

Développement d'une presse d'injection à basse pression de poudres métalliques pour la simulation expérimentale et numérique du procédé

par

Francis ARÈS

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.

MONTREAL, LE 10 NOVEMBRE 2022

ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE
UNIVERSITÉ DU QUÉBEC



Francis Arès, 2022



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

PRÉSENTATION DU JURY

CE MÉMOIRE A ÉTÉ ÉVALUÉ

PAR UN JURY COMPOSÉ DE :

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

M. Louis Dufresne, président du jury
Département de génie mécanique à l'École de technologie supérieure

M. Vladimir Brailovski, 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 27 OCTOBRE 2022

À L'ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE

REMERCIEMENTS

J'aimerais d'abord remercier mon directeur de maîtrise, Vincent Demers, pour sa disponibilité, son écoute, son ouverture et pour ses judicieux conseils qui m'ont permis de progresser dans mon projet. Je tiens aussi à remercier Michel Drouin, chargé d'application technologique et informatique, pour son aide lors de la programmation de Labview, mon collègue Olivier Miclette, étudiant à la maîtrise, pour sa disponibilité à usiner rapidement les pièces pour la presse, ainsi que Dorian Delbergue, chercheur postdoctoral, pour son travail acharné sur la simulation numérique. Je souhaite également remercier le CRSNG et le partenaire industriel Pratt & Whitney Canada pour leur soutien financier et technique tout au long de mon projet. Finalement, je veux remercier du plus profond de mon cœur, toute ma famille, mes ami.e.s et mes collègues pour leurs encouragements et leur support.

Effet du débit d'injection sur la qualité des pièces produites par injection de poudres métalliques à basse pression

Francis ARÈS

RÉSUMÉ

Le procédé de moulage par injection de poudres métalliques nécessite la maîtrise et le contrôle des paramètres d'injection afin de produire des pièces à vert de haute qualité. Ce travail combine des approches expérimentales et numériques pour étudier l'impact des paramètres d'injection sur la pression dans la cavité du moule et la qualité globale des pièces à vert produites par moulage par injection de poudres métalliques à basse pression. Les propriétés de deux mélanges à faible viscosité (formulées à partir d'une poudre d'acier inoxydable atomisée à l'eau et d'un liant à base de cire) ont été mesurées et intégrées dans un modèle numérique Autodesk Moldflow pour quantifier les pressions de moulage qui ont finalement été validées à l'aide d'injections effectuées en laboratoire. Les résultats ont confirmé qu'une augmentation de la température du moule, une augmentation de la température du mélange et une diminution de la fraction volumique de poudre diminuent la pression dans la cavité du moule qui est aussi en corrélation avec la viscosité du mélange. Comme résultat clé, les injections en laboratoire ont confirmé qu'un débit d'injection minimum était nécessaire pour éviter une solidification précoce, une pression atypiquement élevée dans la cavité du moule et plusieurs défauts visuels tels que des lignes de soudure, des marques d'écoulement, des fissures et un remplissage incomplet. En raison de la différence de ses propriétés thermiques, cette valeur minimum du débit d'injection diminue à mesure que la fraction volumique de poudre du mélange augmente. Pour des débits d'injection supérieurs à cette valeur minimale, la pression d'injection mesurée expérimentalement dans une cavité simple rectangulaire (taux de cisaillement quasi constant) est linéairement corrélée au débit d'injection.

Mots-clés : injection de poudres métallique à basse pression, poudre métallique, mélange poudre-liant, phase d'injection, pression pendant l'injection

Influence of injection flow rate on the quality of green parts produced by low-pressure powder injection molding

Francis ARÈS

ABSTRACT

Powder injection molding requires the master and control of injection parameters in order to produce high-quality green parts. This work combines experimental and numerical approaches to study the impact of injection parameters on mold in-cavity pressure and overall quality of green parts produced by low-pressure powder injection molding. Properties of two low-viscosity feedstocks (formulated from a water-atomized stainless-steel powder and wax-based binder system) were measured and implemented into an Autodesk Moldflow numerical model to quantify the molding pressures that were finally validated using experimental real-scale injections. The results confirmed that an increase in mold temperature, an increase in feedstock temperature, and a decrease in solid loading decrease the mold in-cavity pressure that was also correlated with the feedstock viscosity. As a key result, real-scale injections confirmed that a minimum flow rate was required to avoid early solidification, atypical high in-cavity pressure, and several visual defects such as weld lines, flow marks, cracks, sinks, and incomplete filling. Due to difference in its thermal properties, this flow rate threshold value decreases as the feedstock solid loading increases. For injection speeds higher than this flow rate threshold value, the injection pressure measured experimentally in a simple rectangular cavity (almost constant shear rate) was linearly correlated with the injection flow rate.

Keywords: Low-pressure powder injection molding, metallic powder, feedstock, mold filling, injection pressure.

TABLE DES MATIÈRES

	Page
INTRODUCTION	1
CHAPITRE 1 REVUE DE LA LITTÉRATURE	5
1.1 Présentation des différentes variantes du procédé de moulage par injection de poudres métalliques	5
1.1.1 Préparation du mélange.....	6
1.1.2 L'injection.....	12
1.1.3 Délantage	14
1.1.4 Frittage	17
1.2 Impact des paramètres d'injection sur la qualité des pièces	17
1.2.1 Injection à haute pression.....	18
1.2.2 Injection à basse pression.....	23
CHAPITRE 2 PROBLÉMATIQUE ET OBJECTIFS	33
2.1 Problématique	33
2.2 Objectifs de recherche.....	33
CHAPITRE 3 MÉTHODOLOGIE.....	35
3.1 Développement d'une nouvelle presse à injection.....	35
3.1.1 Problème #1 : vitesse du vérin d'injection trop faible	37
3.1.2 Problème #2 : contrôle peu précis de la position du vérin d'injection.....	38
3.1.3 Problème #3 : manque d'étanchéité du réservoir lors du brassage sous vide.....	39
3.1.4 Problème #4 : usure prématurée à l'interface entre le réservoir et la table	40
3.1.5 Problème #5 : appui du moule peu efficace.....	41
3.2 Préparation du mélange.....	42
3.2.1 Caractérisation de la poudre.....	43
3.2.2 Composition du liant.....	44
3.3 Validation des paramètres de la presse	45
3.3.1 Validation de la température du mélange	45
3.3.2 Validation du débit d'injection	47
3.3.3 Validation de la pression dans le moule	48
3.4 Caractérisation des mélanges.....	52
3.4.1 Masse volumique et propriétés thermiques.....	52
3.4.2 Viscosité.....	54
3.5 Simulation numérique et procédure expérimentale	56
3.5.1 Les données d'entrée.....	57
3.5.2 Résolution numérique	58
3.5.3 Validation expérimentale	59

CHAPITRE 4	INFLUENCE OF INJECTION FLOW RATE ON THE QUALITY OF GREEN PARTS PRODUCED BY LOW-PRESSURE POWDER INJECTION MOLDING	61
4.1	Introduction.....	62
4.2	Methodology	65
4.2.1	Feedstock formulation	65
4.2.2	Feedstock characterization.....	66
4.2.3	Real-scale injection.....	69
4.2.4	Numerical simulations	73
4.2.5	Powder segregation measurements	74
4.3	Results and discussion	75
4.3.1	Influence of the mold temperature and feedstock temperature on injection pressure	75
4.3.2	Influence of injection flow rate on pressure	79
4.3.3	Influence of injection flow rate on green part quality.....	82
4.4	Conclusion	85
CONCLUSION	87
RECOMMANDATIONS	89
LISTE DE RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....		91

LISTE DES TABLEAUX

	Page
Tableau 1.1 Comparaison des propriétés typiques de différents matériaux	10
Tableau 3.1 Fraction volumique (vol. %) de poudre et de polymères utilisés comme constituants des mélanges	44
Tableau 4.1 Volume fraction of the powder and	66
Tableau 4.2 Physical properties of the constituents used for feedstock formulation	67
Tableau 4.3 Second-order data-fitted coefficients for feedstocks F60 and F65	69
Tableau 4.4 Process parameters used for numerical simulations and real-scale injections	73

LISTE DES FIGURES

	Page
Figure 0.1	Étapes du procédé PIM2
Figure 1.1	Effet de la taille et de la forme des particules sur la viscosité8
Figure 1.2	(a) Vue de coupe d'un atomiseur et images au MEB d'une poudre d'acier inoxydable produite par (b) atomisation au gaz et (c) atomisation à l'eau8
Figure 1.3	Effet de l'EVA sur la viscosité9
Figure 1.4	Viscosité en fonction du taux de cisaillement et de la température pour un mélange (a) LPIM.....11
Figure 1.5	Test de ségrégation à une température de 90°C pendant 60 min pour une mélange contenant (a) 40% de cire de paraffine, (b) 20% de cire de paraffine et 20% d'acide stéarique et (c) 30 % de cire de paraffine et 10% d'éthylène acétate de vinyle12
Figure 1.6	Schéma d'une presse à injection LPIM (a) pneumatique, (b) mécanique et (c) d'une presse à injection HPIM13
Figure 1.7	Images d'un microscope électronique à balayage d'une pièce (a) avant et (b) après déliantage par solvant15
Figure 1.8	Courbes obtenues par analyse16
Figure 1.9	Schéma simplifié représentant le procédé de déliantage thermique avec matériau poreux17
Figure 1.10	Spécimens injectés à (a-b) vitesse et pression élevé (77 mm/s et 27 MPa) et (c-d) vitesse et pression faible (28 mm/s et 20 MPa).....19
Figure 1.11	Image MEB d'une pièce injectée à vitesse et pression élevée20
Figure 1.12	Effet de la température du moule et de la vitesse d'injection sur la rugosité de la surface21
Figure 1.13	(a) Fenêtre d'utilisation du procédé en fonction de la température de mélange et de la vitesse d'injection, et impact des paramètres d'injection sur (b) la masse volumique et (c) la résistance en flexion22

Figure 1.14	(a) Image des porosités obtenue de la tomographie par rayon X (100 MPa; 50 cm ³ /s; 145°C) et (b) nombre et volume moyen des porosités selon différentes conditions23
Figure 1.15	Masse volumique à vert et frittée en fonction de la vitesse d'injection à une température de (a) 65°C, (b) 80°C et (c) 90°C24
Figure 1.16	Effet de (a) la température et de (b) la pression sur la vitesse d'injection, injection (c) expérimentale et (d) simulée à basse température et basse pression (70°C et 0.1 MPa), et injection (e) expérimentale et (f) simulée à haute température et haute pression (100°C et 0.6 MPa)26
Figure 1.17	(a) Masse volumique et (b) résistance en flexion des pièces à vert injectées selon différentes pressions et températures.....27
Figure 1.18	(a) Image au rayon-x des échantillons injectés après un temps de mélange sous vide de 1, 15, 30 et 45 minutes, (b) image tomographique d'une zone contenant plusieurs bulles d'air, et (c) image tomographique d'une zone ne contenant aucune bulle d'air28
Figure 1.19	Défauts d'une pièce en fonction d'un mélange contenant (a) 66, (b) 65, (c) 64, (d) 60% du volume de poudre, (e) défaut de remplissage typique, (f) défaut de surface typique, et (g) analyse tomographique d'une pièce injectée à 60 et 66% de volume de poudre29
Figure 1.20	Profils de viscosité avec les modèles rhéologiques superposés pour le mélange à base de poudre a) 17-4PH et b) Ti-6Al-4V30
Figure 1.21	Comparaison des profils de pression expérimentaux et simulés en fonction du remplissage du moule pour le mélange à base de poudre (a) 17-4PH et (b) Ti-6Al-4V31
Figure 3.1	Vue isométrique de la presse à injection développée par Simon G. Lamarre et identification des composantes en (a) position de mélange et (b) position d'injection.....36
Figure 3.2	(a) Vue isométrique de la nouvelle presse en position de mélange et (b-e) images des différents sous-systèmes37
Figure 3.3	Vérin d'injection (a) avant et (b) après le développement de la nouvelle presse.....38
Figure 3.4	Vue de coupe du réservoir et du mélangeur de la presse (a) avant et (b) après le développement de la nouvelle presse40

Figure 3.5	Vues de coupe des joints dynamiques (a) pour arbre rotatif et (b) avec profil en x.....	40
Figure 3.6	(a) Schéma montrant le mouvement exagéré du réservoir de l'ancienne presse et (b) vue isométrique de la nouvelle presse.....	41
Figure 3.7	Système d'appui du moule de la presse (a) avant et (b) après le développement de la nouvelle presse.....	42
Figure 3.8	(a) Microscope électronique à balayage Hitachi S-3600N et (b) morphologie de la poudre 17-4PH.....	43
Figure 3.9	(a) Appareil de diffraction laser LS 13320 XR et (b) courbe de distribution de la taille des particules.....	44
Figure 3.10	(a) Vue de coupe du réservoir montrant la position des thermocouples, (b) température du mélange en fonction du temps pour différentes températures du réservoir et (c) température du mélange mesurée en fonction de la température du réservoir ($t > 10$ min)	46
Figure 3.11	(a) Caméra Chronos 2.1, (b) image de la position du vérin avant le déplacement, (c) image du vérin après 0.6 seconde de déplacement et (d) courbes de la vitesse en fonction de la position obtenue par l'analyse d'image et par le contrôleur.	48
Figure 3.12	(a) Capteur de pression Keller série 25Y et (b) montage pour la calibration du capteur de pression Keller.....	49
Figure 3.13	Comparaison de la pression mesurée avec la pression appliquée théorique en fonction du temps.....	50
Figure 3.14	(a) Mesures de pression des cinq injections de l'essai de répétabilité et (b) vue de coupe du moule rectangulaire.	52
Figure 3.15	(a) Pycnomètre à l'hélium AccuPyc II et (b) principe de fonctionnement d'un pycnomètre à l'hélium.....	53
Figure 3.16	(a) Outil de calorimétrie différentielle à balayage Perkin Elmer Pyris 1 DSC, (b) Machine C-Therm Trident.....	54
Figure 3.17	(a) Rhéomètre rotationnel Anton Paar MCR 302, (b) système de mesure C-PTD 200 et (c) profils de viscosité pour les mélanges F60 et F65	55
Figure 4.1	(a) SEM observation, and (b) particle size distribution of the 17-4 PH powder.....	66

Figure 4.2	Rheological and thermal properties of the F60 and F65 feedstocks (a) Viscosity profiles, (b) DSC thermograms, (c) specific heat, and (d) thermal conductivity measured at different temperatures.....	68
Figure 4.3	(a) General view of the injection system in mixing position, (b-g) partial cross-section views of the system detailing the injection sequence, (h) rectangular mold, and (i) complex shape mold.....	71
Figure 4.4	Representations of the (a) rectangular part, and (b) complex shape part, with the superimposed finite element meshing.....	74
Figure 4.5	(a) Rear, side, front, and top views of a typical complex shape green part showing the positions (A to E) of the extracted specimens for TGA tests, and (b) typical TGA curve used for quantification of powder concentration within an injected specimen.....	75
Figure 4.6	Influence of mold (a-b) and feedstock temperatures (c-d) on experimental and numerical in-cavity pressure for the feedstocks F60 and F65 (constant flow rate of 15 cm ³ /s), and (e-f) extreme injection conditions obtained experimentally and numerically	78
Figure 4.7	Comparison of experimental and simulated in-cavity pressures obtained at different injection flow rates (values extracted from the pressure profiles at a mold filling stage of 85%)	81
Figure 4.8	Mold temperature variation during injection	82
Figure 4.9	Influence of the feedstocks and flow rates on visual part quality.....	83
Figure 4.10	Powder volume fraction (vol. %) measured at different specimen location on complex shape parts injected at flow rate using the feedstocks (a) F60, and (b) F65	84

LISTE DES ABRÉVIATIONS, SIGLES ET ACRONYMES

PIM	Moulage par injection de poudres (<i>Powder Injection Molding</i>)
MIM	Moulage par injection de poudres métalliques (<i>Metal Injection Molding</i>)
HPIM	Moulage à haute pression des poudres métalliques (<i>High-Pressure Powder Injection Molding</i>)
LPIM	Moulage à basse pression des poudres métalliques (<i>Low-Pressure Powder Injection Molding</i>)
PE	Polyéthylène
PW	Cire de paraffine (<i>Paraffine Wax</i>)
CW	Cire de carnauba (<i>Carnauba Wax</i>)
SA	Acide stéarique (<i>Stearic Acid</i>)
EVA	Éthylène acétate de vinyle
MEB	Microscope électronique à balayage
TGA	Analyse thermogravimétrique (<i>Thermogravimetric Analysis</i>)
DSC	Calorimétrie différentielle à balayage (<i>Differential Scanning Calorimetry</i>)
Vol. %	Pourcentage volumique
SL	Fraction volumique de poudre (<i>Solid Loading</i>)

LISTE DES SYMBOLES ET UNITÉS DE MESURE

T	Température (°C)
P	Pression (kPa)
C_p	Chaleur spécifique (J/g·°C)
k	Conductivité thermique (W/m·K)
$\dot{\gamma}$	Taux de cisaillement (s ⁻¹)
η	Viscosité du mélange (Pa·s)

INTRODUCTION

Ce document présente le fruit d'un projet de maîtrise produit au sein du Laboratoire d'optimisation des procédés de fabrication avancés (LOPFA) à l'École de technologie supérieure (ÉTS) de Montréal. Le sujet du projet porte sur une meilleure compréhension du procédé de moulage par injection de poudres métalliques (en anglais *Powder Injection Molding*, **PIM**), un procédé performant pour la fabrication de pièces métalliques de formes complexes et aux propriétés mécaniques élevées. Dans les dernières années, le PIM s'est démarqué dans différents domaines tels que l'industrie aéronautique, automobile, médicale et militaire.

Le PIM peut être divisé en quatre étapes illustrées à la Figure 0.1. La première étape consiste à fabriquer un mélange constitué de poudres métalliques fines et d'un liant polymérique fondu facilitant le transport de la poudre (Figure 0.1a), puis à l'injecter dans la cavité du moule (Figure 0.1b). La pièce à vert obtenue passe ensuite par une étape de déliantage (Figure 0.1c) pour éliminer la majorité du liant, puis par une étape de frittage (Figure 0.1d) pour obtenir une pièce complètement métallique possédant des propriétés mécaniques qui sont très près des propriétés d'une pièce corroyée. Le contrôle de l'étape de l'injection est crucial pour obtenir des pièces de haute qualité puisque c'est à cette étape que plusieurs défauts comme les lignes de soudure ou les porosités peuvent être créés. Ces défauts, parfois de taille microscopique, peuvent demeurer dans la pièce fabriquée jusqu'à l'étape de frittage et produire des ruptures prématurées lors de la mise en service des pièces. La compréhension du comportement du mélange à l'étape de l'injection demeure donc essentielle pour prédire le niveau de qualité des pièces injectées. À cet égard, le présent projet porte sur l'étude de l'effet des paramètres d'injection comme la température du mélange, la température du moule et le débit d'injection, sur la qualité des pièces.

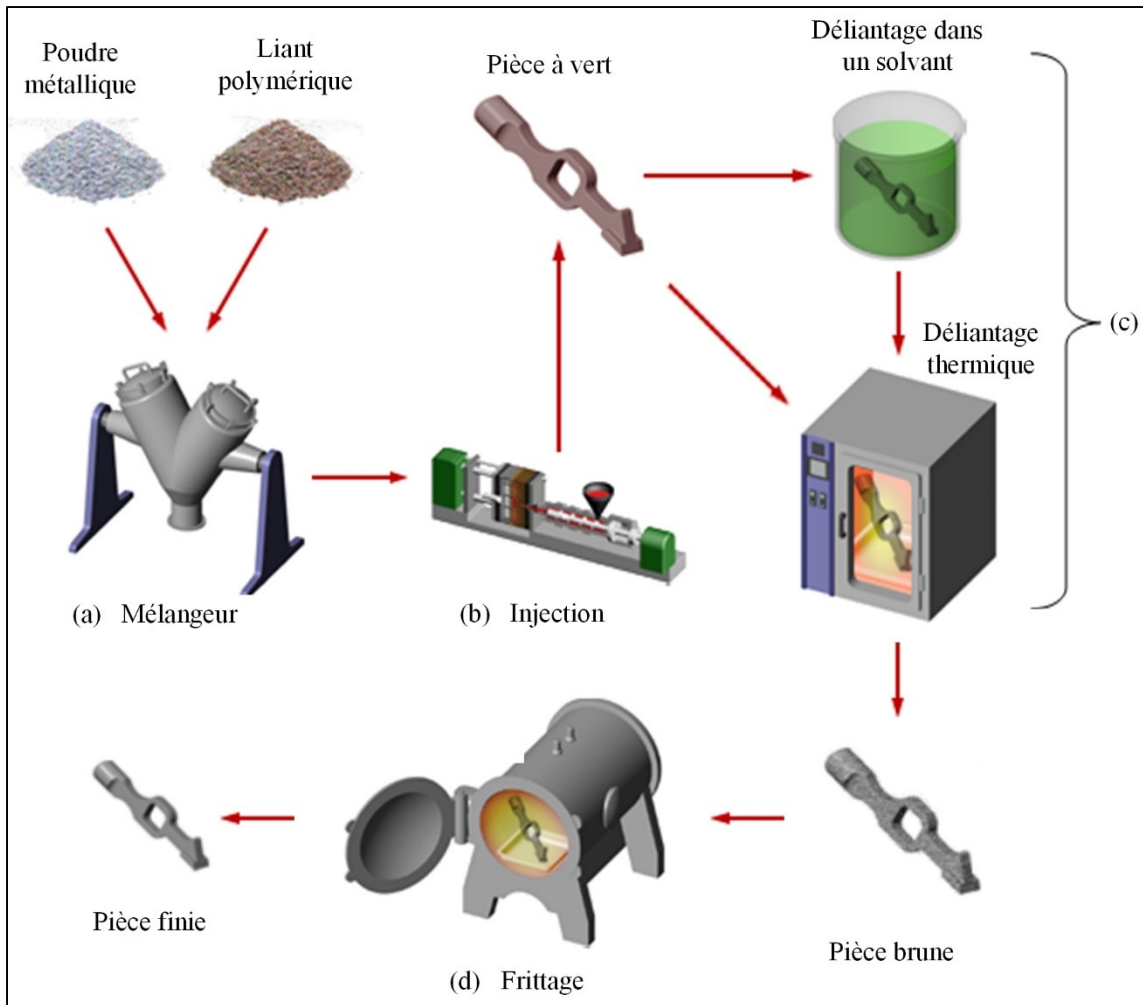


Figure 0.1 Étapes du procédé PIM
Adaptée de Custom Part Net (2022)

Ce mémoire est divisé en quatre chapitres. Le premier chapitre est une revue de la littérature portant sur les différentes variantes du procédé PIM et un état de l'art des études existantes faites sur l'influence des paramètres d'injection sur la qualité de la pièce produite. Il est suivi d'un deuxième chapitre exposant la problématique de l'étude et décrivant les objectifs à atteindre. Le troisième chapitre présente la méthodologie utilisée pour obtenir les données expérimentales. Ensuite, le quatrième chapitre présente un article scientifique (soumis dans *Advanced Powder Technology*) résumant les principaux résultats sur l'effet des paramètres d'injection sur la qualité des pièces à vert produites par le procédé de moulage par injection de

poudres métalliques à basse pression. Enfin, ce travail se termine par une conclusion et quelques recommandations pour de futurs travaux de recherche.

CHAPITRE 1

REVUE DE LA LITTÉRATURE

Ce chapitre présente deux sections, dont la première montre une comparaison entre les deux différentes variantes du procédé de moulage par injection de poudres métalliques, passant par chaque étape du procédé. La section suivante fait la revue des recherches sur l'impact des paramètres d'injection sur la qualité des pièces.

1.1 Présentation des différentes variantes du procédé de moulage par injection de poudres métalliques

Le PIM est un procédé de fabrication adapté à la production de pièces métalliques de formes complexes et de petite taille respectant des tolérances dimensionnelles décentes, particulièrement intéressant lorsque d'autres procédés conventionnels atteignent leurs limites techniques ou deviennent trop coûteux. Comme mentionné plus haut, le PIM peut être divisé en quatre étapes comprenant la préparation du mélange, le moulage par injection, le déliantage et le frittage (Heaney, 2019). Bien que chacune de ces étapes doive être adéquatement contrôlée, l'ajustement des paramètres de moulage demeure l'un des enjeux les plus importants du procédé afin de produire des pièces injectées (aussi appelées pièces à vert) sans défaut volumique et respectant les dimensions. Selon la formulation du liant qui détermine la viscosité finale de la matière première, l'étape d'injection peut être réalisée en utilisant une approche de moulage par injection à haute pression (en anglais *High-Pressure Powder Injection Molding*, *HPIM*) ou une approche de moulage par injection à basse pression (en anglais *Low-Pressure Powder Injection Molding*, *LPIM*). Comme sous-entendu dans leurs noms, l'une des principales différences entre ces deux approches réside dans la pression requise pour remplir la cavité du moule avec le mélange et donc, la puissance de l'équipement utilisé pour réaliser l'étape de moulage par injection.

Les premières utilisations du procédé PIM ont débuté dans les années 1930. Cependant, à cette époque, la grande variation des pièces injectées et la piètre qualité des équipements rendaient l'utilisation de ce procédé peu avantageuse. C'est dans les années 1970 que le procédé prend davantage de place dans le marché (Chang & Zhao, 2013). En 2011, la croissance d'utilisation du procédé fait qu'il est utilisé dans des secteurs comme le domaine médical, dentaire, automobile, aéronautique et militaire (Heaney, 2019).

En tant que pionniers dans le développement des mélanges LPIM à base de poudres de céramique, Mangels et Williams ont été parmi les premiers, dans les années 1980, à démontrer la grande moulabilité des mélanges à basse viscosité. Environ 10 ans plus tard, ils ont confirmé qu'ils étaient en mesure de produire des pièces à vert en céramique de formes très complexes, en utilisant une machine développée par Peltzman Corp. Depuis ce temps, ils ont ouvert la voie à la recherche en LPIM permettant à d'autres chercheurs de travailler sur l'optimisation des constituants du mélange ainsi que sur la compréhension des paramètres du procédé.

1.1.1 Préparation du mélange

Les mélanges utilisés en PIM sont constitués de poudre céramique ou métallique ainsi que d'un liant polymérique. À la température ambiante, ce mélange est à l'état solide puis lors d'un chauffage entre 100 et 250°C, celui-ci se comporte comme un liquide visqueux (c.-à-d., à chaud, la poudre demeure solide, mais le liant devient liquide). La viscosité du mélange à l'état liquide est l'une des propriétés qui dirigent le choix des composants. En LPIM, l'objectif est de diminuer le plus possible la viscosité tout en minimisant le phénomène de ségrégation. La compréhension des caractéristiques des composants, soit la poudre et les liants, et de leurs effets sur la viscosité est donc nécessaire.

La poudre

La poudre est caractérisée principalement par la taille des particules, la distribution de la taille, ainsi que la forme. Pour le HPIM et le LPIM, les mêmes poudres de céramiques ou métalliques sont utilisées. En LPIM, la taille et la forme des particules peuvent avoir un effet sur la viscosité du mélange. La Figure 1.1 montre qu'une poudre de plus petite taille (3 μm comparé à 12 μm) produit un mélange dont la viscosité est plus élevée, causée par une surface de contact par unité de volume plus grande, donc un taux de friction aussi plus élevé entre les particules.

La forme des particules est définie par son procédé de fabrication. Un des plus communs est la technique d'atomisation qui consiste à chauffer un alliage métallique à son point de fusion dans une atmosphère contrôlée, puis de le laisser couler par une buse (Figure 1.2a). À la sortie de la buse, un gaz ou un fluide est projeté à très grande vitesse sur le matériau liquide afin de former des ligaments liquides animés d'un mouvement qui en se détachant, forment de fines gouttelettes qui se solidifient rapidement en tombant dans un récipient. La Figure 1.1 montre qu'une poudre atomisée au gaz possédant une taille moyenne de 12 μm et qui est de forme sphérique (Figure 1.2b) produira un mélange possédant une viscosité plus basse qu'un mélange semblable fabriqué à partir d'une poudre de même taille atomisée à l'eau possédant une forme un peu plus irrégulière (Figure 1.2b).

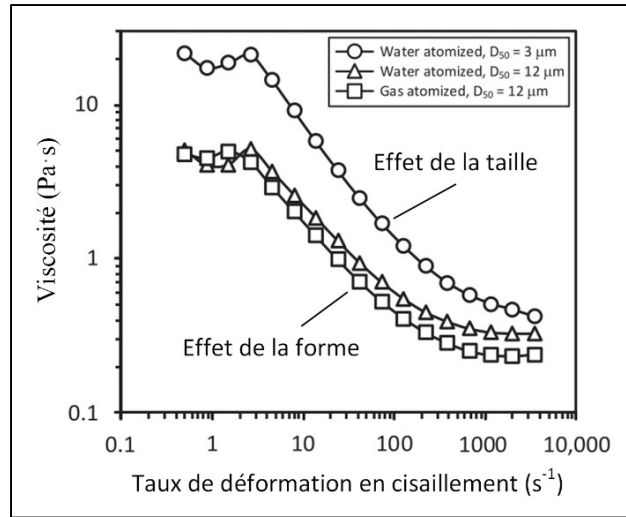


Figure 1.1 Effet de la taille et de la forme des particules sur la viscosité
Adaptée de Demers (2021, p. 116)

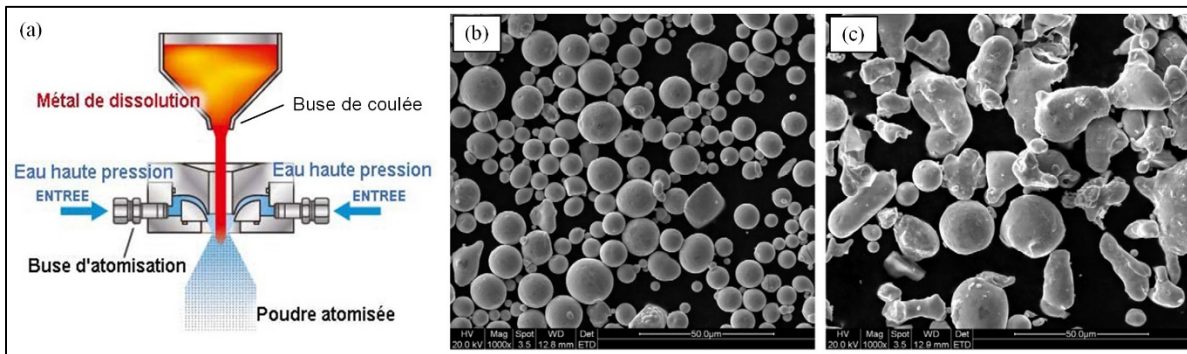


Figure 1.2 (a) Vue de coupe d'un atomiseur et images au MEB d'une poudre d'acier inoxydable produite par (b) atomisation au gaz et (c) atomisation à l'eau
Adaptée de Sugino (2022)
Tirée de Li et al. (2010, p. 4351)

Le liant

Pour atteindre une viscosité adéquate et permettre l'injection, les particules doivent être physiquement liées entre elles. Pour se faire, des polymères sont ajoutés pour obtenir un mélange ayant les propriétés désirées. Dans le cas du HPIM, une combinaison d'un polymère thermoplastique, comme le polyéthylène (PE), et d'une cire, comme la paraffine, est utilisée

comme liant principal, servant de squelette au mélange (Enneti, Onbattuvelli, & Atre, 2012). Pour le LPIM, seulement la cire est utilisée comme base afin d'obtenir une viscosité plus faible.

