste à observer l'angle d'un amoncellement de poudre généré par un écoulement gravitationnel sur une surface horizontale. Le principe de ce test est illustré à la Figure 1.14a, où l'on peut voir que la poudre s'écoule au travers d'un entonnoir (typiquement un entonnoir standardisé tel que celui de Hall) pour ensuite créer un amoncellement conique où l'on mesurera l'angle de sa base. Tel qu'expliqué par *The United States Pharmacopeia* (2015), les conditions dans lesquelles ce test est effectué auront un impact important sur les résultats, notamment si la hauteur à partir de laquelle la poudre s'écoule est fixe ou change pendant le test, et si la surface sur laquelle le cône se forme est d'un diamètre fixe (l'excédent de poudre s'écoulant sur le côté) ou bien suffisamment large pour contenir toute la poudre. Comme pour le paramètre de densification vu précédemment, Carr (1965) a également suggéré de classer la coulabilité en fonction de l'angle de repos, tel que présenté au Tableau 1.5. Malgré que ce classement empirique dépende fortement des conditions de tests, on peut tout de même déduire que plus *AOR* est élevé, moins bonne est la coulabilité. D'autres variantes ont été développées pour mesurer l'angle de repos, et l'une des plus populaires consiste à mesurer l'angle critique nécessaire pour déclencher un écoulement lorsqu'un lit de poudre est incliné dans un brasseur avalanche (aussi appelé l'angle d'avalanche). L'équipement le plus courant pour mesurer cet angle est illustré à la Figure 1.14 et consiste en un tambour dans lequel la poudre est culbutée alors qu'un système d'enregistrement optique observe l'angle nécessaire pour générer une avalanche. Plus l'angle d'avalanche est élevé, plus la poudre est cohésive et ainsi moins bonne est la coulabilité. Krantz et al. (2009) ont réalisé une étude comparative entre l'angle de repos et l'angle dynamique. Ils en sont venus à la conclusion que ces deux données décrivaient le même phénomène et classaient les poudres dans le même ordre; ainsi, il ne semble pas nécessaire de réaliser les deux mesures afin de caractériser une poudre.

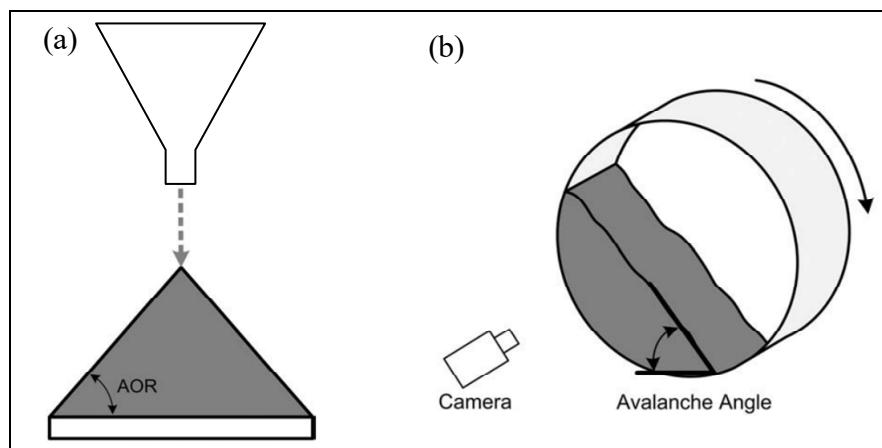


Figure 1.14 Principe de (a) l'angle de repos (*AOR*) et (b) l'angle d'avalanche
Tirées de Krantz et al. (2009)

Tableau 1.5 Coulabilité selon l'angle de repos d'après Carr
Tiré de Carr (1965)

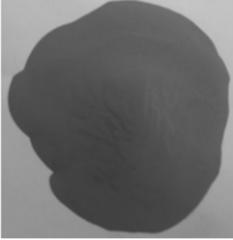
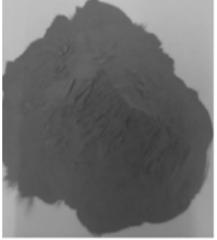
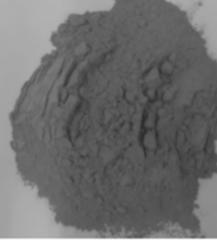
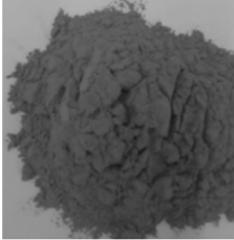
| Angle de repos, <i>AOR</i> (°) | Coulabilité |
|--------------------------------|----------------------|
| 25-30 | Excellente |
| 31-35 | Bonne |
| 36-40 | Satisfaisante |
| 41-45 | Passable |
| 46-55 | Mauvaise |
| 56-65 | Très mauvaise |
| > 66 | Extrêmement mauvaise |

1.2.2.5 Observation visuelle

Spierings, Voegtlind, Bauer, et Wegener (2016) proposent que la coulabilité puisse aussi être estimée à partir d'une simple observation visuelle de la poudre, telle que présentée au Tableau 1.6. On y voit quatre différents lots de poudre déposés sur une surface qui sont visuellement classés selon la sévérité des agglomérats, et qui se sont fait attribuer une valeur φ de 1 à 4 afin de quantifier cette observation. Les auteurs proposent une limite maximale pour ce

critère : $\varphi \leq 2.5$ pour la poudre étudiée dans le domaine de la fabrication additive (donc, l'apparence de la poudre devrait tout au plus être à mi-chemin entre $\varphi = 2$ et $\varphi = 3$). Ils suggèrent cependant que cette limite pourrait changer en fonction du procédé dans lequel la poudre est utilisée.

Tableau 1.6 Critère de coulabilité en fonction de l'apparence visuelle de la poudre
Adapté de Spierings et al. (2016)

| $\varphi = 1$ – Très bonne coulabilité, sans agglomération | $\varphi = 2$ – Coulabilité suffisante, petits agglomérats | $\varphi = 3$ – Coulabilité critique, agglomérats moyens | $\varphi = 4$ – Coulabilité insuffisante, gros agglomérats |
|--|--|--|--|
|  |  |  |  |

1.2.2.6 Écoulement des poudres à l'état libre en fonction de leurs caractéristiques

Gamble, Chiu, et Tobyn (2011) ont conclu que l'ajout d'une petite fraction de particules considérablement plus larges que la moyenne pouvait améliorer la coulabilité du lot de poudre. La coulabilité a été mesurée d'après l'angle de repos dans cette étude. Lumay et al. (2012) ont combiné plusieurs méthodes de caractérisation de l'écoulement, soit l'angle de repos, l'indice de Hausner (*HR*) et le tambour rotatif pour finalement conclure que les forces de cohésion deviennent prévalentes par rapport à la gravité lorsque les particules sont suffisamment petites. En effet, puisque toutes ces méthodes de mesure dépendent de la gravité, la taille des particules n'a produit un effet sur l'écoulement qu'en deçà d'un certain seuil dans cette étude (50 µm dans ce cas précis). Inversement, il a aussi été démontré que pour des particules non cohésives (c.-à-d., > 50 µm), le principal facteur gouvernant la coulabilité est la forme des particules. C'est également ce que semble indiquer l'étude de Fu et al. (2012), où l'énergie spécifique (*SE*) est plus affectée par la forme des particules que par leur taille. En ce qui concerne le test d'écoulement dynamique du rhéomètre FT4, Bharadwaj, Ketterhagen, et Hancock (2010) ont examiné des particules de grande taille (c.-à-d., plus de 1 mm) et non cohésives et ont

déterminé que dans cet ordre de grandeur, la taille avait peu d'impact sur l'énergie mesurée alors que la forme avait un impact mitigé.

Ces résultats semblent indiquer que, pour un écoulement libre, la cohésivité des poudres est un phénomène important. Dans le cas où les poudres sont cohésives, la taille est le principal facteur affectant la coulabilité. Dans le cas où la poudre est non cohésive, c'est plutôt la forme qui affecte l'écoulement.

1.2.3 Propriétés à l'état aéré

Telle que décrite par Prescott et Barnum (2000), la fluidisation consiste à utiliser un débit d'air afin de réduire l'impact de la force gravitationnelle sur la poudre en plus de faciliter la séparation des particules. L'état fluidisé est atteint à partir d'un débit d'air minimal qui est en fonction des caractéristiques de la poudre et où à ce point la poudre se comporte plus comme un liquide ce qui en facilite le transport.

1.2.3.1 Lit de fluidisation

Tel qu'illustré à la Figure 1.15, la fluidisation est généralement caractérisée en introduisant un jet d'air à vitesse variable et uniformément réparti à la base d'un lit de poudre. La chute de pression entre l'entrée et la sortie du lit de poudre est alors mesurée, et une fenêtre (non illustrée) permet d'observer visuellement la poudre. En effet, Geldart (1973) a défini quatre groupes de poudre en fonction de leur comportement lors de la fluidisation:

- Le groupe A, où le lit de poudre aura tendance à gonfler avant de relâcher des bulles d'air à sa surface;
- Le groupe B, où les bulles d'air seront relâchées sans gonflement considérable du lit de poudre;
- Le groupe C inclut les poudres très fines et cohésives qui sont difficilement fluidisable, c'est-à-dire que le lit de poudre aura tendance à se comporter comme un bouchon en se soulevant sous le jet d'air ou aura tendance à générer des canaux pour laisser passer l'air (*rat-holes*);

- Le groupe D est constitué de poudres très larges et denses, et se décrit le plus facilement comme des poudres étant seulement fluidisables par giclage, c.-à-d. que la fluidisation s'effectue par une buse unique à la base du lit de poudre et que la poudre sera alors projetée à la manière d'une fontaine.

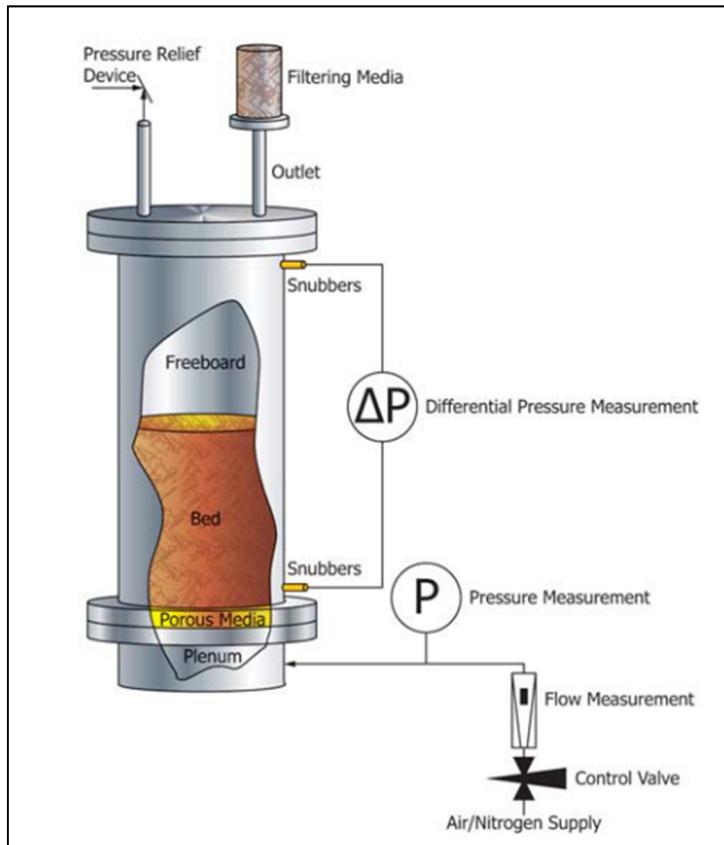


Figure 1.15 Appareil typique pour la caractérisation de la fluidisation
Tirée de ASTM D7743-12 (2012)

Geldart (1973) a également proposé une relation entre la taille des particules et la différence de densité entre la poudre et le gaz de fluidisation afin de prédire la classification des poudres telle que mentionnée ci-haut. Une représentation graphique de cette relation est illustrée à la Figure 1.16. On peut y voir que les poudres dont la taille est inférieure à 20 μm appartiennent automatiquement au groupe C, que celles dont la taille est supérieure à 3 mm appartiennent au groupe D, et qu'entre les deux le classement dépend à la fois de la taille et de la différence de

densité entre le liquide de fluidisation (par exemple, de l'air) et la poudre. En revanche, Geldart n'a réalisé ses observations qu'à conditions ambiantes, et il y a été constaté plus tard que ce modèle n'est pas fiable pour un gaz de fluidisation différent de l'air ou encore des pressions ou des températures plus élevées (Yang, 2007). Depuis lors, plusieurs groupes de recherche ont tenté de produire un modèle universel permettant de prédire le groupe de Geldart des poudres. Le plus récent, proposé par Mostoufi (2021), prend en compte les forces interparticulaires agissant durant la fluidisation et réussit à classer adéquatement la majorité des poudres, mais n'est pas encore idéal puisque plusieurs poudres se retrouvent encore dans les mauvaises catégories.

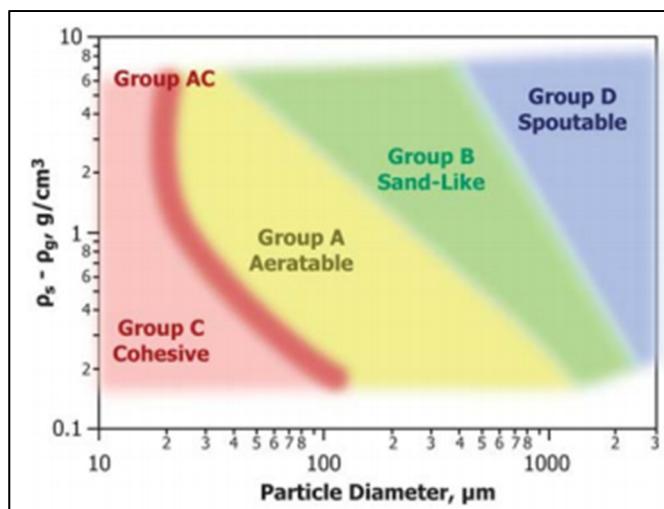


Figure 1.16 Modèle de fluidisation selon Geldart
Tirée de ASTM D7743-12 (2012)

1.2.3.2 Test d'aération (rhéomètre à poudre FT4)

Une autre façon plus récente de caractériser la fluidisation de la poudre est le test d'aération du rhéomètre à poudre FT4. Le test d'aération est similaire à la méthode du lit de fluidisation par le fait que la variable indépendante demeure encore la vitesse superficielle du jet d'air. En revanche, au lieu d'observer visuellement le lit de poudre ou encore la variation de pression engendrée, ce sera plutôt la variation d'énergie d'écoulement qui sera analysée. Tel que mentionné plus haut, l'énergie d'écoulement est une métrique unique du rhéomètre FT4 qui

consiste à introduire une lame en forme d'hélice dans le lit de poudre afin de mesurer le travail (l'énergie) nécessaire pour d'effectuer un parcours prédéfini. La Figure 1.17 illustre le principe de ce test, où l'on peut voir que la lame s'apprête à entrer dans le lit de poudre qui lui est fluidisé par un jet d'air injecté à la base du récipient. Pour une poudre facilement fluidisable, l'énergie d'écoulement sera largement réduite par un faible écoulement d'air et à l'inverse, une poudre difficilement fluidisable verra peu de changement au niveau de l'énergie d'écoulement et le lit de poudre aura tendance à s'élever comme un bouchon à haut débit d'air.

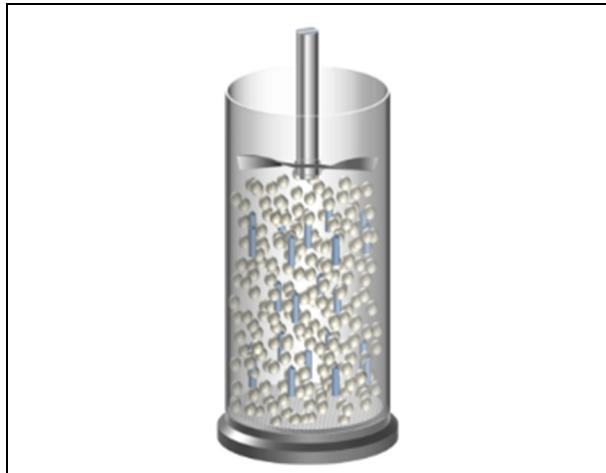


Figure 1.17 Test d'aération du rhéomètre FT4
Tirée de freemantech.co.uk

Leturia et al. (2014) ont réalisé une comparaison entre le lit de fluidisation et le test d'aération du rhéomètre à poudre Freeman FT4. Ils en ont conclu que le test d'aération n'était pas aussi complet que le lit de fluidisation, mais que le test d'aération était une méthode rapide pour déterminer si une poudre pouvait être fluidisée et pouvait donner une bonne approximation de la vitesse minimale de fluidisation.

1.2.4 Propriétés à l'état consolidé

L'état consolidé est représentatif de procédés où la poudre subit des contraintes externes importantes. On peut, entre autres, faire référence aux silos où la poudre aura tendance à se consolider sous son propre poids.

1.2.4.1 Cellule de cisaillement

Le test de cisaillement consiste à générer un plan de cisaillement au travers du lit de poudre et d'en mesurer la résistance mécanique. Les cellules de cisaillement étant à l'origine utilisées pour la mécanique des sols, Jenike (1964) a été le premier à développer et utiliser un modèle adapté aux poudres et agrégats. Tel qu'illustré à la Figure 1.18a, le principe derrière la cellule de cisaillement de Jenike consiste à faire glisser linéairement deux surfaces de poudre l'une par rapport à l'autre, générant ainsi un plan de cisaillement en translation. D'autres appareils similaires ont vu le jour par la suite, tels que le modèle annulaire (Figure 1.18b) et celui du rhéomètre à poudre FT4 (Figure 1.18c), mais le principe demeure le même hormis que ces appareils utilisent des lames verticales pour entraîner la poudre et opèrent en rotation. Il a été démontré par Shi et al. (2018) que les différentes cellules de cisaillement disponibles à ce jour produisent des résultats comparables.

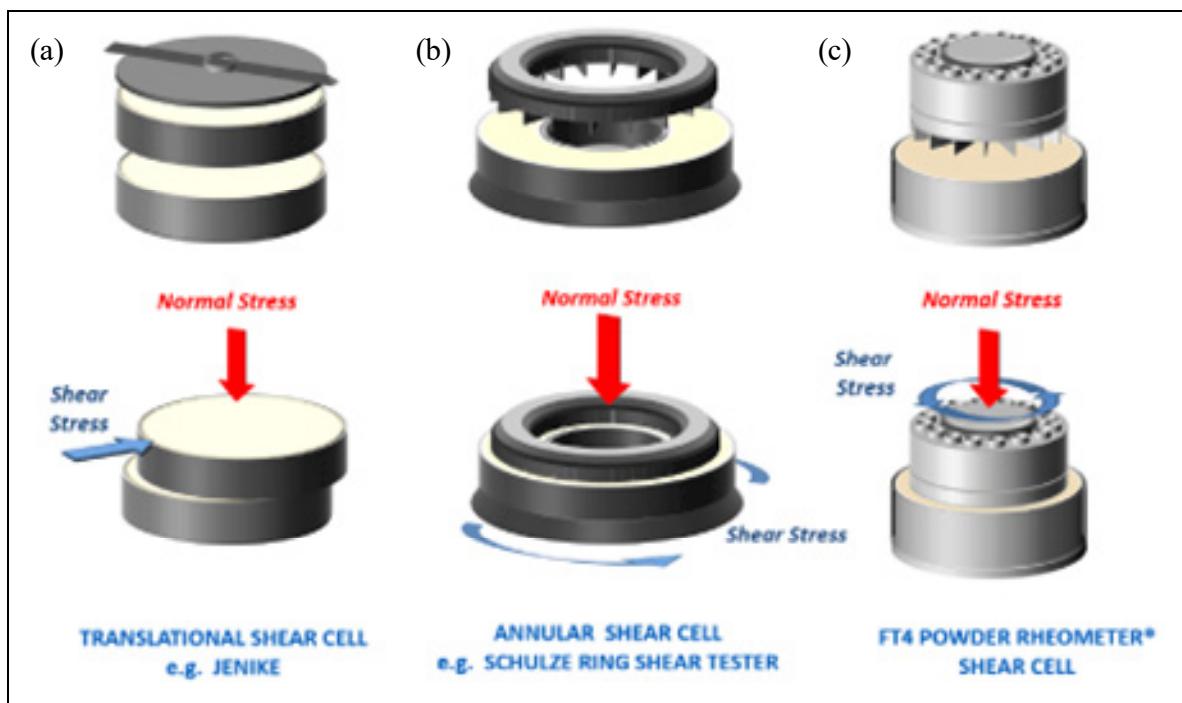


Figure 1.18 Cellules de cisaillement en (a) translation, ainsi qu'en rotation pour le modèle (b) annulaire et (c) celui du rhéomètre à poudre FT4
Adaptée de freemantech.co.uk

Plus le couple mesuré est élevé, moins bonne est la coulabilité. Selon ce principe, Jenike (1964) a proposé un indice calculé à partir des forces mesurées par la cellule de cisaillement nommé le facteur d'écoulement (ff_c) qui quantifie la coulabilité des poudres. Il a également proposé une classification qualitative de l'écoulement selon ff_c qui a par la suite été révisée pour devenir celle présentée dans le Tableau 1.7.

Tableau 1.7 Comportement à l'écoulement selon la métrique ff_c
Tiré de Schwedes (2003)

| Facteur d'écoulement ff_c | Coulabilité |
|-----------------------------|------------------------|
| <1 | Ne coule pas |
| 1-2 | Très cohésive |
| 2-4 | Cohésive |
| 4-10 | Bonne coulabilité |
| >10 | Excellente coulabilité |

Une étude par R. Freeman (2007) sur plusieurs types de poudres organiques et de calcaires a démontré que le test de cisaillement est une méthode fiable pour quantifier la coulabilité des poudres, sauf dans le cas de poudres très peu cohésives. En effet, ce test n'est pas assez sensible pour détecter les différences entre la qualité des écoulements de ces dernières, ce qui a aussi été validé plus tard par Leung, Mao, Chen, et Yang (2016) sur six poudres pharmaceutiques. Dans leur étude, Hou et Sun (2008) ont comparé plusieurs poudres couvrant un large éventail de caractéristiques avec le facteur d'écoulement ff_c et le paramètre de densification de Carr (CI). Il s'est avéré que les tests ne prédisaient pas la même qualité d'écoulement pour certaines poudres; les auteurs ont alors proposé que cette différence soit due à l'influence de la gravité sur CI , qui rend alors le stress appliqué durant le test dépendant de la densité de la poudre contrairement au test de cisaillement. Une étude similaire a été par la suite produite par Saw, Davies, Paterson, et Jones (2015), où l'indice ff_c a été comparé cette fois au paramètre de densification HR . Ici, il a clairement été identifié que l'erreur entre les deux paramètres devenait importante pour les poudres très peu cohésives, ce qui confirme que l'indice ff_c n'est pas adéquat pour différencier ce type de poudres. Il y a donc deux raisons étroitement liées

pour expliquer les différences de mesure de la qualité de l'écoulement entre ces deux tests: ils simulent deux états de contrainte différents, l'état libre et l'état consolidé, et l'écoulement des poudres non cohésives est principalement gouverné par la gravité, laquelle influence également la mesure des paramètres de densification.

1.2.4.2 Compressibilité

La compressibilité s'obtient en traçant l'évolution de la densité de la poudre en fonction de la pression appliquée. Bien que l'on réfère parfois à l'indice de Carr ou encore au ratio de Hausner comme des paramètres permettant de définir la compressibilité, ceux-ci sont obtenus à partir de contraintes peu élevées (par gravité) et il est donc plus opportun d'analyser ces deux indices comme étant des propriétés à l'état libre (c.-à-d., propriétés discutées plus haut à la section 1.2.2). Le rhéomètre à poudre Freeman FT4 réalise le test de compressibilité à l'aide d'un piston ventilé, c.-à-d. qu'il permet de comprimer la poudre mais tout en laissant passer l'air contenu dans le lot de poudre. La masse de la poudre dans le récipient étant constante, l'appareil calcule le changement de densité selon la distance parcourue par le piston et la compare ensuite à la pression appliquée. La Figure 1.19 présente un schéma de ce test, où l'on peut voir la poudre qui est comprimée par le piston et dont la hauteur s'est réduite (Δh) par rapport à sa hauteur initiale (h). La méthode standard applique progressivement une pression de 1 à 15 kPa, et c'est la valeur à 15 kPa qui est utilisée par défaut par l'appareil pour quantifier la compressibilité. Il n'existe pas d'échelle de coulabilité en fonction de la compressibilité. Cependant, bien que l'indice de Carr ne soit pas soumis aux mêmes contraintes, on peut raisonnablement assumer que l'idée générale derrière la classification de Carr s'applique également pour le test de compressibilité et ainsi minimalement conclure que moins la poudre est compressible, meilleur est l'écoulement.

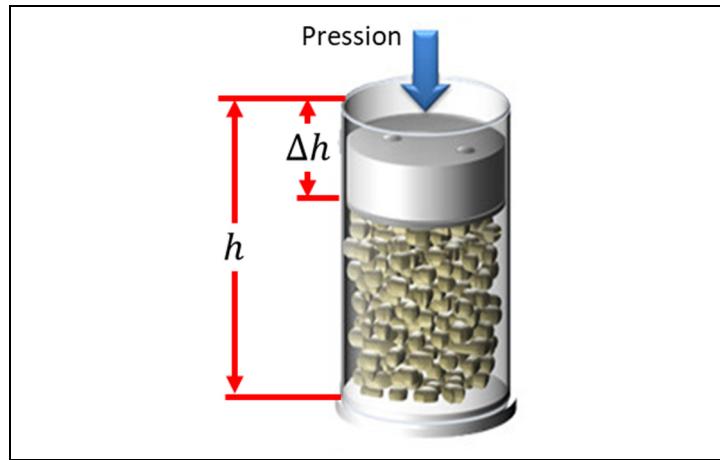


Figure 1.19 Test de compressibilité du rhéomètre FT4
Adaptée de freemantech.co.uk

Leturia et al. (2014) ont réalisé une comparaison entre le test de compressibilité et le test de cisaillement. Il semblerait que le test de compressibilité soit plus efficace pour différencier les poudres cohésives, alors que la cellule de cisaillement est, quant à elle, plus adaptée pour départager les poudres non cohésives. La Figure 1.20 présente les données qui appuient cette hypothèse, où l'on voit effectivement une relativement plus grande différence au niveau de ff_c pour les poudres avec une faible compressibilité et vice versa. En revanche, tel que mentionné à la section précédente, ff_c n'est pas un bon différentiateur pour les poudres non cohésives comparativement à d'autres méthodes de mesure.

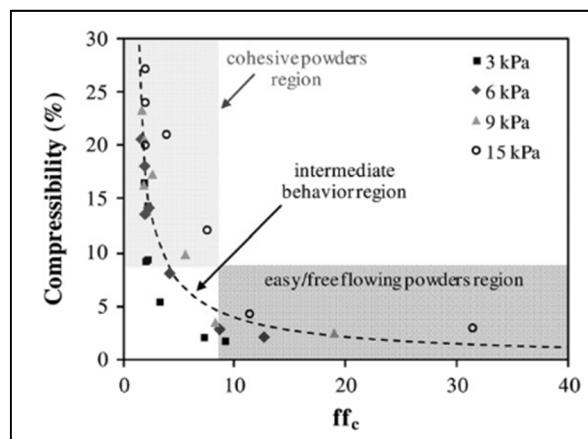


Figure 1.20 Compressibilité en fonction du facteur de coulabilité (ff_c)
Tirée de Leturia et al. (2014)

1.2.4.3 Perméabilité (rhéomètre à poudre FT4)

Le test de perméabilité qui peut être réalisé avec le rhéomètre FT4 est très similaire au test de compressibilité (voir section précédente) où un piston ventilé est utilisé afin d'appliquer une pression sur le lit de poudre tout en laissant passer l'air. En revanche, un écoulement d'air est injecté à la base du lit de poudre et l'on mesure la résistance engendrée par la poudre à cet écoulement. Plus spécifiquement, on observe la chute de pression du jet d'air entre l'entrée et la sortie du lit de poudre. La Figure 1.21 illustre le principe de ce test, où l'on peut voir la pression appliquée par le piston (σ), l'air injecté à la base du lit de poudre, et la variation de pression de l'air entre l'entrée et la sortie du lit de poudre (ΔP). Il y a très peu d'information disponible sur ce test dans la littérature, et donc il n'y a pas de classement général de la coulabilité selon la perméabilité. Cependant, une étude de cas réalisée par R. Freeman et Fu (2008) semble indiquer qu'il y a une valeur optimale de perméabilité afin de maximiser la coulabilité. En effet, les auteurs expliquent que pour un écoulement libre, l'air entraîné agit à titre de lubrifiant. Si une poudre est trop perméable, elle n'entraînera pas d'air lors de l'écoulement et ainsi il n'y aura pas de lubrification. À l'inverse, si la poudre n'est pas assez perméable, l'air y restera emprisonné, ce qui nuirait au bon remplissage d'un moule par exemple.

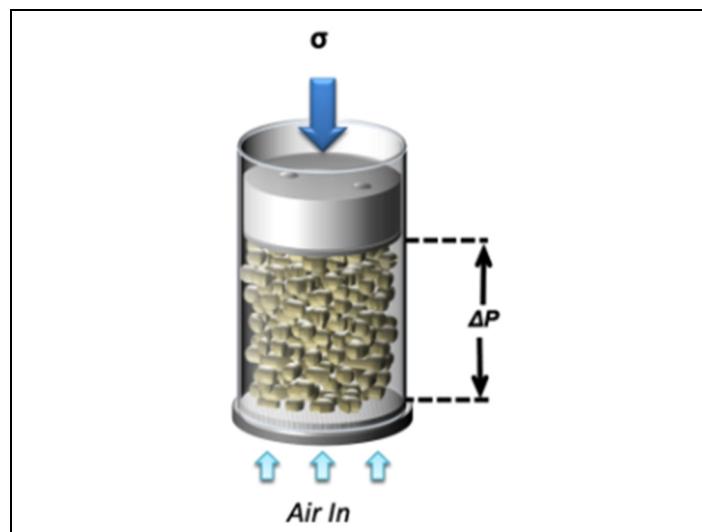


Figure 1.21 Test de perméabilité du rhéomètre FT4
Tirée de freemantech.co.uk

1.2.4.4 Écoulement des poudres à l'état consolidé en fonction de leurs caractéristiques

Bumiller, Carson, et Prescott (2002) ont conclu dans une étude préliminaire qu'il y avait possiblement une corrélation entre la circularité moyenne des particules et la compressibilité de la poudre. En d'autres mots, les particules plus sphériques sont moins compressibles. Considérant la classification de Carr, nous pouvons donc déduire que les particules sphériques ont un meilleur écoulement. Hou et Sun (2008) abondent également dans ce sens, car ils ont déterminé que les particules plus sphériques obtiennent un ff_c plus élevé, ce qui est un indicateur d'une meilleure coulabilité. Podczeck et Mia (1996) ont conclu pour leur part que l'elongation des particules corrélait bien l'angle de friction interne (*AIF*, obtenu par le test de cisaillement), alors qu'un facteur de forme assez complexe, *NS* (Podczeck, 1997), corrélait bien avec ff_c . Des résultats similaires ont été obtenus par Yu, Muteki, Zhang, et Kim (2011) qui ont, pour leur part, corrélé ff_c à 275 variables de taille et de forme, et ont ainsi déterminé que les meilleures variables à cet effet sont la largeur de la particule (diamètre de Feret minimum), le diamètre équivalent et l'elongation. Hou et Sun (2008) ont aussi conclu que les poudres dont la taille moyenne était la plus petite démontraient la coulabilité la plus faible, selon ff_c . Leturia et al. (2014) nous suggèrent que la cellule de cisaillement est particulièrement utile pour discriminer les poudres selon leur taille et leur matériau, mais semble ne pas être adéquate pour détecter la qualité des mélanges. En effet, les auteurs ont testé différents types de poudres, mais aussi différentes qualités de mélange entre du MeO₂ et de la poudre de carbone, et le test n'a pas été en mesure de faire la distinction entre la poudre de carbone pure et les mélanges.

À la lumière des lignes précédentes, on peut conclure que la taille et la forme des particules sont deux paramètres importants pour la coulabilité à l'état consolidé. C'est également ce qu'on conclut Fu et al. (2012) dans une étude cherchant à isoler les effets de la taille et de la forme sur certaines méthodes de test. En effet, il a été constaté qu'autant la forme que la taille ont un effet important sur ff_c , alors que c'est surtout la taille des particules qui a eu un impact sur les tests de compressibilité et de perméabilité.

1.3 Caractérisation des mélanges poudre-liant

Les meilleures méthodes de mesure sont souvent celles qui simulent le mieux les conditions du procédé. Il apparaît donc logique que les performances d'un mélange poudre-liant pendant l'étape d'injection du procédé MIM soient idéalement évaluées par des essais d'injection. L'une des principales qualités recherchées d'un mélange poudre-liant est sa moulabilité, qui se définit comme étant sa capacité à remplir complètement et sans défaut le moule dans lequel il est injecté. L'une des façons courantes de quantifier la moulabilité est de réaliser des injections dans un moule spiral, zigzag ou cunéiforme tels que présentés à la Figure 1.22a-c. Le moule spiral est le plus compact et permet un meilleur contrôle de l'uniformité de la température, le moule zigzag est conçu pour encourager la ségrégation et ainsi évaluer le mélange dans des conditions sévères, et le moule cunéiforme se démarque par sa simplicité. Peu importe le moule utilisé, plus la longueur injectée est élevée, meilleure est la moulabilité du mélange.

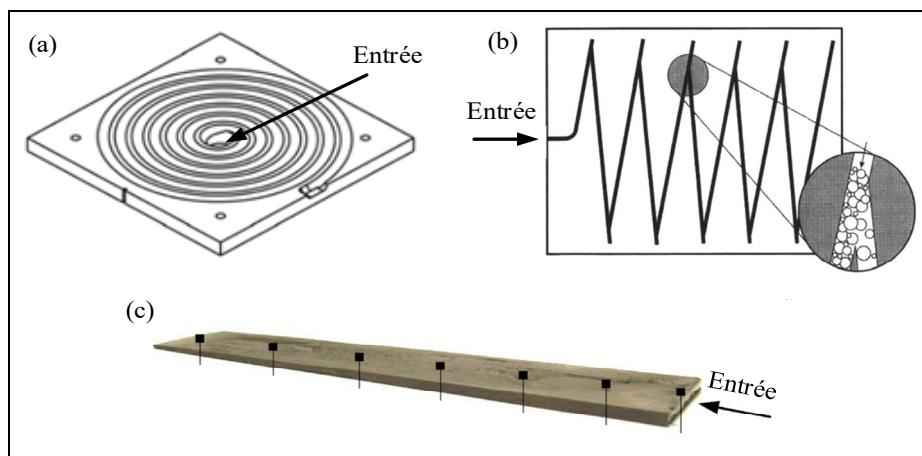


Figure 1.22 Différents types de moules pour évaluer la moulabilité: (a) spiral, adaptée de Lamarre, Demers, et Chatelain (2017); (b) zigzag, adaptée de Karataş, Sözen, Arcaklıoglu, et Erguney (2008); et (c) cunéiforme, adaptée de Demers, Turenne, et Scalzo (2015)

Ces essais d'injections sont cependant longs et requièrent l'utilisation du système d'injection MIM, ce qui n'est pas désirable dans un contexte industriel puisque ce système devrait plutôt être utilisé pour fabriquer des pièces. Il est alors intéressant de prédire la moulabilité à l'aide

d'un modèle rhéologique. En effet, Mangels et Williams (1983) ont identifié une relation entre la moulabilité et la viscosité des mélanges poudre-liant. La viscosité des mélanges poudre-liant est généralement mesurée par un rhéomètre rotatif ou capillaire, dont le principe repose sur la mesure de la viscosité en fonction du taux de cisaillement appliqué. Cet aspect est crucial puisque les mélanges poudre-liant sont rhéofluidifiants, c.-à-d. que leur viscosité change en fonction de la contrainte appliquée. La Figure 1.23 montre le profil de viscosité typique d'un mélange poudre-liant pour l'injection basse-pression (LPIM) pour trois différentes températures, où l'on peut voir que la viscosité décroît effectivement en fonction du taux de cisaillement. Cette propriété rhéofluidifiante est généralement recherchée, car lors de l'injection, le taux de cisaillement est élevé, ce qui produit en retour une viscosité faible afin que le mélange épouse facilement les parois du moule, mais démontre tout autant une haute viscosité au repos (c.-à-d., à des taux de cisaillement faible ou nul) afin d'éviter la ségrégation des phases liquide et solide juste après l'injection. Puisque la moulabilité est inversement proportionnelle à la viscosité, un modèle rhéologique doit alors extraire la viscosité à un taux de cisaillement représentatif de l'injection qui varie entre 10 et 1000 s⁻¹ en injection basse pression.

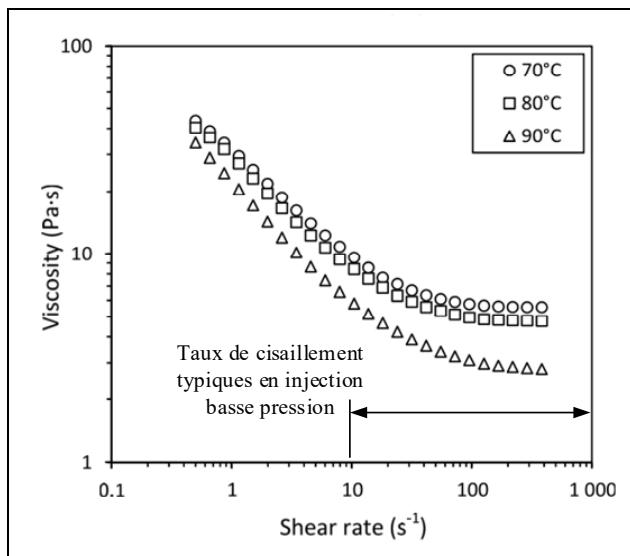


Figure 1.23 Profile de viscosité typique d'un mélange basse pression
Adaptée de Gholami et Demers (2018)

CHAPITRE 2

PROBLÉMATIQUE ET OBJECTIFS

Tel que décrit dans le chapitre précédent, le procédé MIM comporte quatre étapes incluant la préparation du mélange poudre-liant, l'injection de ce mélange dans la cavité d'un moule, le déliantage pour retirer le liant de la pièce moulée et finalement le frittage afin de consolider la pièce. Toutes ces étapes sont importantes, mais l'injection est particulièrement critique, car elle détermine la forme de la pièce et l'occurrence des défauts la constituant. La phase d'injection est principalement contrôlée par le comportement rhéologique du mélange poudre-liant, qui dépend essentiellement des caractéristiques des poudres, des propriétés du liant et des paramètres d'injection. Bien que les tendances générales aient été identifiées, l'impact relatif de ces variables n'est pas encore clairement compris pour le procédé LPIM et ainsi il est difficile de prédire efficacement la moulabilité d'un mélange et d'en faire l'optimisation. Plus spécifiquement, plusieurs études affirment que la viscosité d'un mélange poudre-liant décroît avec l'augmentation de la taille et de la sphéricité des particules, mais il n'y a encore à ce jour que les essais d'injection réelle ou des mesures de la viscosité du mélange fondu qui permettent d'en quantifier l'effet. Puisque ces deux approches nécessitent qu'un mélange soit produit pour chaque condition, ces techniques demeurent longues et couteuses (particulièrement pour les injections réelles) et donc peu efficientes.

Il devient alors intéressant d'explorer et de développer une nouvelle méthode de mesure qui permettrait de prédire l'impact des caractéristiques des poudres sèches sur la moulabilité d'un mélange poudre-liant utilisé en MIM. Tel que mentionné précédemment, la coulabilité d'un lot de poudre est un phénomène complexe qui dépend à la fois des propriétés physico-chimiques de la poudre, mais aussi des états de contraintes externes sur la poudre. La majorité des recherches sur la rhéologie des poudres sèches a été réalisée sur des poudres organiques, minérales ou céramiques, particulièrement dans les domaines de la pharmaceutique et du génie chimique. Notons aussi que plusieurs autres recherches ont été réalisées avec des substances grossières comme des grains de riz ou encore des billes de verre pour lesquelles les propriétés

morphologiques peuvent être facilement contrôlées, et qui sont finalement très loin des caractéristiques des poudres utilisées en MIM. Il est alors pertinent de résumer comment les résultats obtenus jusqu'à maintenant dans la littérature peuvent s'appliquer et être transposés aux poudres métalliques utilisées dans le procédé MIM:

- Il est considéré dans le domaine que la taille idéale de particules pour le procédé MIM doit être $D_{90} < 22 \mu\text{m}$ (Heaney, 2012). Selon la classification de Geldart, ces poudres appartiennent au groupe D et sont donc cohésives, ce qui veut dire qu'elles font partie de la catégorie de poudre la plus difficile à fluidiser;
- Les forces cohésives sont dépendantes, entre autres, du matériau. Ainsi, il est possible que la proportion des forces cohésives pour les poudres métalliques soit très différente par rapport à ce qui a été observé pour les autres types de poudres;
- La manière dont les poudres métalliques sont fabriquées (en général, atomisation et tamisage) peut faire en sorte que leur distribution granulométrique ainsi que leur forme diffèrent grandement des autres poudres traitées dans la littérature, par exemple les poudres organiques produites généralement par synthèse chimique et trituration.

Puisque les poudres métalliques fines utilisées en MIM sont cohésives, qu'elles sont très différentes des poudres organiques traitées dans la littérature et qu'au meilleur des connaissances de l'auteur, il n'y a pas d'étude montrant le lien entre les caractéristiques des poudres de grade MIM et la moulabilité des mélanges, il demeure encore difficile à ce jour de développer de nouveaux mélanges autrement que par des essais rhéologiques du mélange fondu ou la méthode d'essai-erreur par des injections à l'échelle réelle.

L'objectif de ce projet est de corrélérer la rhéologie des poudres sèches et des mélanges poudre-liants à la moulabilité, et ce, pour des poudres de taille et de forme variées typiquement utilisées dans le procédé MIM. Pour ce faire, une approche a été développée afin de caractériser plusieurs poudres sèches selon différents états de contrainte afin de brosser un portrait global de leur comportement à l'écoulement. Par la suite, des mélanges poudre-liant ont été fabriqués et testés pour en déterminer les profils rhéologiques et les moulabilités. Finalement, les meilleurs paramètres d'écoulement de poudres sèches et des mélanges poudre-liant permettant de prédire la moulabilité ont été identifiés.

CHAPITRE 3

MÉTHODOLOGIE EXPÉRIMENTALE

Les conditions expérimentales de test étant déjà détaillées dans l'article scientifique au chapitre 4, la présente section constitue un complément et un support visuel afin d'en faciliter la compréhension.

3.1 Caractérisation des poudres sèches

Quatre différentes poudres d'acier inoxydable couramment utilisées dans le domaine du MIM ont été étudiées. Des quatre poudres étudiées, l'une a été produite par atomisation au gaz (ou *gas* en anglais pour l'identifier comme la poudre « G ») et possède un $D_{50} = 12 \mu\text{m}$, et a ainsi été nommée G-12 pour décrire sa méthode de fabrication et sa taille médiane. Les trois autres poudres atomisées à l'eau (ou *water* en anglais pour l'identifier comme la poudre « W ») possédant un D_{50} de 10, 7 et 3 μm ont aussi été nommées en référence à leur méthode de fabrication et leur taille: W-10, W-7 et W-3. Typiquement, les poudres atomisées au gaz sont plus sphériques que celles atomisées à l'eau, ce qui a été confirmé par l'analyse d'image présentée dans le chapitre 4. Donc, le plan de test consiste à observer l'effet de la forme sur les propriétés des poudres par la comparaison des poudres G-12 et W-10, de taille similaire mais de forme différente, mais aussi l'effet de la taille par la comparaison des poudres W-10, W-7 et W-3, qui sont de forme similaire mais de taille différente.

Des tests préliminaires en rhéologie des poudres ont démontré que la poudre W-3 manifestait une très forte propension à l'agglomération, ce qui en retour causait une forte dispersion des données. Cependant, un séchage de la poudre par la suite a permis d'en atténuer l'agglomération et d'améliorer grandement la répétabilité des résultats rhéologiques. Conséquemment, toutes les poudres ont été séchées en simultané dans un four conventionnel avant d'être caractérisées. Pour ce qui est de l'échantillonnage, les petites quantités nécessaires aux différents tests de caractérisation ont été prélevées du contenant de poudre séchées suite à un culbutage de ce dernier afin d'assurer une bonne répartition des particules.