Afin d'atteindre les propriétés optimales pour la mise en forme, des additifs sont ajoutés au mélange. Dans le cas des mélanges LPIM, les additifs sont typiquement l'acide stéarique et l'éthylène-vinyle d'acétate (EVA). Le premier agit comme agent surfactant pour créer un lien chimique entre la poudre et la cire, améliorant aussi l'écoulement du mélange (Enneti et al., 2012). Le second agit comme agent épaississant, permettant d'ajuster la viscosité. La Figure 1.3 montre qu'une proportion élevée (20%) d'EVA augmente considérablement la viscosité d'un mélange à des valeurs situées entre 100-1000 Pa·s, ce qui le rend impossible à injecter à basse pression. D'un autre côté, une proportion faible (0%) diminue la viscosité à des valeurs situées entre 0.1 et 3 Pa·s et risque de favoriser la ségrégation.

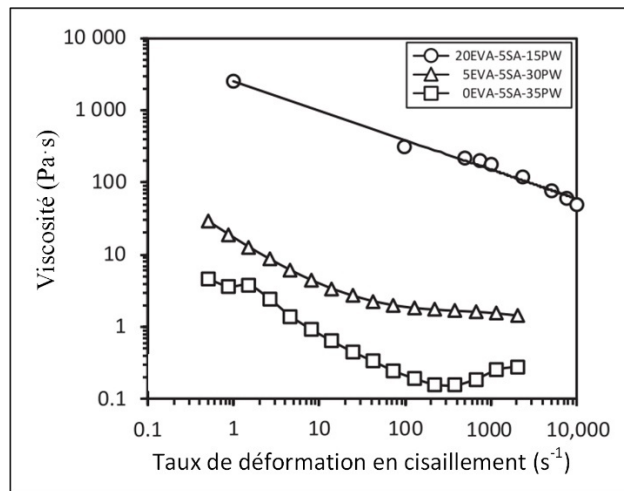


Figure 1.3 Effet de l'EVA sur la viscosité
Adapté de Demers (2021, p. 116)

Le mélange

Le processus d'injection pour le PIM est similaire à celui de l'injection plastique. Cependant, les propriétés du mélange diffèrent grandement de celles du plastique, entre autres, la capacité thermique et la conductivité thermique. Le Tableau 1.1 présente des exemples typiques

comparant ces propriétés pour un mélange de PIM, des métaux et des polymères (Lobo, 2019). Les propriétés thermiques d'un mélange sont dépendantes du matériau de la poudre utilisée ainsi que de sa proportion.

Tableau 1.1 Comparaison des propriétés typiques de différents matériaux
Adapté de Lobo (2019, p. 206)

Matériau	Masse volumique (kg/m³)	Capacité thermique massique (J/kg·K)	Capacité thermique volumique (J/m³·K)	Conductivité thermique (W/mK)
Tungsten	19,300	134	2,586,200	163
Iron	7900	440	3,476,000	76
MIM	5100	700	3,570,000	3
POM	1400	1480	2,072,000	0.28
acetal				
Wax	766	2500	1,915,000	0.25

La viscosité des mélanges est complexe, comme elle est dépendante à la fois de sa composition, telle que mentionnée plus haut, de sa température et du taux de cisaillement. La viscosité d'un mélange LPIM varie entre 0.1 et 10 Pa·s (Figure 1.4a), alors que celle d'un mélange HPIM varie entre 100 et 5000 Pa·s (Figure 1.4b). Dans les deux cas, les mélanges ont un comportement rhéofluidifiant, c'est-à-dire que la viscosité diminue lorsque le taux de cisaillement augmente. L'augmentation de la température joue aussi un rôle dans la diminution de cette propriété rhéologique.

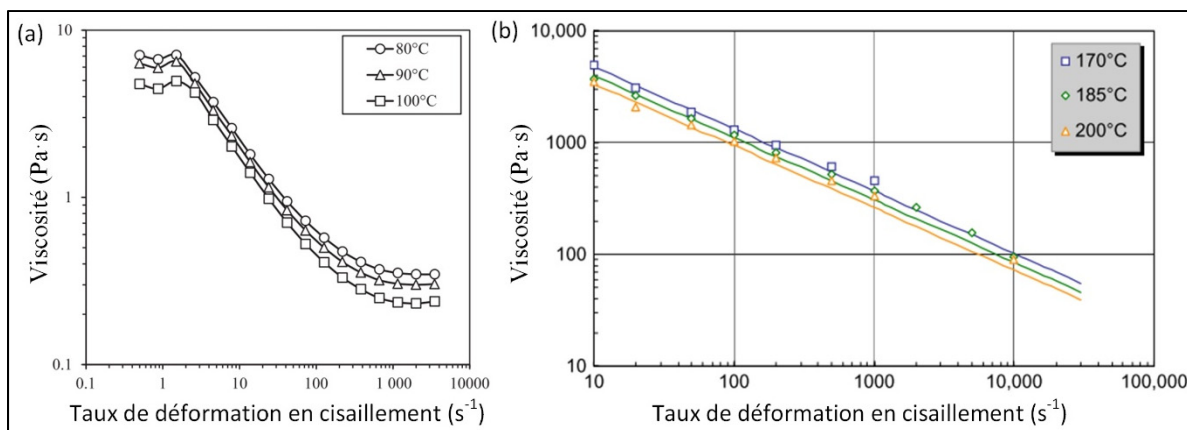


Figure 1.4 Viscosité en fonction du taux de cisaillement et de la température pour un mélange (a) LPIM
Adaptée de Ben Trad, Demers, Côté, Sardarian, & Dufresne (2020, p. 1352)
et (b) HPIM
Adaptée de Lobo (2019, p. 209)

De plus, spécifiquement pour les mélanges LPIM, la ségrégation gravitationnelle doit être réduite au minimum. Après un certain temps sans être mélangé, le liant et la poudre se séparent sous l'effet de la force de gravité. La Figure 1.5c montre que la ségrégation après 60 minutes est réduite en ajoutant une proportion de 10% d'EVA au mélange (avec une proportion de 30% de cire de paraffine), comparativement à un liant composé uniquement de cire de paraffine avec une proportion de 40% (Figure 1.5a), alors qu'elle augmente en ajoutant de l'acide stéarique (20% d'acide stéarique et 20% de cire de paraffine, montrée à la Figure 1.5b).

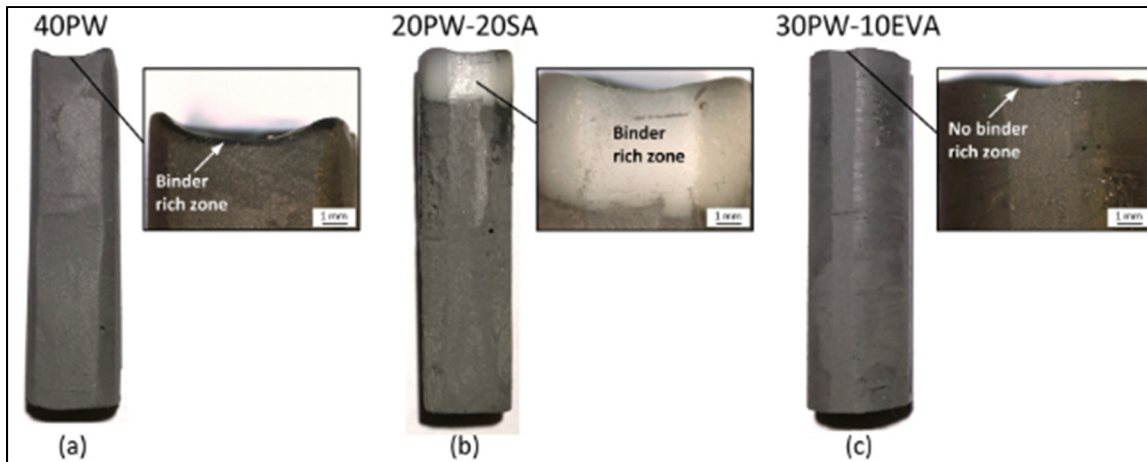


Figure 1.5 Test de ségrégation à une température de 90°C pendant 60 min pour une mélange contenant (a) 40% de cire de paraffine, (b) 20% de cire de paraffine et 20% d'acide stéarique et (c) 30 % de cire de paraffine et 10% d'éthylène acétate de vinyle
Tirée de Demers, Farch, Turenne, Demarquette, & Scalzo (2018, p. 185)

1.1.2 L'injection

Que ce soit pour l'injection à basse pression ou à haute pression, les paramètres d'injection les plus importants sont la température du mélange, la température du moule et la vitesse d'injection. Le contrôle de ces paramètres peut être complexe puisque certains d'entre eux sont interreliés. L'influence de ces paramètres sera analysée plus bas à la section 1.2.

La différence marquée de la viscosité d'un mélange LPIM comparativement à un mélange HPIM permet de réduire en énergie et en taille l'équipement servant à l'injection. D'abord, la pression à laquelle le mélange est injecté dans le moule est d'un maximum d'environ 1 MPa pour le procédé LPIM et de 200 MPa pour le procédé HPIM (Demers, 2019). Dans le premier cas, l'injection est effectuée par une pression d'air dans le contenant du mélangeur (Figure 1.6a) ou de façon mécanique, à l'aide d'un piston (Figure 1.6b). Pour la haute pression, le mélange et l'injection se font par une vis sans fin (Figure 1.6c) qui permet d'appliquer une pression bien plus grande qu'un piston.

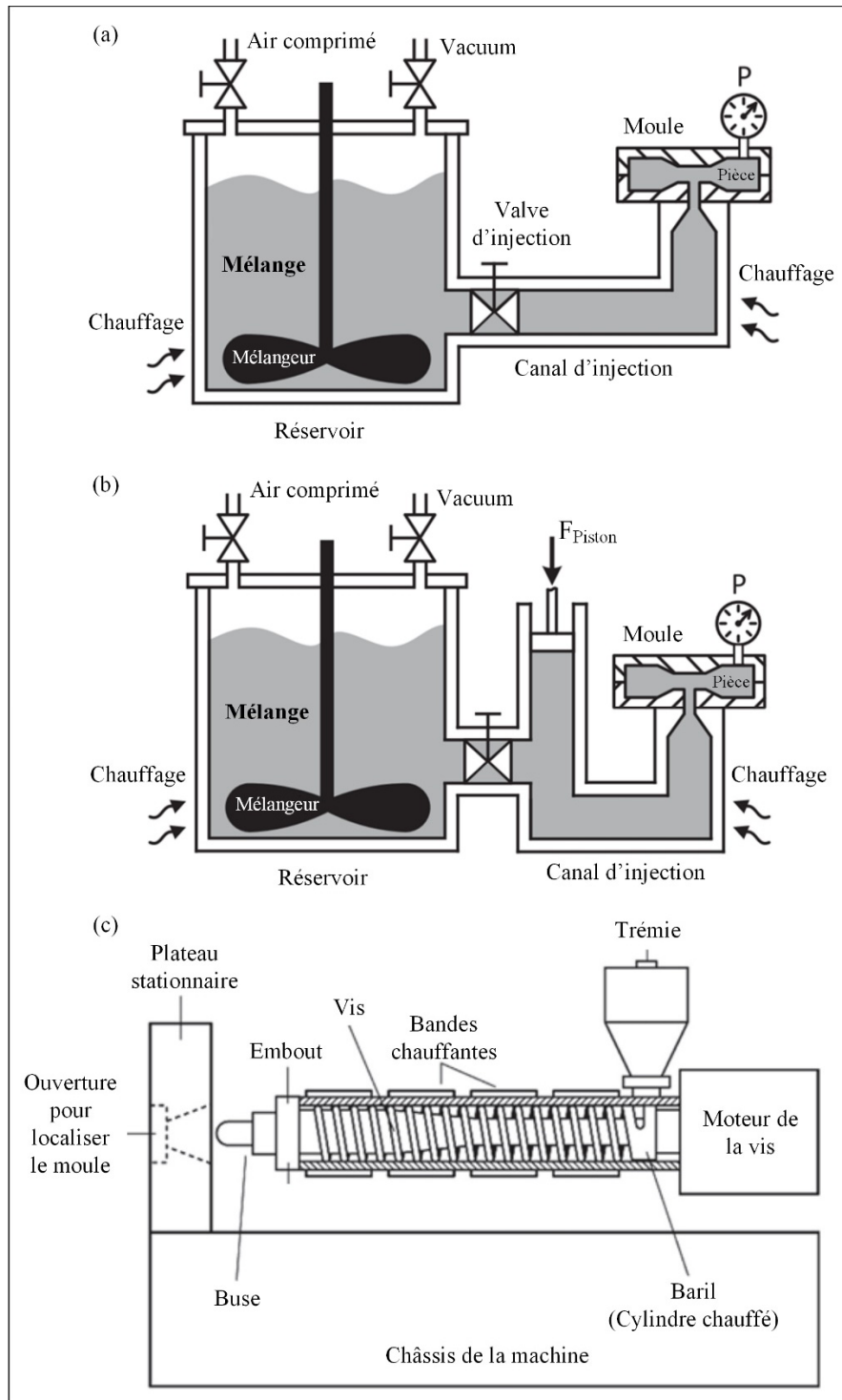


Figure 1.6 Schéma d'une presse à injection LPIM (a) pneumatique, (b) mécanique et (c) d'une presse à injection HPIM
Adaptée de Demers (2021, p. 111)
Adaptée de Heaney & Greene (2019, p. 107)

Comme la composition du liant est différente pour les deux méthodes, le mélange LPIM, à base de cire, nécessite moins d'énergie thermique lors de l'injection (Medvedovski & Peltsman, 2013). Il est donc possible de l'injecter à une température inférieure à 120°C plutôt qu'à une température avoisinant les 200°C pour un mélange HPIM. Suivant le même ordre d'idée, la pression d'injection réduite fait en sorte que le moule nécessite une moins grande force de maintien, jusqu'à 5 kN pour la basse pression et jusqu'à 1000 kN pour la haute pression. Finalement, le mélangeur permettant l'homogénéité du mélange avant l'injection est aussi réduit en force (Demers, 2019). Effectivement, le mélange dont le liant est à base de cire nécessite moins de force de cisaillement puisque les chaînes moléculaires plus courtes du polymère forment des liaisons plus faibles. En outre, la diminution de la pression requise en LPIM favorise l'utilisation d'une presse à injection plus petite, mais aussi des coquilles de moules moins grandes, faisant en sorte de rendre ce procédé viable économiquement aussi pour les grands volumes de production (comme le HPIM), mais aussi pour des volumes de production faible (de l'ordre de quelques milliers de pièces par année).

1.1.3 Déliantage

Pour les mélanges HPIM, le déliantage se fait en deux étapes. La première étape du déliantage s'effectue soit par une approche thermique ou par une approche par solvant. La première approche consiste à chauffer la pièce en augmentant très lentement la température, soit une augmentation d'environ 0.5°C/min, puis un maintien à une température d'environ 200°C (Banerjee & Joens, 2012). Une hausse trop rapide de température ferait évaporer le liant à l'intérieur de la pièce, sans que le gaz ait de chemin pour s'échapper, causant des fissures. Ce processus prend donc beaucoup de temps. La deuxième approche consiste à immerger la pièce dans un hydrocarbure, comme l'hexane, l'heptane ou le xylène, pendant un certain temps, jusqu'à ce qu'environ 90% de la masse du liant soit dissout. Des images obtenues au MEB permettent d'observer les liaisons entre les particules de poudre d'une pièce à vert avant déliantage par solvant sur la Figure 1.7a, où les particules de poudre, recouvertes du liant, sont

à peine visibles. La Figure 1.7b montre l'espace entre les particules libéré par la dissolution du liant de cette même pièce.

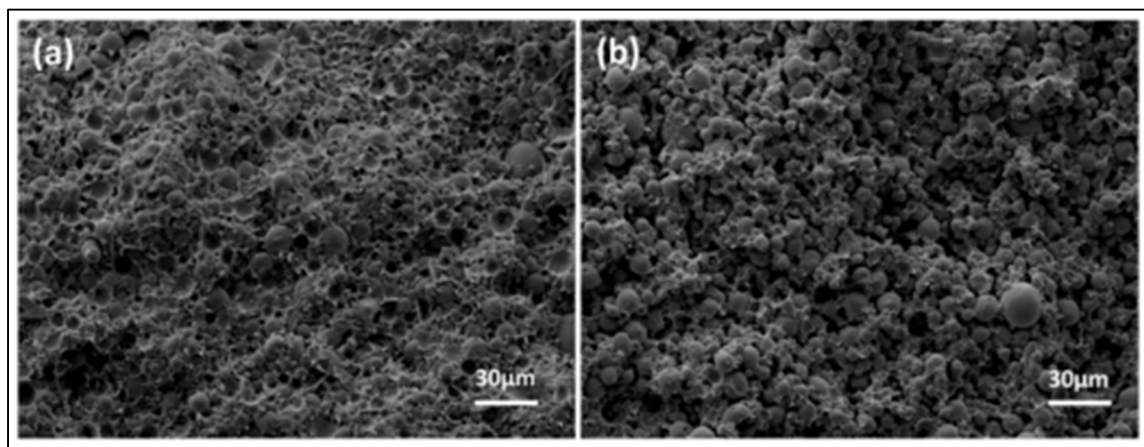


Figure 1.7 Images d'un microscope électronique à balayage d'une pièce (a) avant et (b) après déliantage par solvant
Tirée de Ni, Yu, & Han (2018, p. 5)

Suite au déliantage primaire (thermique ou solvant décrit plus haut), les pièces subissent une deuxième étape de déliantage thermique à plus haute température permettant l'évaporation du liant restant. Une analyse thermogravimétrique (TGA) est utile à cette étape afin de connaître les températures de dégradation et d'évaporation de chaque constituant. La Figure 1.8 montre un exemple de courbes obtenues à l'aide de cet outil pour un liant et ses constituants, dont la cire de carnauba (CW), l'acide stéarique (SA) et le polyéthylène haute densité (HDPE). Le CW, SA et HDPE ont commencé à se dégrader à des températures de 350, 210 et 450 °C et se sont évaporés complètement à des températures de 500, 315 et 500 °C, respectivement. La dégradation thermique du liant (Binder 17) est similaire à ses constituants, qui débute autour de 200 °C et se termine à environ 500 °C.

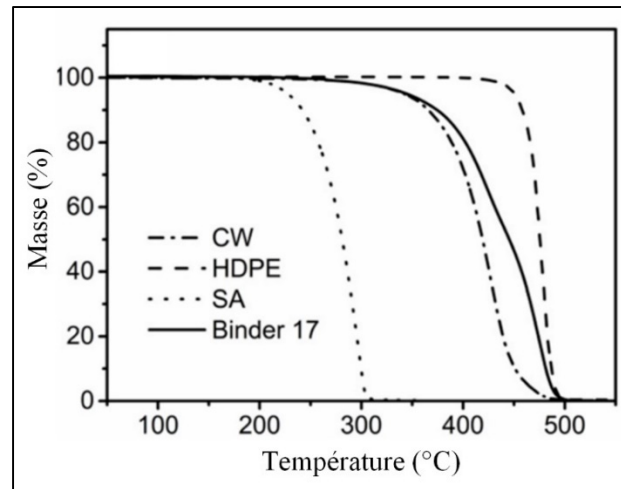


Figure 1.8 Courbes obtenues par analyse thermogravimétrique
Adaptée de Ni et al. (2018, p. 5)

Contrairement au HPIM, une seule étape est nécessaire pour le déliantage des pièces produites via LPIM. En ce sens, un matériau poreux inerte, tel que la poudre d'alumine, en contact avec la pièce à vert est utilisée lors du déliantage thermique. Ce matériau permet le dégagement du liant par capillarité lorsque celui-ci atteint un état liquide et sert de support pour maintenir la forme de la pièce. La Figure 1.9 présente un modèle simplifié de ce procédé, où le liant à l'état liquide d'une pièce à vert dans un four se dégage dans le matériau poreux.

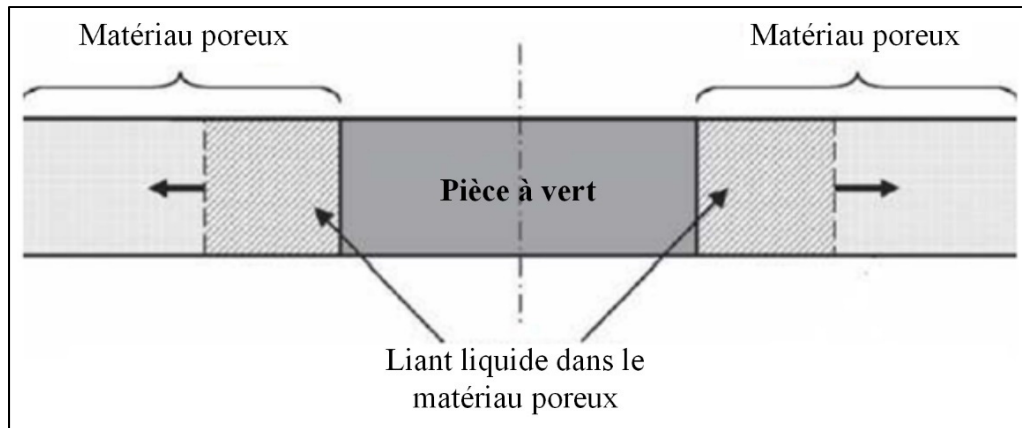


Figure 1.9 Schéma simplifié représentant le procédé de déliantage thermique avec matériau poreux
Adaptée de González-Gutiérrez, Stringari, & Emri (2012, p. 80)

1.1.4 Frittage

L'étape de frittage est très similaire pour le LPIM et le HPIM comme les poudres utilisées sont généralement les mêmes. À cette étape, la pièce déliantée est chauffée à une température légèrement en dessous du point de fusion de la poudre dans une atmosphère contrôlée. En chauffant la poudre, les particules atteignent un niveau d'énergie élevé et une diffusion atomique à l'état solide s'active afin de créer la densification de la pièce.

1.2 Impact des paramètres d'injection sur la qualité des pièces

Dans les dernières années, l'effet de la température, de la pression et de la vitesse d'injection sur la qualité des pièces a été principalement étudié pour le procédé HPIM, bien que quelques études en LPIM se sont penchées sur certains aspects liés à l'injection, mais principalement pour des mélanges à base de céramique. Cette section présente une revue des études qui ont été menées sur ces sujets en HPIM et LPIM, dans le but de mieux comprendre les travaux effectués et les questions restantes afin d'ultimement en dégager la problématique de ce projet.

1.2.1 Injection à haute pression

En utilisant le procédé de HPIM, Muangwaeng et al. (2013) ont étudié la morphologie de pièces injectées selon deux conditions d'injection haute vitesse & haute pression (77 mm/s et 27 MPa) et basse vitesse & basse pression (28 mm/s et 20 MPa). Les spécimens injectés à vitesse et pression élevée présentent des défauts communément appelés des lignes noires (en anglais *black lines*) juste après l'entrée du moule (appelé *gate* en anglais) comme montré à la Figure 1.10a-b. Ces défauts sont causés par une séparation de phase entre la poudre et le liant fondu soumis à des zones de gradient de taux de déformation en cisaillement dans la pièce. Créant en fait des différences locales au niveau de la proportion de poudre, ce type de défaut est problématique puisqu'il fait en sorte que le rétrécissement observé après le frittage sera non-uniforme dans cette zone, augmentant ainsi les possibilités de distorsion ou de fissure de la pièce à cet endroit. La Figure 1.10c-d montre que pour une vitesse et pression d'injection plus faible, la présence de lignes noires disparaît de la pièce (Figure 1.10c) ou est déplacé dans le chemin de coulée qui est à l'extérieur de la pièce (Figure 1.10d).

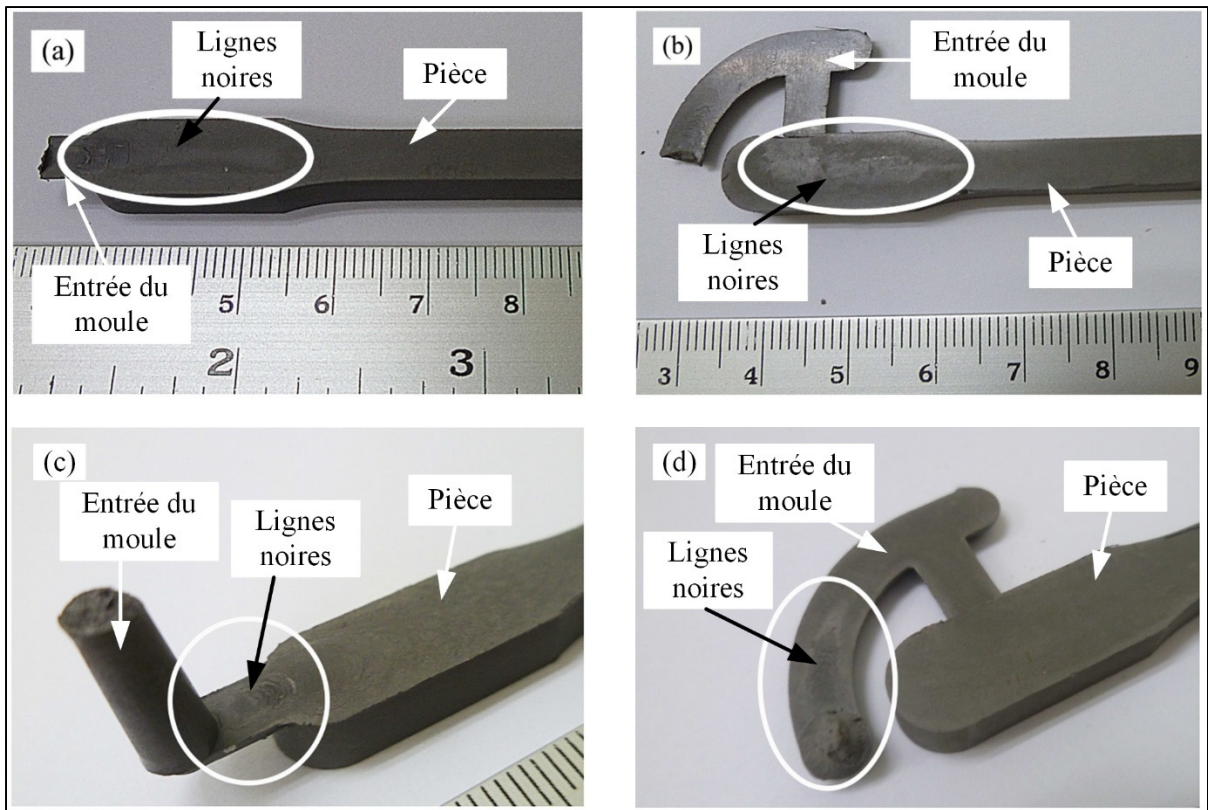


Figure 1.10 Spécimens injectés à (a-b) vitesse et pression élevé (77 mm/s et 27 MPa) et (c-d) vitesse et pression faible (28 mm/s et 20 MPa)

Adaptée de Muangwaeng et al. (2013, p. 176)

Leurs observations avec un microscope électronique à balayage (MEB) présentées à la Figure 1.11 ont montré la présence de fissures dans leurs pièces injectées à vitesse et pression élevée. Les auteurs expliquent que cette fissure est causée par les contraintes résiduelles dans la pièce, dépassant la limite mécanique du liant.

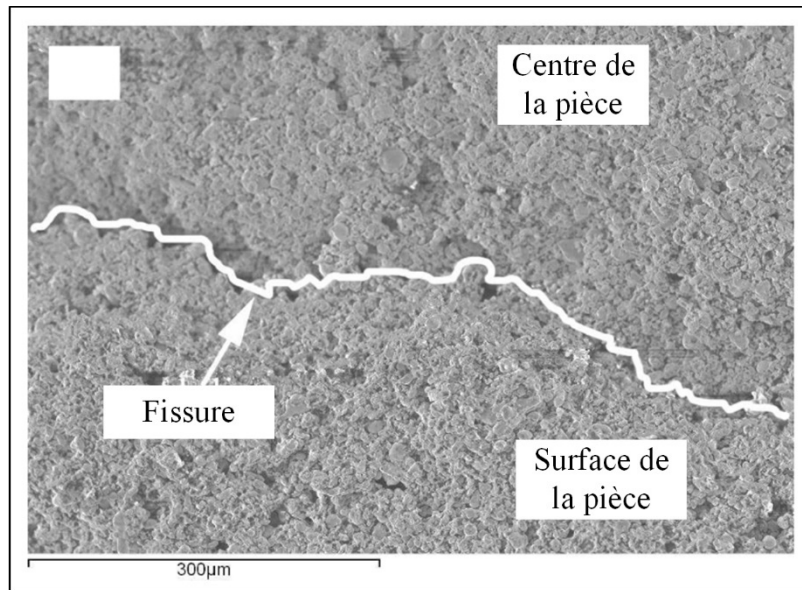


Figure 1.11 Image MEB d'une pièce injectée à vitesse et pression élevée
Adaptée de Muangwaeng et al. (2013, p. 177)

Walcher et al. (2016) ont étudié l'effet de la vitesse d'injection, la pression de maintien, la température du moule et la géométrie de l'entrée sur la qualité des pièces injectées en HPIM. Basés sur leurs mesures expérimentales, les auteurs ont pu générer une charte en 3D montrant, à la Figure 1.12, l'interaction entre le débit d'injection et la température du moule sur la rugosité. Sur la Figure 1.12, un facteur de -1 correspond à une température du moule de 125°C et un débit d'injection de 5 cm³/s, alors qu'un facteur de 1 correspond à une température de 135°C et un débit de 20 cm³/s. Ils démontrent que pour atteindre une faible rugosité, la température du moule doit être au plus bas (facteur de -1) et le débit d'injection doit être élevé (facteur de 0.5). Un débit plus élevé cause une légère augmentation de la rugosité, pouvant indiquer une séparation entre le liant et la poudre.

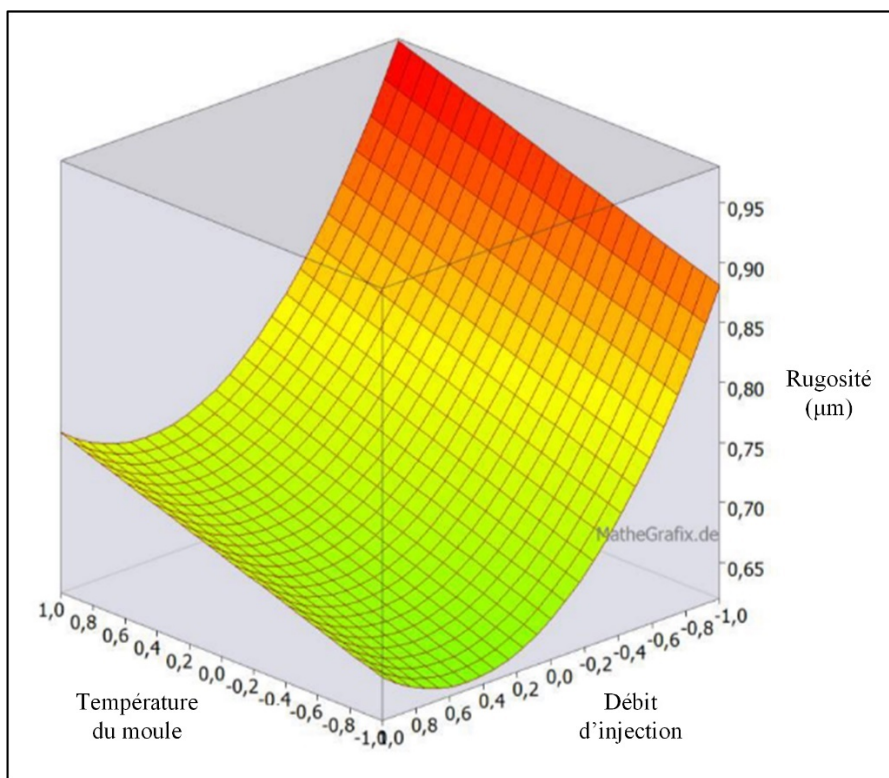


Figure 1.12 Effet de la température du moule et de la vitesse d'injection sur la rugosité de la surface
Adaptée de Walcher et al. (2016, p. 4)

Utilisant un mélange à haute viscosité, Askari et Momeni (2021) ont étudié son comportement rhéologique dans le but d'optimiser les paramètres d'injection. Pour y arriver, ils ont proposé de premièrement définir une fenêtre d'utilisation de leur procédé en identifiant les combinaisons de paramètres produisant des défauts tel que schématisé à la Figure 1.13a. L'impact de la vitesse d'injection, la température d'injection, la température du moule et la pression de maintien sur la densité et la résistance en flexion des pièces a ensuite été quantifié en utilisant la méthode Taguchi. Les résultats de cette étude présentés à la Figure 1.13b-c montrent que l'augmentation de la vitesse d'injection a un impact plus important sur la densité et la résistance en flexion que tous les autres paramètres étudiés.

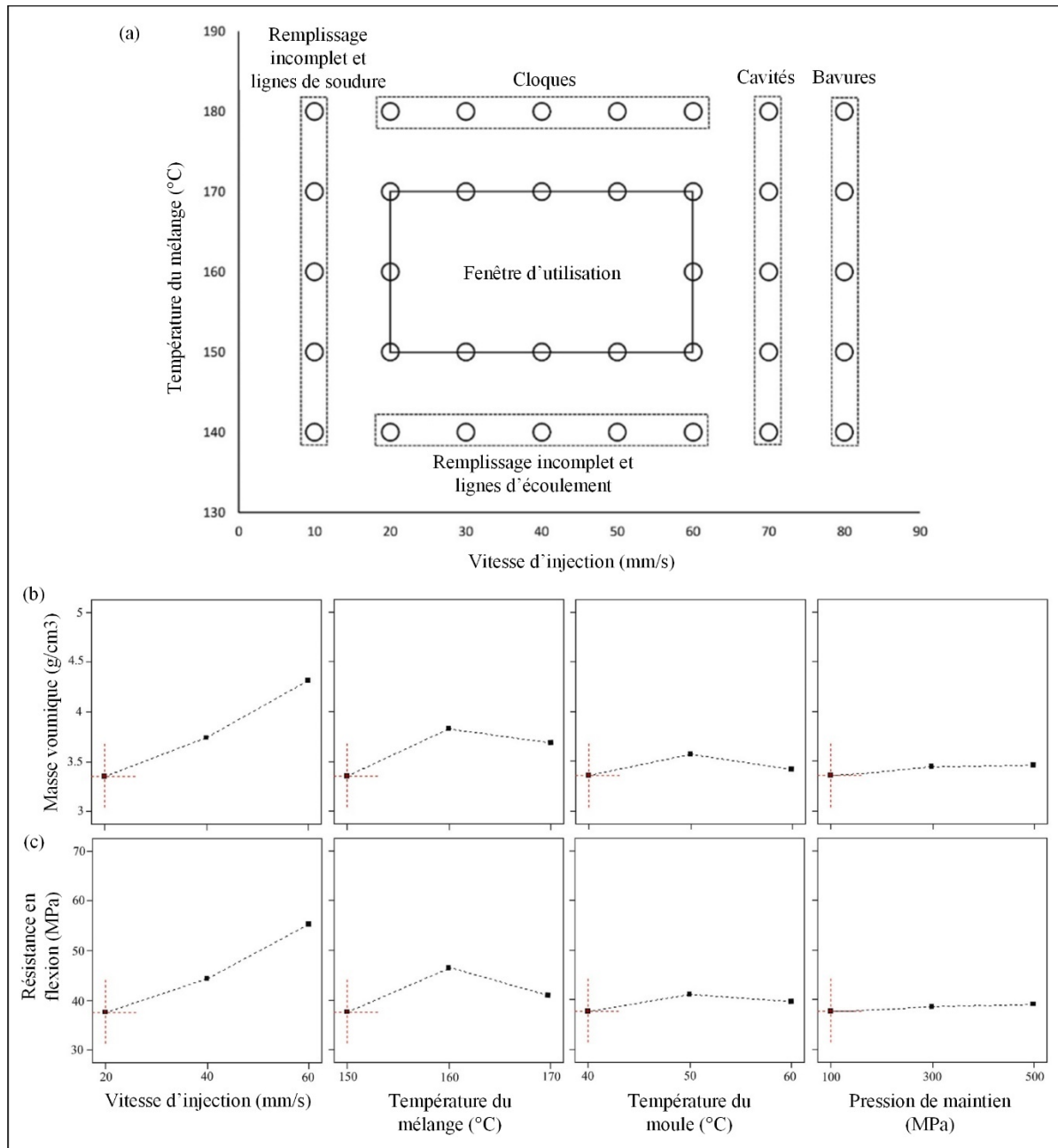


Figure 1.13 (a) Fenêtre d'utilisation du procédé en fonction de la température de mélange et de la vitesse d'injection, et impact des paramètres d'injection sur (b) la masse volumique et (c) la résistance en flexion

Adaptée de Askari & Momeni (2021, p. 4-6)

Utilisant la tomographie par rayon X, Yang et al. (2015) ont observé l'effet de la vitesse d'injection, de la pression et de la température du mélange sur la taille et la quantité des

porosités d'une pièce injectée à haute pression. La Figure 1.14a montre une image typique des porosités obtenue grâce à cette approche. Les formes jaunes correspondes aux volumes des porosités présentes dans la pièce délimitée par le prisme rectangulaire. À l'aide du logiciel Amira, la quantité et le volume des porosités ont été ensuite quantifiés pour différentes conditions d'injection (Figure 1.14b). L'augmentation du débit d'injection, ainsi que l'augmentation de la température d'injection mène à une diminution de la quantité et du volume moyen des porosités. Grâce à cette approche quantitative, les auteurs ont pu déterminer les paramètres d'injection optimaux (100-200 MPa; 50 cm³/s; 175°C) permettant de produire des pièces sans porosité. Ils ont observé qu'un débit d'injection trop lent formait des fissures causées par le refroidissement dans la cavité du moule et qu'un débit trop élevé formait davantage de porosité due au phénomène de giclée (aussi appelé *jetting* en anglais).

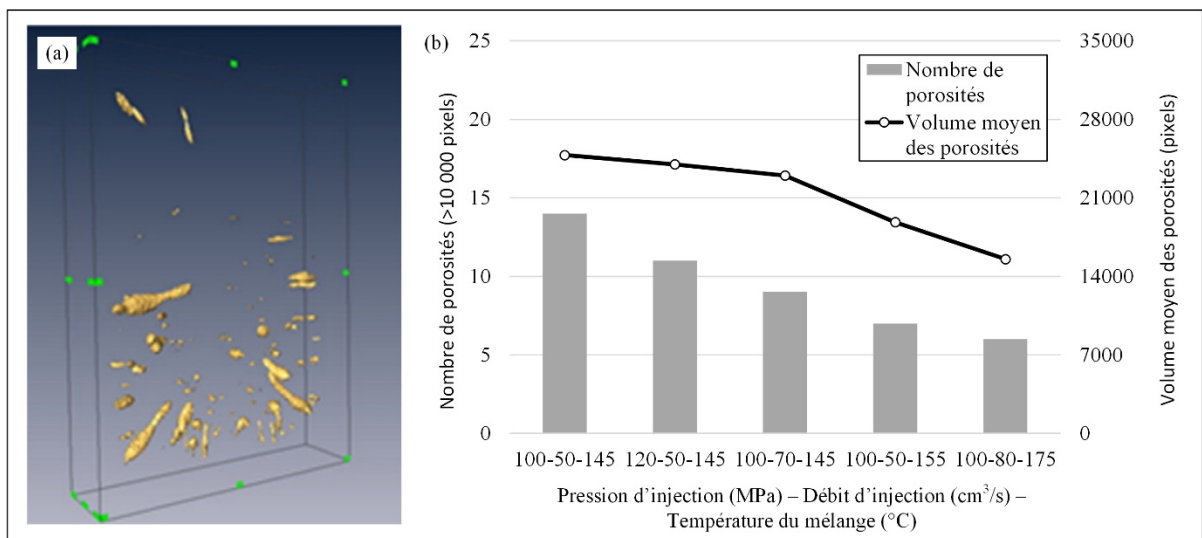


Figure 1.14 (a) Image des porosités obtenue de la tomographie par rayon X (100 MPa; 50 cm³/s; 145°C) et (b) nombre et volume moyen des porosités selon différentes conditions
Adaptée de Yang et al. (2015, p. 108)

1.2.2 Injection à basse pression

Medvedowski et Peltsman (2013) ont observé l'effet de la vitesse d'injection sur la densité de la pièce à vert et après frittage en utilisant un mélange de poudres de céramique utilisé en LPIM, et ce, pour différentes températures d'injection. Pour le procédé LPIM, les auteurs

concluent en une relation entre la masse volumique d'une pièce et la vitesse d'injection à différente température. Une pièce de haute densité signifie que le nombre de porosités est minimum. Ils démontrent à la Figure 1.15 que le débit d'injection optimal est plus élevé lorsque la température du mélange diminue ($125 \text{ cm}^3/\text{s}$ pour 65°C , tandis qu'environ $60 \text{ cm}^3/\text{s}$ est optimal pour 90°C). Ainsi, ils observent que la densité à vert et la densité frittée sont toutes deux optimales lorsque la température du mélange est plus élevée et que la vitesse d'injection est plus faible.

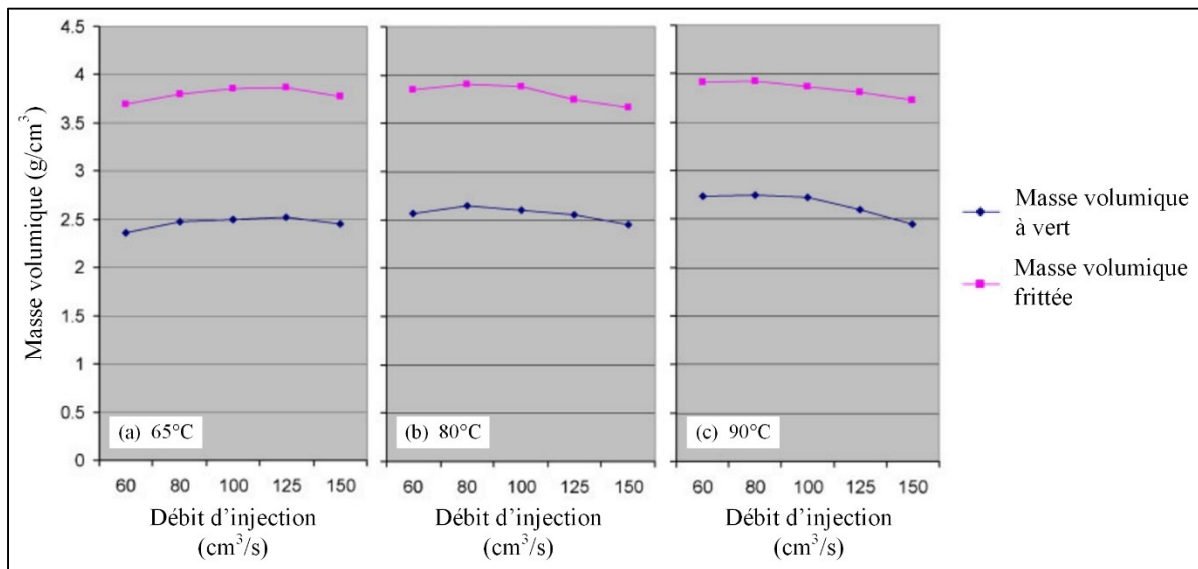


Figure 1.15 Masse volumique à vert et frittée en fonction de la vitesse d'injection à une température de (a) 65°C , (b) 80°C et (c) 90°C
Adaptée de Medvedovski & Peltsman (2013, p. 339)

Sardarian et al. (2017c) ont étudié le phénomène de giclée pour un mélange à basse viscosité utilisé en LPIM. Ils ont d'abord observé l'effet de la température du mélange (Figure 1.16a), ainsi que de la pression d'injection (différente de la pression dans le moule) (Figure 1.16b) sur la vitesse d'injection. Ces résultats permettent de comprendre que l'augmentation de la température du mélange mène à une augmentation de la vitesse d'injection due à la diminution de la viscosité. De plus, l'augmentation de la pression transmet davantage d'énergie au mélange, ce qui a pour effet d'augmenter sa vitesse. Les auteurs démontrent ensuite expérimentalement (Figure 1.16c) et par simulation avec Moldflow (Figure 1.16d) que le

remplissage est uniforme dans la cavité en utilisant des paramètres faibles (70°C et 0.1 MPa), résultant en une vitesse d'injection de moins de 100 mm/s. Le phénomène de giclée, observable sur les échantillons de la Figure 1.16e, se produit lorsque ces paramètres sont à leur maximum (100°C et 0.6 MPa), résultant en une vitesse d'injection d'environ 400 mm/s. La Figure 1.16f montre que leur simulation a été en mesure aussi de prédire correctement le comportement du mélange à haute vitesse d'injection.

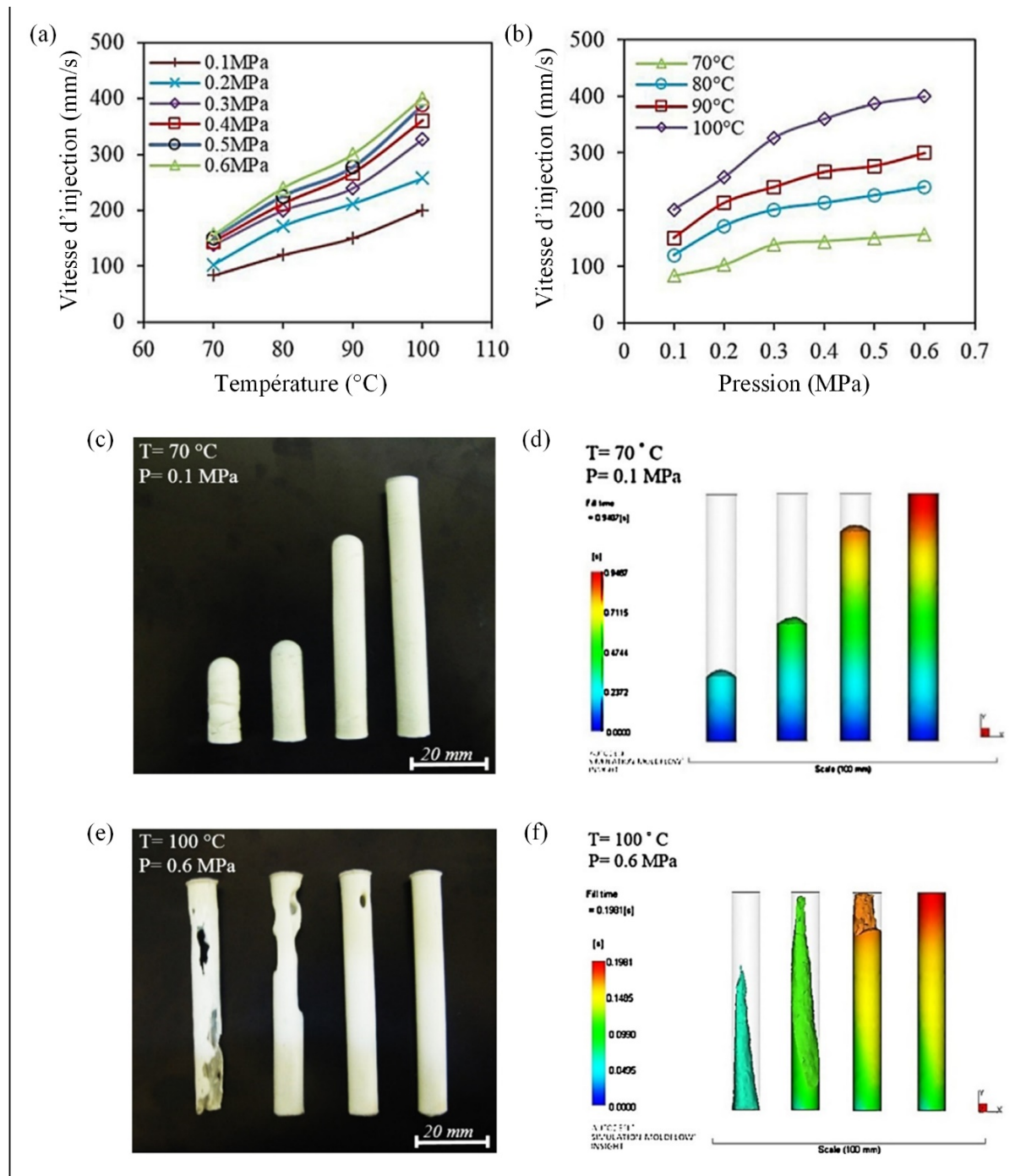


Figure 1.16 Effet de (a) la température et de (b) la pression sur la vitesse d'injection, injection (c) expérimentale et (d) simulée à basse température et basse pression (70°C et 0.1 MPa), et injection (e) expérimentale et (f) simulée à haute température et haute pression (100°C et 0.6 MPa)

Adaptée de Sardarian et al. (2017c, p. 376, 378)

Les auteurs ont ensuite mesuré la masse volumique des pièces à vert (Figure 1.17a) ainsi que la résistance en flexion (Figure 1.17b) des échantillons selon différentes pressions et températures. Les données obtenues varient finalement peu, sauf pour une température et une pression élevée, probablement causée par la présence de porosités due au phénomène de giclée.

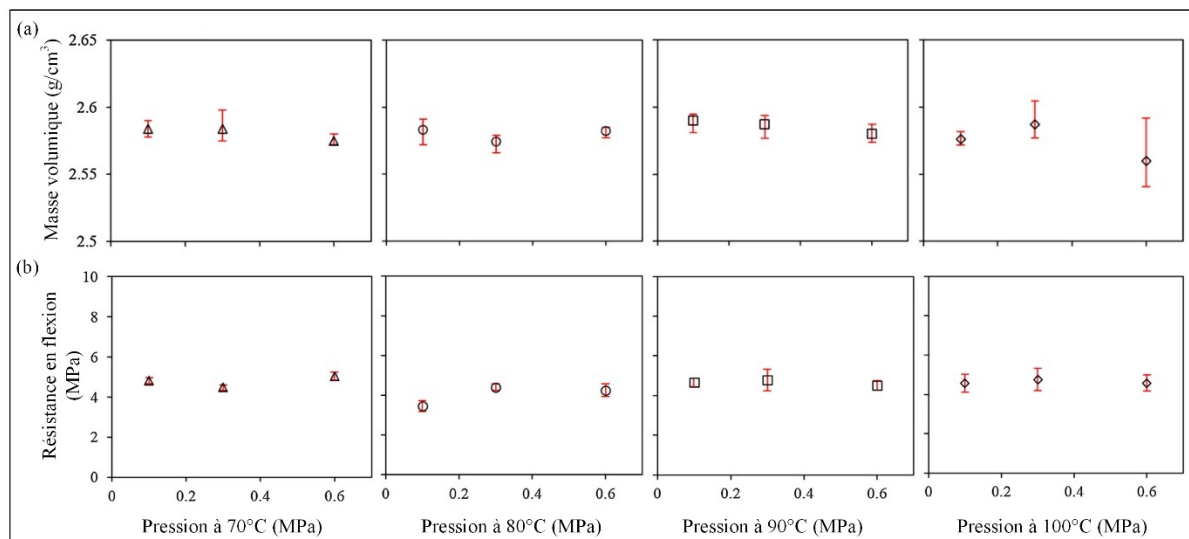


Figure 1.17 (a) Masse volumique et (b) résistance en flexion des pièces à vert injectées selon différentes pressions et températures
Adaptée de Sardarian et al. (2017c, p. 378-379)

Lamarre et al. (2017) ont déterminé un temps minimum de mélange sous vide afin d'éliminer la présence de bulles d'air dans leurs échantillons pour le LPIM. La Figure 1.18a montre la diminution du nombre de bulles d'air avec l'augmentation du temps de mélange sous vide. Après seulement une minute de mélange (Figure 1.18b), quelques bulles d'une taille millimétrique (flèches noires) et plusieurs de taille microscopique ou submicroscopique (flèches blanches) sont présentes. Ces défauts sont complètement éliminés après 30 minutes de mélange sous vide (Figure 1.18c).

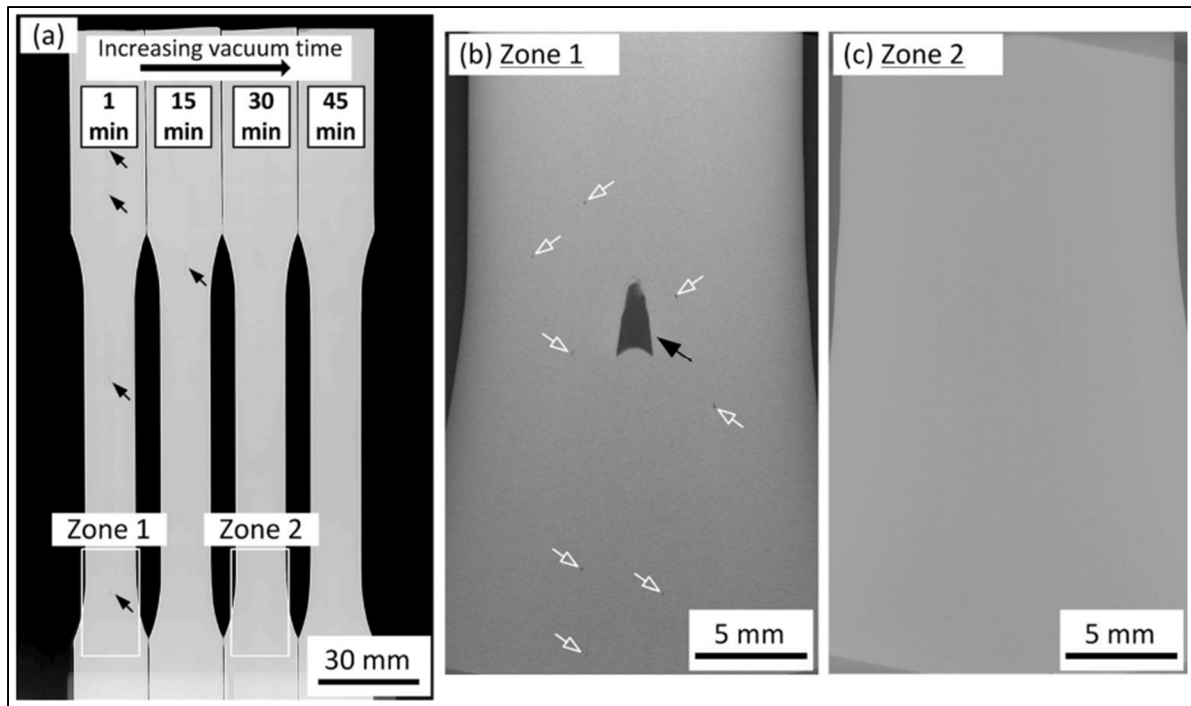


Figure 1.18 (a) Image au rayon-x des échantillons injectés après un temps de mélange sous vide de 1, 15, 30 et 45 minutes, (b) image tomographique d'une zone contenant plusieurs bulles d'air, et (c) image tomographique d'une zone ne contenant aucune bulle d'air
Tirée de Lamarre et al. (2017, p. 2600)

Côté et al. (2021) ont démontré l'effet de la fraction volumique de poudre d'un mélange LPIM sur les défauts liés à l'injection. Les injections faites dans un moule complexe montrent que le remplissage est incomplet (flèche blanche sur la Figure 1.19a-b) pour des fractions volumiques de 65 et 66 vol. % (et que plusieurs défauts de surface sont visibles sur ces pièces. Ces défauts causés par la solidification du mélange lors de l'injection et notés d'une flèche noire sur la Figure 1.19a-b sont présentés plus en détail à la Figure 1.19e-f. Les pièces injectées avec un mélange à 64 et 60 vol. % de poudre (Figure 1.19c-d) présentent très peu ou aucun défaut de surface. L'analyse tomographique des pièces à 60 et 66% de concentration volumique de poudre (Figure 1.19g) montre que le défaut de remplissage visible en surface, mentionné plus haut, est aussi présent à l'intérieur de la pièce. De plus, l'analyse présente plusieurs porosités internes de taille microscopique, peu importe la concentration volumique de poudre.

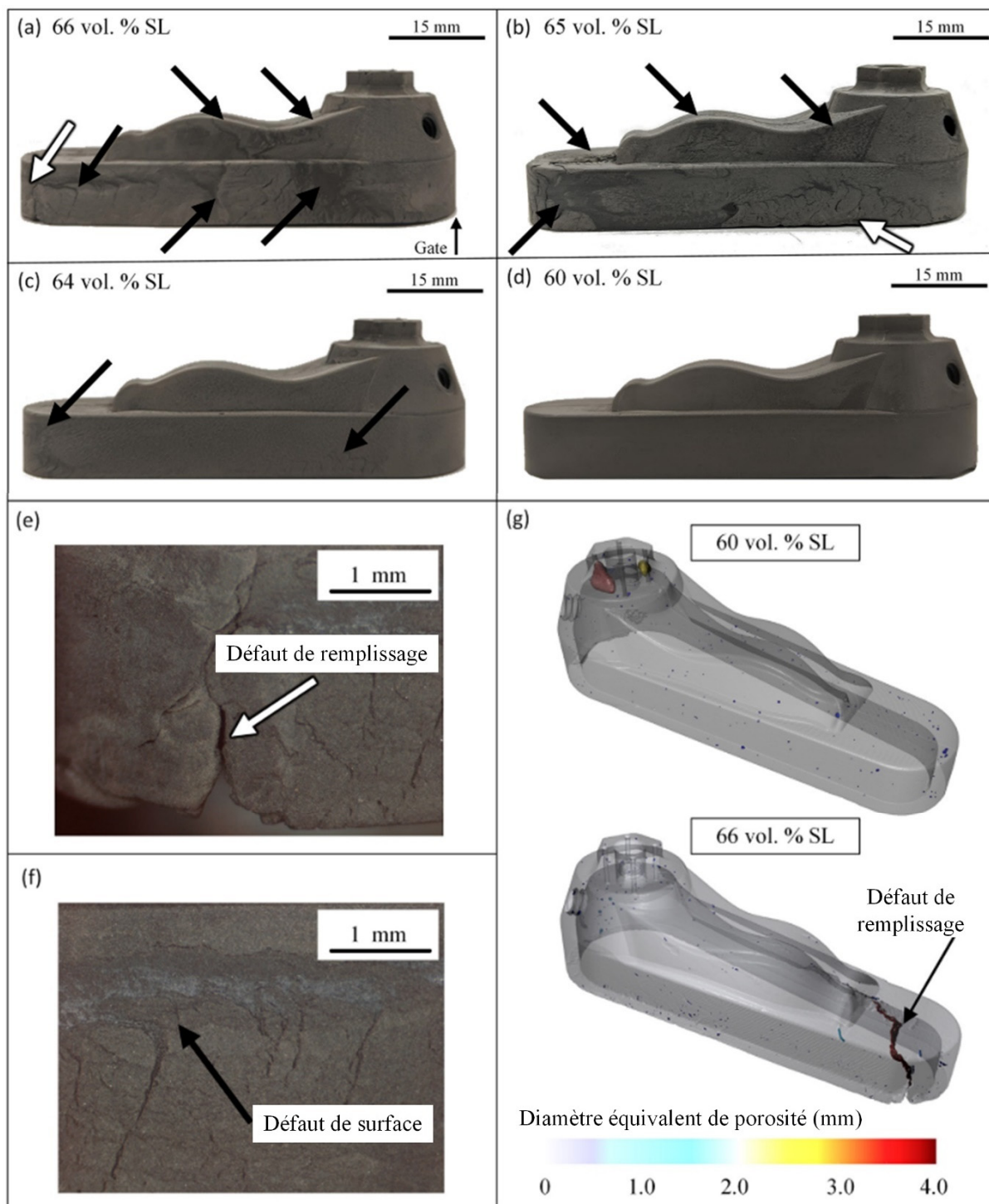


Figure 1.19 Défauts d'une pièce en fonction d'un mélange contenant (a) 66, (b) 65, (c) 64, (d) 60% du volume de poudre, (e) défaut de remplissage typique, (f) défaut de surface typique, et (g) analyse tomographique d'une pièce injectée à 60 et 66% de volume de poudre
Adaptée de Côté, Azzouni, & Demers (2021, p. 265)

Côté et al. (2021) ont étudié l'effet de trois modèles de viscosité différents (Cross-WLF, deuxième ordre et matriciel) sur la capacité à simuler la phase d'injection d'un mélange LPIM. Deux mélanges, l'un à base de poudre d'acier inoxydable (17-4PH) et l'autre à base de poudre de titane (Ti-6Al-4V), ont été préparés et caractérisés afin d'obtenir le point de fusion, la conductivité thermique, la chaleur spécifique, ainsi que la viscosité, comparée aux trois modèles à la Figure 1.20a-b. Sur cette figure, le modèle de deuxième ordre et le modèle matriciel représentent le mieux le comportement rhéofluidifiant des mélanges. Les propriétés ont ensuite été implantées dans le logiciel Autodesk Moldflow Synergy 2019 en tant que lois des matériaux. La pression d'injection dans la cavité d'un moule rectangulaire a été obtenue par simulation numérique puis validée expérimentalement, comme présenté à la Figure 1.21a-b. Les trois modèles ont été en mesure de simuler correctement le profil de pression pour le mélange à base de poudre d'acier inoxydable, avec une erreur relative $< 15\%$ par rapport à l'expérimental. Cependant, seulement les modèles de deuxième ordre et matriciel ont pu simuler de façon acceptable le profil de pression pour le mélange à base de poudre de titane, avec une erreur relative $< 22\%$.