La distribution de la taille des particules des différents lots de poudre a été obtenue par diffraction laser à l'aide d'un appareil dédié à cet effet, le Beckman Coulter LS 13 320 (Figure 3.1a). Le module d'analyse à sec a été utilisé, dont le principe repose sur l'aspiration à vide afin de disperser le lot de poudre et ainsi permettre l'analyse individuelle de chaque particule. La diffraction laser a été utilisée dans cette étude car elle représente l'une des méthodes les plus utilisées et acceptées dans le domaine de la métallurgie des poudres pour obtenir la distribution de la taille des particules fines. Tel qu'abordé à la section 1.2.1, la distribution cumulative des tailles a été tracée似ilairement à la Figure 3.1b, ce qui a permis d'extraire le D_{10} , D_{50} et D_{90} qui sont respectivement les 10^e, 50^e et 90^e percentiles de taille. La forme des particules a ensuite été caractérisée par analyse d'images à l'aide d'un microscope électronique à balayage (MEB) équipé d'un détecteur d'électrons secondaires, le Hitachi S-3600N (Figure 3.1c). L'image originale brute MEB (Fig. 3.1d) a été traitée à l'aide du logiciel Fiji/ImageJ auquel a été ajoutée l'extension MorphoLib J (Legland, Arganda-Carreras, & Andrey, 2016; Schindelin et al., 2012; Schindelin, Rueden, Hiner, & Eliceiri, 2015). Ce logiciel a permis de faire plusieurs manipulations sur les images obtenues par le MEB afin de segmenter (c.-à-d., découper) chaque particule présente dans l'image. Par exemple, on peut voir à la Figure 3.1e une image segmentée afin de calculer ensuite la taille et les facteurs de forme. L'elongation et la circularité ont été utilisées dans ce travail afin de caractériser la forme puisque ce sont deux facteurs qui sont simples et complémentaires. La distribution de taille a aussi été mesurée par analyse d'image et a été comparée à celle déjà obtenue par diffraction laser.

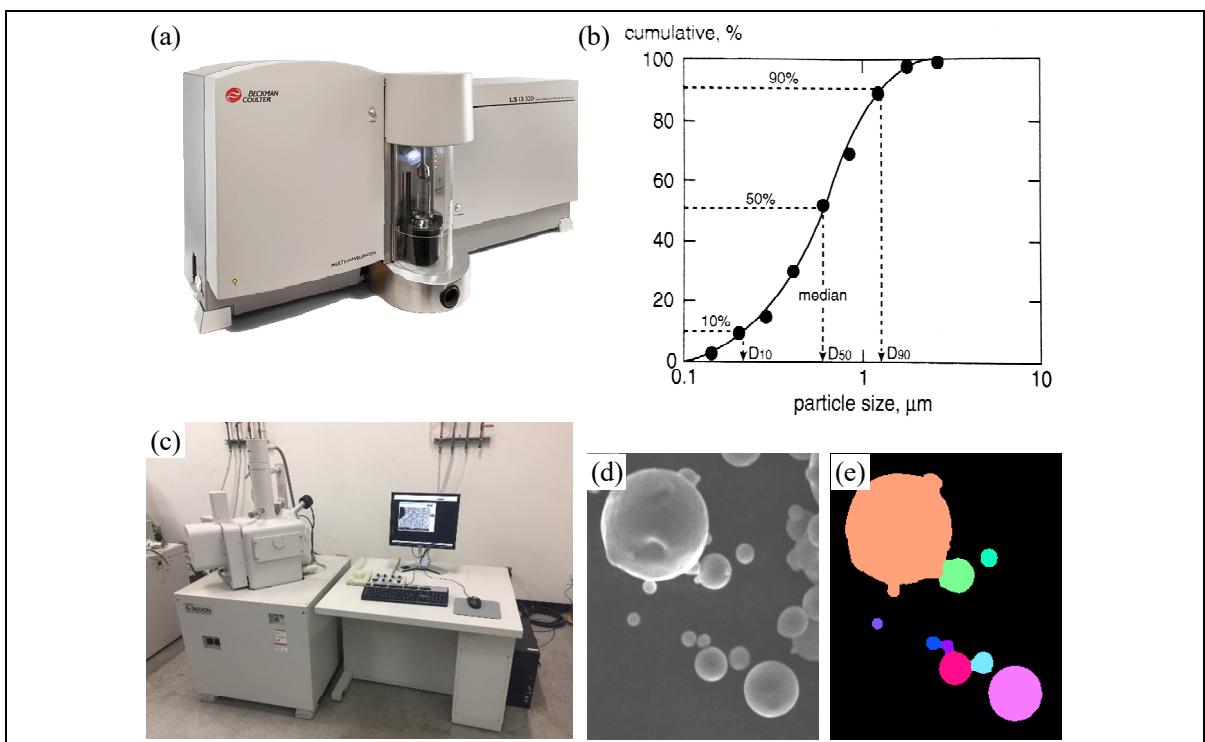


Figure 3.1 (a) Analyseur par diffraction laser Beckman Coulter LS 13 320, tirée de beckman.com, (b) courbe cumulative typique de la distribution des tailles, tirée de German et Bose (1997, p. 62), (c) microscope électronique à balayage Hitachi S-3600N, tirée de semservice.com, et (d) exemple d'image obtenue par MEB et (e) suite à la segmentation

Les poudres ont également été caractérisées à l'aide d'un pycnomètre, l'AccuPyc II 1340 de Micromeritics présenté à la Figure 3.2a. Le pycnomètre permet de mesurer le volume réel, c.-à-d. que le volume mesuré inclut les vides à l'intérieur des particules. Pour y parvenir, l'appareil utilise l'équation (3.1) (basée sur la loi des gaz parfaits) afin de calculer le volume de l'échantillon, V_s . Tel que présenté à la Figure 3.2b, V_c et V_r sont respectivement les volumes de la chambre d'expansion (*tank*) et de la chambre de l'échantillon et sont déjà connus d'une calibration antérieure. La séquence de test consiste premièrement à ouvrir la valve M pour remplir la chambre d'expansion afin d'obtenir la pression P_1 . Par la suite, la valve M est fermée puis la Z est ouverte, ce qui répartit le gaz entre les deux chambres et génère ainsi la pression P_2 . Suite à la mesure du volume de l'échantillon, il est divisé par sa masse (auparavant obtenu à l'aide d'une balance) afin de déterminer la masse volumique réelle. Dans le cas où les poudres étudiées sont toutes constituées du même alliage, comme dans la présente étude, la masse volumique réelle permet alors de comparer le taux de porosité des poudres.

$$V_s = V_c + \frac{V_r}{1 - \frac{P_1}{P_2}} \quad (3.1)$$

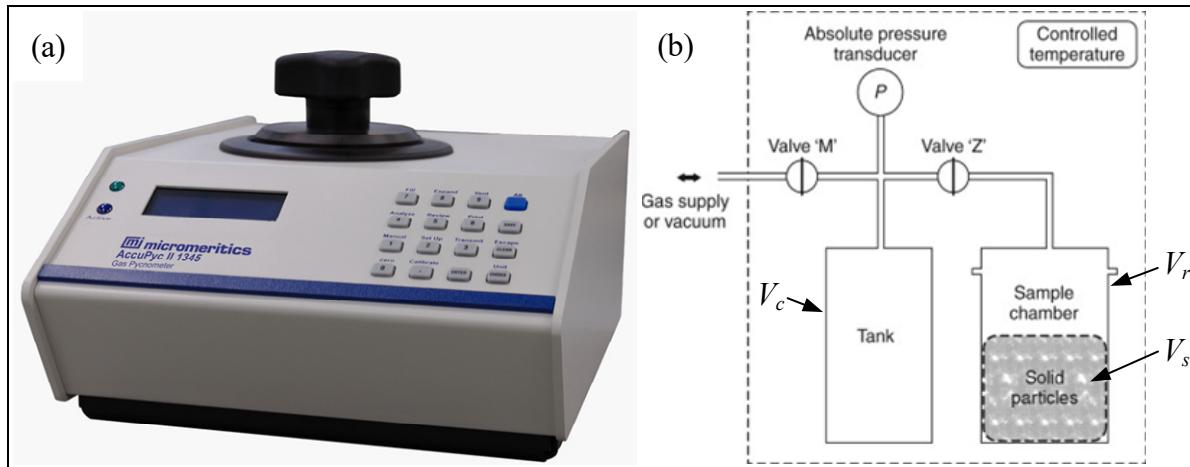


Figure 3.2 (a) Pycnomètre Micromeritics AccuPyc II 1340, tirée de micromeritics.com, et (b) schéma du principe de fonctionnement du pycnomètre, adaptée de Van Vlierberghe, Graulus, Keshari Samal, Van Nieuwenhove, et Dubruel (2014)

3.2 Rhéologie des poudres sèches

La mesure des propriétés rhéologiques des poudres sèches a été effectuée à l'aide du rhéomètre à poudre FT4 (Freeman Technology, R.-U.) présenté à la Figure 3.3. Cet appareil a été choisi grâce à sa capacité à appliquer divers états de contraintes sur les poudres, ce qui lui permet d'évaluer le comportement à l'écoulement dans diverses situations. Cet appareil se compose principalement d'un récipient situé à sa base ainsi que d'un outil qui peut se déplacer verticalement et tourner sur lui-même. Lors d'un test, l'appareil mesure continuellement la hauteur de l'accessoire, la force axiale rencontrée ainsi que le couple appliqué tels qu'illustrés par les flèches jaunes sur la Figure 3.3. L'unité d'aération est un module complémentaire qui permet de contrôler l'injection d'air (en vitesse ou en pression) à la base du récipient.

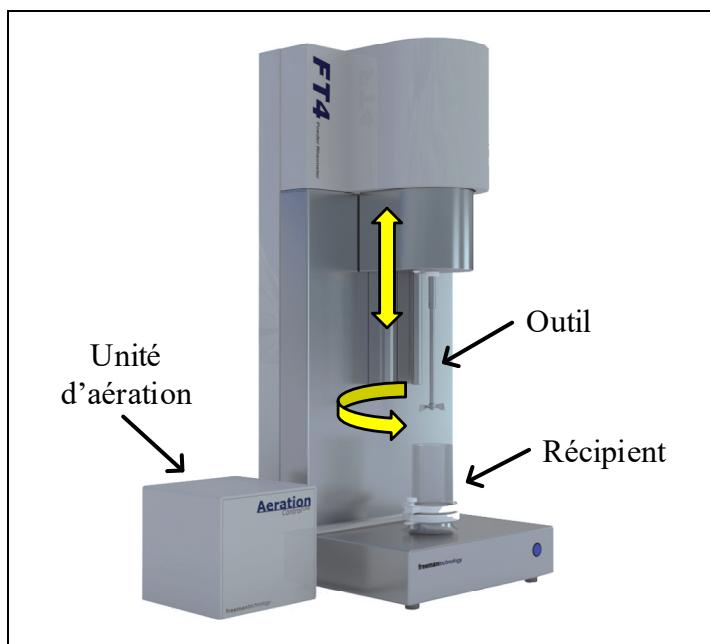


Figure 3.3 Le rhéomètre à poudre FT4
Adaptée de micromeritics.com

L'appareil dispose de trois (3) outils pour interagir avec la poudre. La lame, telle que présentée à la Figure 3.4a, possède la forme d'une hélice afin de pouvoir générer un écoulement plus ou moins forcé dépendamment de l'angle d'attaque utilisé. En fonction des vitesses de translation et de rotation, la lame peut produire une gamme d'effet allant d'un effet tranchant à un autre plus compressif. Le piston ventillé, présenté à la Figure 3.4b, est constitué d'un maillage d'acier inoxydable multicouche qui permet à l'air de s'échapper afin de comprimer seulement la poudre dans le récipient. Bien que chaque couche de maillage possède une taille de maille de 60 µm, le manufacturier assure que le système multicouche permet au piston ventillé d'être utilisable pour des tailles de particules beaucoup plus faibles allant jusqu'à l'ordre du nanomètre. Finalement, on observe à la Figure 3.4c la tête de cisaillement, essentiellement un piston mais qui est équipé de lames verticales afin de pouvoir générer un plan de cisaillement au travers du lit de poudre lors de sa rotation.

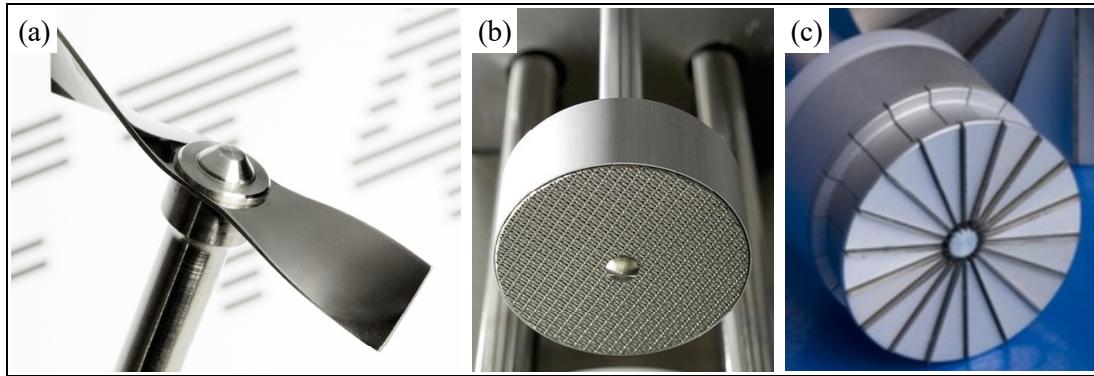


Figure 3.4 Outils du FT4 : (a) lame, (b) piston ventilé et (c) tête de cisaillement
Tirées de freemantech.co.uk et micromeritics.com

Pour sa part, le récipient est constitué principalement de trois composantes, soit l'enveloppe cylindrique en verre borosilicate, le mécanisme de nivellation, et la base qui sont illustrés à la Figure 3.5a. Suite au remplissage du récipient, le mécanisme de nivellation permet de générer un volume de poudre connu et constant entre chaque test en retirant l'excédent de poudre afin de minimiser l'influence de l'opérateur. Telle que présentée à la Figure 3.5b, la base standard agit simplement comme un bouchon, alors que la base aérée, qui est équipée d'un maillage multicouche, permet l'injection d'air dans le récipient lorsque connectée à l'unité d'aération.

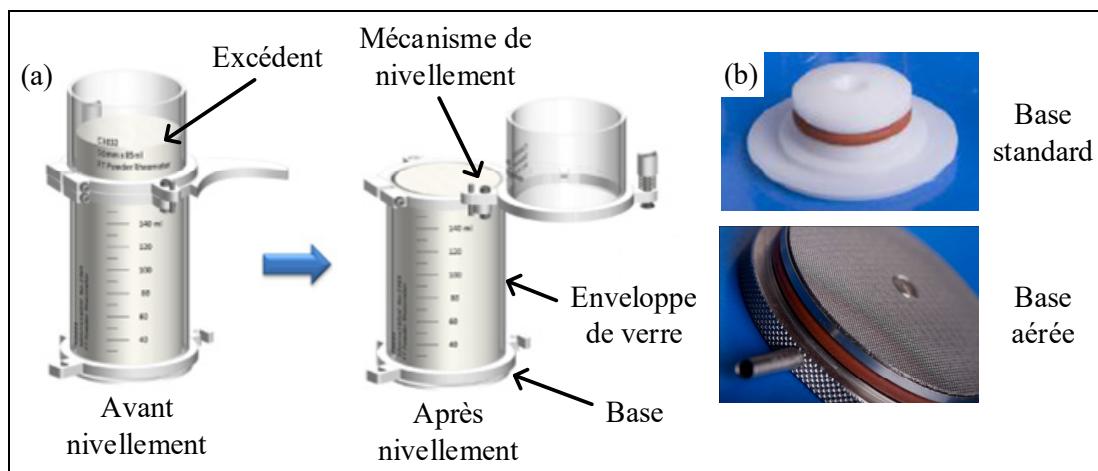


Figure 3.5 (a) Récipient du FT4 et son mécanisme de niveling ainsi que (b) les deux types de bases
Adaptées de freemantech.co.uk

Les outils et les bases du rhéomètre à poudre FT4 peuvent être fournis en trois tailles différentes, soit un diamètre de 62, 50 ou 25 mm. Les diamètres plus grands permettent d'étudier des particules de plus grande taille, et vice versa. Les essais au rhéomètre FT4 permettent d'obtenir 14 métriques qui sont détaillées au chapitre 4.

3.3 Rhéologie des mélanges poudre-liant

Suite aux tests sur les poudres à l'état sec, elles ont été mélangées à un liant polymérique fondu afin de générer des mélanges poudre-liant prêts à être injectés. Une formulation de liant typiquement utilisée dans le domaine de l'injection basse pression a été sélectionnée, composée principalement d'une cire de paraffine qui agit à titre d'agent de transport pour la poudre et de certains additifs afin d'en optimiser les propriétés pour le procédé MIM. Plus spécifiquement, les additifs sont la cire de carnauba, l'acide stéarique et l'éthylène-acétate de vinyle, qui sont respectivement un agent démoulant dont l'effet lubrifiant facilite l'éjection du moule, un agent surfactant qui assure un meilleur mouillage entre les particules solides et le liant liquide, et un agent épaississant qui sert à contrôler la viscosité du mélange. Les profils rhéologiques des mélanges poudre-liant ont été générés par le rhéomètre rotatif MCR 302 de Anton-Paar, présenté à la Figure 3.6a. Le principe d'un rhéomètre rotatif consiste à plonger un mandrin cylindrique dans la substance à mesurer et d'y appliquer une vitesse de rotation pour ensuite mesurer le couple engendré. Ces mesures sont ensuite converties par le logiciel de l'appareil en termes de viscosité et de taux de cisaillement. En effet, tel que présenté à l'équation (3.2), la viscosité (η) est obtenue par le rapport entre la contrainte (τ) et le taux de déformation en cisaillement ($\dot{\gamma}$), qui eux sont calculés en appliquant des facteurs de forme au couple (T) et à la vitesse de rotation (ω), soit $\tau = T \cdot K_\tau$ et $\dot{\gamma} = \omega \cdot K_\gamma$.

Dans la cadre de cette étude, une géométrie de cylindres concentriques a été utilisée telle qu'illustrée à la Figure 3.6b, où l'on peut voir qu'une mince couche de mélange poudre-liant se retrouve entre le récipient et le mandrin. Le choix de la géométrie à utiliser est principalement lié à la viscosité de la substance, et les cylindres concentriques sont la géométrie standardisée la plus commune applicable à la plage de viscosité des mélanges poudre-liant utilisés en

injection basse pression. En négligeant la forme du bout du mandrin pour la géométrie cylindrique, les facteurs de forme K_γ et K_τ sont calculés à partir des équations (3.3) et (3.4), où r_1 est le rayon du mandrin, r_2 le diamètre interne du récipient, et l la longueur du mandrin. Tel que présenté à la Figure 3.6c, une substance dont la viscosité reste inchangée en fonction du taux de cisaillement est dite newtonienne, alors qu'un accroissement indique une substance rhéoépaississante et une réduction, une substance rhéofluidifiante. Tel qu'expliqué à la section 1.3, les mélanges poudre-liant utilisés en MIM sont rhéofluidifiants afin de faciliter l'injection et éviter la ségrégation au repos. Le rhéomètre est également équipé d'un système de contrôle en température puisque les mesures se font aux températures d'injection qui se situent typiquement entre 70 et 110 °C.

$$\eta = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} = \frac{T \cdot K_\tau}{\omega \cdot K_\gamma} \quad (3.2)$$

$$K_\gamma = \frac{r_1^2 + r_2^2}{r_2^2 \cdot r_1^2} \quad (3.3)$$

$$K_\tau = \frac{1}{4\pi \cdot l} \cdot \frac{r_1^2 + r_2^2}{r_2^2 \cdot r_1^2} \quad (3.4)$$

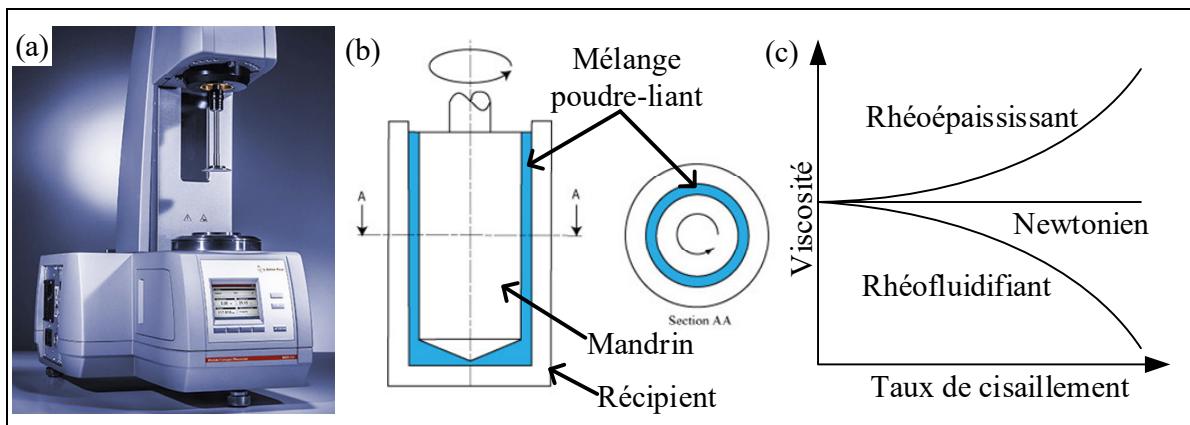


Figure 3.6 (a) Le rhéomètre rotatif MCR 302 de Anton-Paar, tirée de medicalexpo.com, (b) la géométrie de test des cylindres concentriques, adaptée de seis.bristol.ac.uk, et (c) les trois types de comportements rhéologiques

3.4 Essais d'injection à l'échelle réelle

Par la suite, des essais d'injection à l'échelle réelle ont été réalisés afin d'évaluer la moulabilité de chaque mélange poudre-liant. La presse à injection basse pression utilisée dans le cadre de ce projet a été développée par Francis Ares dans le cadre de son projet de maîtrise (voir Figure 3.7a) et constitue en fait une révision du prototype conçu par Lamarre et al. (2017). Ce nouveau concept de presse a vu le jour afin de pallier un problème majeur dans le domaine de l'injection basse pression qui est la ségrégation du mélange dans la canalisation des machines. Cette ségrégation est en fait la séparation des phases liquides et solides. En effet, les modèles commerciaux présentent des endroits entre le réservoir et le moule où, entre chaque injection, une certaine quantité de mélange demeure stagnante. Lorsque le mélange est trop peu visqueux ou bien que le délai entre les injections soit trop long, le mélange aura alors l'occasion de se ségréger, ce qui entraînera des défauts sur la pièce qui sera injectée par la suite. Le concept imaginé et breveté par cet étudiant (Lamarre, Demers, & Chatelain, 2021), illustré à la Figure 3.7b, élimine ces points morts grâce à un système de canalisations linéaires combinées à un piston. En effet, ce système fonctionne à la manière d'une seringue, où le cylindre d'injection effectue premièrement une ponction dans le réservoir pour prélever une certaine quantité de mélange fondu, et puis est ensuite déplacé sous le moule grâce à la table glissante sur laquelle il est monté. L'injection est ensuite effectuée, puis le surplus de mélange restant dans le cylindre d'injection est retourné dans le réservoir pour y être remélangé avec le reste du mélange poudre-liant.

Afin de quantifier la moulabilité des mélanges, les injections ont été réalisées dans le moule spiral illustré à la Figure 3.7c. La distance d'injection (L) a été calculée en utilisant l'équation (3.5) de la spirale d'Archimède, où a est le point de départ de la spirale, b est l'incrément de la spirale divisé par 2π , c est le nombre de tours de la spirale et θ est l'angle en radian (dans cette étude, le moule utilisé implique $a = 4.7$ mm et $b = 1.516$ mm).

$$L = \int_0^{c \cdot 2\pi} \sqrt{(a + b \cdot \theta)^2 + b^2} \, d\theta \quad (3.5)$$

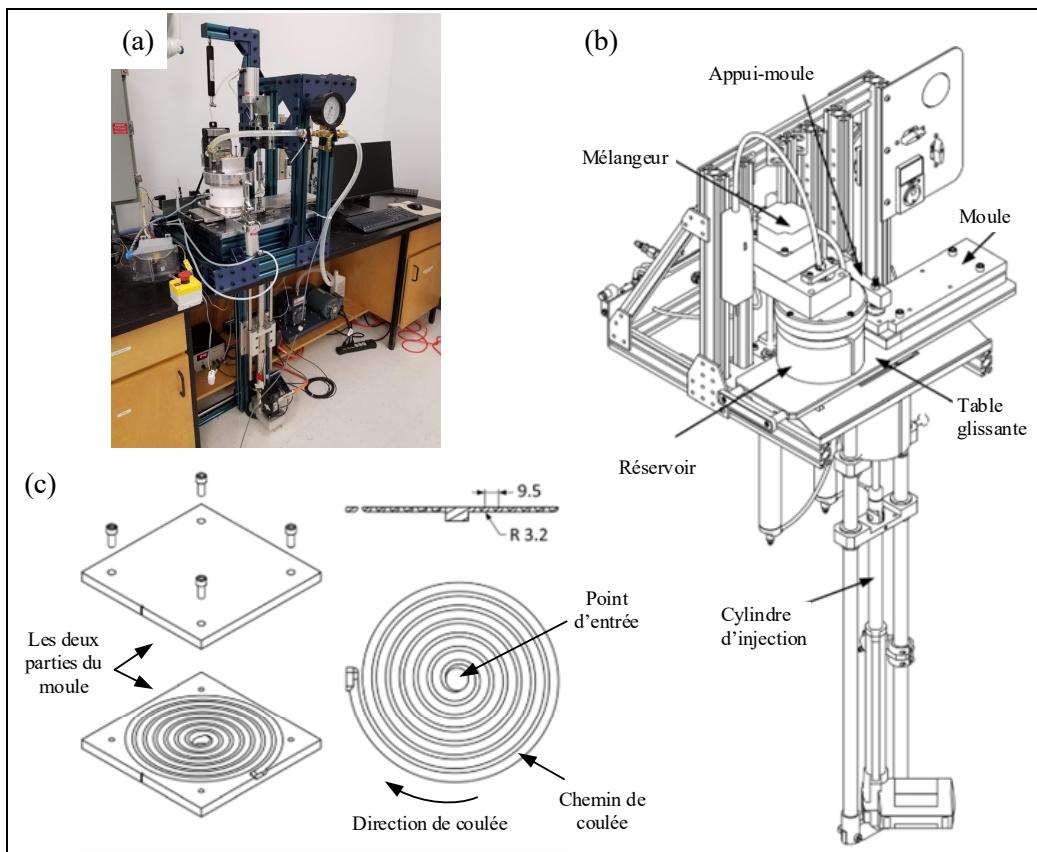


Figure 3.7 (a) Presse à injection basse pression actuelle de l'ETS ainsi que (b) le prototype original, adaptée de Lamarre et al. (2017) et (c) le moule spiral (dimensions en mm), adaptée de Lamarre et al. (2017)

CHAPITRE 4

RHEOLOGY OF DRY POWDERS AND METAL INJECTION MOLDING FEEDSTOCKS FORMULATED ON THEIR BASE

David Langlais¹, Vincent Demers^{1*}, Vladimir Brailovski¹

¹ Département de Génie mécanique, École de technologie supérieure,

1100 Notre-Dame Ouest, Montréal, Québec, Canada H3C 1K3

Article soumis pour publication dans le journal *Powder Technology*, août 2021

4.1 Abstract

The influence of powder characteristics on the moldability of metal injection molding feedstock is relatively well understood, but remains difficult to quantify other than by real-scale injections. This study aims to correlate feedstock moldability performances with melt viscosity and dry powder rheology. Four stainless steel powders exhibiting different particle sizes and shapes were tested in dry conditions using an FT4 powder rheometer to obtain thirteen different powder rheology-related metrics. These powders were subsequently mixed with a wax-based binder to formulate four feedstocks that were tested in melt conditions using a rotational rheometer to characterize the injection-related rheology of the feedstock formulations. The moldability of the feedstocks was finally quantified using real-scale injections performed into a spiral mold cavity to measure the injected lengths, and the correlation between the dry and melt rheology metrics and the real-scale injection moldability was evaluated. Results showed that the feedstock melt viscosities and the injected lengths were almost perfectly correlated. Furthermore, two dry powder rheology metrics, namely, the normalized basic flow energy and the conditioned powder bulk density, showed the correlation with the feedstock moldability which is comparable to that obtained with the melt rheology. The results of this study indicate that although the feedstock melt viscosity and the dry powder rheology take fewer variables into account as compared to real-scale injections, these

simplified tests (especially dry powder rheology) could be considered as rapid and reliable approaches to assessing the impact of powder characteristics on the moldability of powder-binder feedstocks used in metal injection molding.

Key words

Dry powder rheology, Melt viscosity, Powder flowability, Feedstock moldability, Metal injection molding (MIM), Metallic powder

4.2 Introduction

Metal injection molding (MIM) is a near-net-shape manufacturing process enabling cost-effective production of intricate metallic parts exhibiting high mechanical properties and decent dimensional accuracy (Heaney, 2012). The MIM process is used to fabricate metallic parts for a wide range of applications including automotive, electronic, dentistry, tooling, firearms, medical, aerospace, and consumer products. This manufacturing process involves four main stages. The first stage consists in preparing feedstock by mixing metallic powder with a molten polymeric binder. In the second stage, the molten feedstock is injected into a mold cavity, cooled down until solidification, and finally ejected from the mold. According to the feedstock viscosity, this shaping operation can be performed either by conventional high-pressure injection molding (e.g., using pressures of 50-200 MPa (German & Bose, 1997; Wolff et al., 2018)) or low-pressure injection molding (e.g., using pressures of 0.1-2 MPa (Azzouni, Demers, & Dufresne, 2021; Peltsman & Peltsman, 1983)). During the third stage, the injected parts (also called the green parts) are debound using a sequence of solvent, supercritical fluid, catalyst, or thermal debinding operations, depending on the binder system used (Attia, Hauata, Walton, Annicchiarico, & Alcock, 2014; Hayat, Wen, Zulkifli, & Cao, 2015; Ho & Lin, 1995; Royer, Barriere, & Bienvenu, 2018). In the fourth stage, sintering at high temperatures under either a protective or a reactive atmosphere promotes solid state diffusion thus enabling powder bonding and the mass transportation required to obtain final metallic components with a relative density generally exceeding 95% (Gülsoy, Özgün, & Bilketay, 2016; Özgün, Özkan Gülsøy, Yilmaz, & Findik, 2013). Although each of these four stages is critical, special

attention must be paid to control the feedstock fluidity during the injection stage in order to avoid defects such as flashes, sinks or voids, which can impair the green part integrity (Shahbudin, Othman, Amin, & Ibrahim, 2017). During injection, the rheological behavior of feedstocks is controlled by multiple variables including powder characteristics (Oh, Lee, & Park, 2017), binder/feedstock properties (Ahn, Park, Lee, Atre, & German, 2009), and injection process parameters (Keshavarz Panahi, Mianajiy, Miandoabchi, & Hussaini Fareed, 2013). Since the impact of all these variables on the feedstock viscosity remains difficult to ascertain, it becomes interesting to develop indirect techniques relating dry powder characteristics to melt rheology and moldability of MIM feedstocks formulated on their base. Although several studies have agreed that the feedstock viscosity decreases with an increase in powder size and sphericity, the influence of these characteristics on the feedstock moldability has been quantified using either melt rheology or real-scale injection measurements (Berenika Hausnerova, Mukund, & Sanetrnik, 2017; Sotomayor, Várez, & Levenfeld, 2010), which represent very highly resource-intensive approaches. Alternatively, the flow properties of dry powders could potentially be related to the feedstock viscosity, but the uncertainty related to the use of numerous dry powder characterization methods, either accepted or emerging, makes it challenging to measure the flowability of powders.

As recently summarized by Ramakrishnan (2020), there are no less than twenty different experimental techniques used to characterize dry powders. Techniques to obtain basic geometric and physical powder quantities, such as the particle size, powder shape, and powder density, are well known, and are among the most frequently-used powder characterization methods (ASM International, 2015). Other approaches measuring bulk powder properties reflect the interactions of powder particles within a given powder lot, and are therefore often used to quantify powder flowability. However, as the flow behavior of powders depends not only on powder characteristics, but also on in-service conditions, it cannot be entirely described by any single metric (Prescott & Barnum, 2000). As a workaround, several characterization techniques have been developed over the past 60 years in the chemical, pharmaceutical, food, and powder metallurgy sectors, among others, to better predict the fluidity of dry powders under different application conditions. In 1965, Carr (1965) proposed

two indexes to rank powder flowability: first, the angle of repose described in the D6393-14 ASTM standard (ASTM International, 2014) and second, the powder compressibility determined from the apparent and tapped bulk density measurements described in the D7481-18 ASTM standard (ASTM International, 2018b). A few years later, Hausner (1967) proposed a slightly different approach to calculate powder compressibility using the same parameters.

Other more complex powder characterization systems, namely shear testers and fluidized bed testers have been also developed to better understand the powder behavior in hoppers (Schulze, 2014) and fluidized environments (Zhu, Zhang, Wang, & Wei, 2016). In this respect, Jenike (1964) was the first to successfully use a shear tester for powders and aggregate bulks, a technique which is now covered by the D6123-16 ASTM standard (ASTM International, 2016b). He also proposed a flowability classification system based on an original flow factor index (ff_c) measured using a shear testing apparatus. Hou et Sun (2008) used such a shear tester on eleven pharmaceutical powders to study the effect of powder characteristics on the ff_c parameter and concluded that the finer the powders, the smaller the ff_c and the lower the powder flowability. Using a similar methodology on twenty-three pharmaceutical powders, Yu et al. (2011) elaborated a model to predict the ff_c value using some particle size and shape descriptors. They confirmed that even though the particle size is amongst the most significant parameters influencing the powder flow, the particles' minimal Feret's diameter and aspect ratio also significantly impact the powder rheology. Recently, Leung et al. (2016) assessed the precision of shear testers using six pharmaceutical powders and confirmed that such tests could reliably be used to quantify the powder flowability, except for the case of very low-cohesion powders.

Alongside the development of shear testers, significant efforts have been directed towards the characterization and standardization of fluidized powders (ASTM International, 2012). As a pioneer in this field, Geldart (1973) proposed to classify the fluidization behavior of powders into four groups, which he correlated with the particle size (diameter) and the difference between the powder density and that of the fluidizing gas. Since Geldart's experiments were realized only with air at room temperature, Yang (Yang, 2007) modified and extended this

particle classification to higher temperatures, higher pressures, and other fluidizing gases usually used in industrial applications of the fluidized bed technology. During the last decade, Geldart's powder classification has been revisited by several research groups to include other conditions, with the most recent proposal made by Mostoufi (2021) taking into account the interparticle forces acting during fluidization.

Other dynamic approaches have also been developed to characterize bulk powder properties, such as measuring the flow rate through a funnel or using avalanche testers. For example, the Hall (ASTM International, 2020), Carney (ASTM International, 2016a), and Gustavsson (ISO, 2020) funnels proposed in the ASTM and ISO standards can be used to determine the powder flow rate through calibrated orifices, which is then correlated with the powder flowability. Spierings et al. (2016) recently demonstrated the capability of an avalanche tester to quantify the flowability of powders used in additive manufacturing, along with an original visual scale used to predict the suitability of different metallic-based powders for powder bed-based additive manufacturing. Although all these methods offer useful and well-accepted metrics describing powders, they cannot quantify the powder flow behavior under conditions different from those used during testing.

To expose dry powders to simulated in-service conditions and better understand powder behavior during handling, blending, transportation, feeding, and processing, different measurement systems have been proposed, including powder rheometers. For about twenty years, powder rheometers have been used to obtain the bulk properties of dry powders under a wide range of stress conditions (Bruni, Colafigli, Lettieri, & Elson, 2005; R. Freeman, 2003, 2007; T. Freeman, Brockbank, & Sabathier, 2017; Salehi, Barletta, Poletto, Schütz, & Romirer, 2017). Using different spindle-mounted attachments and modules, it is now possible to obtain not only conventional shear properties of powders, but also some new metrics describing the response of metallic and non-metallic powders to quasi-static, dynamic, and aerated conditions. Fu et al. (2012) studied the effect of particle shape and size on the flow properties of lactose powders used in the pharmaceutical sector. They concluded that both powder characteristics have a significant influence on the flow behavior under a wide range of stresses.

Leturia et al. (2014) compared traditional and new testing methods to quantify the flow properties of five different powders. They concluded that dynamic and aeration tests obtained from an FT4 powder rheometer (Freeman Technology, UK) provide results that can be respectively related to the Hausner ratio and the minimum fluidization velocity obtained in a fluidized bed. Shi et al. (2018) confirmed that the shear test results obtained with the same FT4 rheometer on eight different limestone powders were in good agreement with those obtained using a comparable device, the Shulze ring shear tester (RST-01).

For metallic powders used in conventional powder metallurgy, additive manufacturing, and powder injection molding, only a few research groups have reported the performances of powder rheometers. Chikosha, Mahlatji, et Chikwanda (2014) performed shear, compressibility, and stability testing using an FT4 powder rheometer with two titanium powders and confirmed that coarser powders exhibit better flowability, higher compressibility, and good stability as compared to their finer equivalents. Using eight coated aluminum powders, Ludwig et al. (2020) determined that the aeration test performed with the same rheometer is able to evaluate the bed expansion behavior, and can therefore be used as an alternative to the typical pressure drop method to identify different powder groups according to Geldart's classification. For their part, R. Freeman et Fu (2008) demonstrated that an FT4 rheometer can be successfully used to predict the die filling performance of glass, aluminum, and tungsten particles. Nijikovsky, Aguirre Perales, Brika, et Brailovski (2020) arrived at a similar conclusion while working with metal powder premixes. By comparing the results of dynamic testing carried out with two different funnels (Hall and Gustavsson) and an FT4 powder rheometer, Mellin et al. (2017) confirmed that despite the fact that all these techniques could be used to differentiate different nickel-based powders used in additive manufacturing, no direct correlation could be obtained between the flowability data obtained with funnels and with a powder rheometer. To further improve the assessment of powder spreadability in additive manufacturing, Snow, Martukanitz, et Joshi (2019) identified three new metrics, namely the percentage of the build plate surface covered by spread powder, the rate of powder deposition, and the rate of change of the avalanching angle. They concluded that these metrics can be successfully predicted using an avalanche tester or the angle of repose, but not using

either the ff_c metric or the specific energy measured by an FT4 powder rheometer. Recently, Brika, Letenneur, Dion, et Brailovski (2020) laid the groundwork to correlate metrics measured by an FT4 powder rheometer to the performance of titanium powders in additive manufacturing. By using only small amounts of powder as compared to real-scale 3D printing setups, they combined several indexes measured by different cells included with a powder rheometer to suggest an original cumulative index allowing the comparison of the AM suitability of such expensive powders.

The recent growth in dry powder rheology presented above, along with the development of several indexes obtained with powder rheometers make them a must-have experimental approach to characterize powders. However, this interesting characterization capability has, to the best of the authors' knowledge, never been used to correlate dry powder rheology with the feedstock moldability used in metal injection molding. This study aims to characterize the dry rheology of typical MIM powders and better understand its correlation with the feedstock melt rheology and moldability.

4.3 Materials and methods

4.3.1 Dry powder characterization

Four different 17-4PH stainless steel powders were used in this work. Three water-atomized and one gas-atomized powders were provided by Epson Atmix Corporation (Japan) and Sandvik Osprey Ltd (United Kingdom), respectively. This precipitation-hardening stainless steel is widely used in the aerospace, chemical, petrochemical, and many other sectors for its high strength and good corrosion resistance. All the powders were dried at 150°C for 4 h in a conventional furnace (Pyradia model B7P142713SVF) before being tested in dry conditions or blended with a molten binder to formulate LPIM feedstocks. A scanning electron microscope (SEM, Hitachi S-3600N equipped with a secondary electron detector) was used to observe the shape of powder particles. Depending on the fabrication route, these powders exhibited either a spherical shape (Figure 4.1a, gas-atomized powders) or a near-spherical/ligamental shape (Figure 4.1b-d, water-atomized powders). Next, the particle size

distribution was measured using a laser diffraction particle analyzer (Beckman Coulter LS 13 320, dry analysis mode) and an image analysis technique. More than twenty-five SEM images per powder (amounting to between 6,000 and 13,000 particles for each lot) were analyzed with the open source program Fiji/ImageJ (Schindelin et al., 2012; Schindelin et al., 2015) combined with the MorphoLib J plugin (Legland et al., 2016). The frequency and cumulative particle size distribution curves obtained using these two approaches are presented in Figure 4.2. As expected, the distribution curves obtained from image analysis are shifted to values finer than those obtained from laser diffraction analysis (Trottier & Dhodapkar, 2014).

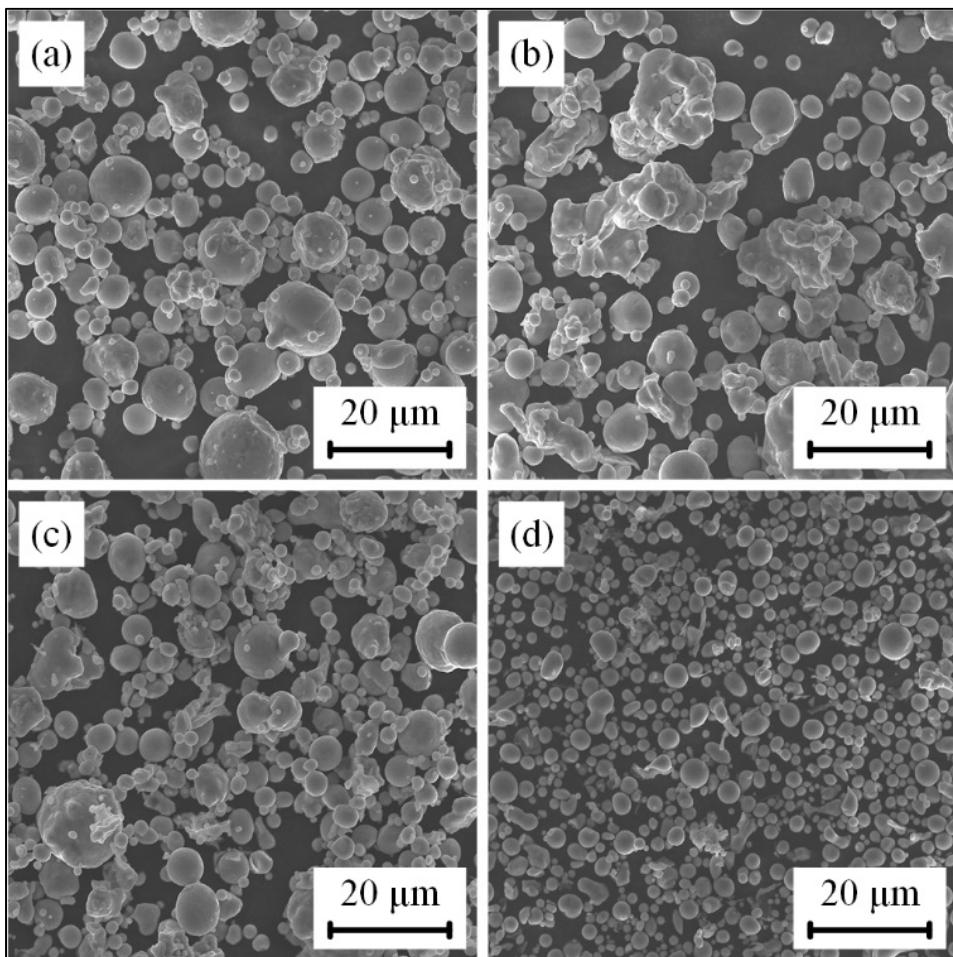


Figure 4.1 SEM images of dry powders: (a) G-12, (b) W-10, (c) W-7, and (d) W-3

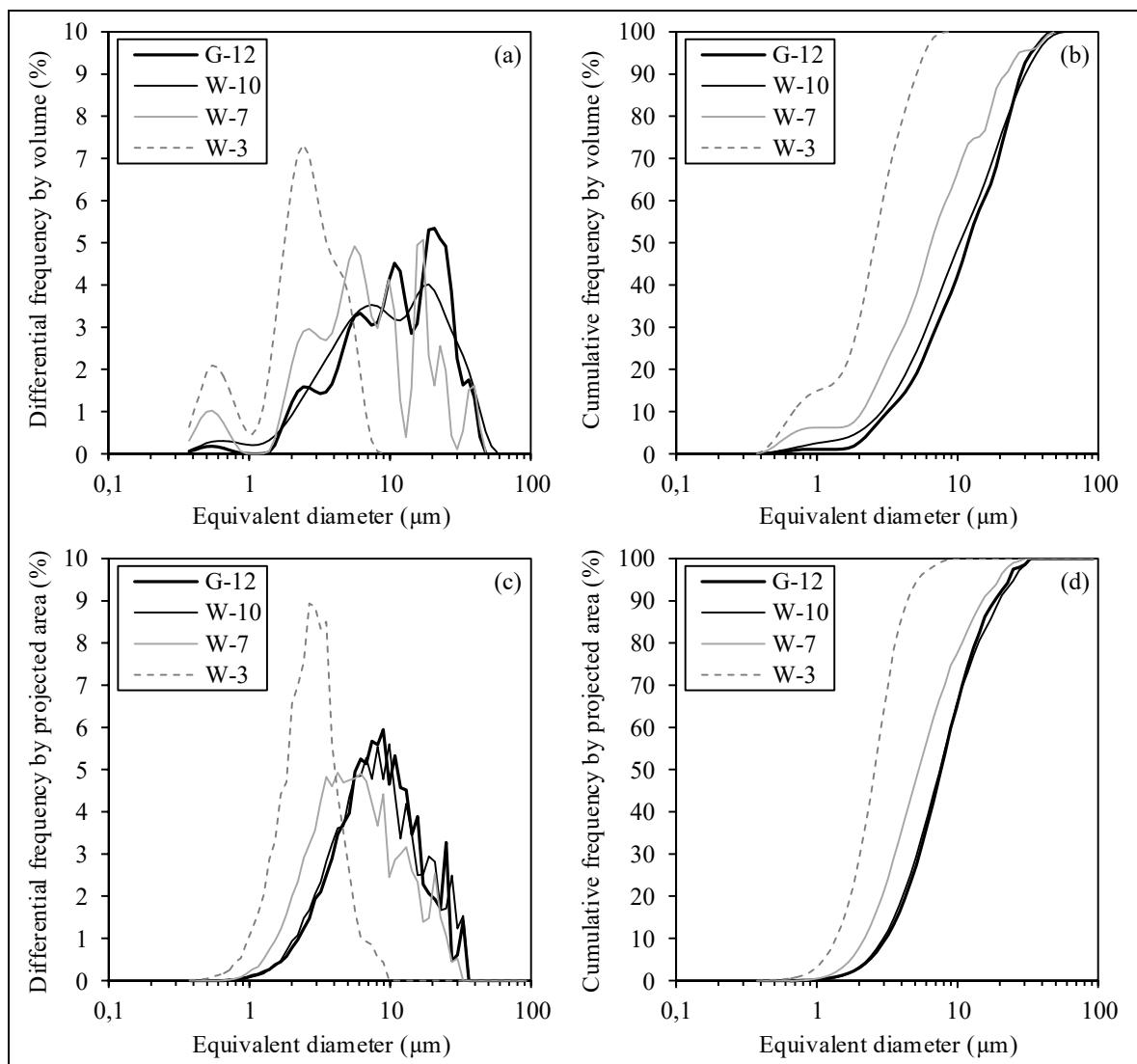


Figure 4.2 Particle size distributions obtained using (a-b) laser diffraction and (c-d) image analysis