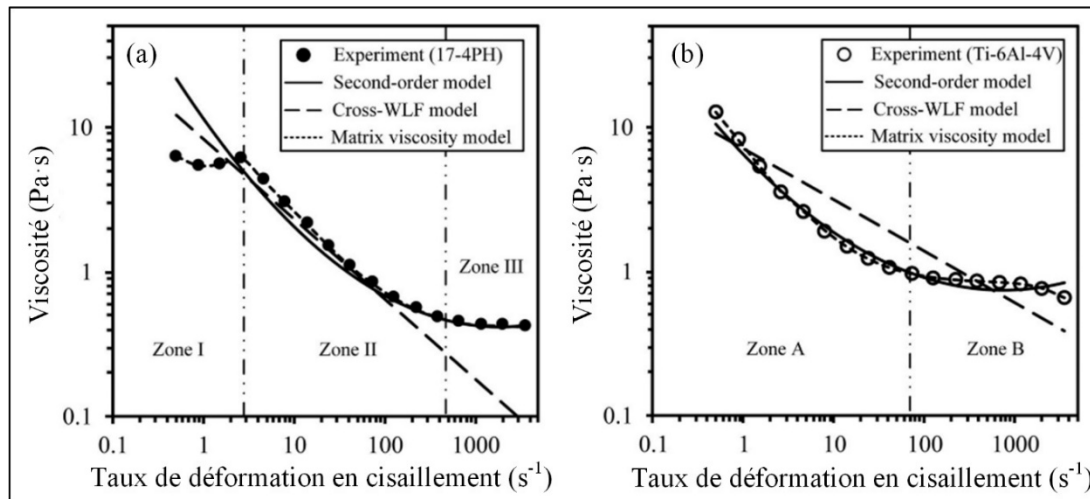


Figure 1.20 Profils de viscosité avec les modèles rhéologiques superposés pour le mélange à base de poudre a) 17-4PH et b) Ti-6Al-4V
Adaptée de Côté, Azzouni, Ghanmi, et al. (2021, p. 11)

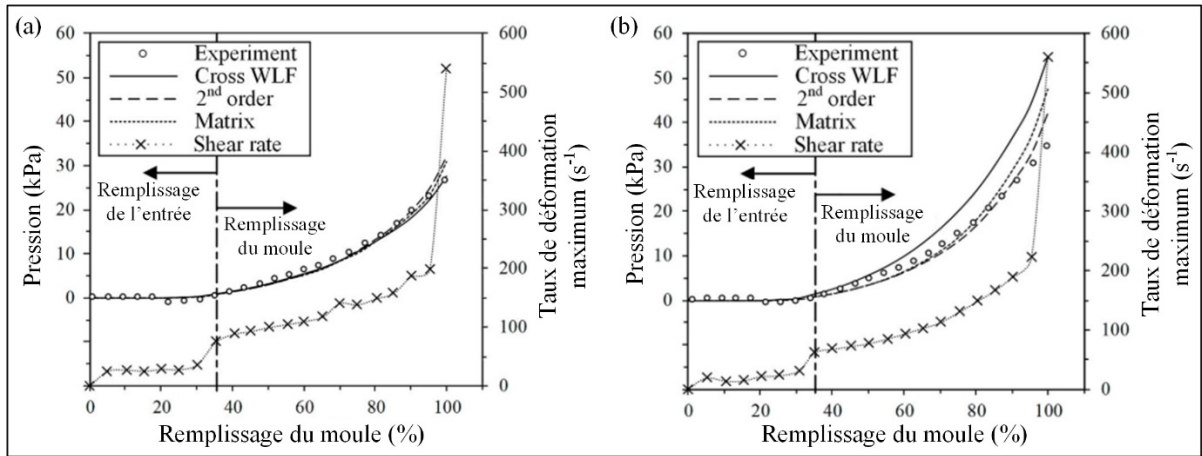


Figure 1.21 Comparaison des profils de pression expérimentaux et simulés en fonction du remplissage du moule pour le mélange à base de poudre (a) 17-4PH et (b) Ti-6Al-4V
Adaptée de Côté, Azzouni, Ghanmi, et al. (2021, p. 14)

CHAPITRE 2

PROBLÉMATIQUE ET OBJECTIFS

2.1 Problématique

La revue de littérature a montré que les paramètres d'injection, tel que la température du moule, la température du mélange et le débit d'injection ont un effet direct sur la qualité des pièces qui se traduit par l'apparition de défauts de surface (fissures et manque de remplissage) et de défauts internes (porosités et ligne de soudure) qui ont finalement un impact sur les propriétés mécaniques de celles-ci. Il apparaît donc évident que ces paramètres d'injection doivent être optimisés afin d'améliorer la qualité des pièces produites par un nouveau procédé tel que le LPIM. Cependant, la majorité des études portant sur les paramètres d'injection ont été réalisées, jusqu'à présent, en utilisant le procédé HPIM. En LPIM, puisque seulement trois équipes de recherche à travers le monde travaillent activement sur le sujet, il y a encore un manque de compréhension au niveau du comportement complexe du mélange à l'intérieur de la cavité du moule lors de l'injection. En ce sens et au meilleur des connaissances de l'auteur, aucune étude n'a évalué de façon expérimentale et par simulation numérique l'effet du débit d'injection sur la pression développée dans la cavité d'un moule lors de la phase d'injection du procédé LPIM.

2.2 Objectifs de recherche

Ce projet de recherche a donc comme principal objectif d'étudier l'influence du débit d'injection sur la pression interne du moule afin d'améliorer la compréhension du comportement d'un mélange LPIM lors de l'injection. Le premier sous-objectif est de développer une nouvelle presse à injection LPIM capable d'injecter un mélange poudre-liant à différents débits d'injection. Le deuxième sous-objectif est de valider les performances de cette nouvelle presse à injection. Le troisième sous-objectif est de développer un outil capable

de mesurer la pression in situ dans un moule LPIM. Finalement, le quatrième sous-objectif est d'étudier l'influence du débit d'injection sur la pression interne dans un moule LPIM.

CHAPITRE 3

MÉTHODOLOGIE

Pour atteindre les objectifs de ce projet, une nouvelle presse à injection LPIM a été développée dans le laboratoire MIM de l'ÉTS afin d'améliorer la qualité, la précision et la répétabilité des résultats. Ensuite, deux mélanges à basse viscosité ont été caractérisés expérimentalement afin d'implanter leurs propriétés physiques dans un modèle de simulation numérique. Les simulations de la pression dans la cavité d'un moule lors de l'injection ont été ensuite réalisées puis validées expérimentalement à l'aide de la nouvelle presse à injection du laboratoire MIM. Il a donc été possible d'étudier l'influence de la température du moule, la température du mélange et la vitesse d'injection sur la pression d'injection LPIM. Ce chapitre présente les étapes ayant servi au développement de la nouvelle presse LPIM, la caractérisation des mélanges, puis la méthodologie utilisée afin de réaliser la simulation numérique et la validation expérimentale.

3.1 Développement d'une nouvelle presse à injection

En 2016, un étudiant à la maîtrise du groupe MIM (Simon G. Lamarre) a développé un premier prototype d'une nouvelle presse à injection utilisée pour l'injection des poudres métalliques à basse pression illustrée à la Figure 3.1. Spécifiquement, cet équipement proposait une option de table glissante brevetée (Lamarre, Demers, & Chatelain, 2021) permettant d'utiliser des mélanges peu visqueux sans produire le phénomène de ségrégation dans le canal d'injection qui pourrait survenir dans les machines commerciales du même type. Le développement de cette presse a permis d'utiliser des mélanges à plus faible viscosité contenant très peu ou pas d'agent épaississant généralement utilisé en industrie afin de contourner le phénomène de ségrégation des mélanges poudre-liant. Les détails de la conception et de la validation de cette machine sont présentés dans son mémoire de maîtrise (G. Lamarre, 2016).

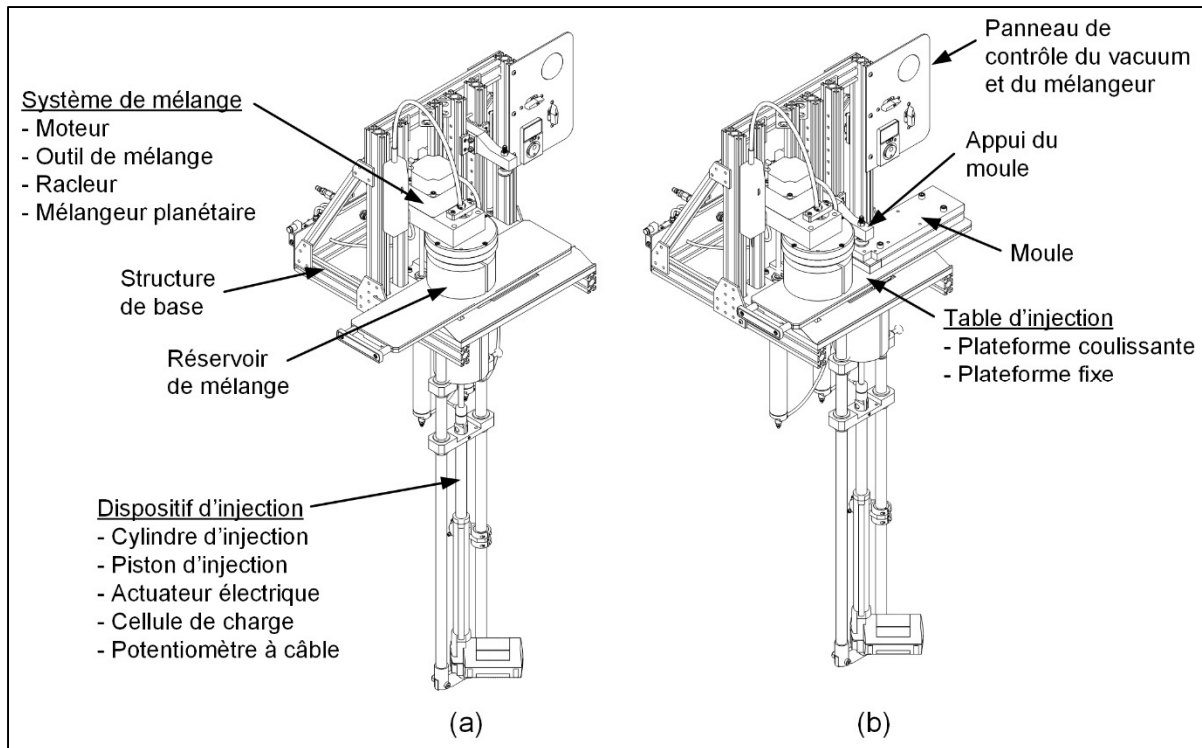


Figure 3.1 Vue isométrique de la presse à injection développée par Simon G. Lamarre et identification des composantes en (a) position de mélange et (b) position d'injection
Tirée de G. Lamarre (2016, p. 30)

Après quelques années d'utilisation par les étudiants du laboratoire de recherche MIM de l'ÉTS, plusieurs points d'amélioration ont été notés afin d'augmenter la qualité et la répétabilité des pièces produites, de prolonger la durée de vie de la machine et finalement d'ouvrir les opportunités de recherche pour ce procédé. La presse initialement conçue par S.G. Lamarre a été complètement redessinée et fabriquée dont seulement quelques composantes, comme le moteur, le mécanisme du mélangeur et la table mobile ont été récupérés du design initial. La Figure 3.2a montre la nouvelle presse dont les différents sous-systèmes sont identifiés et présentés en images à la Figure 3.2b-e. Le fonctionnement de la presse est décrit au CHAPITRE 4.

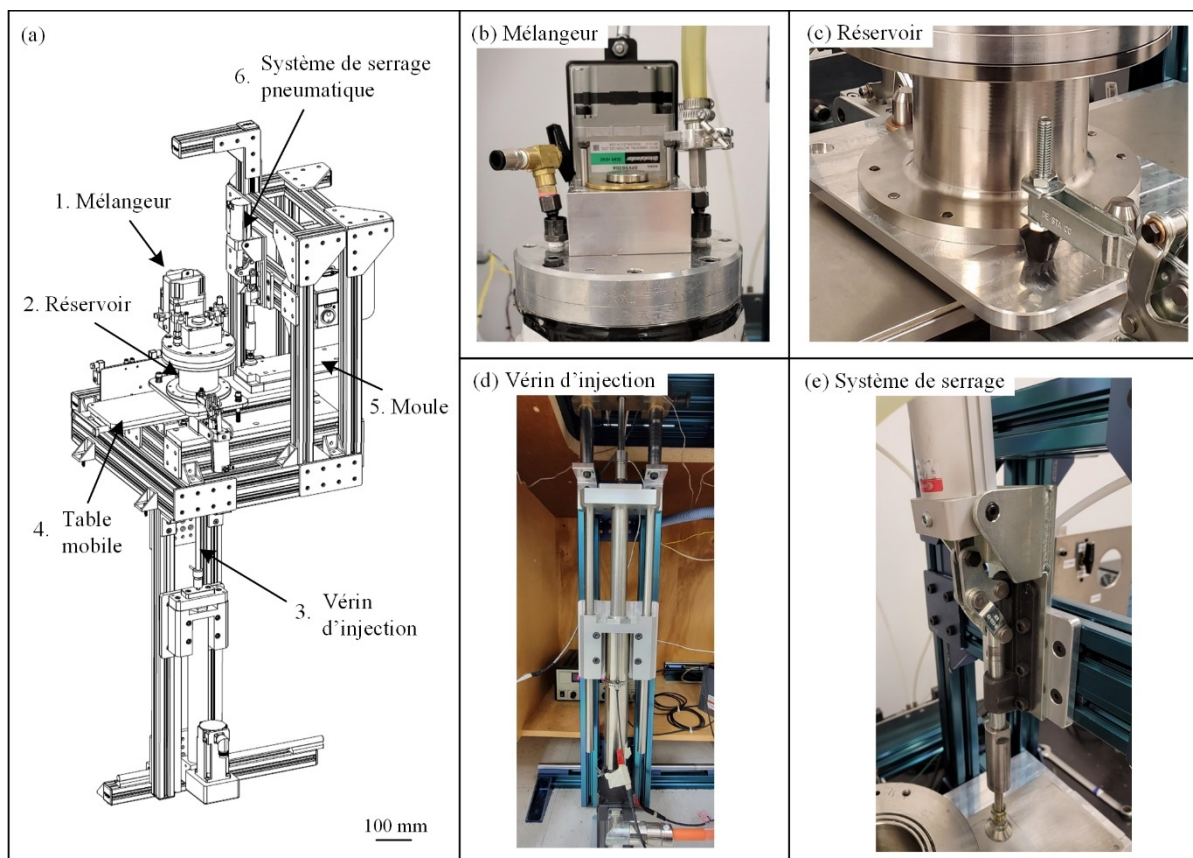


Figure 3.2 (a) Vue isométrique de la nouvelle presse en position de mélange et (b-e) images des différents sous-systèmes

Les cinq principaux problèmes soulevés entre 2016 et 2020 pendant l'utilisation de l'ancienne presse ainsi que les solutions proposées sont présentées dans les sous-sections suivantes.

3.1.1 Problème #1 : vitesse du vérin d'injection trop faible

La vitesse linéaire du vérin d'injection définit le temps d'injection, qui doit être d'environ de 0.5 seconde pour ce procédé. Le vérin de la première version de la presse (Figure 3.3a) atteignait une vitesse maximale de 5.8 mm/s, qui correspond à un temps d'injection d'environ 20 secondes. Cette vitesse était donc grandement insuffisante pour dupliquer adéquatement les conditions d'utilisation industrielle. Pour régler ce problème, un nouveau vérin (Tolomatic modèle ERD20, Figure 3.3b) a été installé, possédant une plage de vitesse de 0 à 150 mm/s, correspondant à un temps d'injection maximal d'environ 0.5 à 1 seconde selon le volume de

la pièce. De plus, ce nouveau vérin est plus gros que l'ancien et peut donc supporter de plus grandes charges, telle que la force générée par l'augmentation de la vitesse d'injection, mais aussi les très grandes forces à la fin du remplissage du moule.

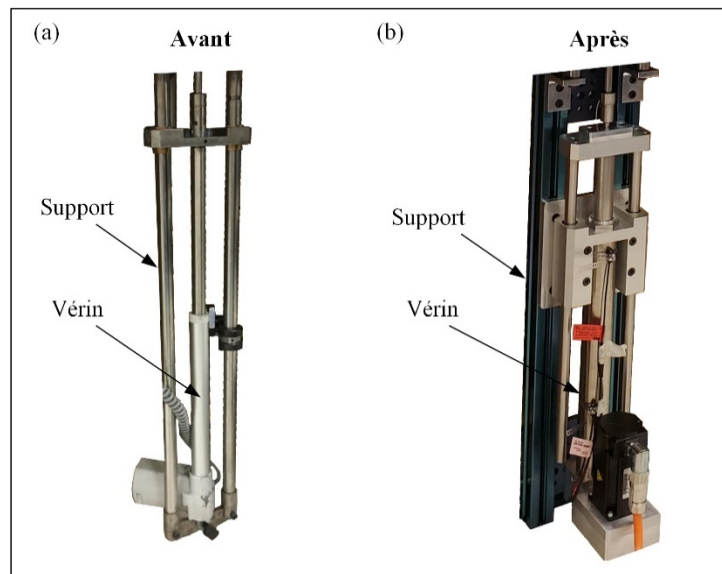


Figure 3.3 Vérin d'injection (a) avant et (b) après le développement de la nouvelle presse

3.1.2 Problème #2 : contrôle peu précis de la position du vérin d'injection

Le contrôle en position du vérin d'injection est important afin d'avoir un volume exact de mélange dans le moule. Un volume trop faible génère une pièce incomplète alors qu'un volume trop élevé peut entraîner une pression excessivement élevée dans le système pouvant le déformer ou atteindre la rupture de certaines pièces. Pour la presse initiale, la position du vérin d'injection était contrôlée par un potentiomètre qui envoyait un signal au logiciel Labview lorsque la position était atteinte et qui envoyait ensuite un signal au vérin lui indiquant d'arrêter sa course. En plus de présenter une précision intrinsèquement faible (± 0.8 mm), ce type de potentiomètre engendrait un délai d'environ 200 ms au niveau de la boucle de réponse dans le logiciel Labview. L'erreur totale pouvait atteindre jusqu'à 2% du volume injecté selon le type de pièce. L'acquisition d'un nouveau vérin présenté à la Figure 3.3b intégrant un encodeur pour connaître la position du moteur en fonction du temps a permis de contrôler la position du

vérin par le logiciel Labview, sans avoir recours à un second système de positionnement externe. De plus, le mécanisme de vis à billes de ce vérin lui confère une plus grande précision mécanique de ± 0.05 mm et ainsi réduire l'erreur sur le volume injecté à 0.1%.

3.1.3 Problème #3 : manque d'étanchéité du réservoir lors du brassage sous vide

L'étanchéité du système est importante lors du brassage sous vide dans le réservoir afin d'éliminer toutes les bulles d'air pouvant être présentes dans le mélange. Les bulles d'air dans le mélange liquide ne sont pas désirables puisqu'elles seront entraînées du réservoir jusque dans le moule pendant l'injection puis formeront des porosités internes dans les pièces moulées après la solidification. Notons que la taille submillimétrique de ces bulles d'air est trop importante pour disparaître lors de la phase de frittage des pièces où ces dernières peuvent réduire significativement les propriétés mécaniques finales des pièces. Le système de l'ancienne presse comportait plusieurs zones potentielles d'entrée d'air principalement au niveau du mélangeur et du réservoir (Figure 3.4a). La conception de ces systèmes a été revue en utilisant les recommandations du fabricant de joint d'étanchéité Parker (Parker, 2018), en priorisant l'utilisation de joints de face boulonnés et des joints dynamiques pour les pièces en rotation ou en translation, et en s'assurant de la planéité entre les surfaces de contact mobiles, tel que l'interface entre le réservoir et la table (Figure 3.4b). Deux joints dynamiques avec lèvre (Figure 3.5a) assurent l'étanchéité au niveau de l'arbre rotatif. Une charge radiale intégrée au joint permet un contact constant avec l'arbre. Les joints dynamiques avec profil en X (Figure 3.5b) nécessitent un taux de compression moins élevé que les joints standards avec profil en O pour assurer l'étanchéité, ce qui permet une certaine liberté de mouvement.

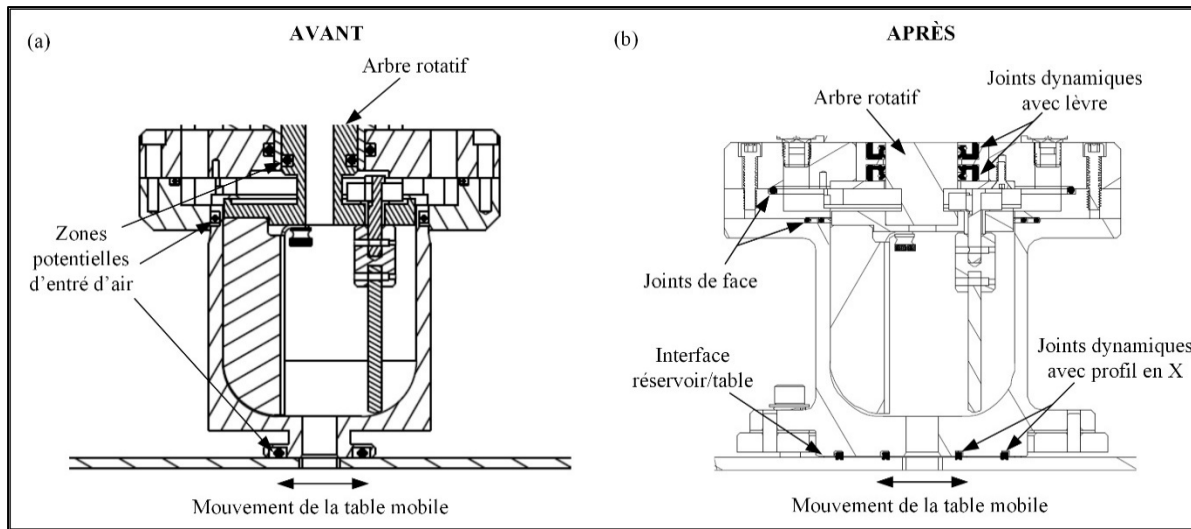


Figure 3.4 Vue de coupe du réservoir et du mélangeur de la presse (a) avant et (b) après le développement de la nouvelle presse

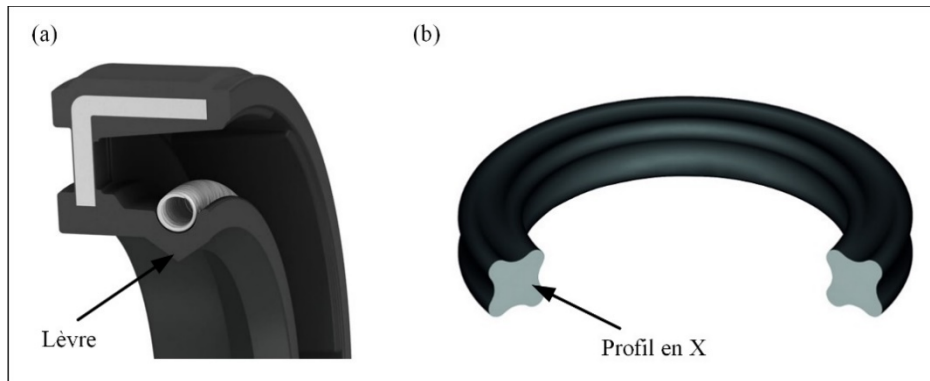


Figure 3.5 Vues de coupe des joints dynamiques (a) pour arbre rotatif et (b) avec profil en x

Tirée de AHPSeals (2022) et Gteek (2022)

3.1.4 Problème #4 : usure prématurée à l'interface entre le réservoir et la table

Une usure prématurée avait été détectée sur le dessus de la table mobile causée par le frottement entre celle-ci et le réservoir. Le frottement causé par un jeu dans le système de glissement en porte à faux et amplifié par le vérin pneumatique qui tire le système contre la table permettait au réservoir de se déplacer angulairement par rapport à celle-ci, tel que présenté de manière exagérée à la Figure 3.6a. La solution à ce problème a été de concevoir un système de

positionnement relatif du réservoir par rapport à la table fixe grâce à des tiges guides (Figure 3.6b). À l'étape du mélange, des serres à action pneumatique maintiennent le réservoir contre la table pour comprimer les joints d'étanchéité entre ces deux composantes. La force résultante appliquée par les serres se situe au centre du réservoir, ce qui assure aussi le parallélisme entre la face inférieure du réservoir et la table.

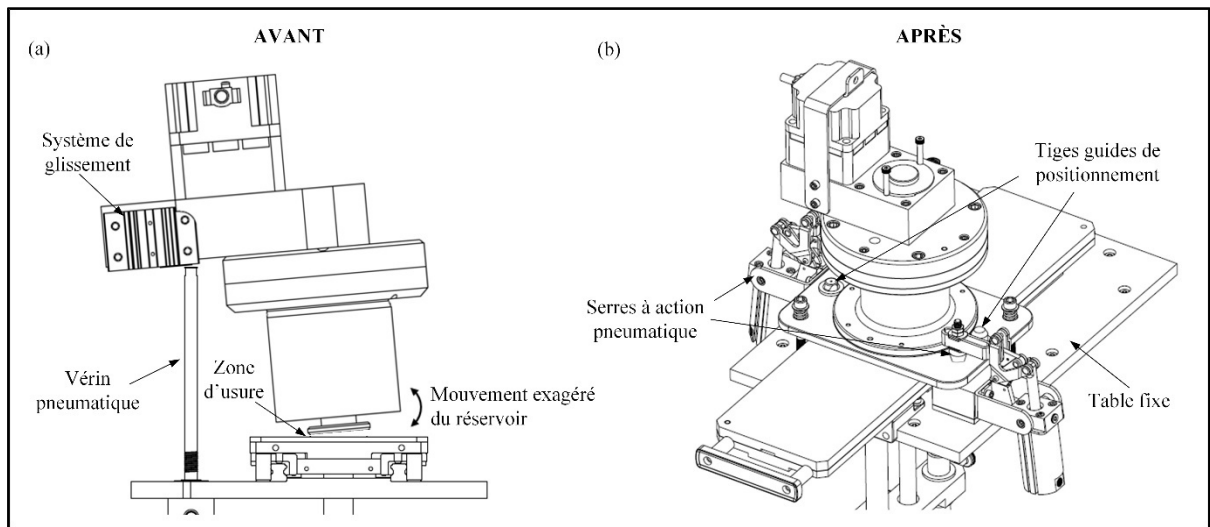


Figure 3.6 (a) Schéma montrant le mouvement exagéré du réservoir de l'ancienne presse et (b) vue isométrique de la nouvelle presse

3.1.5 Problème #5 : appui du moule peu efficace

Une force d'appui sur le moule est nécessaire lors de l'injection du mélange pour assurer le maintien du moule et éviter les fuites à l'interface du moule et de la table. Le système d'appui de l'ancienne presse était composé d'un vérin pneumatique positionné derrière la table qui tirait vers le bas une pièce en aluminium munie d'un patin servant d'appui, positionné au-dessus du canal d'injection (Figure 3.7a). Ce type de système est peu efficace, premièrement parce que l'air contenu dans un vérin pneumatique est compressible, ce qui permet un mouvement en cas de charge élevée sur le moule. Deuxièmement, la position du vérin est problématique, car elle est décalée du point d'appui où la force opposée générée par l'injection crée un moment de flexion et risque d'endommager le vérin. Les forces d'injection étant souvent plus grandes que la force d'appui résultante, un détachement du moule de la table

d'injection a souvent été noté avec le système initialement conçu. Pour améliorer ce système d'appui, la structure de la presse a été repensée pour permettre d'installer une serre directement au-dessus du canal d'injection afin d'éliminer le moment de flexion du précédent système (montré en rouge sur la Figure 3.7b). De plus, le serrage de la nouvelle serre se fait mécaniquement par action pneumatique, ce qui veut dire qu'elle est activée par une pression d'air et que la force appliquée est maintenue par son mécanisme à quatre membrures. Ce système permet d'appliquer une force de maintien constante 16 fois plus grande que le système précédent.