Powder characteristics are reported in Tableau 4.1, where the first powder identification index refers to the fabrication route: G (gas-atomized) and W (water-atomized), and the second, to an average particle size obtained by laser diffraction: 3, 7, 10 or 12 μm . Based on the results obtained, the powders are grouped together into three size categories from coarse to fine: G-12/W-10, W-7, and W-3. Shape descriptors, namely, the median circularity and the aspect ratio (i.e., respectively the ratio of a circle's perimeter having the same particle area to the actual particle perimeter, and the ratio between the greatest and the smallest dimensions of the

particle) obtained by image analysis, also confirm that the powders can be grouped together according to their fabrication routes: gas-atomized G-12, more spherical, and water-atomized W-10/W-7/W-3, less spherical. Powder densities collected in Tableau 4.1 were obtained using an AccuPyc II 1340 pycnometer (Micromeritics). The measured pycnometer densities of the water-atomized powders are lower than that of their gas-atomized equivalent, reflecting a higher porosity of powder particles obtained by water atomization.

Tableau 4.1 Characteristics of the powders

| Powder key | Atomization | Equivalent diameter (μm) | | | | | | Circularity | Aspect ratio | Pycnometer density (g/cm^3) | | | |
|------------|-------------|---------------------------------------|----------|----------|----------------|----------|----------|-------------|--------------|---|--|--|--|
| | | Laser diffraction | | | Image analysis | | | | | | | | |
| | | D_{10} | D_{50} | D_{90} | D_{10} | D_{50} | D_{90} | | | | | | |
| G-12 | Gas | 3.2 | 11.8 | 28.2 | 3.1 | 7.7 | 19.1 | 0.85 | 1.17 | 7.68 | | | |
| W-10 | Water | 2.9 | 10.4 | 30.3 | 3.0 | 7.7 | 21.9 | 0.84 | 1.22 | 7.54 | | | |
| W-7 | Water | 2.1 | 6.5 | 22.0 | 2.2 | 5.3 | 15.1 | 0.83 | 1.24 | 7.56 | | | |
| W-3 | Water | 0.7 | 2.6 | 5.1 | 1.4 | 2.6 | 4.4 | 0.87 | 1.18 | 7.52 | | | |

4.3.2 Powder rheology

The rheological properties of dry powders were obtained using an FT4 powder rheometer (Freeman Technology, UK). Glass vessels (\varnothing 25 mm) equipped with three different spindles (blade, vented piston, and shear head) and two different bases (plain and aerated) were used to conduct tests under three different stress conditions and to obtain thirteen metrics reported in Figure 4.3. Most of these tests were performed following the conditioning and leveling routines. During the conditioning routine, the rotating blade was introduced and retracted to slightly stir the powder sample and reset its bulk history (T. Freeman et al., 2017). Excess powder was then removed from the glass vessel using a leveling splitter to produce a known and repeatable powder volume sample. All the tests were executed under the default procedures established by the manufacturer.

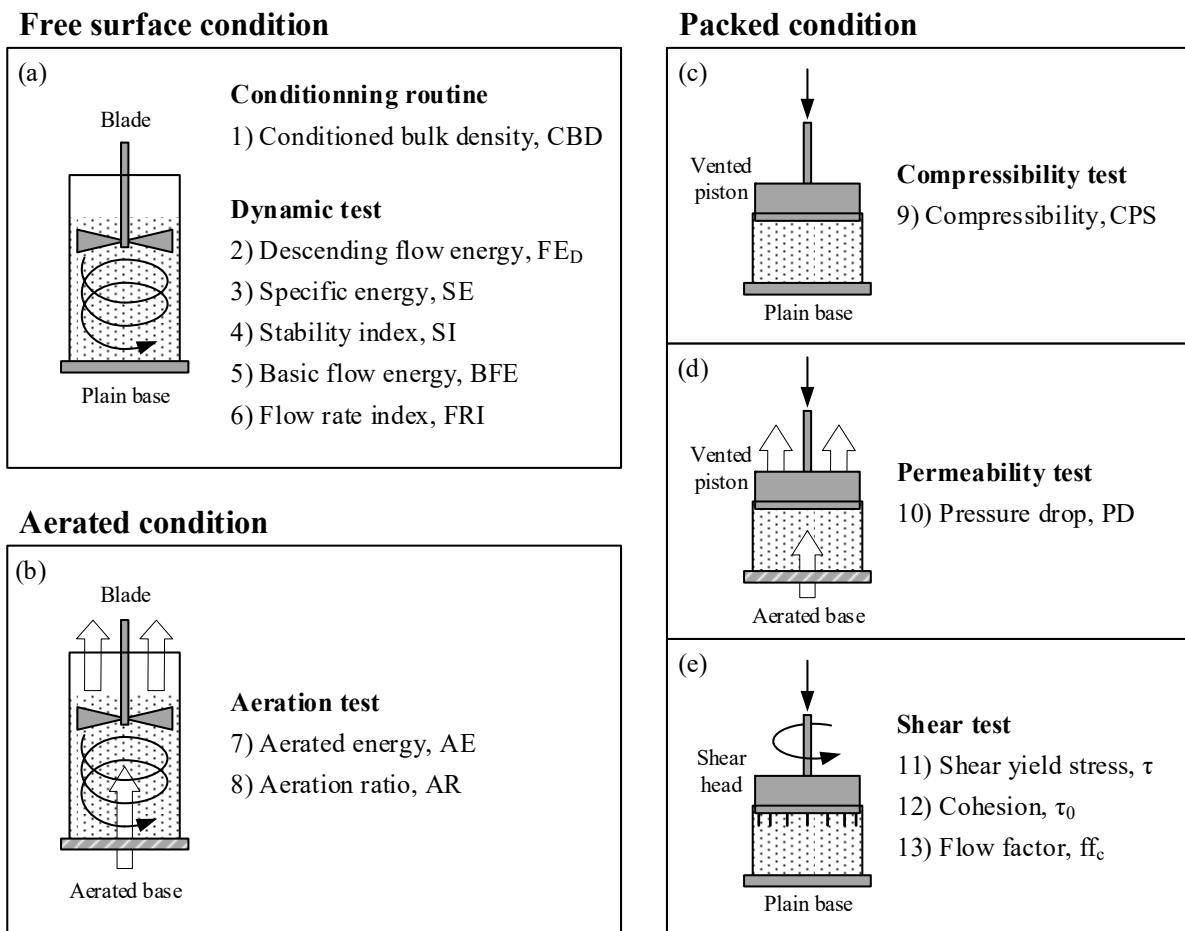


Figure 4.3 Schematic representation of the FT4 powder rheometer setups used to characterize dry powders under different stress conditions
Adapted from Freeman Technology (2016)

4.3.2.1 Powder characterization under free surface conditions

The conditioning routine and dynamic tests were performed using the glass vessel, the plain base, and the blade illustrated in Figure 4.3a. Following the conditioning and leveling stages, the conditioned powder volume (V_{cond}) was weighted to determine the conditioned mass (m_{cond}) required to calculate the conditioned bulk density (CBD), using Eq. (4.1). Thereafter, a 3-step sequence including a conditioning, a descendant rotating blade movement, and an ascendant rotating blade displacement was repeated seven times using a predetermined helical path (depicted by the black arrow in Figure 4.3a) and a constant blade tip speed of 100 mm/s

to measure the powder flow energy (FE). The last metric represents the work done by the blade to get through the powder bed, and it is obtained by continuous measurements of the axial and rotational forces along its path. In fact, a low flow energy indicates a good powder flowability. The flow energy values were recorded during the first descent (FE_{D1}), the sixth ascent (FE_{A6}), the seventh descent (FE_{D7}), and the seventh ascent (FE_{A7}) in order to calculate the specific energy (SE) and the stability index (SI) from Eq. (4.2) and (4.3). In addition to these two metrics, the basic flow energy (BFE) was also extracted and corresponds to a flow energy measured during the seventh descendant passage (i.e., $BFE = FE_{D7}$). Finally, an additional 3-step sequence (i.e., conditioning/descent/ascent of the rotating blade) was repeated four times using the same helical path, but by reducing the blade tip speed from 100 to 10 mm/s, to record the flow energies during the eighth and eleventh descents (FE_{D8} and FE_{D11}), and calculate the flow rate index (FRI) using Eq. (4.4).

$$CBD = \frac{m_{cond}}{V_{cond}} \quad (4.1)$$

$$SE = \frac{FE_{A6} + FE_{A7}}{2 \cdot m_{cond}} \quad (4.2)$$

$$SI = \frac{FE_{D7}}{FE_{D1}} \quad (4.3)$$

$$FRI = \frac{FE_{D11}}{FE_{D8}} \quad (4.4)$$

4.3.2.2 Powder characterization under aerated conditions

Aeration tests were performed using the glass vessel, the aerated base, and the blade illustrated in Figure 4.3b. Based on the dynamic test results, a quantity of powder corresponding to the conditioned mass (m_{cond}) was filled into the glass vessel. Following the conditioning routine, the rotating blade was introduced in the powder bed using a descendant predetermined helical

movement (schematized by the black arrow in Figure 4.3b) to measure the initial flow energy (AE_0) before retracting the blade out of the powder bed. Since this test was performed without airflow and with amounts of powder identical to those used in the dynamic tests, the values of AE_0 and FE_{D1} are expected to be similar. During the aerated tests, an identical 3-step sequence (i.e., conditioning/descent/ascent of the rotating blade at 100 mm/s) was repeated five times on powder samples subjected to air velocities varying from 1 to 4 mm/s (illustrated by white arrows in Figure 4.3b) to record the aerated energy (AE_4) during the descendant movement, with an airflow at 4 mm/s. The powder aerating capabilities were also quantified by the aeration ratio (AR) calculated by Eq. (4.5).

$$AR = \frac{AE_0}{AE_4} \quad (4.5)$$

4.3.2.3 Powder characterization under packed conditions

Compressibility tests were performed using the glass vessel, the plain base, and the vented piston illustrated in Figure 4.3c. Following the conditioning and leveling routines, the piston height was recorded at different compressive stresses varying from 1 to 15 kPa (depicted by the black arrow in Figure 4.3c) to obtain a compressed volume from the powder sample. The compressibility metric (CPS) was calculated using the conditioned volume (V_{cond}) and the compressed volume (V_{comp}) required in Eq. (4.6):

$$CPS = \frac{V_{cond} - V_{comp}}{V_{comp}} \cdot 100 \quad (4.6)$$

The permeability tests were performed using the glass vessel, the aerated base, and the vented piston represented in Figure 4.3d. Following the conditioning and leveling stages, an airflow was introduced in the vessel (2 mm/s represented by white arrows in Figure 4.3d) and the air pressure drop (PD) was recorded under different compressive stresses varying from 1 to 15 kPa (illustrated by the black arrow in Figure 4.3d).

Finally, shear tests were performed using the glass vessel, the plain base, and the shear head illustrated in Figure 4.3e according to the ASTM D7891-15 standard method (ASTM International, 2015c). Following the conditioning stage, the powder samples were pre-compressed at 9 kPa with the vented piston (pre-compression value used by R. Freeman (2007) and Fu et al. (2012)) and leveled before obtaining the cohesion parameter (τ_0) and the flow factor (ff_c). Figure 4.4 summarizes the five different steps required to measure the shear points, build Mohr's circles, and obtain these two shear parameters by the default routine implemented in the FT4 rheometer. The first step consists in pre-shearing the powder bed under a constant rotation speed by applying a compressive stress of 9 kPa until the shear stress becomes constant (both illustrated by black arrows in Figure 4.3e). At that point, the powder lot reaches a stress state referring to a steady-state flow, which defines the pre-shear point (Step #1 in Figure 4.4). The rotation of the shear head is then stopped, the compressive stress is decreased to 7 kPa, and the shear stress is gradually re-increased until the powder is flowing to record the shear yield stress (τ). This routine, including pre-shearing, was repeated four times using decreasing compressive stresses from 6 to 3 kPa to draw a total of five yield points reported in Step #2 in Figure 4.4. In Step #3, the yield locus (illustrated by a dashed line in Figure 4.4) was obtained by a curve fitting of the previous five yield points and extended up to the ordinate to extract the cohesion parameter (τ_0). One small and one large Mohr's circles tangent to the yield locus and passing respectively through the origin and the pre-shear point were finally obtained in Steps #4-5 to extract the consolidation stress applied to the powder lot (σ_1), and the unconfined yield strength (σ_c), both required to calculate the flow factor (ff_c) using Eq. (4.7).

$$ff_c = \frac{\sigma_1}{\sigma_c} \quad (4.7)$$

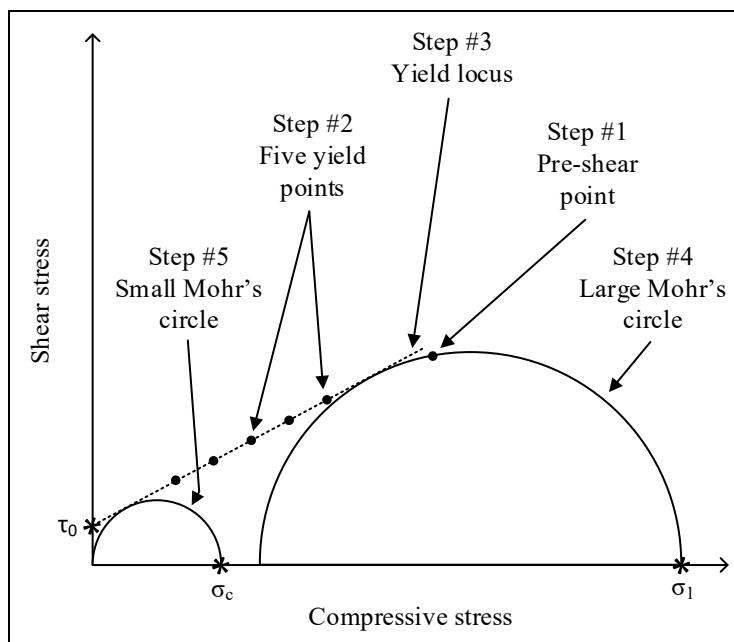


Figure 4.4 Summary of the shear test methodology to obtain the cohesion parameter (τ_0) and calculate the flow factor (ff_c)

Adapted from ASTM International (2015c)

4.3.3 MIM feedstock characterization

Following the powder drying operation, each powder was combined with a molten binder to formulate four MIM feedstocks. The solid loading was set at 60 vol. % of powder and the binder was formulated from 30 vol. % of paraffin wax, 7 vol. % of carnauba wax, 2 vol. % of stearic acid, and 1 vol. % of ethylene vinyl acetate used respectively as the main carrier, shrinking agent, surfactant, and thickening agent (Tableau 4.2). These binder constituents were selected due to their extensive use in the MIM sector in general, and more specifically, in low-pressure injection molding (Ben Trad, Demers, & Dufresne, 2019; Goncalves, 2001). The melting point of each binder constituent and feedstocks was evaluated using a Perkin Elmer Pyris 1 DSC according to the ASTM D3418-15 standard (ASTM International, 2015b). The rheological properties of the powder-binder feedstocks were obtained using an Anton Paar MCR 302 rotational rheometer equipped with a concentric-cylinders geometry (CC-17) and a temperature-controlled measuring system (C-PTD 200). Viscosity profiles were obtained at

90°C for shear rates ranging from 0.5 to 2000 s⁻¹. These four feedstocks were finally injected into a spiral mold cavity using a laboratory injection press (complete procedure is available in a previous work (Lamarre et al., 2017)) to quantify their respective moldabilities.

Tableau 4.2 Characteristics of the binder constituents

| Material | Melting point (°C) | Density (g/cm ³) | Supplier |
|------------------------|--------------------|------------------------------|---------------|
| Paraffin wax | 59.0 | 0.9 | Sigma-Aldrich |
| Carnauba wax | 84.5 | 1.0 | Sigma-Aldrich |
| Stearic acid | 75.0 | 0.9 | Sigma-Aldrich |
| Ethylene-vinyl acetate | 49.0 | 1.0 | Polysciences |

4.3.4 Statistical analysis

Each powder rheology test was repeated three times for each dry powder, while five repetitions of the viscosity profiles and five injections were performed for each powder-binder MIM feedstock. Due to a small sample size, the standard deviation was estimated by dividing the range of the measured data by a d_2^* constant taken from tabulated values, which depend on the sample size (AIAG, 2010, p. 203). For measurements where the difference or similarity between the powders/feedstocks were not obviously apparent, ANOVA or t-tests were conducted with a p-value < 5% as the criterion to reject the null hypothesis (i.e., if the p-value was smaller than 5%, then the means were considered to be significantly different).

4.4 Results

4.4.1 Dry powder rheology

4.4.1.1 Powder characterization in free surface conditions

The conditioned powder bulk density (*CBD*) for the four powders was measured following the standard conditioning routine, and is reported in Figure 4.5a. This metric measured by a powder rheometer is in principle similar to the well-known apparent density (*AD*), which is measured using a powder flowmeter funnel as described in the ASTM B213-20 standard (ASTM International, 2020). In general, high *CBD* or *AD* values indicate that the powder exhibits a high bulk density in loose conditions, and/or contains a low volume fraction of air. As expected, an increase in powder size (W-3 vs. W-7 vs. W-10 in Figure 4.5a) and in powder sphericity (W-10 vs G-12) both produce higher *CBD*. This result confirms that the *CBD* metric can be used to distinguish between the four different powders due to a clear difference in the average *CBD* values, combined with narrow standard deviation bars. This metric was even suitable for differentiating powders W-7 and W-10, which exhibit similar particle characteristics, as can be seen in Figure 4.1 and Tableau 4.1. Since MIM powders do not generally easily flow through the different funnels available for the apparent density measurements, measuring *CBD* becomes an interesting alternative for quantifying the powder bulk density in unpacked or loose conditions.

The descending flow energy (FE_D) measured during the dynamic test is reported in Figure 4.5b. This parameter was measured from the axial and rotational forces experienced by the blade, and in fact represents the work done by the blade to pass through a powder bed during its descent. As the descending blade movement compresses the powder lot, a low FE_D indicates a good flowability for an unconstrained powder that is forced to flow under high stresses. During the Segment #1 sequence performed at a constant blade tip speed of 100 mm/s (i.e., during the first seven descents reported in Figure 4.5b), the three coarse powders G-12, W-10, and W-7 exhibit similar flowabilities, while the fine powder W-3 clearly stands apart with a poorer flowability. During the Segment #2 sequence, a decrease in the blade tip speed

from 100 to 10 mm/s in descents #8-11 produces a clearer distinction in the FE_D values between each powder as the flow rate decreases. However, FE_D cannot be used to differentiate between the powders used in this work as even the eleventh descent, which shows visually the best distinction between the powders, bears no significant difference between powders G-12 and W-10 (p-value = 9 %, t-test).

The following parameters, including the specific energy (SE), stability index (SI), basic flow energy (BFE), and flow rate index (FRI), were extracted from the dynamic test results, and are presented in Figure 4.5c-f. The parameter SE represents the work of the blade during an ascendant movement (Figure 4.5c). Due to the upward direction of the movement, to remove the contribution of the gravity, this parameter was normalized to the conditioned mass (m_{cond}). Because this measurement is realized with an unconstrained surface, the flow stress is typically low, and therefore, SE is mainly affected by interparticle forces. In powder bulk flow, these forces are expected to become predominant as the particle size decreases and/or the surface-to-volume ratio increases. This phenomenon is clearly captured in Figure 4.5c, where powder G-12, with the greatest powder size and sphericity, produced the lowest SE among all the powders tested, and where the water-atomized powders exhibit an increase in SE as the particle size decreases from W-10 to W-3. Since the value of SE clearly distinguished all the powders used in this work, it becomes an interesting parameter candidate to differentiate between cohesive powders and assess their flowability in an environment where their behavior is dominated by interparticle forces.

The metric SI reported in Figure 4.5d quantifies the evolution of the powder flow behavior during a repeated use at a constant flow rate. In brief, this parameter quantifies the evolution of FE_D during the Segment #1 sequence previously plotted in Figure 4.5b. According to the powder rheometer manufacturer, this parameter is expected to situate between $0.9 < SI < 1.1$ for most powders (Freeman Technology, 2010), while $SI > 1$ is an indication of de-aeration, agglomeration, segregation, moisture uptake, and/or electrostatic charge, and $SI < 1$ depicts attrition, de-agglomeration, over-blending, and/or coating of the blade or vessel by a flow enhancer. Powders G-12, W10, and W-7 exhibit a tendency to be unstable (i.e., with $SI \approx 1.1$ -

1.2) and cannot be clearly differentiated using this parameter, as an ANOVA shows no significant difference between these three powders (p -value = 25%). Although powder W-3 with $SI \approx 0.95$ exhibits a behavior that is stable and different from that of the other three powders, this parameter is difficult to correlate with either the particle size or morphology.

The BFE metric reported in Figure 4.5e corresponds to the FE_D value measured during the seventh descent of the dynamic test (i.e., $BFE = FE_{D7}$). Since the behavior of a powder subjected to a constant flow rate may change over time, this parameter directly extracted from the Figure 4.5b describes specifically the powder flowability when the flow behavior is stabilized. Similar to FE_D results, a low BFE value indicates a good powder flowability for an unconstrained powder that is forced to flow under high stresses. Since the evolution of FE_D during the Segment #1 sequence and BFE are similar for all the powders, no new conclusions can be drawn using this metric.

The FRI metric shown in Figure 4.5f quantifies the evolution of FE_D during a decrease in flow rate. Calculated using values reported in the Segment #2 sequence (Figure 4.5b), this parameter assesses the impact of the flow rate on the powder flowability. As a reference, the powder rheometer manufacturer mentions that most powders exhibit $1.5 < FRI < 3$, very cohesive powders produce a $FRI > 3$, coarse and surface treated powders present a $FRI \approx 1$, while flow-enhanced powders may reach a $FRI \leq 1$ (Freeman Technology, 2007). In the present study, the similar FRI values varying between 1.45 and 1.58 obtained for all the powders (ANOVA analysis shows no significant difference with p -value = 17 %) confirm that their flow behavior is not significantly affected by the flow rate, and therefore, no correlation between this specific metric and the particle size or particle shape can be made to distinguish between these powders.

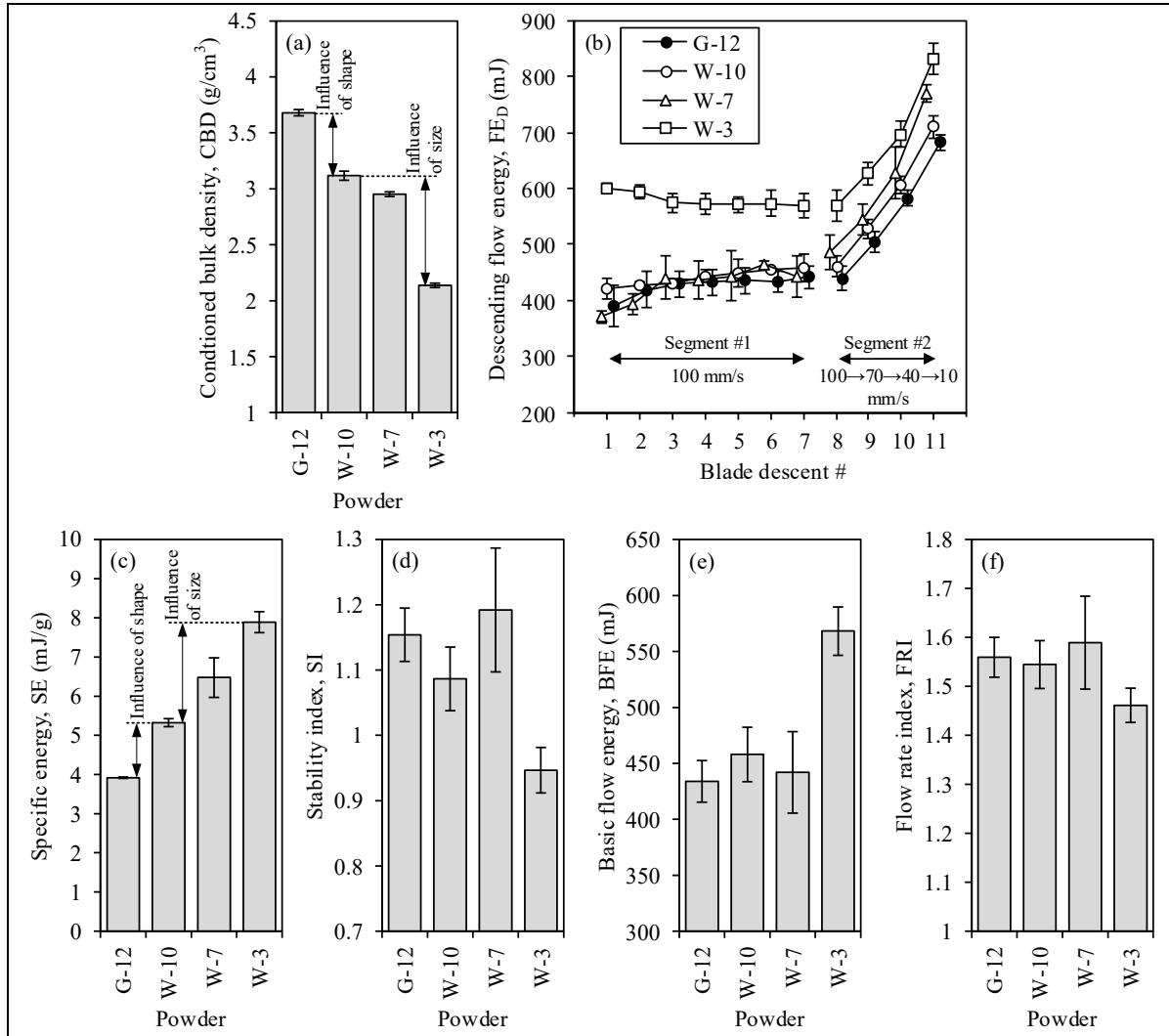


Figure 4.5 Parameters measured in free surface conditions: (a) conditioned bulk density (**CBD**), (b) descending flow energy (**FE_D**), (c) specific energy (**SE**), (d) stability index (**SI**), (e) basic flow energy (**BFE**), and (f) flow rate index (**FRI**)

4.4.1.2 Powder characterization in aerated conditions

The aerated energy (**AE**) measured during the aeration tests is reported in Figure 4.6a. This metric represents the work measured from the axial and rotational forces experienced by the blade passing through an aerated powder bed during its descent. In other words, this parameter is similar to **FE_D**, but is performed under a continuous airflow from the base of the sample holder. According to the manufacturer, the powder bed is fully fluidized when $AE < 10 \text{ mJ}$ or

even better, when AE tends to zero (Freeman Technology, 2013). Although no powder in this work reaches this threshold value, the coarse powders G-12, W-10, and W-7 tend to stabilize in values ranging from 50 to 150 mJ, while the finest powder W-3 exhibits a minimum AE of about 400 mJ that never stabilizes within the air velocity range used in this study. In fact, air velocities higher than 4 mm/s produced slugging and sometimes the powder overflowed from the vessel. In all cases, these results confirm that the four powders remain difficult to fluidize. In this respect, Geldart's powder classification (Geldart, 1973), based on the particle size and density, also confirms that all these powders can be designated as being very difficult to fluidize (i.e., Geldart's group C). The lowest AE was obtained with the coarsest and most spherical powder G-12, while the less spherical powders W-10, W-7, and W-3 manifested distinctively decreasing flowability, and the smaller the particle size, the poorer the flowability was. The fluidization capability of the powders was also quantified using the aeration ratio (AR) presented in Figure 4.6b. Directly extracted from the aeration test results presented in Figure 4.6a, this parameter confirms that powder G12 is more sensitive to aeration, while AR decreases distinctively as the particle size decreases for the water-atomized powders.

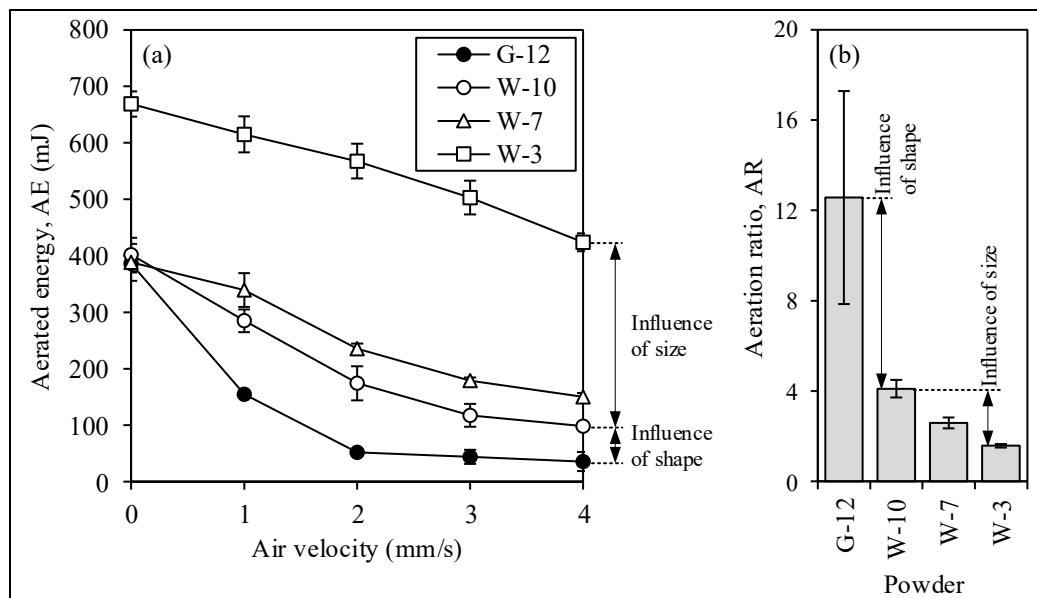


Figure 4.6 Parameters measured in aerated conditions: (a) aerated energy (AE), and (b) aeration ratio (AR)

4.4.1.3 Powder characterization in packed conditions

The compressibility (*CPS*) measured during the compression test is shown in Figure 4.7a. Analogously to the well-known Carr index, this parameter quantifies the bulk compressibility of a powder by comparing its loose volume (i.e., conditioned bulk density) and tapped volume (i.e., compressed volume). The metric *CPS* can also be linked to the flow behavior by referring to Carr's classification (Carr, 1965), where a low compressibility value indicates a good powder bulk flowability. In this respect, powder W-3 clearly stands apart with the lowest flowability, while the flowability of the coarser powders increases as the particle size and sphericity increase. Since the *CPS* metric was able to clearly differentiate each powder especially at high compressive stresses, it would be interesting to study how it relates to Carr's index and Hausner's ratio, as it could become an alternative to these indexes since they have frequently been questioned because of an inconsistency of stresses generated during the tapping operation (Hou & Sun, 2008; Saker, Cares-Pacheco, Marchal, & Falk, 2019).

The pressure drop (*PD*) presented in Figure 4.7b was obtained during the permeability tests. This metric quantifies the air pressure variations observed within a compressed powder sample subjected to a forced airflow. A low *PD* value indicates that air can easily flow through the powder. At low compressive stresses (e.g., 1 kPa), this parameter indicates that the permeability tends to decrease as the particle size and sphericity increase, but presents no clear distinction for powders W-7 and W-10. At moderate, and especially at high compressive stresses, the standard deviations values increase significantly, and the average *PD* values can no longer be distinguished (p-value = 83%, ANOVA). Although the *PD* at low compressive stresses and the *CBD* metrics measure similar physical quantities, both depending on the packing efficiency of a powder (i.e., the interstitial spaces between particles), the *CBD* presented in Figure 4.5a remains more sensitive to differences in the powder characteristics for all the powders used in this work.

The shear yield stresses (τ) measured during the shear test are reported in Figure 4.7c, where the error bars were omitted as they were smaller than the size of the marks with values ranging

from 0.004 to 0.15 kPa. The parameter τ corresponds to a shear stress measured upon yielding of a consolidated powder sample subjected to a given compressive stress. As the consolidation and compressive stresses increase, most powders manifest a higher bulk strength, leading to an increase in τ , and thus reflecting a higher resistance to flow initiation (i.e., to the onset of a permanent deformation of a powder sample). In this study, the powder sample was consolidated using a steady-state pre-shear operation performed under a compressive stress of about 9 kPa. The coarsest and most spherical powder G-12 required the lowest shear stresses to flow, while the flowing performances decreased as the sphericity and the size decreased for powders W-10 to W-3. This raw parameter becomes an interesting candidate to differentiate MIM powders in packed conditions.

Using the protocol schematized in Figure 4.4, the cohesion parameter (τ_0) and the flow factor (ff_c) were extracted from the previous raw shear test results (Figure 4.7c) and presented in Figure 4.7d-e. As stated above, these two parameters were obtained by extending the yield locus up to the ordinates and determining the consolidation stress applied to the powder and the unconfined yield strength (i.e., obtained by curve fitting of the data obtained between 3-7 kPa and directly from Mohr's circles, not shown in Figure 4.7c for better clarity). On the one hand, τ_0 can be seen as a nominal shear stress required to initiate flow in the packed powder (i.e., when no compressive strength is applied), and therefore, low values of τ_0 can be seen as a measure of good flowability. On the other hand, ff_c quantifies the capability of a powder subjected to consolidation forces (i.e., increasing interparticle forces) to develop internal strength. In this respect, Jenike (1964) proposed a qualitative flowability scale where a higher ff_c value denotes higher flowability. In fact, the higher the flowability, the lower the stress required to initiate flow in a powder sample, and similarly, a higher ff_c value corresponds to the case when a highly consolidated powder sample manifests a weak internal strength (i.e., low forces of interparticle interaction). The lowest cohesion and the highest flow factor values were obtained for powder G-12 (coarsest high sphericity powder), while τ_0 increased and ff_c decreased with a decrease in both the particle size and the sphericity. Since these two metrics are clearly distinct for all the powders of this study, they could probably serve to differentiate MIM powders in packed conditions.

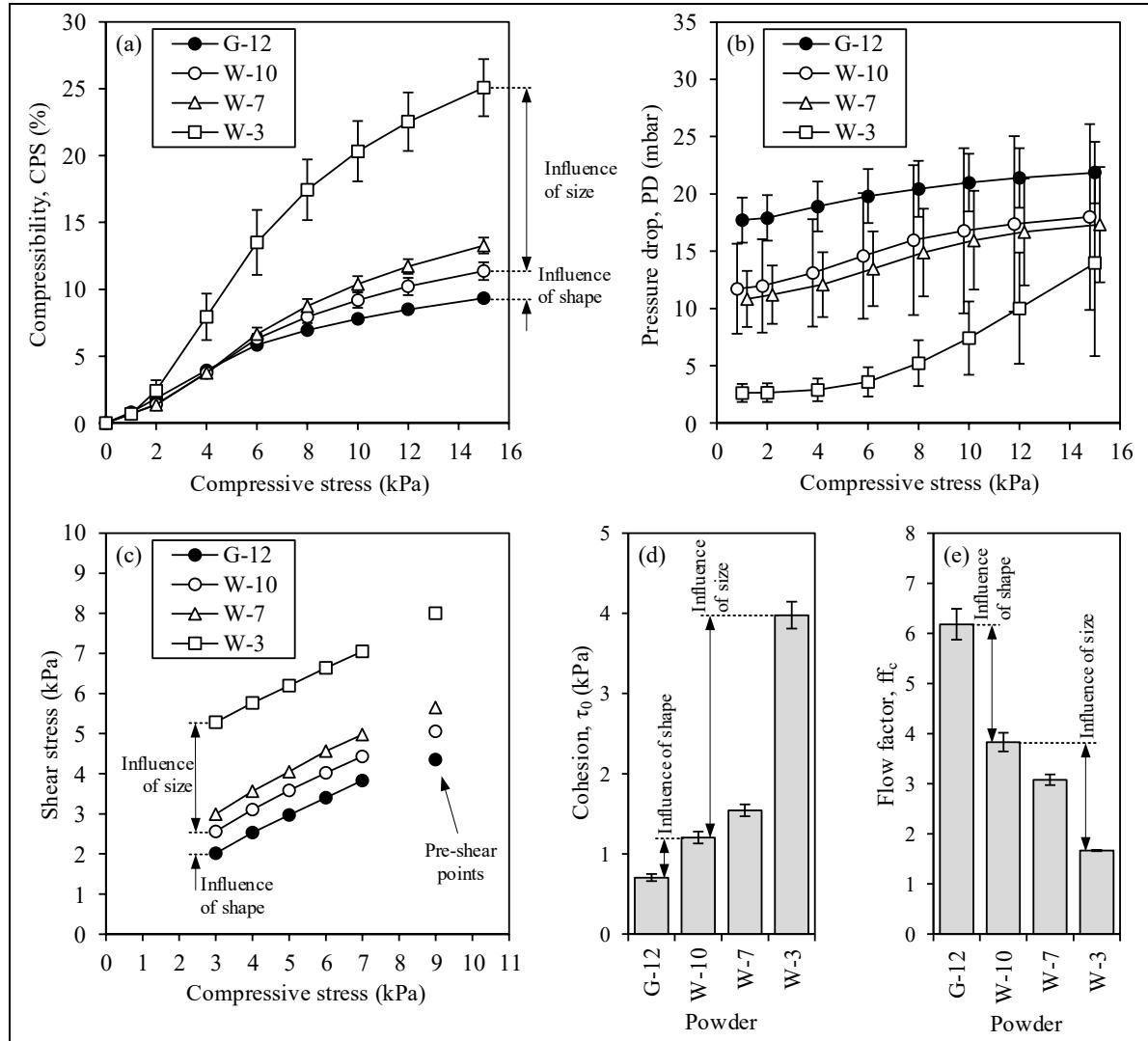


Figure 4.7 Parameters measured in packed conditions: (a) compressibility (**CPS**), (b) pressure drop (**PD**), (c) shear stress (τ), (d) cohesion parameter (τ_0), (e) and flow factor (ff_c)

4.4.2 Feedstock melt rheology and injected length

The feedstock melt viscosity profiles obtained at 90°C are presented in Figure 4.8a. Since the same binder constituents and solid loadings were used to formulate the four feedstocks, the differences seen in the melt viscosity profiles arise directly from powder characteristics. Generally speaking, these viscosity profiles can be divided into three zones. At low shear rates,

Zone #1 is characterized by a plateau-like behavior showing a slight decrease followed by a slight increase in viscosity for the powders produced by water atomization (W-10, W-7, & W-3), but not for powder G-12 produced by gas atomization. Although this phenomenon has been observed by several research teams, it remains poorly understood (Ali et al., 2020; B. Hausnerova, Kasparkova, & Hnatkova, 2016; Berenika Hausnerova, Marcanikova, Filip, & Saha, 2011; Hoffman, 1972). To date, the well-accepted explanation states a difficulty in forming particle layers, leading to particles sliding over each other and thus producing an overall increase in viscosity, which was visible in this work only for powders exhibiting more surface texture and less sphericity. As the shear rate increases, a restructuring in the mixture caused by a progressive alignment of binder molecules chains and powder particles with the flow leads to a clear shear thinning behavior (depicted by Zone #2 in Figure 4.8a) up to a tendency to exhibit a Newtonian-like behavior observed in Zone #3, for all feedstocks. Despite a similarity in these general melt viscosity profiles, they can be divided in three distinct groups. As expected, the finest powder W-3 and the coarsest powder G-12 produced two extreme groups with the highest and the lowest viscosities, respectively. In between, the third group included powders W-10 and W-7, with relatively little differences between them as compared to the other powders. For the same powder size, the influence of the atomization technique was perceptible through an increase of about 60% in viscosity between powders G-12 and W-10. For the same atomization technique, a decrease in D_{50} from 10 to 3 μm (i.e., W-10 & W-3) produced a significant (~3-5 times) increase in viscosity.

Finally, following the injection stage, the spiral flow distance (*SFD*), also known as the injected length, was measured for each feedstock using a spiral mold cavity, and the results are reported in Figure 4.8b. Since the same feedstock constituents and injection parameters were used during the molding campaign, the differences seen in the *SFD* arise directly from the powder characteristics. Similar to the conclusions drawn with the melt viscosity data, the spiral flow distance was clearly influenced by powder characteristics, with the highest and lowest values obtained for powders G-12 and W-3, respectively. As anticipated from the viscosity profiles (Figure 4.8a), powders W-10 and W-7 exhibited similar molding behaviors, since no significant differences in their average *SFD* were observed (p -value = 11%, t-test).