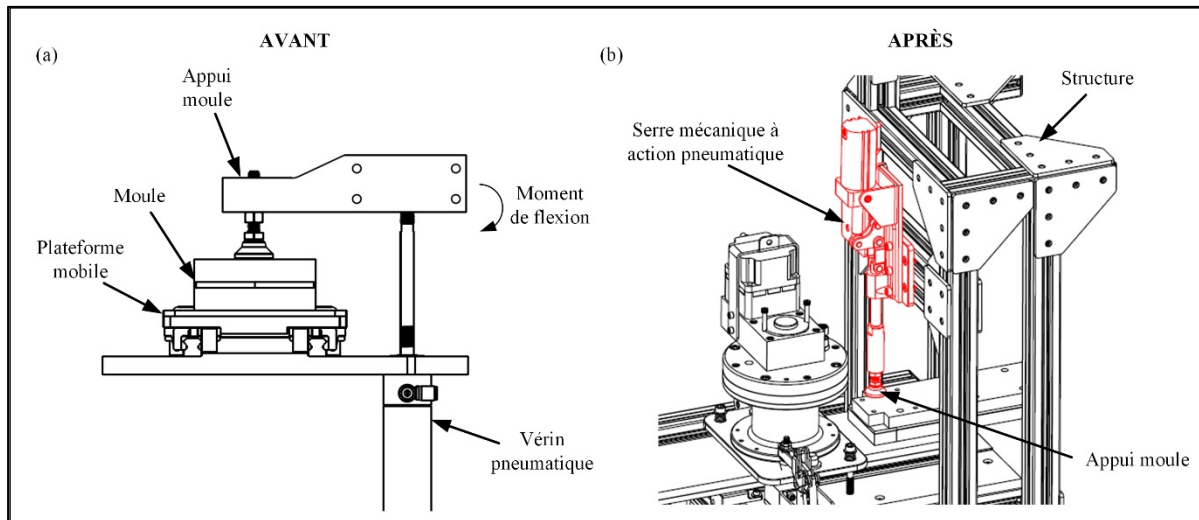


Figure 3.7 Système d'appui du moule de la presse (a) avant et (b) après le développement de la nouvelle presse

3.2 Préparation du mélange

Deux mélanges différents ont été préparés (F60 et F65) avec une fraction volumique de poudre de 60 et 65 vol. %, en changeant la proportion de cire de paraffine pour équilibrer le liant. Ces mélanges relativement différents ont été choisis dans le but de comprendre l'effet de la fraction volumique de poudre sur le comportement du mélange. Le F60 a une concentration typiquement faible, alors que le F65 possède une proportion de poudre légèrement en dessous de la fraction critique pour ce mélange et ressemble davantage à la proportion de poudre des mélanges utilisés en industrie.

3.2.1 Caractérisation de la poudre

Les mélanges ont été préparés avec une poudre d'acier inoxydable 17-4PH atomisé à l'eau (Epson Atmix Corporation, Japon). Le choix de la poudre est basé sur des travaux de recherche antérieurs effectués à l'ÉTS (Ben Trad, Demers, & Dufresne, 2019). L'observation de cette poudre a été faite au microscope électronique à balayage Hitachi S-3600N (Figure 3.8a) en utilisant le mode de détection des électrons secondaires. La Figure 3.8b montre la forme quasi sphérique des particules, qui permet un bon écoulement du mélange grâce à la faible friction entre chaque particule.

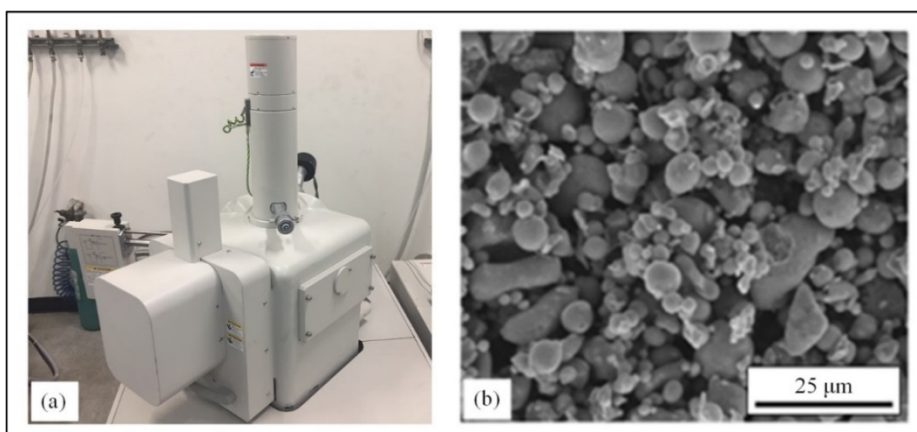


Figure 3.8 (a) Microscope électronique à balayage Hitachi S-3600N
Tirée de SEMservice (2022)
et (b) morphologie de la poudre 17-4PH

La distribution de la taille des particules a été analysée par diffraction laser avec l'outil LS 13320 XR de Beckman Coulter (Figure 3.9a). Grâce à la courbe de distribution et la courbe cumulative (Figure 3.9b) obtenues, il est possible de déterminer les indices D_{10} , D_{50} , et D_{90} qui sont de 3, 11 et 28 μm respectivement.

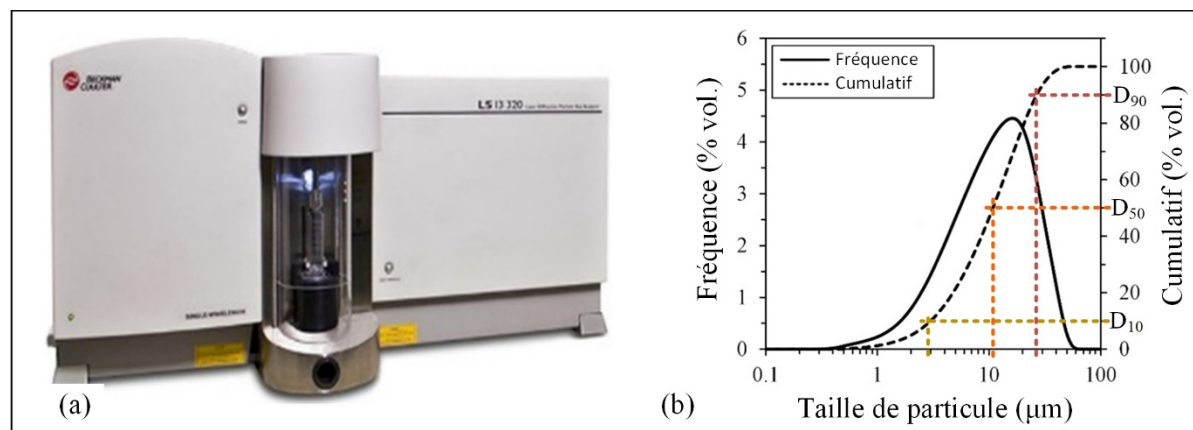


Figure 3.9 (a) Appareil de diffraction laser LS 13320 XR
Tirée de News-medical (2022)
et (b) courbe de distribution de la taille des particules

3.2.2 Composition du liant

Les principaux constituants du liant sont la cire de paraffine (PW) et la cire de carnauba (CW), choisis pour leur état solide à température ambiante et leur faible viscosité à une température plus élevée. Ensuite, l'acide stéarique (SA) est utilisé comme agent surfactant facilitant le lien chimique entre les particules de poudre et les polymères. Finalement, l'éthylène acétate de vinyle (EVA) agit comme agent épaississant pour contrôler la viscosité du mélange qui permet de prévenir la ségrégation des phases solide et liquide. La proportion des constituants des deux mélanges est présentée dans le Tableau 3.1. Le choix des liants et de leur proportion est basé sur des travaux de recherche antérieurs effectués à l'ÉTS (Fareh, Demers, Demarquette, Turenne, & Scalzo, 2016).

Tableau 3.1 Fraction volumique (vol. %) de poudre et de polymères utilisés comme constituants des mélanges

Mélange	Poudre	Cire de paraffine	Cire de carnauba	Acid stéarique	Éthylène acétate de vinyle
F60	60	30	7	2	1
F65	65	25	7	2	1

3.3 Validation des paramètres de la presse

La validation des paramètres d'injection tels que la température du mélange, la température du moule, le débit d'injection et la pression d'injection a été effectuée afin de quantifier la précision de l'équipement et la répétabilité des mesures. Cette validation est présentée aux sections suivantes.

3.3.1 Validation de la température du mélange

Le chauffage du mélange se fait par conduction grâce à une bande chauffante et un fil chauffant électrique placés à l'extérieur de la paroi du mélangeur qui chauffe la paroi métallique du réservoir puis le mélange. La bande chauffante est montrée en surligné orange sur la Figure 3.10a. En mode normal, le temps d'allumage de ces éléments chauffants est ajusté selon la rétroaction d'une température mesurée par un thermocouple placé sur la surface du réservoir. Le thermocouple n'étant pas en contact direct avec le mélange, les possibles problèmes de contamination ou fuite sont directement évités avec ce choix. Par contre, cette configuration ne permet pas de mesurer la température réelle du mélange pendant une injection. Il est donc nécessaire de faire des essais préliminaires de validation des températures afin de déterminer l'évolution de la température du mélange en fonction de la température du réservoir mesurée. Pour faire cet essai, un thermocouple a été inséré dans le bas du réservoir à travers un piston ayant été modifié pour cette fin. Ce piston est muni d'un trou en son centre et ne pourra pas être utilisé en mode normal d'opération de la presse.

L'essai débute par stabiliser le réservoir et le mélange à une température de 70°C puis de maintenir cette température constante pendant 30 minutes (courbe bleue sur la Figure 3.10b). Par la suite, la consigne de la température est augmentée de 10°C et puis maintenue pendant 30 minutes, et ainsi de suite jusqu'à une température de 110°C. La température réelle du mélange en fonction du temps est enregistrée afin de déterminer son temps de réponse et son écart avec la température du réservoir, comme illustré par les autres courbes de la Figure 3.10b. Les résultats montrent que la température mesurée atteint 99% de sa valeur finalement après un temps de mélange de 8 à 9 minutes, indiqué par la flèche noire sur la Figure 3.10b. D'une

part, ce test permet de déterminer le temps de mélange minimum avant d'effectuer une injection à température constante. D'autre part, cet essai a aussi montré qu'un écart entre la température du mélange et la température de consigne (c.-à-d., valeur du thermocouple sur le réservoir après 8-9 min) existe toujours. La Figure 3.10c montre un écart d'environ 4 °C entre la température du mélange en régime permanent (après 10 minutes) et la consigne de température du réservoir. Il est ainsi possible de déterminer une équation de tendance qui semble fortement linéaire. Cette équation a été ajoutée au programme de contrôle de la presse afin d'ajuster automatiquement la température du réservoir en fonction de la vraie température du mélange voulue. Suite à cette modification du programme, la température du mélange a été validée considérant un écart maximal de ± 0.5 °C en régime permanent pour les consignes de température de 70 à 110 °C.

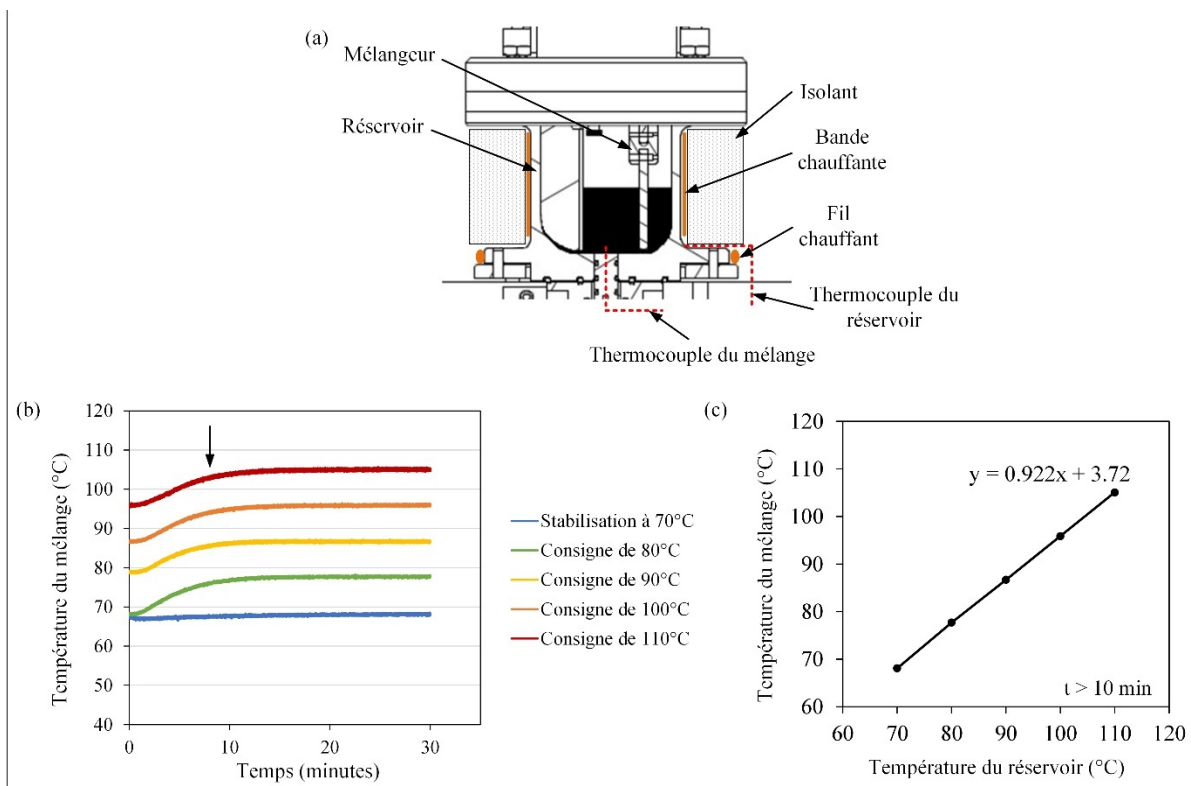


Figure 3.10 (a) Vue de coupe du réservoir montrant la position des thermocouples, (b) température du mélange en fonction du temps pour différentes températures du réservoir et (c) température du mélange mesurée en fonction de la température du réservoir ($t > 10$ min)

3.3.2 Validation du débit d'injection

Le débit d'injection est directement lié à la vitesse du vérin d'injection. Pour entamer un mouvement du vérin, une commande en position selon une vitesse constante est envoyée au contrôleur. Pour valider la vitesse de celui-ci, une caméra haute vitesse (Chronos 2.1, Figure 3.11a) a été utilisée pour filmer à 1000 images par seconde la course du vérin se déplaçant à une vitesse de 100 mm/s. La Figure 3.11b, correspondant à la position du vérin avant son déplacement, et la Figure 3.11c, correspondant à la position du vérin après 0.6 seconde de déplacement, montrent des exemples des images utilisées pour mesurer la vitesse réelle du vérin. L'analyse de ces images a permis d'obtenir une courbe de la vitesse en fonction de la position et de la comparer avec la vitesse enregistrée par le contrôleur (Figure 3.11d). L'écart maximal de la vitesse obtenue par l'analyse d'images, en excluant les phases d'accélération et de décélération, est de 1.52% par rapport à la vitesse nominale de 100 mm/s. Cet écart est négligeable considérant l'effet qu'il peut avoir sur le comportement du mélange dans le moule. De plus, une partie de cet écart peut être liée à la prise de mesure lors de l'analyse des images. Comme les deux courbes sont très similaires, il est possible d'utiliser les valeurs enregistrées par le contrôleur pour la suite.

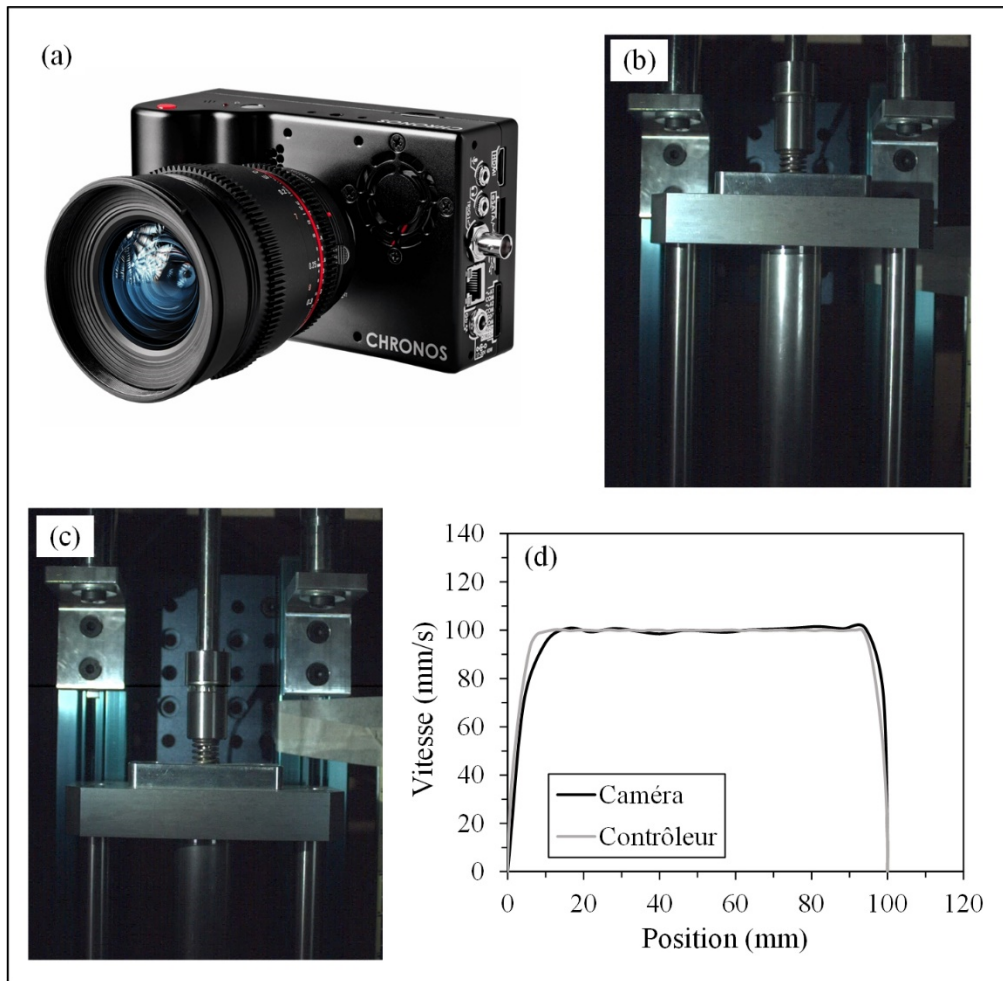


Figure 3.11 (a) Caméra Chronos 2.1, (b) image de la position du vérin avant le déplacement, (c) image du vérin après 0.6 seconde de déplacement et (d) courbes de la vitesse en fonction de la position obtenue par l'analyse d'image et par le contrôleur.

Tirée de KronTechnologies (2022)

3.3.3 Validation de la pression dans le moule

Validation de la précision du capteur

Le capteur de pression piézorésistif Keller 25Y (Figure 3.12a) de 500 kPa a été validé à l'aide d'un manomètre numérique Omega couplé à un adaptateur tel qu'illustré à la Figure 3.12b. Bien que le capteur de pression Keller soit accompagné d'un certificat d'étalonnage, cette

validation a permis de confirmer la lecture du logiciel. Une pompe manuelle permet d'appliquer une pression pneumatique à l'instrument calibré (manomètre Omega) et le capteur Keller.

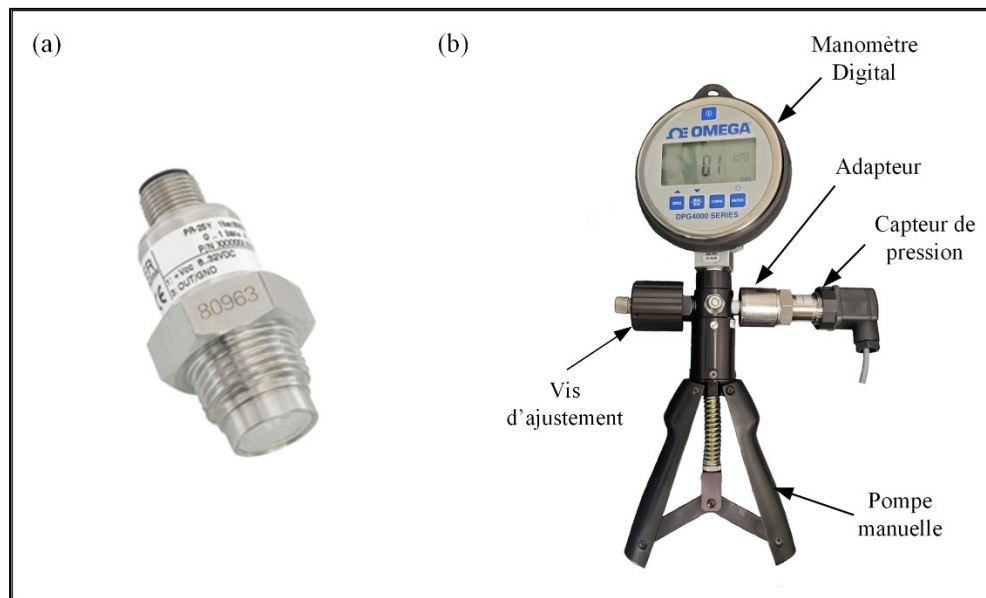


Figure 3.12 (a) Capteur de pression Keller série 25Y et
(b) montage pour la calibration du capteur de pression Keller
Tirée de Famaengineering (2022)

La pression a été appliquée et maintenue pendant environ 30 secondes pour chaque niveau de pression testé. Au total, 8 niveaux de pression ont été utilisés pour couvrir toute la plage du capteur (de 0 à 500 kPa). La Figure 3.13 montre la lecture de la pression du capteur à partir du logiciel par rapport à la pression théorique appliquée au manomètre numérique. L'acquisition de données pour le capteur a été réalisée via Labview, compilée dans Matlab et enregistrée dans un fichier texte.

Certains pics peuvent être observés sur la courbe de pression du capteur au début de chaque étape. Ceux-ci sont dus à la difficulté d'appliquer une pression exacte avec la pompe manuelle. L'outil est muni d'une vis d'ajustement permettant d'atteindre une pression de façon plus précise suite au pompage. En ignorant ces pics, l'erreur de précision des résultats est inférieure

à 0.5 kPa pour chaque étape, par rapport à la valeur de l'outil. La variation maximale de la valeur de pression du capteur pendant 30 secondes est de 0.2 kPa. Ces résultats sont satisfaisants considérant que la valeur de pression attendue pendant l'injection se situe au-dessus de 100 kPa et que les variations de pression pendant l'injection d'une pièce complexe sont de plusieurs dizaines de kPa.

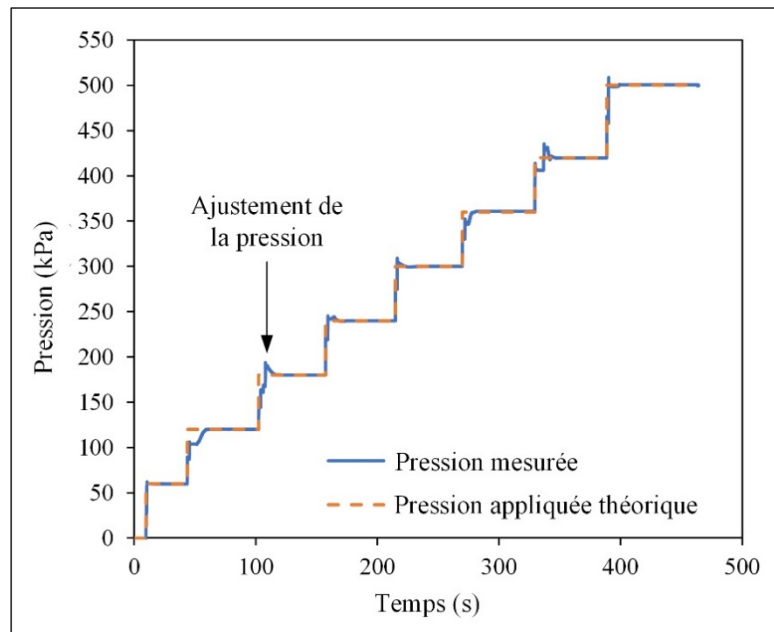


Figure 3.13 Comparaison de la pression mesurée avec la pression appliquée théorique en fonction du temps

Validation de la répétabilité du capteur

Plusieurs facteurs peuvent faire varier la pression dans la cavité du moule, comme la température du mélange, la température du moule, le débit d'injection, la forme de la cavité du moule et la composition du mélange. Avant de faire varier certains de ces paramètres pour observer leur effet sur la pression dans le moule, il est nécessaire de quantifier la variation de la pression selon plusieurs injections effectuées dans des conditions stables et constantes.

En ce sens, cinq injections ont été faites dans le moule rectangulaire illustré à la Figure 4.3h munie du capteur de pression Keller en utilisant des paramètres d'injection constants

(température du mélange de 90°C, température du moule de 40°C, débit d'injection de 15 cm³/s et ce pour le même mélange F60 décrit au Tableau 3.1). Les mesures obtenues pour chaque injection sont présentées à la Figure 3.14a. Les profils de pression de cette figure sont divisés en deux zones : la zone de remplissage du canal d'entrée correspondant au cylindre vertical et à la plus grande section rectangulaire dans le même plan que la cavité rectangulaire principale (visible sur la Figure 3.14b), et la zone de remplissage du moule correspondant à la cavité rectangulaire principale. La pression enregistrée dans la zone de remplissage du canal d'entrée reste à zéro, car le mélange n'est pas en contact avec le capteur situé en haut de ce canal. Au fur et à mesure que la section du moule se réduit, le mélange confiné dans la zone de remplissage du canal d'entrée entre en contact avec le capteur de pression pour enregistrer une augmentation continue de la pression pendant l'étape de remplissage. La répétabilité de ces injections est satisfaisante considérant un écart-type moyen de 1.1 kPa avec un maximum de 3.0 kPa.

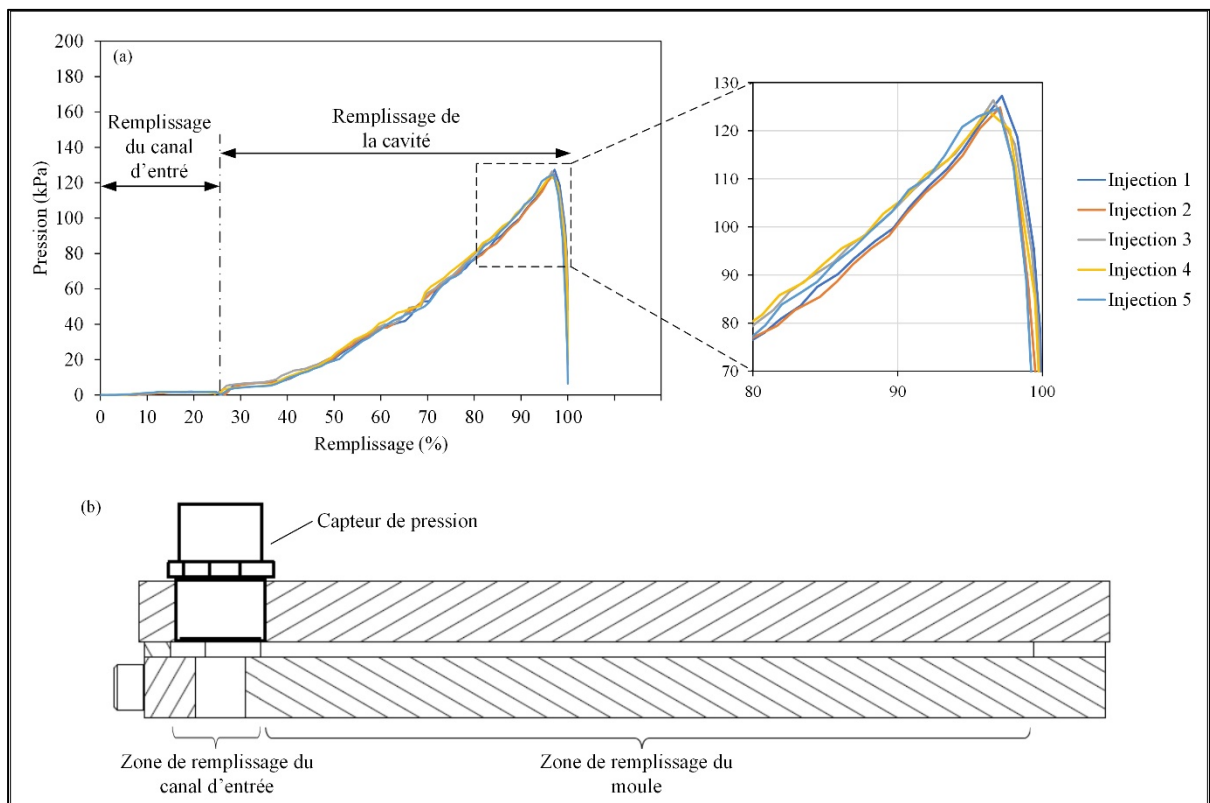


Figure 3.14 (a) Mesures de pression des cinq injections de l'essai de répétabilité et (b) vue de coupe du moule rectangulaire.

Maintenant que les paramètres d'injection tels que la température du mélange, la température du moule, le débit d'injection et la pression d'injection ont été validés, la presse peut être utilisée pour mesurer l'influence de ces paramètres sur la pression dans un moule.

3.4 Caractérisation des mélanges

La caractérisation des mélanges et de ses constituants permet d'obtenir les valeurs spécifiques aux propriétés permettant de développer le modèle numérique. Ces propriétés sont définies par la masse volumique, la température de fusion, la température de transition, la chaleur spécifique, la capacité thermique ainsi que la viscosité. Les méthodes utilisées sont présentées dans les sous-sections suivantes.

3.4.1 Masse volumique et propriétés thermiques

La masse volumique de la poudre, de chaque constituant du liant et des mélanges a été mesurée à l'aide d'un pycnomètre à gaz (hélium) AccuPyc II 1340 (Figure 3.15a) selon la méthode standard décrite dans ASTM B923-16 (ASTM, 2016). Ce pycnomètre possède deux chambres de volume connu, tel qu'illustré à la Figure 3.15b, et utilise la méthode du déplacement de gaz pour mesurer le volume de l'échantillon avec précision. Tout d'abord, le mélange est placé dans la première chambre de l'instrument, puis la valve d'entrée est ouverte pour envoyer l'hélium dans cette chambre. Le gaz est ensuite envoyé vers la chambre interne par l'ouverture de la valve d'expansion. Les pressions mesurées par le manomètre lors du remplissage de la chambre contenant l'échantillon et lors de la décharge dans la chambre d'expansion permettent de calculer le volume de l'échantillon en accord avec la loi des gaz parfaits donnée par l'Équation 3.1 :

$$V_{Éch} = V_{Ch.Éch} - V_{Ch.Éxp} \cdot \left(\frac{P_2}{P_1 - P_2} \right) \quad (3.1)$$

La chaleur spécifique des mélanges (C_p) a été obtenue en respectant la norme ASTM-E1269 (ASTM, 2011). Finalement, la conductivité thermique des mélanges (k) a été mesurée avec l'outil C-Therm Trident (Figure 3.16b) selon la norme ASTM-D5930 (ASTM, 2017). Les données relatives à la masse volumique et aux propriétés thermiques sont présentées au CHAPITRE 4.

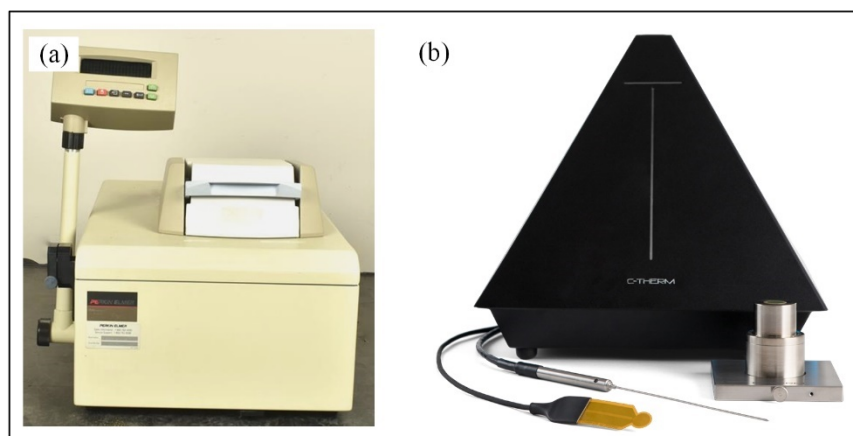


Figure 3.16 (a) Outil de calorimétrie différentielle à balayage Perkin Elmer Pyris 1 DSC, (b) Machine C-Therm Trident
Tirée de Artisantg (2022) et Ctherm (2022)

3.4.2 Viscosité

La caractérisation rhéologique a été faite à l'aide d'un rhéomètre rotationnel Anton Paar MCR 302 (Figure 3.17a). Le système de mesure installé sur la machine était un C-PTD 200 (Figure 3.17b) formé d'un cylindre concentrique CC-17 et d'un contenant, les deux reliés à un régulateur thermique Peltier. Le mouvement de rotation du bob applique un taux de déformation en cisaillement au mélange liquide contenu dans le cylindre et permet d'obtenir les profils de viscosité montrant généralement le comportement rhéofluidifiant des mélanges PIM (Figure 3.17c). Ces profils de viscosité ont été obtenus à des taux de cisaillement compris entre 0.5 et 3500 s^{-1} pour trois températures différentes (80 , 90 et 100°C).

Pour la simulation numérique, le comportement rhéofluidifiant des mélanges ainsi que l'influence de la température sur la viscosité sont décrits dans Moldflow par le modèle de

viscosité de deuxième ordre montré à l'Équation 3.2 et superposé aux profils de viscosité pour chaque condition de test. Matlab a été utilisé pour combiner les données des profils de viscosité obtenus expérimentalement, formant une surface 3D dont les paramètres sont la viscosité, le taux de déformation et la température du mélange. Les coefficients de l'équation, pour les deux mélanges, ainsi que les profils de viscosité sont présentés au CHAPITRE 4.

$$\ln \eta = A + B \ln \dot{\gamma} + CT_c + D(\ln \dot{\gamma})^2 + E \ln \dot{\gamma} + FT_c^2 \quad (3.2)$$

où η est la viscosité du mélange à l'état liquide, $\dot{\gamma}$ est le taux de déformation en cisaillement, T_c est la température relative correspondante en Celsius, et A , B , C , D , E et F sont les coefficients du modèle de deuxième ordre obtenus à partir des données.

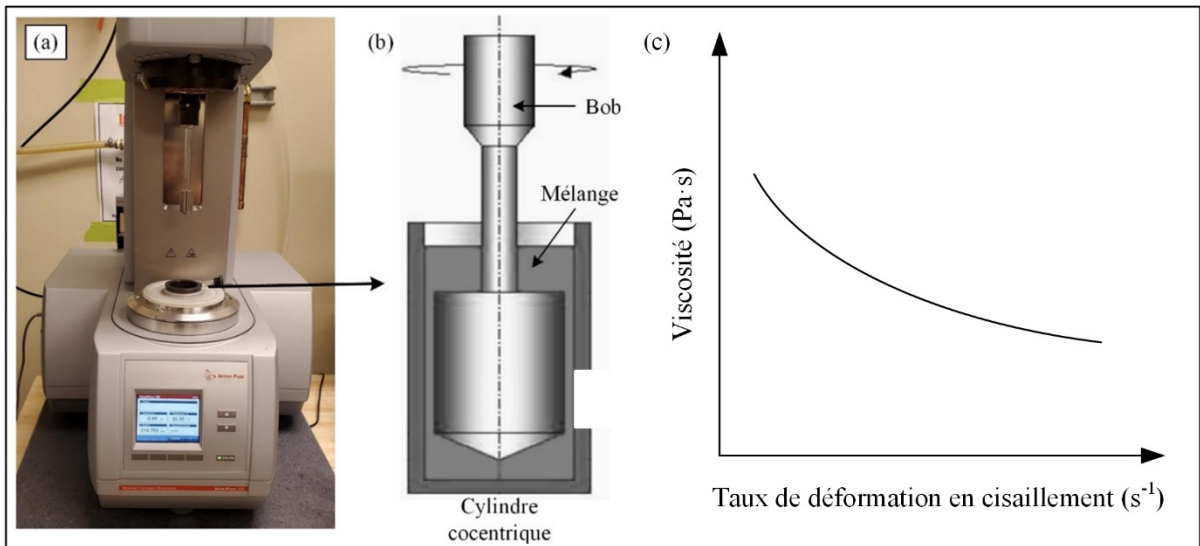


Figure 3.17 (a) Rhéomètre rotationnel Anton Paar MCR 302
Tirée de Azzouni (2020, p. 39),
(b) système de mesure C-PTD 200
Tirée de Azzouni (2020, p. 39)
et (c) profils de viscosité pour les mélanges F60 et F65

3.5 Simulation numérique et procédure expérimentale

Les simulations numériques pour ce projet ont été réalisées par un stagiaire postdoctoral (Dorian Delbergue) puisqu'un travail important, dépassant le cadre de ma maîtrise, devait être fait dans le logiciel. En effet, il s'est avéré que les conditions de transfert thermique du logiciel ne représentaient pas bien celles du procédé LPIM particulièrement à différente vitesse d'injection où une investigation de ce problème a donc été réalisée en parallèle du présent projet. Le logiciel Moldflow Insight 2019 (Autodesk Inc.) a été utilisé considérant que plusieurs recherches ont démontré qu'il est bien adapté pour la prédiction de l'injection des mélanges poudre-liant lors d'injection à vitesse constante (M. Azzouni, Demers, & Dufresne, 2021; Ben Trad et al., 2020; Ghanmi & Demers, 2021; Liu, Li, Huang, Wei, & Zeng, 2008; Sardarian, Mirzaee, & Habibolahzadeh, 2017b). La démarche suivie pour réussir la simulation du procédé LPIM en utilisant ce logiciel est résumé à la Figure 3.18. La première étape consiste à mettre en place les paramètres d'entrées qui définissent le mieux la procédure expérimentale en termes des propriétés du mélange et les conditions initiales du procédé. Ensuite le solveur résout l'ensemble des équations de conservation qui décrivent le mouvement de fluide tout au long de l'injection. La dernière étape est la visualisation et la validation des résultats obtenus en les comparant avec les résultats expérimentaux.

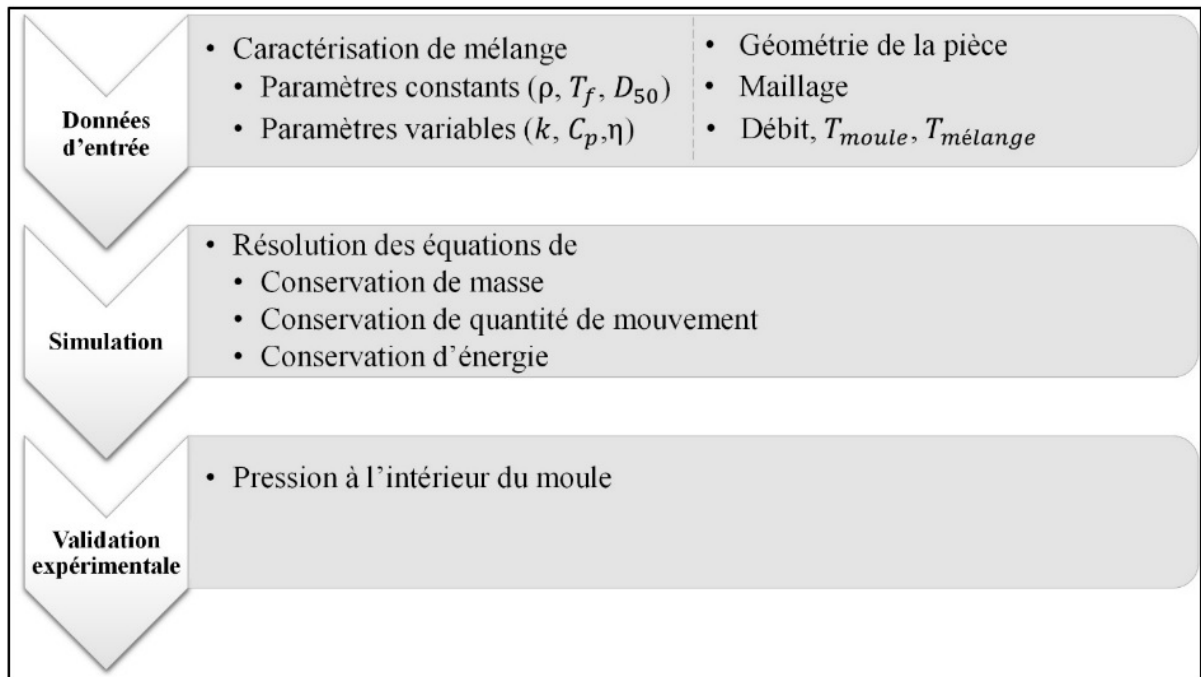


Figure 3.18 Organigramme de la simulation numérique et validation expérimentale

3.5.1 Les données d'entrée

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

L'importation de la géométrie de la pièce en 3D, la génération du maillage et la définition des conditions aux limites du procédé sont aussi faites dans cette étape. Le modèle CAD a été généré par le logiciel Solidworks, le maillage quant à lui a été généré en utilisant une structure tétraédrique imposé par le module PIM de Moldflow. La dernière étape avant de lancer la simulation du procédé consiste à bien définir les conditions aux limites telles que la

température de surface du moule, les paramètres de solveur (le pas de temps et la limite des itérations) et les caractéristiques de la presse à injection comme sa pression maximale et le type d'asservissement (vitesse de piston ou débit). L'activation de l'effet de la gravité et de l'inertie est aussi essentielle pour simuler l'injection en PIM.

3.5.2 Résolution numérique

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

Conservation de la masse

$$\frac{D\rho}{Dt} + \rho(\nabla \cdot \vec{u}) = 0 \quad (3.3)$$

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

$$\frac{D(\cdot)}{Dt} = \frac{\partial(\cdot)}{\partial t} + \vec{u} \cdot \nabla(\cdot) \quad (3.4)$$

Puisque la masse volumique de mélange est considérée constante tout au long de la phase d'injection l'équation de conservation de masse se simplifie et devient l'équation (3.5)

$$\nabla \cdot \vec{u} = 0 \quad (3.5)$$

Conservation de la quantité de mouvement

$$\rho \frac{D\vec{u}}{Dt} = -\nabla p + \nabla \cdot \vec{\tau} + \rho \vec{g} \quad (3.6)$$

Conservation de l'énergie

$$\rho C_p \frac{DT}{Dt} = \nabla \cdot (k \nabla T) + \vec{\tau} : \nabla \vec{u} + \beta T \frac{Dp}{Dt} \quad (3.7)$$

où p est la pression, t est le temps, ρ est la masse volumique, \vec{u} est le vecteur vitesse, \vec{g} est l'accélération gravitationnelle, T est la température, C_p est la chaleur spécifique, k est la conductivité thermique, β est l'expansivité du polymère qui est défini par l'équation (3.8), $\vec{\tau}$ le tenseur de contrainte visqueuse qui est défini par l'équation (3.9).

$$\beta = -\frac{1}{\rho} \frac{\partial \rho}{\partial T} \quad (3.8)$$

$$\vec{\tau} = \eta(\dot{\gamma}) \cdot \dot{\gamma} \quad (3.9)$$

Où $\eta(\dot{\gamma})$ est la viscosité définie par l'un des modèles de rhéologies déjà mentionnés et $\dot{\gamma}$ est le taux de cisaillement donné par l'équation (3.10) où $\vec{\bar{D}}$ est le tenseur de taux de déformation.

$$\dot{\gamma} = \sqrt{2\vec{\bar{D}} : \vec{\bar{D}}} \quad (3.9)$$

3.5.3 Validation expérimentale

Cette étape permet d'évaluer la qualité de la solution numérique par rapport aux résultats expérimentaux pour la pression mesure dans la cavité du moule. Les détails de la procédure expérimental sont présentés au Chapitre 4.

La forme simple de la géométrie rectangulaire, illustrée à la Figure 4.4a, a été utilisée pour valider expérimentalement la pression dans la cavité du moule. La pièce présentée à la Figure 4.4b a été utilisée pour démontrer la capacité du procédé LPIM à produire des pièces ayant des caractéristiques géométriques fines et complexes, tels que des trous filetés, des trous de petite taille et des surfaces complexes.

CHAPITRE 4

INFLUENCE OF INJECTION FLOW RATE ON THE QUALITY OF GREEN PARTS PRODUCED BY LOW-PRESSURE POWDER INJECTION MOLDING

Francis Arès¹, Dorian Delbergue,¹ Vincent Demers^{1*}

¹ Département de Génie mécanique, École de Technologie Supérieure,
1100 Notre-Dame Ouest, Montréal, Québec, Canada, H3C 1K3,

Article soumis pour publication dans *Advanced Powder Technology*, octobre 2022

Abstract

Controlling injection parameters is paramount when it comes to producing high-quality green parts using powder injection molding. This work combines experimental and numerical approaches to study the impact of injection parameters on mold in-cavity pressure and on the overall quality of green parts produced by low-pressure powder injection molding. The properties of two low-viscosity feedstocks (formulated from a water-atomized stainless-steel powder and wax-based binder system) were measured and implemented in an Autodesk Moldflow numerical model to quantify the molding pressures, which were finally validated using experimental real-scale injections. The results confirmed that an increase in mold temperature, an increase in feedstock temperature, and a decrease in solid loading decrease the mold in-cavity pressure, which was correlated with the feedstock viscosity. As a key result, real-scale injections confirmed that a minimum flow rate was required to avoid early solidification, atypical high in-cavity pressure, and several visual defects, such as weld lines, flow marks, cracks, sinks, and incomplete filling. Due to differences in its thermal transfer properties, this flow rate threshold value decreases as the feedstock solid loading increases. For injection speeds higher than this value, the injection pressure measured experimentally in a simple rectangular cavity (almost constant shear rate) was linearly correlated with the injection flow rate.

Keywords

Low-pressure powder injection molding, metallic powder, feedstock, mold filling, injection pressure.

4.1 Introduction

Metal injection molding (MIM) is a manufacturing process suitable for producing complex shape and small metallic parts within reasonable dimensional tolerances, especially when other conventional processes have reached their technical limits or become too expensive (González-Gutiérrez, Stringari, & Emri, 2012). The MIM process can be divided into four steps, namely, feedstock preparation, injection molding, debinding, and sintering (Heaney, 2019). Although each of these steps must be properly executed, the injection molding parameters must be controlled in order to produce high-quality green parts (Sulong, Muhamad, Arifin, & Yong, 2012). Depending on the binder formulation driving the final feedstock viscosity, the injection stage can be performed using either a High-Pressure Injection Molding (HPIM) or a Low-Pressure Injection Molding (LPIM) approach (Demers, 2019). One of the main differences between these two techniques lies in the size of the injection molding equipment used. In HPIM, the injection unit is composed of a reciprocating screw mechanism rotating in a heated barrel to transport a high-viscosity feedstock (e.g., $> 100 \text{ Pa}\cdot\text{s}$, at a temperature above 160°C) that is injected into a cooled mold cavity using a translation movement of the same screw to produce an injection pressure generally higher than 50 MPa (German & Bose, 1997). In LPIM, on the other hand, the injection unit consists of an air-pressurized container (Costa & Pasquali, 2014) or a plunger system (Pompe & Brandt, 2001) used to transport a low-viscosity feedstock (e.g., $< 20 \text{ Pa}\cdot\text{s}$, at a temperature below 100°C) that is injected into an air-cooled mold cavity using an injection pressure generally lower than 1 MPa (Zampieron, Soares, Mathias, Rossi, & Ambrozio Filho, 2001). While the latter injection approach is still in its infancy, it is a promising manufacturing technology for producing metallic parts cost effectively either in low- or in high-production volumes thanks to the simplicity of its underlying principle and the reduction of the size of the machines and mold shells involved.

As ceramic-based LPIM feedstock development pioneers, Mangels and Williams (Mangels & Williams, 1983) were among the first to demonstrate the high moldability of such low-viscosity feedstocks. Approximately ten years later, the same research team confirmed that the pressurized container principle developed by Peltzman Corp. (Peltsman & Peltsman, 1983) was able to produce ceramic green parts exhibiting a very high level of shape complexity, using high solid loading feedstocks (Mangels John, 1994). In the early 2000s, Gonçalves (Goncalves, 2001) showed that this injection approach could even be used for conventional high-viscosity metallic-based feedstocks. However, the study concluded that a process needed to be developed specifically to better understand the interaction between injection variables and to mitigate problems appearing during debinding. Almost simultaneously, Quevedo Nogueira et al. (Quevedo Nogueira, Bezerra, dos Santos, Sousa, & Acchar, 2001) demonstrated that carnauba wax could be successfully used as an organic vehicle in the formulation of low-viscosity ceramic-based feedstock and injected at a pressure as low as 0.6 MPa when blended with low-density polyethylene and stearic acid. Ten years later, in a very comprehensive study, Piotter et al. (Piotter et al., 2011) confirmed the ability of the LPIM process to produce microscopic parts (also known as micro-PIM) from ceramic- as well as metallic-based feedstocks. Using a ceramic-based feedstock, Çetinel et al. (Çetinel, Bauer, Knitter, & Haußelt, 2011) studied material- and process-related factors in a bid to improve shape retention and bending strength after the debinding/sintering stages. More recently, Medvedovski and Peltsman (Medvedovski & Peltsman, 2013) and Sardarian et al. (Sardarian, Mirzaee, & Habibolahzadeh, 2017a) independently demonstrated the importance of optimizing process parameters, such as the feedstock temperature and injection pressure, to produce ceramic parts exhibiting high mechanical properties.

Over the past few years, the injection flow rate (also known as the injection speed) has been studied mainly in the context of the HPIM process. With the aid of numerical simulation, Atre et al. (Atre, Park, Zauner, & German, 2007) observed that a high feedstock flow rate induced segregation caused by high shear rate gradient regions. Subsequently, Muangwaeng et al. (Muangwaeng et al., 2013) experimentally confirmed this segregation phenomenon induced by a high injection speed. SEM observations of their samples showed phase separation near

the outer skin as well as black streaks near the gate (sign of thermal decomposition resulting from high friction) as the injection speed and pressure increased. Studying the influence of process parameters on the quality of MIM parts, Walcher et al. (Walcher et al., 2016) showed that an increase in the injection speed led to a decrease in the surface roughness, along with an increase in the occurrence of parting lines. Huang and Hsu (Huang & Hsu, 2011) demonstrated that dimensional stability was difficult to control for parts molded at high injection speed. The authors explained that the shear rate increase inevitably arising from an increase in the injection speed in turn leads to an increase in the shrinkage rate, which promotes the deformation of green parts. They also observed that a higher injection speed results in a higher green density and higher sintered properties, mainly caused by an increase in injection pressure forcing more powder into the mold cavity. During the injection optimization phase, Amin et al. (M. Amin, Muhamad, & Jamaludin, 2013) concluded, contradicting prior research results, that the effect of the injection flow rate on the green density was too low and could be neglected for their experiment. Askari and Momeni (Askari & Momeni, 2021) recently demonstrated that the injection speed has a greater more impact on green properties than the other process parameters (injection temperature, mold temperature and holding pressure). They confirmed the results obtained by Huang and Hsu, in which an increase in the injection flow rate led to an increase in both the green density and in the flexural green strength. Using a X-ray tomography approach, Yang et al. (Yang et al., 2015) observed that an increase in the injection speed and pressure, which in fact inhibits the solidification of the feedstock during injection in the mold cavity, led to a decrease in the amount and size of porosities. They also confirmed that small cracks and large pores originating from the jetting phenomenon appeared respectively at too low and too high injection speeds. Using the LPIM process, Sardarian et al. (Sardarian et al., 2017c) observed a low variation of the green density and flexural green strength for specimens injected at different velocities. However, a significant change in these two metrics was observed at high temperature and high speed due to the presence of voids caused by jetting.

The influence of injection parameters on the overall quality of green parts is relatively well documented for high-viscosity feedstocks used in the HPIM process. However, to the best of the authors' knowledge, the impact of the injection speed on the injection pressure has never

been studied for low-viscosity powder-binder mixtures used in the LPIM process. This work aims to quantify the influence of different injection parameters (including the injection flow rate) on the quality of green parts, based on the in-cavity pressure developed during the LPIM process, the visual aspect of the green parts, and local powder concentration.

4.2 Methodology

4.2.1 Feedstock formulation

A water-atomized 17-4PH stainless steel powder (Epson Atmix Corporation, Japan) was mixed with a wax-based binder to formulate two feedstocks. A scanning electron microscope (Hitachi 3600, secondary electrons detector) and a laser diffraction particle analyzer (LS 13320 XR, Beckman Coulter) were used to observe the particle shape and measure the particle size distribution reported in Figure 4.1. This MIM powder exhibits a near-spherical shape (Figure 4.1a) with a D_{10} , D_{50} , and D_{90} of about 3, 11, and 28 μm , respectively (Figure 4.1b). The powder was mixed with a blend of paraffin wax, carnauba wax, stearic acid, and ethylene-vinyl acetate in the proportion listed in Tableau 4.1. Two feedstocks (F60 and F65) were formulated at 60 and 65 vol. % of powder by changing the paraffin wax proportion. The paraffin wax was used as the main constituent for its low viscosity, constant rheological properties, and low cost. The carnauba wax, stearic acid, and ethylene-vinyl acetate were added to increase the green strength, to facilitate parts demolding, to promote the chemical bridge between the powder and binder, and to control the segregation and homogeneity of the feedstocks.

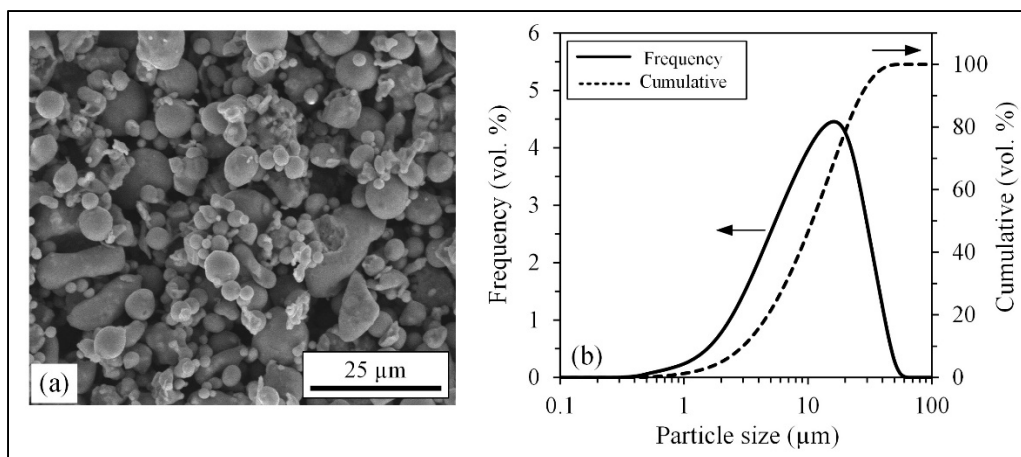


Figure 4.1 (a) SEM observation, and
(b) particle size distribution of the 17-4 PH powder

Tableau 4.1 Volume fraction of the powder and
polymers used for feedstock formulations

	Vol. %				
Feedstock	Powder	Paraffin wax	Carnauba wax	Stearic acid	Ethylene- vinyl acetate
F60	60	30	7	2	1
F65	65	25	7	2	1

4.2.2 Feedstock characterization

The density of the powder, of the single binder constituents, and of the feedstock was measured using a helium gas pycnometer (AccuPyc II 1340) according to the ASTM B923 standard (ASTM, 2016). The melting point of each binder constituent was measured using a differential scanning calorimeter (Perkin Elmer Pyris 1 DSC) according to the ASTM D3418 standard (ASTM, 2015). The physical properties of each feedstock constituent are presented in Tableau 4.2. The feedstock viscosity presented in Figure 4.2a was measured at three different temperatures (80, 90, and 100°C) and different shear rates (0.5 to 3,500 s⁻¹) using a rotational rheometer (Anton Paar, MCR 302) equipped with a concentric cylinder cell (CC-17) and

a Peltier temperature-controlled measuring system (C-PTD 200). The shear thinning behavior of the feedstocks as well as the influence of temperature on viscosity was captured using the second-order viscosity model by:

$$\ln \eta = A + B \ln \dot{\gamma} + CT_c + D(\ln \dot{\gamma})^2 + E \ln \dot{\gamma} + FT_c^2 \quad (4.1)$$

where η is the feedstock melt viscosity, $\dot{\gamma}$ is the shear deformation rate, T_c is the corresponding relative temperature in Celsius, and A , B , C , D , E , and F are data-fitted coefficients of the second-order model, reported in Tableau 4.3. The viscosity curves were fitted using Eq. (4.1) and the resulting curves are superimposed in Figure 4.2a for each test condition. The DSC thermograms presented in Figure 4.2b were used to determine the feedstocks' transition temperature (extracted from the cooling stage as identified by black arrows) and specific heat (C_p) according to the standard test method ASTM-E1269 (ASTM, 2011), as presented in Figure 4.2c. The thermal conductivity (k) of the feedstocks reported in Figure 4.2d was measured according to the transient line-source technique described in the standard test method ASTM-D5930 (ASTM, 2017).