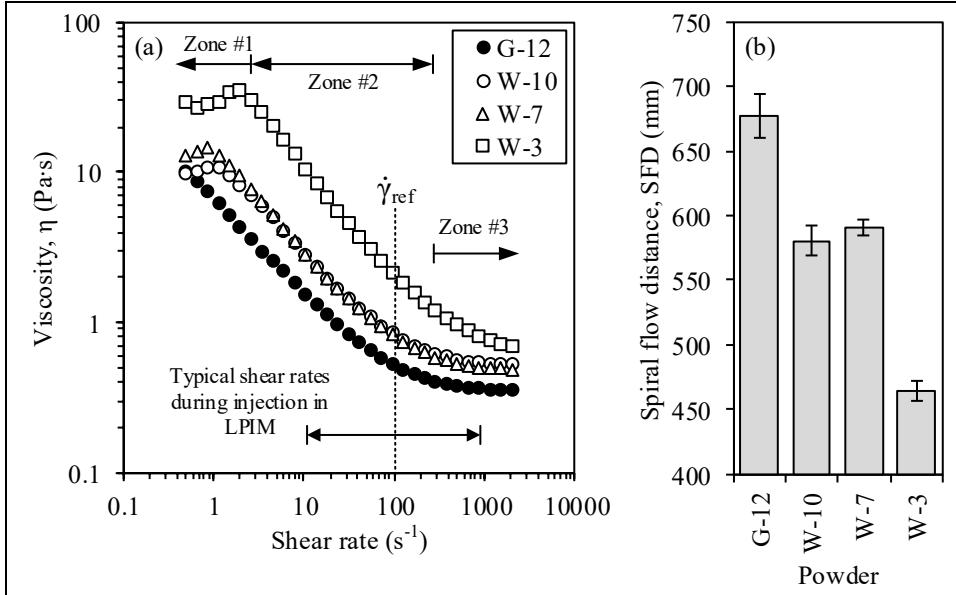


Figure 4.8 (a) Viscosity profile (90°C), and (b) spiral flow distance (***SFD***) for feedstocks formulated with powders G-12, W-10, W-7, and W-3

4.5 Discussion

In this study, the interrelation proposed by Mangels et Williams (1983) that moldability, quantified by the spiral flow distance (*SFD*), is inversely proportional to melt viscosity was validated and reported in Figure 4.9 (for better clarity, error bars for melt viscosity were not included since they were $< \pm 0.01$ Pa·s). The melt viscosity was extracted at a reference shear rate of 100 s^{-1} , which corresponds to a midrange of the typical low-pressure injection molding shear rates ranging from 10 to 1000 s^{-1} (see Figure 4.8a). The interrelations between the spiral flow distance, the melt viscosity and the dry powder rheology metrics extracted from Fig. 5-7 are reported in Figure 4.9. In addition to the metrics obtained with an FT4 powder rheometer, another dry powder rheology metric proposed by Leturia et al. (2014), the normalized basic flow energy (*NBFE*, obtained by normalizing *BFE* with m_{cond}), is also plotted in Figure 4.9.

As expected, the melt viscosity correlated almost perfectly with moldability ($R^2 > 99\%$) (Figure 4.9a). Although the melt viscosity takes fewer variables into account as compared to

real-scale injections, this result confirms that the melt viscosity measurements constitute a rapid and reliable way to assess the impact of powder characteristics on feedstock moldability performance. Following the same logic of de-complexification of experimental routines, the results obtained with PD_1 , $NBFE$, and CBD metrics show an excellent correlation with the spiral flow distance, thus indicating that these metrics can be used for moldability prediction (Figure 4.9b-d). However, the pressure drop (PD_1) exhibits a large standard deviation that certainly undermines the reliability of this metric as compared to its two counterparts. In this context, CBD appears to be especially interesting, as it is analogous to the well-established apparent density commonly measured using the ASTM B213-20 standard (ASTM International, 2020). Furthermore, CBD and PD_1 are both tributary to the powder packing efficiency, hinting that this phenomenon might be a driving factor of the influence of powder characteristics on the feedstock moldability. In summary, the strongest correlations ($R^2 > 98\%$) of the spiral flow distance were obtained with the melt feedstock viscosity and two dry powder rheology metrics, $NBFE$ and CBD .

The powder rheology metrics τ_7 , ff_c , AE_4 , CPS_{15} , τ_0 , and AR , manifested a moderate correlation with the spiral flow distance, with their coefficients of determination decreasing from 96 to 91% (Figure 4.9e-i). Interestingly, powders W-3 and G-12 exhibited extremes moldabilities, and this trend was accurately predicted by the preceding powder rheology metrics, while powders W-7 and W-10 exhibited similar moldabilities, but the event was less predictable from the dry powder rheology measurements. It can therefore be concluded that dry rheology metrics τ_7 , ff_c , AE_4 , CPS_{15} , τ_0 , and AR could still be used to predict the moldability, but only for powders with clearly different characteristics. Furthermore, since the aeration test metrics (i.e., AE_4 and AR) showed a decent correlation with moldability, it could reasonably be hypothesized that the binder separating powder particles in MIM feedstocks play the same role as air in dry powder samples. Finally, metrics SE , BFE , FE_{D11} , SI , and FRI show either a weak or a low correlation with the feedstock moldability (R^2 varying from 90 to 64%), and their values manifest significant scatter, thus making their use in the context of this study ineffective (Figure 4.9j-o).

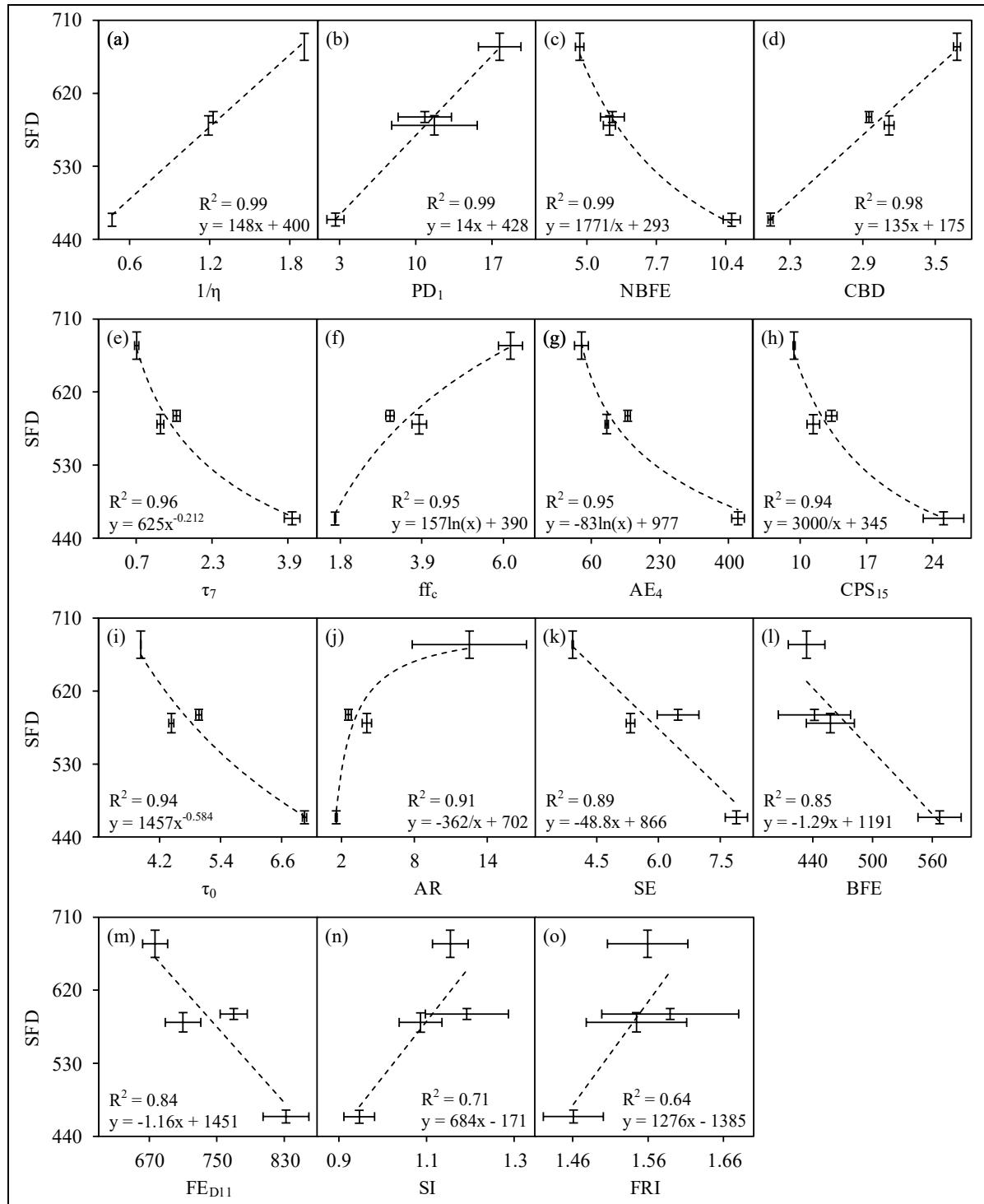


Figure 4.9 Interrelations between the spiral flow distance (**SFD**), feedstock melt viscosity (a), and dry powder rheology metrics (b-o)

4.6 Conclusion

The influence of powder characteristics on the dry powder rheology, powder-binder feedstock melt viscosity and MIM feedstock moldability was studied with four typical powders belonging to the commercial 17-4 PH stainless steels class. These powders, one gas-atomized and three water-atomized, were characterized using an FT4 powder rheometer under three dry testing conditions (free surface, aerated, and packed) applying five testing protocols (dynamic, aeration, compressibility, permeability, and shear). Each powder was then premixed using the same wax-based binder system and an identical solid loading to formulate four MIM feedstocks. Next, the feedstocks were subjected to rheological testing to obtain their melt viscosities as a function of the shear rate. This procedure generated fifteen rheology metrics: fourteen dry powder metrics obtained under different stress conditions and one melt viscosity metric. All the metrics were then related to the feedstock moldability, which was quantified using real-scale injections into a spiral mold. The conclusions are summarized as follows:

- An increase in powder size or sphericity results in an increase in moldability. The injected length was clearly affected by the size of powders (W-10 vs W-3) and their shape (G-12 vs W-10). However, no significant impact on moldability was recorded for feedstocks formulated with similar powder sizes (W-10 vs W-7).
- The inversely proportional relationship between moldability and melt feedstock viscosity was confirmed by a strong correlation. Thus, the melt viscosity provides a less complex approach than the real-scale injection in evaluating the impact of powder characteristics on feedstock moldability.
- Dry powder rheology metrics *NBFE* and *CBD* also demonstrated a strong correlation with feedstock moldability. As FT4 dry powder rheology measurements require fewer resources, this technique becomes an interesting and reliable alternative to real-scale injections -or even to melt viscosity measurements- in predicting the influence of powder characteristics on the feedstock moldability.
- Other dry powder rheology metrics, such as τ_7 , ff_c , AE_4 , CPS_{15} , τ_0 , and AR , exhibited a decent correlation with the feedstock moldability and an adequate ability to anticipate the general impact of powder characteristics on the molding behavior, especially for

significantly different powder shapes and sizes. The PD_1 metric also demonstrated a good potential for moldability prediction, but was discarded because of a significant scatter in measurements observed with it. Finally, the dry powder rheology metrics, SE , BFE , FE_{D11} , SI , and FRI , could not be related with the feedstock moldability.

Acknowledgements

This work was carried out with the financial support of the Natural Sciences and Engineering Research Council of Canada (Grant RDCPJ 531851 - 18) and the financial support of the NSERC Graduate Scholarships-Master's Program and the FRQNT Master's research scholarship. The authors wish to thank Mr. Francis Ares for his collaboration in experimental injection tests.

CONCLUSION

Le but de ce projet était de corréler la rhéologie des poudres sèches à la rhéologie des mélanges poudre-liants. Pour y parvenir, quatre poudres d'acier inoxydable de tailles et de formes différentes ont été étudiées à l'aide du rhéomètre à poudre FT4 afin de brosser un large portrait de leur comportement à l'écoulement par l'exécution de cinq méthodes de test (dynamique, aéré, compression, perméabilité et cisaillement) se réalisant à divers états de contrainte (libre, aéré ou consolidé). Par la suite, ces poudres ont été mélangées au même liant afin de générer des mélanges poudre-liant, lesquels ont ensuite été mesurés à l'aide d'un rhéomètre rotatif afin d'en obtenir les profils de viscosité à l'état fondu. Au total, quatorze métriques à l'état sec et une métrique à l'état fondu ont été générées et corrélées à la moulabilité des mélanges, qui fut finalement évaluée par des injections à l'échelle réelle dans des moules spirale.

Premièrement, il a été constaté qu'une augmentation de la taille (d'un D_{50} de 3 à 10 μm) ou de la sphéricité (d'une atomisation à l'eau à une atomisation au gaz) des particules améliore la moulabilité, mais celle-ci n'a pas été affectée significativement pour des poudres de taille similaire (D_{50} de 7 et 10 μm). Deuxièmement, la relation inversement proportionnelle entre la moulabilité et la viscosité des mélanges, proposée dans la littérature, a été confirmée dans ce travail. Ainsi, la mesure du profil de viscosité demeure une alternative fiable aux essais d'injections réels afin d'évaluer l'impact des caractéristiques des poudres sur la moulabilité. Troisièmement, les métriques *NBFE* et *CBD*, obtenues à l'aide du rhéomètre FT4, ont démontré une forte corrélation avec la moulabilité. Puisque le rhéomètre FT4 requiert beaucoup moins de ressources que les méthodes de test sur les mélanges, la caractérisation des poudres sèches devient une option fort intéressante pour prédire l'impact des caractéristiques des poudres sur la moulabilité. Quatrièmement, les métriques τ_7 , ff_c , AE_4 , CPS_{15} , τ_0 , et *AR* ont également démontré un certain potentiel pour prédire la moulabilité, et ce, particulièrement pour des tailles et formes de poudres significativement différentes. La métrique *PD₁* a aussi un bon potentiel, mais a été ignorée dû à la large dispersion de ses données. Cette propriété mérite cependant plus d'attention, car tout comme AE_4 et *AR*, elle implique l'effet de l'air sur les particules, et l'air peut être vu comme simplement un médium de transport moins visqueux

qu'un liant. Ainsi, le test d'aération et le test de perméabilité, par l'utilisation de l'air, pourraient potentiellement expliquer les interactions rhéologiques entre le liant et la poudre à différents niveaux de contrainte. Finalement, les autres métriques *SE*, *BFE*, *FE_{D11}*, *SI*, et *FRI* obtenues à partir du rhéomètre FT4, ont montré une corrélation faible avec la moulabilité des mélanges MIM.

Bien que ce travail ait démontré le potentiel de la rhéologie des poudres pour prédire la moulabilité des mélanges, principalement deux facteurs en limitent la portée. Premièrement, seulement des poudres d'acier inoxydable ont été étudiées. Le type de matériau affecte plusieurs forces cohésives ainsi que le poids des particules, ce qui en retour affecte grandement la coulabilité des poudres. Ainsi, il est difficile de prédire si les tendances observées dans le présent travail pourront s'appliquer, par exemple, à des poudres de fer ou de titane. Deuxièmement, les interactions entre les particules dans un mélange semblent être bien reflétées par la rhéologie des poudres, mais seulement une formulation de liant mélangée à 60 % vol. de poudre a été utilisée dans ce travail. Pour un liant plus visqueux ou pour une proportion de poudre plus faible, les interactions entre les particules pourraient hypothétiquement être moins influentes sur le comportement rhéologique d'un mélange, rendant la rhéologie des poudres moins intéressante.

RECOMMANDATIONS

À la lumière des résultats de ce projet, plusieurs recommandations peuvent être émises pour orienter les futures recherches à ce sujet vers les avenues les plus intéressantes. Par ordre de priorité, il est recommandé de:

- Valider les corrélations entre la moulabilité et les métriques de la rhéologie sèche. Dans le cadre de ce projet, seulement quatre poudres ont été étudiées et les tests ont été effectués en répétitions de trois dûs aux contraintes de coût des poudres. Puisque les métriques les plus prometteuses ont été identifiées par ce travail, une prochaine étude pourrait approfondir ces corrélations en étudiant un échantillon de poudre plus large et améliorant la fiabilité des résultats par l'exécution de plus de répétitions. Par la suite, il faudrait;
- Investiguer les relations entre les caractéristiques des poudres et leurs propriétés rhéologiques. Bien que la rhéologie sèche soit une méthode plus efficiente pour prédire la moulabilité des poudres que des injections à l'échelle réelle ou des essais rhéologiques sur les mélanges, elle demeure une méthode où l'optimisation des mélanges se réalise par essais et erreurs. Idéalement, la moulabilité serait prédictive directement à partir des caractéristiques des poudres, ce à quoi une meilleure compréhension des mécaniques fondamentales derrière la rhéologie des poudres pourrait fortement contribuer. Finalement, une autre avenue de recherche intéressante consisterait à:
- Explorer des méthodes alternatives pour caractériser les poudres sèches. Le rhéomètre à poudre FT4 demeure un appareil hautement spécialisé, et ainsi l'utilisation de méthodes plus communes pour prédire la moulabilité des mélanges rendrait cette approche plus accessible. En fait, l'une des métriques les plus prometteuses du rhéomètre FT4 pour prédire la moulabilité est la densité en vrac conditionnée, qui est en principe très similaire à la densité apparente qui elle se mesure tout simplement à l'aide d'un débitmètre. Il s'agit là d'un exemple de méthode plus accessible qui pourrait potentiellement être encore plus efficient que le rhéomètre à poudre FT4 pour prédire la moulabilité.

LISTE DE RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- Ahn, S., Park, S. J., Lee, S., Atre, S. V., & German, R. M. (2009). Effect of powders and binders on material properties and molding parameters in iron and stainless steel powder injection molding process. *Powder Technology*, 193(2), 162-169. doi: 10.1016/j.powtec.2009.03.010. Repéré à <https://dx.doi.org/10.1016/j.powtec.2009.03.010>
- AIAG. (2010). *Measurement Systems Analysis (MSA)* (fourth éd.).
- Ali, G., Demers, V., Cote, R., & Demarquette, N. R. (2020). Threshold concentration of surfactant agent in feedstocks used for low-pressure powder injection molding. *Materials Performance and Characterization*, 9(4). doi: 10.1520/MPC20190149. Repéré à <http://dx.doi.org/10.1520/MPC20190149>
- ASM International. (2015). *Powder Metallurgy* (Vol. 7). ASM International. doi: 10.31399/asm.hb.v07.9781627081757. Repéré à <https://doi.org/10.31399/asm.hb.v07.9781627081757>
- ASTM International. (2012). *D7743-12 Standard Test Method for Measuring the Minimum Fluidization Velocities of Free Flowing Powders*. Norme ASTM. Repéré à <https://doi.org/10.1520/D7743-12>
- ASTM International. (2014). *D6393-14 Standard Test Method for Bulk Solids Characterization by Carr Indices*. Norme ASTM. Repéré à <https://doi.org/10.1520/D6393-14>
- ASTM International. (2015a). *B527-15 Standard Test Method for Tap Density of Metal Powders and Compounds*. Norme ASTM. Repéré à <https://doi.org/10.1520/B0527-15>
- ASTM International. (2015b). *D3418-15 Standard Test Method for Transition Temperatures and Enthalpies of Fusion and Crystallization of Polymers by Differential Scanning Calorimetry*.
- ASTM International. (2015c). *D7891-15 Standard Test Method for Shear Testing of Powders Using the Freeman Technology FT4 Powder Rheometer Shear Cell*. Norme ASTM. Repéré à <https://doi.org/10.1520/D7891-15>
- ASTM International. (2016a). *B964-16 Standard Test Methods for Flow Rate of Metal Powders Using the Carney Funnel*. Norme ASTM. Repéré à <https://doi.org/10.1520/B0964-16>
- ASTM International. (2016b). *D6123-16 Standard Test Method for Shear Testing of Bulk Solids Using the Jenike Shear Tester*.

ASTM International. (2017). *B212-17 Standard Test Method for Apparent Density of Free-Flowing Metal Powders Using the Hall Flowmeter Funnel*. Norme ASTM. Repéré à <https://doi.org/10.1520/B0212-17>

ASTM International. (2018a). *B417-18 Standard Test Method for Apparent Density of Non-Free-Flowing Metal Powders Using the Carney Funnel*. Norme ASTM. Repéré à <https://doi.org/10.1520/B0417-18>

ASTM International. (2018b). *D7481-18 Standard Test Methods for Determining Loose and Tapped Bulk Densities of Powders using a Graduated Cylinder*. Norme ASTM. Repéré à <https://doi.org/10.1520/D7481-18>

ASTM International. (2020). *B213-20 Standard Test Methods for Flow Rate of Metal Powders Using the Hall Flowmeter Funnel*. Norme ASTM. Repéré à <https://doi.org/10.1520/B0213-20>

Attia, U. M., Hauata, M., Walton, I., Annicchiarico, D., & Alcock, J. R. (2014). Creating movable interfaces by micro-powder injection moulding. *Journal of Materials Processing Technology*, 214(2), 295-303. doi: 10.1016/j.jmatprotec.2013.09.012. Repéré à <https://dx.doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2013.09.012>

Azzouni, M., Demers, V., & Dufresne, L. (2021). Mold filling simulation and experimental investigation of metallic feedstock used in low-pressure powder injection molding. *International Journal of Material Forming*. doi: 10.1007/s12289-021-01612-0. Repéré à <https://dx.doi.org/10.1007/s12289-021-01612-0>

Ben Trad, M. A., Demers, V., & Dufresne, L. (2019). Effect of Powder Shape and Size on Rheological, Thermal, and Segregation Properties of Low-Pressure Powder Injection Molding Feedstocks. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 28(9), 5551-5562. doi: 10.1007/s11665-019-04276-9. Repéré à <https://dx.doi.org/10.1007/s11665-019-04276-9>

Bharadwaj, R., Ketterhagen, W. R., & Hancock, B. C. (2010). Discrete element simulation study of a Freeman powder rheometer. *Chemical Engineering Science*, 65(21), 5747-5756. doi: 10.1016/j.ces.2010.04.002. Repéré à <https://dx.doi.org/10.1016/j.ces.2010.04.002>

Brika, S. E., Letenneur, M., Dion, C. A., & Brailovski, V. (2020). Influence of particle morphology and size distribution on the powder flowability and laser powder bed fusion manufacturability of Ti-6Al-4V alloy. *Additive Manufacturing*, 31, 100929. doi: 10.1016/j.addma.2019.100929. Repéré à <https://dx.doi.org/10.1016/j.addma.2019.100929>

- Bruni, G., Colafigli, A., Lettieri, P., & Elson, T. (2005). Torque Measurements in Aerated Powders Using a Mechanically Stirred Fluidized Bed Rheometer (msFBR). *Chemical Engineering Research and Design*, 83(11), 1311-1318. doi: 10.1205/cherd.05092. Repéré à <https://dx.doi.org/10.1205/cherd.05092>
- Bumiller, M., Carson, J., & Prescott, J. (2002). A preliminary investigation concerning the effect of particle shape on a powder's flow properties. Dans *World congress on particle technology* (Vol. 4, pp. 21-25).
- Carr, R. L., Jr. (1965). Evaluating flow properties of solids. *Chemical Engineering*, 72(2), 163-168.
- Chikosha, S., Mahlatji, L. M., & Chikwanda, H. K. (2014). Characterisation of Titanium Powder Flow, Shear and Bulk Properties Using the FT4 Powder Rheometer. *Advanced Materials Research*, 1019, 218-224. doi: 10.4028/www.scientific.net/AMR.1019.218. Repéré à <https://www.scientific.net/AMR.1019.218>
- Demers, V. (2019). Low-Pressure Injection Moulding: Enabling cost-effective low and high-volume production. *Powder Injection Moulding International*, 13(2), 53-61. Repéré à https://issuu.com/inovar-communications/docs/vol_13_no_2_sp?e=32443561/70382589
- Demers, V., Turenne, S., & Scalzo, O. (2015). Impact of binders on viscosity of low-pressure powder injection molded Inconel 718 superalloy. *Journal of Materials Science*, 50(7), 2893-2902. doi: 10.1007/s10853-015-8853-z. Repéré à <https://doi.org/10.1007/s10853-015-8853-z>
- Freeman, R. (2003). The importance of air content on the rheology of powders: an empirical study. *American laboratory*, 36(23), 8-10.
- Freeman, R. (2007). Measuring the flow properties of consolidated, conditioned and aerated powders — A comparative study using a powder rheometer and a rotational shear cell. *Powder Technology*, 174(1), 25-33. doi: 10.1016/j.powtec.2006.10.016. Repéré à <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0032591006004475>
- Freeman, R., & Fu, X. (2008). Characterisation of powder bulk, dynamic flow and shear properties in relation to die filling. *Powder Metallurgy*, 51(3), 196-201. doi: 10.1179/174329008x324115. Repéré à <https://dx.doi.org/10.1179/174329008X324115>
- Freeman, T., Brockbank, K., & Sabathier, J. (2017). Characterising powder flow properties – the need for a multivariate approach. *EPJ Web of Conferences*, 140, 03008. doi: 10.1051/epjconf/201714003008. Repéré à <https://dx.doi.org/10.1051/epjconf/201714003008>

Freeman Technology. (2007). W7012 Variable Flow Rate Method, issue C. Support document for the FT4 powder rheometer.