Tableau 4.2 Physical properties of the constituents used for feedstock formulation

Constituents	Melting point (°C)	Density (g/cm ³)	Supplier
17-4PH powder	> 1404	7.69	Epson Atmix Corp.
Paraffin wax	59.0	0.90	Sigma-Aldrich
Carnauba wax	84.5	1.00	Sigma-Aldrich
Stearic acid	75.0	0.90	Sigma-Aldrich
Ethylene vinyl acetate	49.0	0.98	Dupont

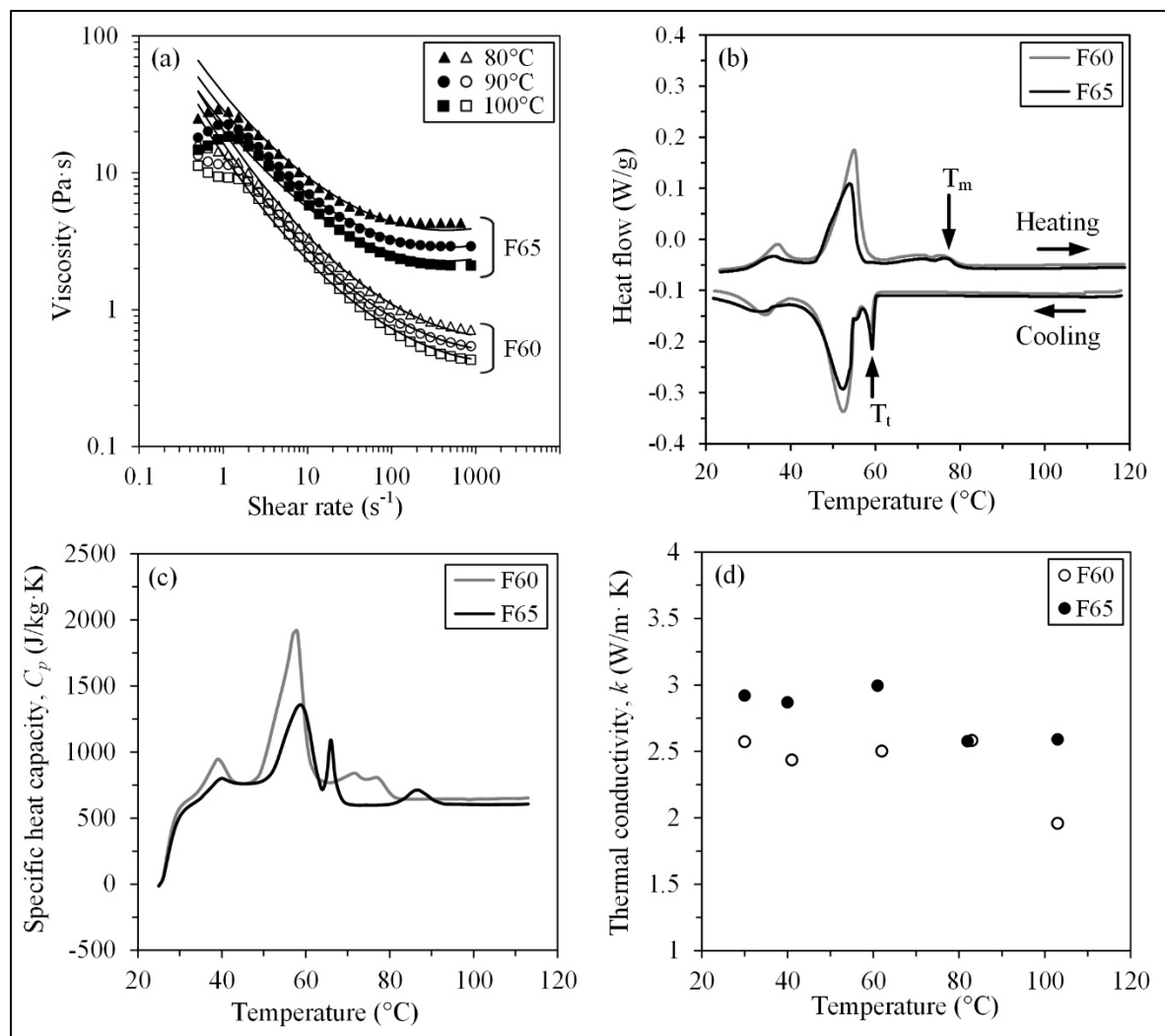


Figure 4.2 Rheological and thermal properties of the F60 and F65 feedstocks
 (a) Viscosity profiles, (b) DSC thermograms, (c) specific heat, and
 (d) thermal conductivity measured at different temperatures

Tableau 4.3 Second-order data-fitted coefficients
for feedstocks F60 and F65

Fitted Coefficient	F60	F65
A	5.574	7.819
B	-3.987 E-1	-5.569 E-1
C	-4.136 E-2	-7.336 E-2
D	5.850 E-2	6.149 E-2
E	-5.047 E-1	-1.967 E-1
F	1.169 E-4	2.645 E-4

4.2.3 Real-scale injection

Real-scale injections were performed using a laboratory injection press schematized in Figure 4.3a, which is the new version of the injection principle developed by Lamarre et al. (Lamarre et al., 2017, 2021). Powder and binder were mixed at 90°C using a planetary blender under vacuum to produce homogeneous and bubble-free molten feedstock. The prepared feedstock was directly pulled from the mixing system by the action of a heated cylinder/piston system acting as a syringe (Figure 4.3b). The filled cylinder attached to the injection table was slid before being aligned and clamped with the mold (Figure 4.3c), and the feedstock was injected into the mold cavity at a constant flow rate (Figure 4.3d). After the feedstock was completely solidified, the clamping pressure was released, the mold removed (Figure 4.3e), and the sliding platform moved back and aligned with the mixing system (Figure 4.3f) before the remaining molten feedstock was pushed back inside the container for the next injection (Figure 4.3g). The simple rectangular mold geometry (3.1 x 12.7 x 164 mm) presented in Figure 4.3h was used to quantify the effect of injection process parameters on the in-cavity pressure. This mold was instrumented with a piezoresistive pressure sensor (Keller Y25 series) positioned above the gate, while the mold temperature was monitored by a thermocouple located inside and close to the cavity. Data were recorded by an acquisition card (NI USB-6212) using LabVIEW. The complex shape part presented in Figure 4.3i was finally used to demonstrate the ability of the

LPIM process to produce intricate parts with different features, such as threaded holes, small holes, and complex contoured surfaces.

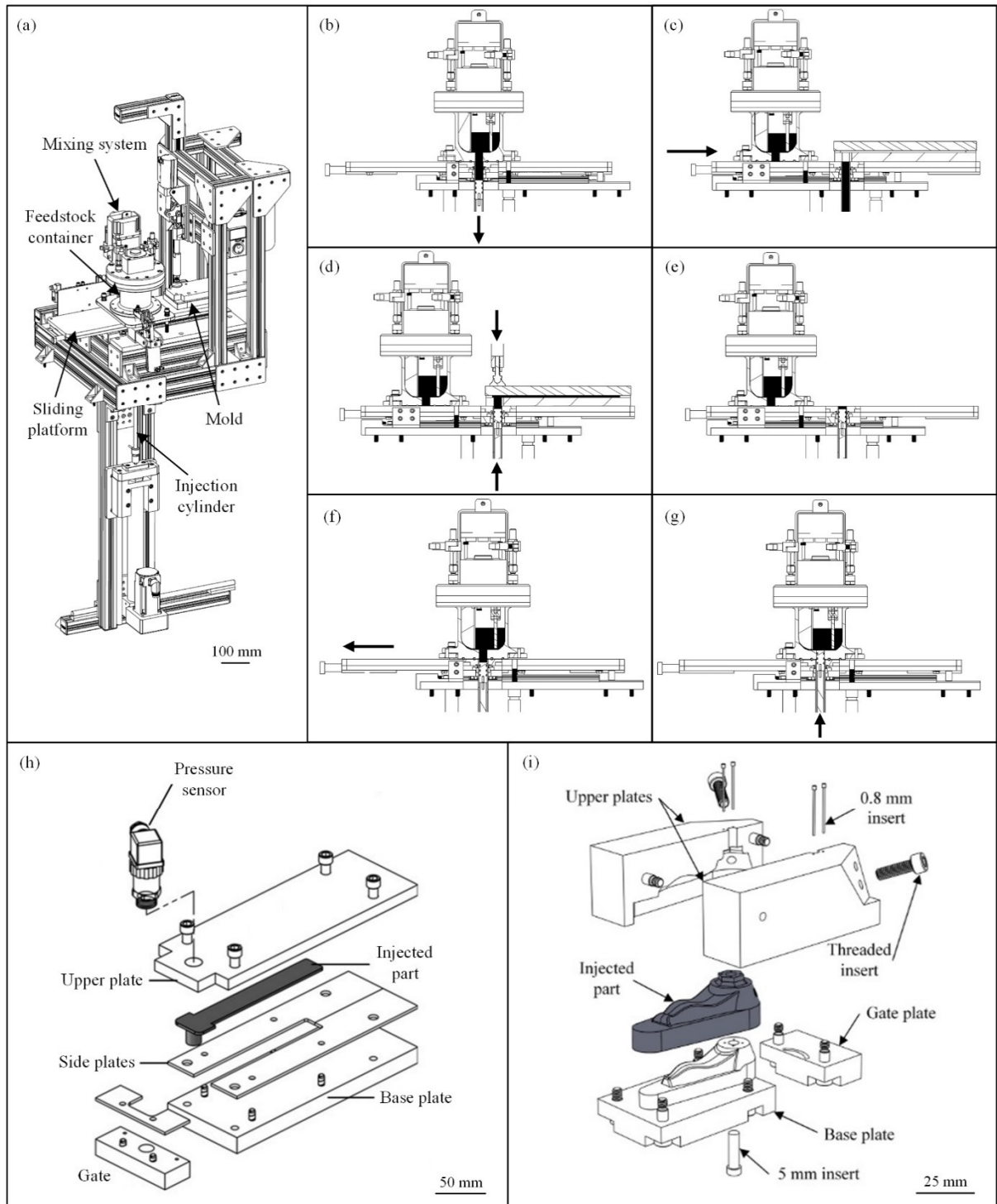


Figure 4.3 (a) General view of the injection system in mixing position, (b-g) partial cross-section views of the system detailing the injection sequence, (h) rectangular mold, and (i) complex shape mold

The process parameters for the real-scale injections and numerical simulations are reported in Tableau 4.4 for each injection sequence. These process parameters were grouped into four sequences to capture the influence of the mold temperature, feedstock temperature, and injection flow rate on the injection pressure, visual aspects, and segregation. During sequence #1, the pressure was experimentally determined using the rectangular mold maintained at a temperature of 30, 40, and 50°C (other conditions were kept constant). During sequence #2, a similar approach was used by changing the feedstock temperature from 80 to 100°C and keeping the mold temperature constant at 40°C. During sequences #3-4, an injection flow rate ranging from 1 to 30 cm³/s was used with the two molds presented in Figure 4.3h-i to obtain the injection pressure and flow behavior, while keeping the mold and feedstock temperatures constant at 40 and 90°C, respectively. The mold and feedstock temperature ranges represent typical values for wax-based feedstocks, while the minimum and maximum flow rates (i.e., 1 and 30 cm³/s) correspond to the minimum and maximum injection speeds (i.e., 0.5 and 15 cm/s of the linear piston) possible with the laboratory injection press described above. Note that the molds were not equipped with heating/cooling channels to control the surface cavity temperature during the injections. Therefore, the mold temperature corresponds to the initial temperature of the mold before injections.

Tableau 4.4 Process parameters used for numerical simulations and real-scale injections

Sequence	Mold temperature (°C)	Feedstock temperature (°C)	Flow rate (cm ³ /s)	Solid loading (%)	Mold type
1	30 40 50	90	15	60/65	Rectangular
2	40	80 90 100	15	60/65	Rectangular
3	40	90	1 2 3 5 7 10 15 20 30	60/65	Rectangular
4	40	90	1 5 30	60/65	Complex shape

4.2.4 Numerical simulations

The influence of the injection parameters on mold in-cavity pressure was also numerically simulated using Moldflow Insight 2019 (Autodesk inc.). The powder injection molding (PIM) module and the filling analysis sequence were selected as they allow to predict the powder concentration variation during the filling phase of the injection. The physical, rheological and thermal properties, as well as the solid loading presented in Figure 4.2, were implemented as material properties. The melt-to-solid transition temperature of the two feedstocks was set at 62°C, which corresponds to the transition temperature of the paraffin wax highlighted in Figure 4.2b. The value of the heat transfer coefficient (HTC) between the mold and the feedstock was set at 100 kW/(m²·°C) according to previous works done by Ilinca et al. (Ilinca, Hétu, Derdoufu, & Stevenson, 2002). This coefficient accounts for any heat transfer resistance at the cavity's surface. Accelerating and decelerating speed ramps were used to replicate the experimental injection speeds. The CAD models of the two parts were both meshed using 3D tetrahedral elements with an edge length of 0.5 mm. The rectangular and complex geometries illustrated in Figure 4.4 were meshed using 1.8 and 2.4 million elements, respectively. The

pressure obtained numerically was extracted from the nodes included in the corresponding area in contact with the experimental sensor ($\varnothing 17$ mm located at the top of the gate, see Figure 4.3h) and averaged using a Python script developed.

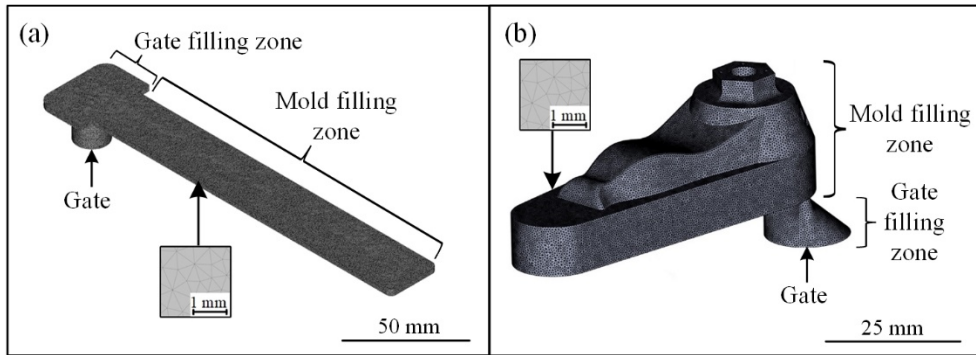


Figure 4.4 Representations of the (a) rectangular part, and (b) complex shape part, with the superimposed finite element meshing

4.2.5 Powder segregation measurements

Powder segregation was characterized using a PerkinElmer STA8000 thermogravimetric analyzer (TGA) according to the method developed in a previous study (Demers et al., 2018). Segregation, also known as inhomogeneous powder distribution over an injected part, was investigated because the phenomenon may lead to distortions, cracks, voids, warping, and heterogeneous shrinkage during sintering. Segregation usually results from an improper mixing method during feedstock preparation, from gravity when the feedstock is idle during process dead times, or from the presence of high shear deformation rate gradients during the molding process. Specimens measuring about 1 mm^3 were extracted from each part injected during sequence #4 presented in Tableau 4.4 according to the position locations A to E presented in Figure 4.5a. The specimens were placed in a standard ceramic pan and then heated from 30 to 550°C at a heating rate of $20^\circ\text{C}/\text{min}$ under nitrogen purge gas, with a flow rate of 60 ml/min. The weight fraction of the remaining powder after binder burnout was determined from the TGA profiles, as illustrated in Figure 4.5b, and converted in terms of volume fraction of powder according to Eq. (4.2):

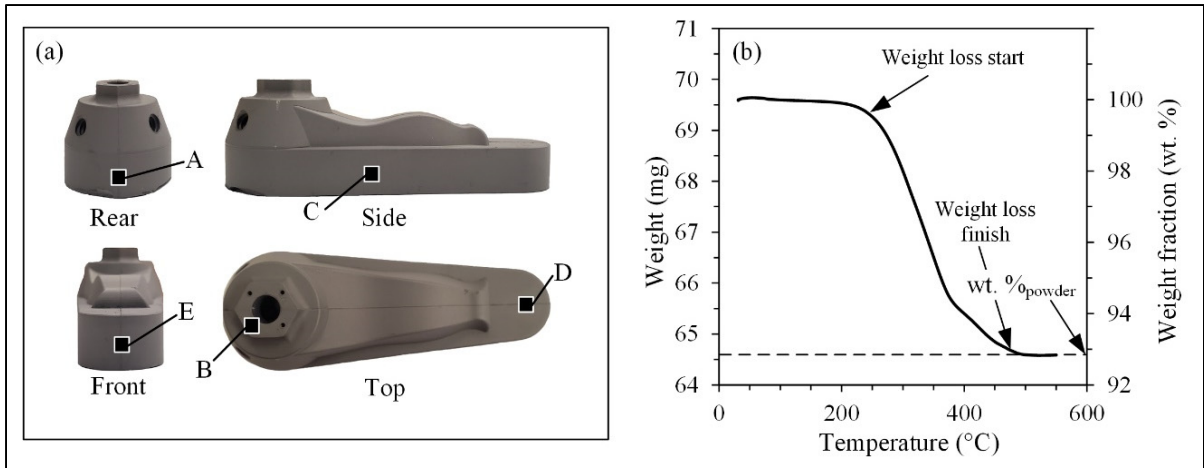


Figure 4.5 (a) Rear, side, front, and top views of a typical complex shape green part showing the positions (A to E) of the extracted specimens for TGA tests, and (b) typical TGA curve used for quantification of powder concentration within an injected specimen

$$vol. \%_{powder} = \left[1 + \left(\frac{\rho_{powder}}{\rho_{binder}} \right) \cdot \left(\frac{1}{wt. \%_{powder}} - 1 \right) \right]^{-1} \quad (4.2)$$

where $vol. \%_{powder}$ is the volume fraction of powder, $wt. \%_{powder}$, is the weight fraction of powder measured from the TGA profiles, ρ_{powder} is the density of the powder, and ρ_{binder} is the density of the binder (given in Tableau 4.2).

4.3 Results and discussion

4.3.1 Influence of the mold temperature and feedstock temperature on injection pressure

Figure 4.6 presents the pressure profiles measured in the rectangular mold cavity at different mold temperatures (sequence #1 in Tableau 4.4) and feedstock temperatures (sequence #2 in Tableau 4.4) for feedstocks F60 and F65. The pressure profiles are divided into two zones: the gate filling zone (vertical cylinder and its adjacent wide rectangular section) and the mold filling zone (constant width rectangular cavity), both described in Figure 4.3h. The pressure value recorded during the gate filling zone remains at zero since the sensor (located at the top of the gate) is not in contact with the molten feedstock during this phase. As the feedstock

converges through the mold filling zone illustrated in Figure 4.4a, the feedstock is confined within the gate zone, and thus comes in contact with the pressure sensor to record the evolution of pressure according to the filling stage.

For a given mold temperature (Figure 4.6a-b) or feedstock temperature (Figure 4.6c-d), the pressure in the mold cavity increases almost linearly as the filling stage gets longer to overcome the higher friction, i.e., higher mold contact surface against the feedstock flow. During these injections performed at a constant volumetric flow rate, an increase in a mold or feedstock temperature results in a decrease in injection pressure for both feedstocks. This expected trend is certainly due to the decrease in feedstock viscosity observed in Figure 4.2a, when the mixture becomes hotter. Indeed, a decrease in the feedstock temperature from 100 to 80°C produces an increase in its viscosity respectively from 0.5 to 0.8 Pa·s or 2 to 4.1 Pa·s for feedstocks F60 and F65 (values extracted in a typical shear rate ranging from 100 to 500 s⁻¹ in Figure 4.2a). These relative increases of about 160% and 205% in feedstock viscosity are proportionally correlated with the additional pressure required to inject the feedstocks at 100 and 80°C. Similarly, the viscosity difference of about 5-7 times also roughly correlates with the pressure difference required for the two feedstocks F60 and F65.

With a relative difference varying from 0 to 35%, the injection pressures predicted by the numerical model were close to those obtained experimentally. This first validation phase confirmed that the input parameters are appropriate for assessing the magnitude of the pressure experienced by the feedstock in the mold. Interestingly, the pressure values predicted in the extreme condition of the thermal transfer between the feedstock and the mold were in very good agreement with the experimental observations, with relative differences below 10%. This extreme condition consists in promoting the solidification by decreasing the mold or feedstock temperature. In Figure 4.6a-d, this state can be obtained (or tended to be attained) with the mold at 30°C and the feedstock at 80°C. The more accurate results obtained in this state could be explained by the fact that this specific experimental injection was performed more in line with the thermal transfer conditions implemented in the numerical model. Indeed, in the current version of Moldflow Insight 2019, the PIM module uses a constant wall temperature, and the

rest of the mold shell is able to maintain this temperature low and constant, as seen in a conventional HPIM. However, and as used in the present work, LPIM molds are rarely provided with conformal cooling channels exhibiting a high capacity to quickly extract large amounts of heat. Therefore, the increase in the relative differentials between simulations and experiments as the mold or feedstock temperature increase can simply be explained by the fact that the experimental setup includes more of a slow and natural thermal transfer approach that is not taken into account by the model. In line with this assumption, the feedstock formulated at a higher solid loading exhibits a lower relative difference between experimental and numerical pressures, probably due to its higher thermal conductivity.

To reinforce this hypothesis, additional injections were performed to promote the solidification extreme condition discussed above, as well as to test a second but opposite extreme condition. On the one hand, experimental and numerical pressure values were obtained in Figure 4.6e in a quasi-adiabatic condition by injecting a feedstock at 90°C into a mold at 80°C to minimize significantly heat transfer at the mold/feedstock interface and avoid fast solidification during injection. On the other hand, an experimental mimic of the thermal transfer simulated by Moldflow was done by decreasing the mold temperature to 25°C and the feedstock temperature to 75°C, and is presented in Figure 4.6f. Note that these latter conditions represent the lowest temperatures that can be practically used at a high injection flow rate in this project to avoid early solidification. The similar results between experiments and simulations for these two extreme thermal transfer conditions presented in Figure 4.6e-f confirm that experiments that are not performed close to these conditions cannot be used to accurately validate the simulations. In other words, the slow and typical thermal transfer conditions occurring in LPIM seem to significantly drive the in-cavity pressure, which is, in fact, not properly captured by the numerical model.

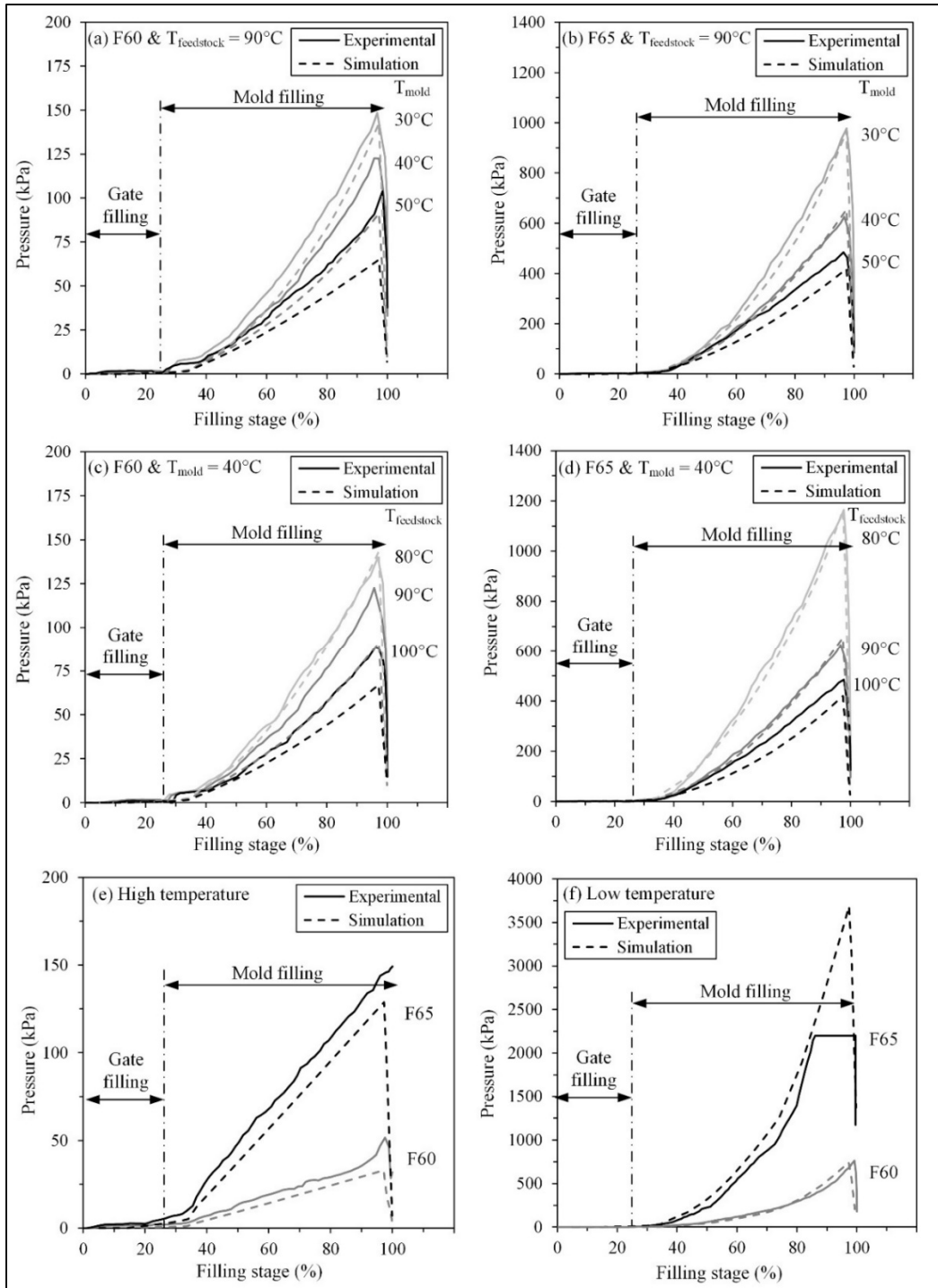


Figure 4.6 Influence of mold (a-b) and feedstock temperatures (c-d) on experimental and numerical in-cavity pressure for the feedstocks F60 and F65 (constant flow rate of $15 \text{ cm}^3/\text{s}$), and (e-f) extreme injection conditions obtained experimentally and numerically

4.3.2 Influence of injection flow rate on pressure

Figure 4.7 presents the evolution of the in-cavity pressure obtained experimentally and numerically at different injection flow rates (sequence #3 in Tableau 4.4). To that end, pressure values were extracted from pressure profiles at a mold filling stage of 85% (real-scale or simulated injections profiles similar to those presented in Figure 4.6). In addition to confirming the impact of solid loading on the injection pressure, these curves present an unexpected trend, which can be divided into two distinct segments, identified as segments “I” and “II” in Figure 4.7. In segment I, the injection pressure obtained experimentally as well as numerically decreases as the flow rate increases, regardless of the powder volume fraction. Visual inspections on parts fabricated with these low injection flow rates confirm that this high cavity pressure originates from early feedstock solidification or partial solidification, which may lead to an increase in the feedstock viscosity, as well as in friction with the mold walls (note that the visual inspection of parts is addressed below in this work). An increase in the flow rate naturally decreases the total injection time, which reduces the volume of feedstock susceptible to solidification during the injection process, and finally, reduces the overall injection pressures.

At a certain flow rate threshold (identified as Q_{th} in Figure 4.7), the slope of each curve changes to exhibit a proportional increase of the pressure with the flow rate (identified as segment II in Figure 4.7). Such a linear trend can also be anticipated by the Poiseuille’s law $P = \frac{12Q\eta L}{wt^3}$ (Malkin & Isayev, 2022), taking into account the volumetric flow Q , the cross-section dimensions of the mold w and t , the feedstock viscosity η that was extracted from Figure 4.2a at 100 s^{-1} and considered constant, and the length of the mold cavity L . Considering that all applicability conditions for such an analytic model are not gathered (e.g., Newtonian fluid), this latter equation was only used to confirm the trend and the order of magnitude for the anticipated pressure obtained for the two feedstocks. For feedstock F60, the Q_{th} occurs with around the same flow rate of $7 \text{ cm}^3/\text{s}$ and the predictions obtained by the numerical simulations as well as those calculated by the Poiseuille’s law are in good agreement with experimental pressures. On the left-hand side of the Q_{th} value, the model slightly overestimates the in-cavity

pressure, while the opposite trend is seen on the right-hand side of the curve, where the simulations underestimate the experimental values. For feedstock F65, the same over- and underestimation trend is clearly visible. However, the curves exhibit significant discrepancies, particularly at low and high injection flow rates. Interestingly, the different Q_{th} values obtained experimentally ($Q_{th} = 3 \text{ cm}^3/\text{s}$) and numerically ($Q_{th} = 10 \text{ cm}^3/\text{s}$) reinforced the assumption that the numerical model does not take into account a few parameters particularly linked with the thermal transfer conditions seen in the LPIM process. Indeed, low flow rates (e.g., $2 \text{ cm}^3/\text{s}$) may produce injection times as long as 15 s that may heat the mold and maintain experimentally the feedstock viscosity lower than the value used in the simulations for this specific rectangular geometry. This variation of the mold temperature was experimentally recorded in Figure 4.8 by replacing the pressure sensor with a thermocouple holder used to introduce a thermocouple at 1 mm above the feedstock/mold interface. At the end of the injection stage, an increase of about $8\text{-}9^\circ\text{C}$ was measured for a low flow rate of $2 \text{ cm}^3/\text{s}$, but an interface heating of only $2\text{-}3^\circ\text{C}$ occurring later in the process was reported for higher injection flow rates comprised between 15 and $30 \text{ cm}^3/\text{s}$. During the same injection performed at a low flow rate (Figure 4.7), the numerical model imposed a significantly lower feedstock/mold interface temperature (i.e., $T_{\text{mold}} = 40^\circ\text{C}$), which necessarily decreased the feedstock viscosity; this action created a frozen layer, or even partially solidified the feedstock, contributing to an overestimation of the pressure values in segment I of the simulated curve. For feedstock F65, the slopes of segment II obtained experimentally and numerically were also significantly different. During experiments, a change from 5 to $30 \text{ cm}^3/\text{s}$ almost tripled the pressure required for the injections. This trend, which is also clearly anticipated by the Poiseuille's law was not captured by the simulation model, where an increase from 10 to $30 \text{ cm}^3/\text{s}$ had only a minor impact on the injection pressure. This difference in trends between the curves means that the simulated pressure is underestimated after the intersection point is exceeded, which is similar to what is observed for feedstock F60 at high flow rates. In addition to the thermal transfer conditions highlighted above, the results suggest that other experimental conditions, such as the mold surface finish, slight mold dimension variations, or minor temperature changes, were not considered by the numerical model. The influence of the flow rate on the injection pressure of low-viscosity feedstocks quantified experimentally for the first time in the framework of

this study, thus continues to be a challenge when it comes to numerically simulating since the LPIM conditions (far from those used in conventional HPIM) do not appear to be adequately implemented in the numerical model. Although the overall pressure magnitude was fairly well predicted by the simulations, future works are needed to adapt the numerical model to the specific thermal and physical conditions seen in the LPIM process.

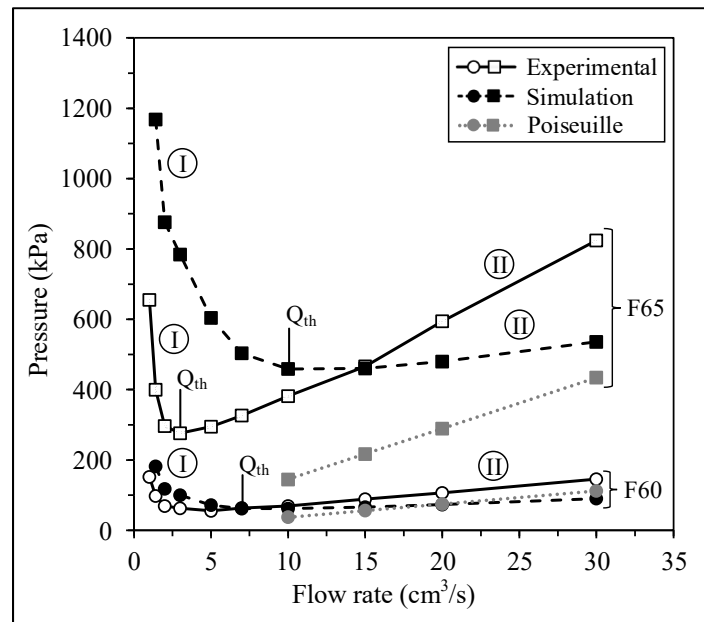


Figure 4.7 Comparison of experimental and simulated in-cavity pressures obtained at different injection flow rates (values extracted from the pressure profiles at a mold filling stage of 85%)

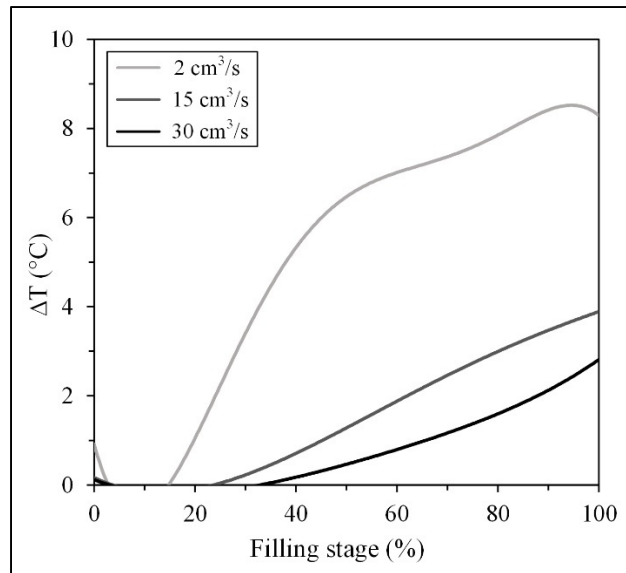


Figure 4.8 Mold temperature variation during injection

4.3.3 Influence of injection flow rate on green part quality

In this work, the part quality was assessed by visual inspections and quantification of the occurrence of segregation. The complex shape parts presented in Figure 4.9 were injected with the two feedstocks, using three different flow rates. At a low injection flow rate of 1 cm³/s, several visual defects were revealed at the surface of the parts, as indicated by the black arrows in Figure 4.9a-b. At a low solid loading (feedstock F60), witness of weld lines and flow marks were scattered at the top and side of the injected parts. Similar defects were visible on the parts injected with the high solid loading feedstock (feedstock F65), in addition to clear cracks, incomplete filling, and sinks. As noted above, a too low injection flow rate seems to produce early feedstock solidification, which occurs in the presence of an increase in the powder volume fraction thanks to its higher thermal conductivity. At a moderate flow rate of 5 cm³/s, no visual surface defect was seen for the two feedstocks in Figure 4.9c-d. The parts were smooth, and features such as small holes, thin walls, and threaded holes were well defined. Since this mold was opened laterally (see Figure 4.3i), only a small and continuous flashing, indicated by a white arrow, was visible along the parting line of parts injected under this condition. At a high flow rate of 30 cm³/s, the presence of external defects depends on the solid

loading. Feedstock F60 produced the same part quality as the one obtained at a moderate flow rate (Figure 4.9e), but surprisingly, for feedstock F65, cracks were observed in the front area of the injected part (indicated by grey arrows in Figure 4.9f). Such unexpected defects may be caused by residual stress, or any local intricate pressure/shear rate pattern induced by the higher mold pressure required for this specific feedstock at high injection flow rates (see Figure 4.7).

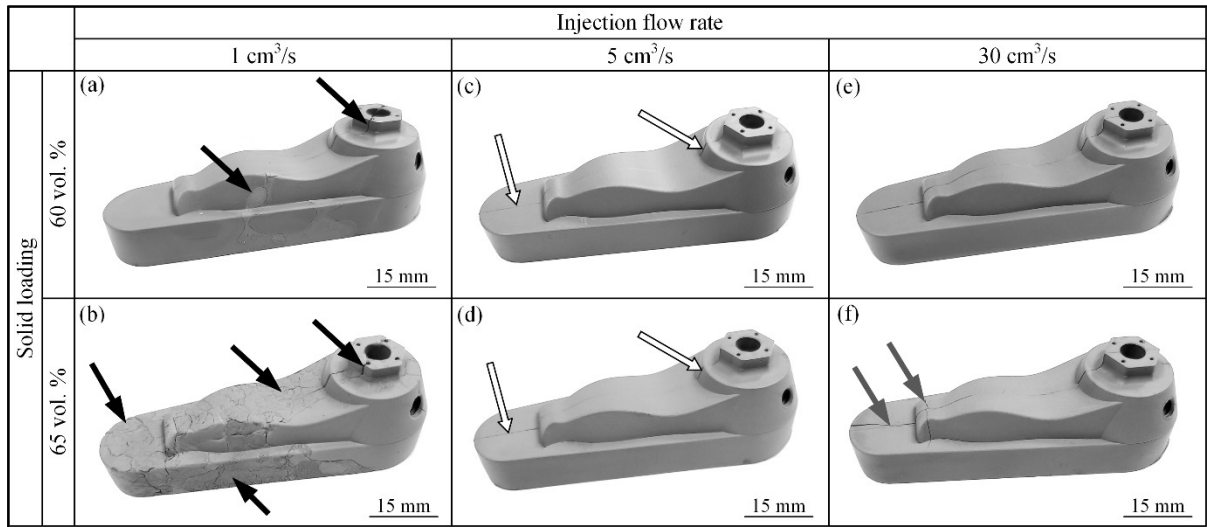


Figure 4.9 Influence of the feedstocks and flow rates on visual part quality

Figure 4.10 reports the local volume fraction of powder measured at different locations of the complex shape part presented in Figure 4.5. The solid lines represent the nominal solid loading of feedstocks F60 and F65, while the dashed lines denote the sensitivity limit of the TGA technique when it comes to detecting a real change in local solid loading. This detection range of ± 0.25 vol. % of powder was defined in our previous work (Demers et al., 2018) and confirmed by (Poh, Della, Ying, Goh, & Li, 2018). The results obtained for feedstock F60 (Figure 4.10a) are within or just slightly outside the detection limit of the measurement technique. This confirms that the injection flow rate has almost no effect on variations of the powder volume fraction for this feedstock, except on the side of the part (specimen location C) injected at 1 cm³/s. This local increase of about 2.6 vol. % of powder could be caused by the early solidification clearly visible on Figure 4.9a., which may produce a non-uniform filing, leading to unexpected/intricate shear rate gradients, which drag more powder in this zone.

For feedstock F65 (Figure 4.10b), the powder volume fraction seems to be slightly lower near the gate (specimen location A) and slightly higher at the front of the part (specimen location E). This can be explained by the higher pressure required to inject such high solid loading feedstock (Figure 4.7) combined with an abrupt change in the injection channel within this gate/part region that was identified as a potential powder-binder separation zone by Thornagel et al. (Thornagel, Schwittay, & Hartmann, 2014). In this respect, the binder-rich zone created in the gate may finally lead to a powder-rich zone uniformly transported up the front of the injected part, i.e., the last region to be filled by the molten feedstock. Similarly to the previous feedstock, too low a flow rate of $1 \text{ cm}^3/\text{s}$ produces premature solidification zones, as shown in Figure 4.9b by weld lines and cracks; these zones may also contribute to locally changing the shear rate gradient, leading to the significant segregation seen on the side (specimen location C) and the front of the part (specimen locations D-E). At high solid loading and high injection flow rates, no real segregation was measured.

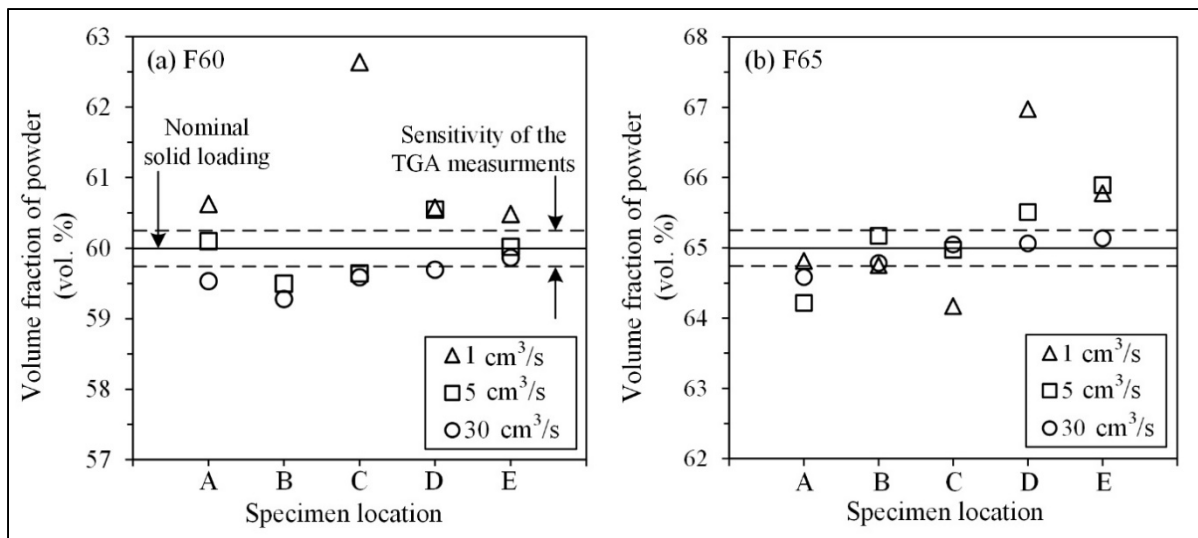


Figure 4.10 Powder volume fraction (vol. %) measured at different specimen location on complex shape parts injected at flow rate using the feedstocks (a) F60, and (b) F65

4.4 Conclusion

A laboratory injection press was developed and used to measure the mold in-cavity pressure during the low-pressure powder injection molding process (LPIM). An experimental characterization and real-scale injections were performed with two feedstocks formulated from a water-atomized 17-4PH stainless steel powder mixed with a wax-based binder system at a solid loading of 60 and 65 vol. % of powder. The feedstock properties, such as the viscosity, melting point, transition temperature, thermal conductivity, density, and specific heat capacity, were experimentally characterized and implemented as material properties in a Moldflow numerical model. The numerically obtained injection pressures were compared with experimental results using different injection parameters, such as the mold temperature, the feedstock temperature, and the injection flow rate. The influence of injection flow rates on green component quality and local segregation was experimentally studied. The investigation allowed to reach a few conclusions, which are summarized as follows:

- An increase in mold temperature, feedstock temperature and/or a decrease in powder volume fraction produce a significant decrease in the in-cavity pressure, pointing to a strong correlation with the feedstock viscosity.
- The unexpected decrease in injection pressure observed during an increase in flow rate from $1 \text{ cm}^3/\text{s}$ to a flow rate threshold, Q_{th} (7 and $3 \text{ cm}^3/\text{s}$ for the 60 and 65 vol. % of powder feedstocks, respectively), was in fact due to early solidification of the feedstock and not feedstock flow behavior. Using injection flow rates $> Q_{th}$, the expected linear relationship between the pressure and feedstock flow was observed.
- The presence of visual defects was significantly reduced for injections at moderate flow rates, but an absence of the segregation phenomenon throughout green parts was seen when using high injection flow rates.
- The simulation model was able to capture the injection pressure only when the injection flow rate was maintained constant or when thermal transfer conditions were extreme (where solidification was promoted or avoided by decreasing or increasing the mold temperature). This suggests that the thermal behavior observed in the LPIM process

(which is significantly different from the one seen in conventional HPIM) could not properly be taken into account in the model. Since this work represents, to the best of authors' knowledge, the first experimental validation of the simulated pressure in LPIM, future works addressing this issue are thus needed to accurately predict the numerical mold cavity pressure for LPIM feedstocks when different injection flow rates are used.

CONCLUSION

Une nouvelle presse à injection LPIM a été développée dans le laboratoire MIM de l'ÉTS afin d'améliorer la qualité, la précision et la répétabilité des résultats. Cette presse a été utilisée pour mesurer la pression dans la cavité du moule pendant le processus d'injection de poudres métalliques à basse pression. La caractérisation expérimentale et les injections en laboratoire ont été réalisées avec deux mélanges formulés à partir d'une poudre d'acier inoxydable 17-4PH atomisée à l'eau combinée à un liant à base de cire avec un pourcentage volumique de poudre de 60 et 65 %. Les propriétés des mélanges, telles que la viscosité, le point de fusion, la température de transition, la conductivité thermique, la masse volumique et la capacité thermique spécifique ont été caractérisés expérimentalement et intégrés en tant que nouvelles propriétés de matériaux dans le modèle numérique. La simulation numérique de la pression dans la cavité du moule a été comparée à des injections en laboratoire, dans une géométrie simple, en utilisant différents paramètres d'injection, tels que la température du moule, la température du mélange et le débit d'injection. La qualité visuelle des pièces à vert a été confirmée par des injections en laboratoire, à trois débits d'injection différents, dans un moule de forme complexe. Le niveau de ségrégation de la poudre dans les pièces à vert de forme complexe a été validé, à différents endroits sur la pièce, à l'aide d'une analyse thermogravimétrique.

Les injections dans un moule simple ont permis d'observer qu'une augmentation de la température du moule, de la température du mélange et/ou une diminution de la concentration volumique de poudre diminuent la pression dans la cavité du moule, montrant une forte corrélation avec la viscosité du mélange. La diminution inattendue de la pression d'injection observée lors d'une augmentation des débits d'injection de $1 \text{ cm}^3/\text{s}$ jusqu'à un seuil de débit, Q_{th} (7 et $3 \text{ cm}^3/\text{s}$ respectivement pour les mélanges de concentration volumique de 60 et 65 vol. %), était en fait dû à la solidification précoce du mélange et non au comportement à l'écoulement de celui-ci. En utilisant des débits d'injection supérieurs à Q_{th} , la relation linéaire attendue entre la pression dans la cavité du moule et le débit d'injection du mélange a été observée.

Les injections dans une moule complexe ont montré que la présence de défauts visuels a été significativement réduite pour les injections à des débits modérés, alors que le phénomène de ségrégation a été éliminé dans l'ensemble des pièces à vert en utilisant des débits d'injection élevés.

Le modèle de simulation numérique a été en mesure de capturer la pression d'injection seulement lorsque le débit d'injection était maintenu constant ou que les conditions de transfert thermique étaient maintenues dans des conditions extrêmes consistant à favoriser ou à éviter la solidification en diminuant ou en augmentant la température du moule. Ces résultats suggèrent que le comportement thermique observé dans le procédé LPIM (qui est significativement différent de celui observé dans le HPIM conventionnel) ne pourrait pas être correctement pris en compte dans le modèle numérique. Étant donné que ce travail représente, à la connaissance des auteurs, la première validation expérimentale de la pression simulée en variant le débit d'injection pour le LPIM, des travaux futurs traitant de ce problème sont donc nécessaires pour prédire avec précision la pression numérique de la cavité du moule pour les mélanges LPIM.

RECOMMANDATIONS

Suite aux résultats présentés précédemment, on comprend davantage le comportement d'un mélange à faible viscosité lors du procédé d'injection de poudres métalliques à basse pression. Certaines pistes de réflexion ont émergé pendant ce projet. Voici donc quelques recommandations pour de futurs travaux de recherche :

- Une variation de la température du moule a été observée lors des injections en laboratoire, alors que le module PIM de Moldflow ne tient pas compte de cette variation pouvant influencer la pression dans la cavité du moule. Il serait donc recommandé de mesurer la pression lors de l'injection dans un moule à température contrôlée par conduits internes pour comparer à nouveau les résultats avec la simulation.
- Dans le but d'améliorer davantage la compréhension de l'effet des paramètres d'injection sur la qualité des pièces à vert, il serait recommandé d'étudier le lien entre la pression développée dans la cavité d'un moule et d'autres indicateurs de qualité des pièces, tel que la précision et la stabilité dimensionnelle, la masse volumique et la résistance en flexion des pièces complexes à vert.
- Des bulles étaient toujours présentes dans les pièces à vert injectées en laboratoire malgré les améliorations faites au niveau de l'étanchéité du système. Il serait important d'examiner ce problème afin d'éliminer complètement les bulles.
- Comme il y a toujours un écart entre les mesures de pression expérimentales et simulées avec le module PIM de Moldflow pour certaines conditions, il serait intéressant d'étudier davantage d'autres modules dans Moldflow et/ou d'autres logiciels de simulation pour comparer les résultats.

LISTE DE RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- AHPSeals. (2022). Spring-loaded single-lip oil seal. Repéré à <https://ahpseals.com/product/a/>
- artisanTG. (2022). Perkin Elmer Pyris 1 DSC Differential Scanning Calorimeter. Repéré à <https://www.artisanTG.com/Scientific/94105-1/Perkin-Elmer-Pyris-1-DSC-Differential-Scanning-Calorimeter>
- Askari, A., & Momeni, V. (2021). Rheological investigation and injection optimization of Fe–2Ni–2Cu feedstock for metal injection molding process. *Mater. Chem. Phys.*, 271, 1-10. doi: 10.1016/j.matchemphys.2021.124926
- ASTM. (2011). *E1269-11: Standard Test Method for Determining Specific Heat Capacity by Differential Scanning Calorimetry*. West Conshohocken, PA: ASTM International.
- ASTM. (2015). *D3418–15: Standard Test Method for Transition Temperatures and Enthalpies of Fusion and Crystallization of Polymers by Differential Scanning Calorimetry*. West Conshohocken, PA: ASTM International.
- ASTM. (2016). *B923–16: Standard Test Method for Metal Powder Skeletal Density by Helium or Nitrogen Pycnometry*. West Conshohocken, PA: ASTM International.
- ASTM. (2017). *D5930-17: Standard Test Method for Thermal Conductivity of Plastics by Means of a Transient Line-Source Technique*. West Conshohocken, PA: ASTM International.
- Atre, S. V., Park, S. J., Zauner, R., & German, R. M. (2007). Process simulation of powder injection moulding: identification of significant parameters during mould filling phase. *Powder Metall.*, 50(1), 76-85. doi: 10.1179/174329007x185607
- Azzouni, M. (2020). *Simulation numérique et validation expérimentale de la phase d'injection de poudres métalliques à basse pression*.
- Azzouni, M., Demers, V., & Dufresne, L. (2021). Mold filling simulation and experimental investigation of metallic feedstock used in low-pressure powder injection molding. *Int. J. of Mat. Forming*, 14(5), 961-972. doi: 10.1007/s12289-021-01612-0
- Banerjee, S., & Joens, C. J. (2012). Debinding and sintering of metal injection molding (MIM) components. Dans *Handbook of Metal Injection Molding* (pp. 133-180). doi: 10.1533/9780857096234.1.133

- Ben Trad, M. A., Demers, V., Côté, R., Sardarian, M., & Dufresne, L. (2020). Numerical simulation and experimental investigation of mold filling and segregation in low-pressure powder injection molding of metallic feedstock. *Adv. Powder. Technol.*, 31(3), 1349-1358. doi: 10.1016/j.appt.2020.01.018
- 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. *J. of Mat. Eng. and Perfo.*, 28(9), 5551-5562. doi: 10.1007/s11665-019-04276-9
- Çetinel, F. A., Bauer, W., Knitter, R., & Haußelt, J. (2011). Factors affecting strength and shape retention of zirconia micro bending bars during thermal debinding. *Ceram. Int.*, 37(7), 2809-2820. doi: 10.1016/j.ceramint.2011.04.076
- Chang, I., & Zhao, Y. (2013). *Advances in powder metallurgy: properties, processing and applications*. Woodhead Publishing.
- Costa, C. A., & Pasquali, F. M. (2014, September 10, 2014 - September 12, 2014). *Application of rapid tooling and rapid prototyping in low pressure injection molding process of ceramic parts* présentée à International Conference on Polymers and Moulds Innovations – PMI2014, , Guimaraes, Portugal.
- Côté, R., Azzouni, M., & Demers, V. (2021). Impact of binder constituents on the moldability of titanium-based feedstocks used in low-pressure powder injection molding. *Powder Technol.*, 381, 255-268. doi: 10.1016/j.powtec.2020.12.008
- Côté, R., Azzouni, M., Ghanmi, O., Kapoor, S., & Demers, V. (2021). Impact of rheological model on numerical simulation of low-pressure powder injection moulding. *Powder Metall.*, 64(1), 8-16. doi: 10.1080/00325899.2020.1852492
- CustomPartNet. (2022). Metal injection molding. Repéré à <https://www.custompartnet.com/wu/metal-injection-molding>
- Demers, V. (2019). Low-pressure powder injection moulding review: enabling cost effective low and high volume PIM production. *Powder Inject. Mould. Int.*, 13(2), 53-63.
- Demers, V. (2021). Review of Low-Pressure Powder Injection Molding Process. *Powder Metall.*, 109-130.
- Demers, V., Fareh, F., Turenne, S., Demarquette, N. R., & Scalzo, O. (2018). Experimental study on moldability and segregation of Inconel 718 feedstocks used in low-pressure powder injection molding. *Adv. Powder. Technol.*, 29(1), 180-190. doi: 10.1016/j.appt.2017.10.025

- Enneti, R. K., Onbattuvelli, V. P., & Atre, S. V. (2012). Powder binder formulation and compound manufacture in metal injection molding (MIM). Dans *Handbook of Metal Injection Molding* (pp. 64-92). doi: 10.1533/9780857096234.1.64
- Famaengineering. (2022). Pressure Sensor 25Y Series. Repéré à <https://www.famaengineering.com/en/products-catalog/pressure-en/sensors/25y-series/>
- Fareh, F., Demers, V., Demarquette, N. R., Turenne, S., & Scalzo, O. (2016). Molding Properties of Inconel 718 Feedstocks Used in Low-Pressure Powder Injection Molding. *Adv. in Mat. Eng. and Sci.*, 2016, 1-7. doi: 10.1155/2016/7078045
- G. Lamarre, S. (2016). *Conception, fabrication et validation d'une presse à injection basse pression pour le procédé des poudres métalliques* (ETS).
- German, R., & Bose, A. (1997). *Injection molding of metals ceramics*. Princeton, New Jersey: Metal Powder Industries Federation.
- Ghanmi, O., & Demers, V. (2021). Molding properties of titanium-based feedstock used in low-pressure powder injection molding. *Powder Technology*, 379, 515-525. doi: 10.1016/j.powtec.2020.10.068
- Goncalves, A. C. (2001). Metallic powder injection molding using low pressure. *J. Mater. Process. Technol.*, 118, 193-198.
- González-Gutiérrez, J., Stringari, G. B., & Emri, I. (2012). Powder injection molding of metal and ceramic parts. Dans J. Wang (Éd.), *Some Critical Issues for Injection Molding* (pp. 65-88). IntechOpen
- Gteek. (2022). EPDM X-rings. Repéré à <https://www.gteek.com/epdm-x-rings>
- Heaney, D. F. (2019). *Handbook of metal injection molding* (2nd éd.). Woodhead Publishing, .
- Heaney, D. F., & Greene, C. D. (2019). Molding of components in metal injection molding (MIM). Dans *Handbook of Metal Injection Molding* (pp. 105-127). doi: 10.1016/b978-0-08-102152-1.00008-8
- Huang, M. S., & Hsu, H. C. (2011). Influence of injection moulding and sintering parameters on properties of 316L MIM compact. *Powder Metall.*, 54(3), 299-307. doi: 10.1179/003258909x12502679013819
- Ilinca, F., Héту, J.-F., Derdoufu, A., & Stevenson, J. (2002). Metal injection molding: 3D modeling of nonisothermal filling. *Polymer Eng. & Sci.*, 42(4), 760-770.

- KronTechnologies. (2022). Chronos 2.1-HD high speed camera. Repéré à <https://www.krontech.ca/product/chronos-2-1-hd-high-speed-camera>
- Lamarre, S. G., Demers, V., & Chatelain, J.-F. (2017). Low-pressure powder injection molding using an innovative injection press concept. *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, 91(5-8), 2595-2605. doi: 10.1007/s00170-016-9889-1
- Lamarre, S. G., Demers, V., & Chatelain, J.-F. (2021). *Brevet. USA Patent* (Patent No. 10,919,092).
- Li, R., Shi, Y., Wang, Z., Wang, L., Liu, J., & Jiang, W. (2010). Densification behavior of gas and water atomized 316L stainless steel powder during selective laser melting. *Appl. Surface Sci.*, 256(13), 4350-4356. doi: 10.1016/j.apsusc.2010.02.030
- Liu, Y.-j., Li, X.-g., Huang, Y.-g., Wei, S.-s., & Zeng, G.-s. (2008). Comparison of rheological analytic model with numerical simulation in powder injection molding filling process. *J. Cent. South Univ. Technol.*, (15(s1)), 51-56. doi: 10.1007/s11771-008-313-3
- Lobo, H. (2019). Characterization of feedstock in metal injection molding (MIM). Dans *Handbook of Metal Injection Molding* (pp. 205-217). doi: 10.1016/b978-0-08-102152-1.00012-x
- M. Amin, S. Y., Muhamad, N., & Jamaludin, K. R. (2013). Optimization of Injection Molding Parameters for WC-Co Feedstocks. *J. Teknol.*, 63(1), 51-54. doi: 10.11113/jt.v63.1454
- Malkin, A. I., & Isayev, A. I. (2022). *Rheology : concepts, methods, and applications* (Fourth éd.). ChemTec Publishing
- Mangels, J. A., & Williams, R. M. (1983). Injection Molding Ceramics to High Green Densities. *Am. Ceram. Soc. Bull.*, 62(5), 601-606.
- Mangels John, A. (1994). Low-pressure injection molding. *Am. Ceram. Soc. Bull.*, 73(5), 37-41.
- Medvedovski, E., & Peltsman, M. (2013). Low pressure injection moulding mass production technology of complex shape advanced ceramic components. *Adv. Appl. Ceram.*, 111(5-6), 333-344. doi: 10.1179/1743676112y.00000000025
- micromeritics. (2022). AccuPyc II. Repéré à <https://www.micromeritics.com/accupyc-ii/>
- Muangwaeng, B., Rojananan, S., & Rojananan, S. (2013). The Effect of Injection Parameters on Morphology in Metal Injection Moulding. *Adv. Mater. Res.*, 802, 174-178. doi: 10.4028/www.scientific.net/AMR.802.174

- News-medical. (2022). LS 13 320 Laser Diffraction Particle Size Analyzers from Beckman. Repéré à <https://www.news-medical.net/LS-13-320-SW-Laser-Diffraction-Particle-Size-Analyzers-from-Beckman>
- Ni, J., Yu, M., & Han, K. (2018). Debinding and Sintering of an Injection-Moulded Hypereutectic Al(-)Si Alloy. *Materials*, 11(5). doi: 10.3390/ma11050807
- Parker. (2018). *Parker O-Ring Handbook ORD 5700*. Cleveland, OH: Parker Hannifin Corporation.
- Peltsman, M. I., & Peltsman, I. D. (1983). *Brevet*. Patent US 4416603.
- Piotter, V., Bauer, W., Knitter, R., Mueller, M., Mueller, T., & Plewa, K. (2011). Powder injection moulding of metallic and ceramic micro parts. *Microsyst. Technol.*, 17(2), 251-263. doi: 10.1007/s00542-011-1274-2
- Poh, L., Della, C., Ying, S., Goh, C., & Li, Y. (2018). Powder distribution on powder injection moulding of ceramic green compacts using thermogravimetric analysis and differential scanning calorimetry. *Powder Technol.*, 328, 256-263. doi: 10.1016/j.powtec.2017.12.078
- Pompe, R., & Brandt, J. (2001). Goceram's MEDPIMOULD technology offers cost-effective PIM production. *Met. Powder Rep.*, 56, 14-17.
- Quevedo Nogueira, R. E. F., Bezerra, A. C., dos Santos, F. C., Sousa, M. R. d., & Acchar, W. (2001). Low-Pressure Injection Molding of Alumina Ceramics Using a Carnauba Wax Binder: Preliminary Results. *Key Eng. Mater.*, 189-191, 67-72. doi: 10.4028/www.scientific.net/KEM.189-191.67
- Sardarian, M., Mirzaee, O., & Habibolahzadeh, A. (2017a). Influence of injection temperature and pressure on the properties of alumina parts fabricated by low pressure injection molding (LPIM). *Ceram. Int.*, 43(6), 4785-4793. doi: 10.1016/j.ceramint.2016.11.208
- Sardarian, M., Mirzaee, O., & Habibolahzadeh, A. (2017b). Mold filling simulation of low pressure injection molding (LPIM) of alumina: Effect of temperature and pressure. *Ceram. Int.*, 43(1), 28-34. doi: 10.1016/j.ceramint.2016.07.224
- Sardarian, M., Mirzaee, O., & Habibolahzadeh, A. (2017c). Numerical simulation and experimental investigation on jetting phenomenon in low pressure injection molding (LPIM) of alumina. *J. Mater. Process. Technol.*, 243, 374-380. doi: 10.1016/j.jmatprotec.2016.12.014
- SEMservice. (2022). Hitachi S-3600N. Repéré à <http://www.semservice.com/hitachi-s-3600n/>

- Sugino. (2022). Usinage par atomisation d'eau. Repéré à <https://www.sugino.com/site/water-atomization-equipment-f/>
- Sulong, A. B., Muhamad, N., Arifin, A., & Yong, K. B. (2012). Optimizing injection parameter of metal injection molding processes using the feedstock of 16 μm stainless steel powder (SS316L), PEG, PMMA and stearic acid. *J. Appl. Sci. Res.*, 8(6), 2998-3003.
- Thornagel, M., Schwittay, V., & Hartmann, G. (2014, September 21, 2014 - September 24, 2014). *Powder-binder segregation: PIM-simulation at breakthrough* présentée à Euro PM 2014 International Conference and Exhibition, Salzburg, Austria.
- Walcher, H., Knöpfle, C., & Maetzig, M. (2016). *Influence of Process Parameter on the Quality of MIM Parts* présentée à European Congress and Exhibition on Powder Metallurgy, Shrewsbury, England.
- Yang, S., Zhang, R., & Qu, X. (2015). Optimization and evaluation of metal injection molding by using X-ray tomography. *Mater. Charact.*, 104, 107-115. doi: 10.1016/j.matchar.2015.04.014
- Zampieron, J. V., Soares, J. P., Mathias, F., Rossi, J. L., & Ambrozio Filho, F. (2001). Low Pressure Powder Injection Moulding of Stainless Steel Powders. *Key Eng. Mater.*, 189-191, 610-615. doi: 10.4028/www.scientific.net/KEM.189-191.610