Freeman Technology. (2010). W7011 Stability Method, issue C. Support document for the FT4 powder rheometer.

Freeman Technology. (2013). W7015 Aeration Method, issue B. Support document for the FT4 powder rheometer.

Freeman Technology. (2016). Measuring and understanding the flow properties of powders with the FT4 Powder Rheometer.

Fu, X., Huck, D., Makein, L., Armstrong, B., Willen, U., & Freeman, T. (2012). Effect of particle shape and size on flow properties of lactose powders. *Particuology*, 10(2), 203-208. doi: 10.1016/j.partic.2011.11.003. Repéré à <https://dx.doi.org/10.1016/j.partic.2011.11.003>

Gamble, J. F., Chiu, W.-S., & Tobyn, M. (2011). Investigation into the impact of sub-populations of agglomerates on the particle size distribution and flow properties of conventional microcrystalline cellulose grades. *Pharmaceutical development and technology*, 16(5), 542-548.

Geldart, D. (1973). Types of gas fluidization. *Powder Technology*, 7(5), 285-292. doi: 10.1016/0032-5910(73)80037-3. Repéré à [https://dx.doi.org/10.1016/0032-5910\(73\)80037-3](https://dx.doi.org/10.1016/0032-5910(73)80037-3)

German, R. M. (2012). Metal powder injection molding (MIM): key trends and markets. Dans *Handbook of Metal Injection Molding* (pp. 1-25). Elsevier. doi: 10.1533/9780857096234.1. Repéré à <https://dx.doi.org/10.1533/9780857096234.1>

German, R. M., & Bose, A. (1997). *Injection molding of metals and ceramics*. Princeton, N.J.: Metal Powder Industries Federation.

Gholami, E., & Demers, V. (2018). Molding Properties of Cobalt-Chrome-Based Feedstocks Used in Low-Pressure Powder Injection Molding. *International Journal of Mechanical and Mechatronics Engineering*, 12(8). doi: 10.1999/1307-6892/10009287

Goncalves, A. C. (2001). Metallic powder injection molding using low pressure. *Journal of Materials Processing Technology*, 118(1-3), 193-198. doi: 10.1016/S0924-0136(01)00916-5. Repéré à [http://dx.doi.org/10.1016/S0924-0136\(01\)00916-5](http://dx.doi.org/10.1016/S0924-0136(01)00916-5)

Gülsoy, H. Ö., Özgün, Ö., & Bilketay, S. (2016). Powder injection molding of Stellite 6 powder: Sintering, microstructural and mechanical properties. *Materials Science and Engineering: A*, 651, 914-924. doi: 10.1016/j.msea.2015.11.058. Repéré à <https://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2015.11.058>

- Hausner, H. H. (1967). Friction conditions in a mass of metal powder. *Int. J. Powder Met.*, 3(4), 7-13.
- Hausnerova, B., Kasparkova, V., & Hnatkova, E. (2016). Rheological and Thermal Performance of Newly Developed Binder Systems for Ceramic Injection Molding. Dans *VIII International Conference on "Times of Polymers and Composites": from Aerospace to Nanotechnology* (Vol. 1736, pp. 020120 (020124 pp.)). American Institute of Physics. doi: 10.1063/1.4949695. Repéré à <http://dx.doi.org/10.1063/1.4949695>
- Hausnerova, B., Marcanikova, L., Filip, P., & Saha, P. (2011). Optimization of powder injection molding of feedstock based on aluminum oxide and multicomponent water-soluble polymer binder. *Polymer Engineering & Science*, 51(7), 1376-1382. doi: 10.1002/pen.21928. Repéré à <https://dx.doi.org/10.1002/pen.21928>
- Hausnerova, B., Mukund, B. N., & Sanetrnik, D. (2017). Rheological properties of gas and water atomized 17-4PH stainless steel MIM feedstocks: Effect of powder shape and size. *Powder Technology*, 312, 152-158. doi: 10.1016/j.powtec.2017.02.023. Repéré à <https://dx.doi.org/10.1016/j.powtec.2017.02.023>
- Hayat, M. D., Wen, G., Zulkifli, M. F., & Cao, P. (2015). Effect of PEG molecular weight on rheological properties of Ti-MIM feedstocks and water debinding behaviour. *Powder Technology*, 270, 296-301. doi: 10.1016/j.powtec.2014.10.035. Repéré à <https://dx.doi.org/10.1016/j.powtec.2014.10.035>
- Heaney, D. F. (2012). *Handbook of Metal Injection Molding*. Elsevier Inc. doi: 10.1533/9780857096234. Repéré à <http://dx.doi.org/10.1533/9780857096234>
- Ho, Y. L., & Lin, S. T. (1995). Debinding variables affecting the residual carbon content of injection-molded Fe-2 Pct Ni steels. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 26(1), 133-142. doi: 10.1007/bf02669799. Repéré à <https://dx.doi.org/10.1007/bf02669799>
- Hoffman, R. L. (1972). Discontinuous and dilatant viscosity behavior in concentrated suspensions. I. Observation of a flow instability. *Transactions of the Society of Rheology*, 16(1), 155-173.
- Hou, H., & Sun, C. C. (2008). Quantifying effects of particulate properties on powder flow properties using a ring shear tester. *Journal of Pharmaceutical Sciences*, 97(9), 4030-4039.
- ISO. (2020). *13517:2020 Metallic powders - Determination of flow rate by means of a calibrated funnel (Gustavsson flowmeter)*.

Jenike, A. W. (1964). *Storage and flow of solids* (Bulletin n° 123). Salt Lake City, UT, United States: University of Utah.

Karataş, Ç., Sözen, A., Arcaklıoglu, E., & Erguney, S. (2008). Investigation of mouldability for feedstocks used powder injection moulding. *Materials & Design*, 29(9), 1713-1724. doi: 10.1016/j.matdes.2008.03.021. Repéré à <https://dx.doi.org/10.1016/j.matdes.2008.03.021>

Keshavarz Panahi, A., Mianajiy, H., Miandoabchi, E., & Hussaini Fareed, M. (2013). Optimization of the Powder Injection Molding Process Parameters Using the Sequential Simplex Algorithm and Sensitivity Analysis. *Journal of Manufacturing Science and Engineering*, 135(1), 011006. doi: 10.1115/1.4023301. Repéré à <https://dx.doi.org/10.1115/1.4023301>

Krantz, M., Zhang, H., & Zhu, J. (2009). Characterization of powder flow: Static and dynamic testing. *Powder Technology*, 194(3), 239-245. doi: 10.1016/j.powtec.2009.05.001. Repéré à <https://dx.doi.org/10.1016/j.powtec.2009.05.001>

Kryachek, V. M. (2004). Injection Moulding (Review). *Powder Metallurgy and Metal Ceramics*, 43(7/8), 336-348. doi: 10.1023/b:pmmc.0000048127.24809.d3. Repéré à <https://dx.doi.org/10.1023/B:PMMC.0000048127.24809.d3>

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. doi: 10.1007/s00170-016-9889-1. Repéré à <https://dx.doi.org/10.1007/s00170-016-9889-1>

Lamarre, S. G., Demers, V., & Chatelain, J.-F. (2021). *Brevet n° US10919092*.

Legland, D., Arganda-Carreras, I., & Andrey, P. (2016). MorphoLibJ: integrated library and plugins for mathematical morphology with ImageJ. *Bioinformatics*, btw413. doi: 10.1093/bioinformatics/btw413. Repéré à <https://dx.doi.org/10.1093/bioinformatics/btw413>

Leturia, M., Benali, M., Lagarde, S., Ronga, I., & Saleh, K. (2014). Characterization of flow properties of cohesive powders: A comparative study of traditional and new testing methods. *Powder Technology*, 253, 406-423. doi: 10.1016/j.powtec.2013.11.045. Repéré à <https://dx.doi.org/10.1016/j.powtec.2013.11.045>

Leung, L. Y., Mao, C., Chen, L. P., & Yang, C.-Y. (2016). Precision of pharmaceutical powder flow measurement using ring shear tester: High variability is inherent to powders with low cohesion. *Powder Technology*, 301, 920-926. doi: 10.1016/j.powtec.2016.07.028. Repéré à <https://dx.doi.org/10.1016/j.powtec.2016.07.028>

- Li, M., Leturia, M., & Saleh, K. (2018). Analysis of the Periodic Motion in a Powder Rheometer and Development of a New Flowability Testing Method. *KONA Powder and Particle Journal*, 35(0), 160-171. doi: 10.14356/kona.2018002. Repéré à <https://dx.doi.org/10.14356/kona.2018002>
- Ludwig, B., Millington-Smith, D., Dattani, R., Adair, J. H., Posatko, E. P., Mawby, L. M., . . . Sills, C. A. (2020). Evaluation of the hydrodynamic behavior of powders of varying cohesivity in a fluidized bed using the FT4 Powder Rheometer®. *Powder Technology*, 371, 106-114. doi: <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2020.05.042>. Repéré à <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0032591020304058>
- Luk, S. H. (2015). Bulk Properties of Powders[1]. Dans P. Samal & J. Newkirk (Éds.), *Powder Metallurgy* (Vol. 7, pp. 0). ASM International. doi: 10.31399/asm.hb.v07.a0006109. Repéré à <https://doi.org/10.31399/asm.hb.v07.a0006109>
- Lumay, G., Boschini, F., Traina, K., Bontempi, S., Remy, J. C., Cloots, R., & Vandewalle, N. (2012). Measuring the flowing properties of powders and grains. *Powder Technology*, 224, 19-27. doi: 10.1016/j.powtec.2012.02.015. Repéré à <https://dx.doi.org/10.1016/j.powtec.2012.02.015>
- Mangels, J. A., & Williams, R. M. (1983). Injection Molding Ceramics to High Green Densities. *American Ceramic Society Bulletin*, 62(5), 601-606.
- Mellin, P., Lyckfeldt, O., Harlin, P., Brodin, H., Blom, H., & Strondl, A. (2017). Evaluating flowability of additive manufacturing powders, using the Gustavsson flow meter. *Metal Powder Report*, 72(5), 322-326. doi: 10.1016/j.mprp.2017.06.003. Repéré à <https://dx.doi.org/10.1016/j.mprp.2017.06.003>
- Mostoufi, N. (2021). Revisiting classification of powders based on interparticle forces. *Chemical Engineering Science*, 229, 116029. doi: 10.1016/j.ces.2020.116029. Repéré à <https://dx.doi.org/10.1016/j.ces.2020.116029>
- Nijikovsky, B., Aguirre Perales, L., Brika, S. E., & Brailovski, V. (2020). Towards reliable optimization of metal powder—Lubricant mixing for high die filling performance: Exploring a rheology based approach. *Powder Technology*, 362, 168-176. doi: 10.1016/j.powtec.2019.12.003. Repéré à <https://dx.doi.org/10.1016/j.powtec.2019.12.003>
- Nishiyabu, K., Matsuzaki, S., & Tanaka, S. (2007). Fabrication of Micro Porous Metal Components by Metal Injection Molding Based Powder Space Holder Method. 26(4). doi: 10.1515/htmp.2007.26.4.257. Repéré à <https://dx.doi.org/10.1515/HTMP.2007.26.4.257>

- Oh, J. W., Lee, W. S., & Park, S. J. (2017). Influence of nano powder on rheological behavior of bimodal feedstock in powder injection molding. *Powder Technology*, 311, 18-24. doi: 10.1016/j.powtec.2017.01.081. Repéré à <https://dx.doi.org/10.1016/j.powtec.2017.01.081>
- Özgün, Ö., Özkan Gülsøy, H., Yilmaz, R., & Findik, F. (2013). Injection molding of nickel based 625 superalloy: Sintering, heat treatment, microstructure and mechanical properties. *Journal of Alloys and Compounds*, 546, 192-207. doi: 10.1016/j.jallcom.2012.08.069. Repéré à <https://dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2012.08.069>
- Peltsman, M. I., & Peltsman, I. D. (1983). *Brevet n° US4416603A*.
- Piotter, V. (2015). Metal Powder Injection Molding of Microcomponents. Dans *ASM Handbook* (Vol. 7). ASM International. Repéré à <https://app.knovel.com/mlink/toc/id:kpASMHVP21/asm-handbook-volume-7/asm-handbook-volume-7>
- Podczeck, F. (1997). A shape factor to assess the shape of particles using image analysis. 93(1), 47-53. doi: 10.1016/s0032-5910(97)03257-9. Repéré à [https://dx.doi.org/10.1016/S0032-5910\(97\)03257-9](https://dx.doi.org/10.1016/S0032-5910(97)03257-9)
- Podczeck, F., & Mia, Y. (1996). The influence of particle size and shape on the angle of internal friction and the flow factor of unlubricated and lubricated powders. *International Journal of Pharmaceutics*, 144(2), 187-194. doi: 10.1016/s0378-5173(96)04755-2. Repéré à [https://dx.doi.org/10.1016/s0378-5173\(96\)04755-2](https://dx.doi.org/10.1016/s0378-5173(96)04755-2)
- Prescott, J. K., & Barnum, R. A. (2000). On powder flowability. *Pharmaceutical Technology*, 24, 60-84+236.
- Ramakrishnan, P. (2020). Powder Characterization Techniques. *Materials Performance and Characterization*, 9(4), 401-425. doi: 10.1520/MPC20190162. Repéré à <https://doi.org/10.1520/MPC20190162>
- Royer, A., Barriere, T., & Bienvenu, Y. (2018). Influence of supercritical debinding and processing parameters on final properties of injection-moulded Inconel 718. *Powder Technology*, 336, 311-317. doi: 10.1016/j.powtec.2018.05.047. Repéré à <https://dx.doi.org/10.1016/j.powtec.2018.05.047>
- Saker, A., Cares-Pacheco, M. G., Marchal, P., & Falk, V. (2019). Powders flowability assessment in granular compaction: What about the consistency of Hausner ratio? *Powder Technology*, 354, 52-63. doi: 10.1016/j.powtec.2019.05.032. Repéré à <https://dx.doi.org/10.1016/j.powtec.2019.05.032>

- Salehi, H., Barletta, D., Poletto, M., Schütz, D., & Romirer, R. (2017). On the use of a powder rheometer to characterize the powder flowability at low consolidation with torque resistances. *AICHE Journal*, 63(11), 4788-4798. doi: 10.1002/aic.15934. Repéré à <https://dx.doi.org/10.1002/aic.15934>
- Saw, H. Y., Davies, C. E., Paterson, A. H. J., & Jones, J. R. (2015). Correlation between Powder Flow Properties Measured by Shear Testing and Hausner Ratio. *Procedia Engineering*, 102, 218-225. doi: 10.1016/j.proeng.2015.01.132. Repéré à <https://dx.doi.org/10.1016/j.proeng.2015.01.132>
- Schindelin, J., Arganda-Carreras, I., Frise, E., Kaynig, V., Longair, M., Pietzsch, T., . . . Cardona, A. (2012). Fiji: an open-source platform for biological-image analysis. *Nature Methods*, 9(7), 676-682. doi: 10.1038/nmeth.2019. Repéré à <https://dx.doi.org/10.1038/nmeth.2019>
- Schindelin, J., Rueden, C. T., Hiner, M. C., & Eliceiri, K. W. (2015). The ImageJ ecosystem: An open platform for biomedical image analysis. *Molecular Reproduction and Development*, 82(7-8), 518-529. doi: 10.1002/mrd.22489. Repéré à <https://dx.doi.org/10.1002/mrd.22489>
- Schulze, D. (2014). Flow Properties of Powders and Bulk Solids.
- Schwedes, J. (2003). Review on testers for measuring flow properties of bulk solids. *Granular Matter*, 5(1), 1-43. doi: 10.1007/s10035-002-0124-4. Repéré à <https://dx.doi.org/10.1007/s10035-002-0124-4>
- Shahbudin, S. N. A., Othman, M. H., Amin, S. Y. M., & Ibrahim, M. H. I. (2017). A Review of Metal Injection Molding- Process, Optimization, Defects and Microwave Sintering on WC-Co Cemented Carbide. Dans *3rd and 4th International Engineering Research and Innovation Symposium 2017* (1 éd., Vol. 226). IOP Publishing Ltd. doi: 10.1088/1757-899X/226/1/012162. Repéré à <http://dx.doi.org/10.1088/1757-899X/226/1/012162>
- Shi, H., Mohanty, R., Chakravarty, S., Cabiscol, R., Morgeneyer, M., Zetzener, H., . . . Magnanimo, V. (2018). Effect of Particle Size and Cohesion on Powder Yielding and Flow. *KONA Powder and Particle Journal*, 35(0), 226-250. doi: 10.14356/kona.2018014. Repéré à <https://dx.doi.org/10.14356/kona.2018014>
- Singh, P., & Ramakrishnan, P. (1996). Powder characterization by particle shape assessment. *KONA Powder and Particle Journal*, 14(May), 16-30. doi: 10.14356/kona.1996007. Repéré à <http://dx.doi.org/10.14356/kona.1996007>

- Snow, Z., Martukanitz, R., & Joshi, S. (2019). On the development of powder spreadability metrics and feedstock requirements for powder bed fusion additive manufacturing. *Additive Manufacturing*, 28, 78-86. doi: 10.1016/j.addma.2019.04.017. Repéré à <https://dx.doi.org/10.1016/j.addma.2019.04.017>
- Sotomayor, M. E., Várez, A., & Levenfeld, B. (2010). Influence of powder particle size distribution on rheological properties of 316L powder injection moulding feedstocks. *Powder Technology*, 200(1-2), 30-36. doi: 10.1016/j.powtec.2010.02.003. Repéré à <https://dx.doi.org/10.1016/j.powtec.2010.02.003>
- Spierings, A. B., Voegtl, M., Bauer, T., & Wegener, K. (2016). Powder flowability characterisation methodology for powder-bed-based metal additive manufacturing. *Progress in Additive Manufacturing*, 1(1-2), 9-20. doi: 10.1007/s40964-015-0001-4. Repéré à <https://dx.doi.org/10.1007/s40964-015-0001-4>
- Suri, P. (2012). Two-material/two-color powder metal injection molding (2C-PIM). Dans (pp. 338-348). Elsevier. doi: 10.1533/9780857096234.3.338. Repéré à <https://dx.doi.org/10.1533/9780857096234.3.338>
- The United States Pharmacopeia, C. (2015). 3.9.31 〈1174〉 Powder Flow. Dans *Dietary Supplements Compendium 2015, Volume 1 and 2*. The United States Pharmacopeial Convention. Repéré à <https://app.knovel.com/热link/pdf/id:kt00UC0MJ1/dietary-supplements-compendium/x3008-1174-x3009-powder>
- Trottier, R., & Dhodapkar, S. (2014). A Guide to Characterizing Particle Size and Shape. *Chemical Engineering Progress*, 110(7), 36-46. Repéré à <https://search.proquest.com/docview/1547295555?accountid=27231>
- Van Vlierberghe, S., Graulus, G. J., Keshari Samal, S., Van Nieuwenhove, I., & Dubrule, P. (2014). 12 - Porous hydrogel biomedical foam scaffolds for tissue repair. Dans P. A. Netti (Éd.), *Biomedical Foams for Tissue Engineering Applications* (pp. 335-390). Woodhead Publishing. doi: <https://doi.org/10.1533/9780857097033.2.335>. Repéré à <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B9780857096968500127>
- Wolff, M., Schaper, J. G., Dahms, M., Ebel, T., Willumeit-Römer, R., & Klassen, T. (2018). Metal Injection Molding (MIM) of Mg-Alloys. Dans *TMS 2018 147th Annual Meeting & Exhibition Supplemental Proceedings* (pp. 239-251). Springer International Publishing. doi: 10.1007/978-3-319-72526-0_22. Repéré à https://dx.doi.org/10.1007/978-3-319-72526-0_22
- Yang, W.-C. (2007). Modification and re-interpretation of Geldart's classification of powders. *Powder Technology*, 171(2), 69-74. doi: 10.1016/j.powtec.2006.08.024. Repéré à <https://dx.doi.org/10.1016/j.powtec.2006.08.024>

- Yu, W., Muteki, K., Zhang, L., & Kim, G. (2011). Prediction of Bulk Powder Flow Performance Using Comprehensive Particle Size and Particle Shape Distributions. *Journal of Pharmaceutical Sciences*, 100(1), 284-293. doi: 10.1002/jps.22254. Repéré à <https://dx.doi.org/10.1002/jps.22254>
- Zhu, X., Zhang, Q., Wang, Y., & Wei, F. (2016). Review on the nanoparticle fluidization science and technology. *Chinese Journal of Chemical Engineering*, 24(1), 9-22. doi: 10.1016/j.cjche.2015.06.005. Repéré à <https://dx.doi.org/10.1016/j.cjche.2015.06.005>