

Influence du vacuum dans la cavité d'un moule sur les  
porosités dans les mélanges utilisés en moulage par injection  
des poudres métalliques

par

Marianne COUTU

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

MONTRÉAL, LE 15 FÉVRIER 2023

ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE  
UNIVERSITÉ DU QUÉBEC



Marianne Coutu, 2022



Marianne Coutu

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. Antoine Tahan, président du jury  
Département de génie mécanique à l'École de technologie supérieure

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

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

LE 25 JANVIER 2023

À L'ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE



## **REMERCIEMENTS**

Je tiens à remercier le professeur Vincent Demers pour sa grande disponibilité et son support. Son implication dans ce projet de même que son expertise dans le domaine m'ont grandement aidé. J'aimerais aussi remercier mes collègues Francis Arès et Raphaël Côté pour leur soutien technique avec l'équipement de laboratoire de l'ÉTS. Je remercie également les techniciens et les opérateurs de Pratt & Whitney Canada pour leur aide avec certaines manipulations de ce projet. Finalement, un remerciement particulier pour ma famille et mes amis qui m'ont supporté et encouragé tout au long de mes études.



# **Influence du vacuum dans la cavité d'un moule sur les porosités dans les mélanges utilisés en moulage par injection des poudres métalliques**

Marianne COUTU

## **RÉSUMÉ**

Le moulage par injection de poudre métallique (MIM) est un procédé de mise en forme réalisé par quatre étapes. D'abord, les poudres métalliques sont mélangées avec un liant. Ce mélange est ensuite injecté dans un moule pour lui donner la forme désirée. Les deux dernières étapes consistent à retirer le liant puis à densifier la pièce par frittage de la poudre. L'injection peut entraîner des défauts qui ne seront pas corrigibles aux étapes subséquentes. Un défaut très commun est la présence de bulles, ou de porosités, dans la pièce injectée. Ces porosités, toujours présentes dans les pièces finales, impactent négativement les propriétés mécaniques de la pièce. L'utilisation d'un vacuum dans le moule avant et durant l'injection est explorée dans ce projet dans le but de retirer l'air qui permettrait de former les porosités. Ce procédé est basé sur un procédé similaire utilisé en micromoulage par injection de polymère et moulage métallique sous haute pression, mais qui n'a jamais été documenté en MIM. Une presse d'injection a été adaptée et un moule sous vide a été conçu et fabriqué. Les expériences ont été entreprises avec un mélange non dégazé pour mieux comprendre les phénomènes en jeu. Une zone affectée par le vacuum est visible dans les pièces. Sa forme et sa position varient en fonction de la taille de moule. Cette zone est causée par le gonflement des bulles sous l'absence de pression. Pour un mélange non dégazé, une séquence optimale, qui consiste à injecter une certaine proportion de la pièce à pression atmosphérique et de terminer ensuite l'injection sous vide, permet d'éliminer la majorité des bulles. Pour un mélange standard dégazé, l'utilisation du vacuum a permis d'éliminer pratiquement toutes les porosités plus grandes que 2.5 mm et a permis de réduire la quantité totale de porosités de 48% par rapport au procédé standard.

**Mots-clés :** Moulage par injection de poudre métallique (MIM), vacuum, porosité



# **Influence of the vacuum applied in the cavity of a mold on the porosities present in the feedstocks used in injection molding of metal powders**

Marianne COUTU

## **ABSTRACT**

Metal injection molding (MIM) is a four-step forming process. First, the metal powders are mixed with a binder. This mixture is then injected into a mold to give it the desired shape. The last two steps consist of removing the binder and then densifying the part by sintering of the powder. The injection can lead to defects that cannot be corrected in subsequent steps. One of the most common defects is the presence of bubbles or porosities in the injected part. These porosities, always present in the final parts, have a negative impact on the mechanical properties of the part. The use of a vacuum in the mold before and throughout the injection is explored in this project in order to remove the air that would allow the formation of porosities. This process is based on a similar one used in micro injection molding of polymers and high pressure die casting of metals, but which has never been documented in MIM. To do this, an injection press was adapted, and a vacuum mold was designed and manufactured. The experiments were undertaken with a non-degassed mixture to better understand the phenomena. A vacuum affected area is visible in the parts. Its shape and its position vary depending on the mold size. This area is caused by the swelling of the bubbles under the absence of pressure. For a non-degassed mixture, an optimal sequence which consists of injecting a certain proportion of the part at atmospheric pressure and then finish the injection under vacuum eliminates a large majority of the bubbles. For a standard degassed mixture, the use of vacuum eliminated all porosities greater than 2.5 mm and reduced the total number of porosities by 48% compared to the standard process.

**Keywords:** Metal powder injection molding (MIM), vacuum, porosity



## TABLE DES MATIÈRES

INTRODUCTION .....	1
CHAPITRE 1 REVUE DE LITTÉRATURE .....	3
1.1 Contexte du projet.....	3
1.2 Description du procédé MIM.....	3
1.2.1 Caractéristiques du mélange .....	5
1.2.2 Étape de l'injection .....	7
1.2.3 Étape du déliantage.....	10
1.2.4 Étape du frittage.....	11
1.3 Formation de bulles et solution actuelles.....	13
1.4 Solutions existantes pour éliminer les bulles d'air à l'aide d'un vacuum.....	19
1.4.1 Micromoulage par injection.....	19
1.4.2 Moulage sous pression.....	25
1.5 Méthode permettant d'appliquer le vide dans un moule.....	29
1.5.1 Moules avec valves.....	29
1.5.2 Moules à cavité isolée.....	30
CHAPITRE 2 Problématique et objectifs.....	33
2.1 Problématique .....	33
2.2 Objectifs.....	34
CHAPITRE 3 Méthodologie.....	35
3.1 Préparation du mélange.....	35
3.2 Injection .....	37
3.2.1 Presse à injection.....	37
3.2.2 Moule et pièces .....	38
3.2.3 Adaptation du système de vacuum .....	41
3.3 Injections préliminaires (criblage) et plan d'essais.....	43
CHAPITRE 4 Résultats .....	47
4.1 Effet du vacuum sur le mélange poudre-liant.....	47
4.2 Effet du niveau de vide sur la ZAV .....	49
4.3 Effet de la taille des pièces injectées sur la ZAV.....	51
4.4 Effet du temps d'application du vide sur la ZAV.....	53
4.5 Ajout d'une zone tampon.....	55
4.6 Effet de la quantité de bulles dans le mélange sur la ZAV.....	57
4.7 Injections avec des séquences complexes.....	59
CHAPITRE 5 Discussions.....	61
5.1 Analyse de la ZAV et des porosités.....	61
5.2 Séquence complexe d'injection .....	63
5.3 Effet du vacuum sur les porosités d'un mélange standard.....	64

CONCLUSION .....	69
ANNEXE I Effet du temps de mélange sur les bulles .....	71
ANNEXE II Dessins de détail du moule sous vide .....	73
ANNEXE III Autres expériences effectuées .....	79
ANNEXE IV Séquences d'injections complexes .....	81
LISTE DE RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....	83

## LISTE DES TABLEAUX

	Page
Tableau 3.1	Constituants du mélange utilisé pour l'injection .....36
Tableau 3.2	Plan de tests proposé .....46



## LISTE DES FIGURES

		Page
Figure 1.1	Déclinaisons du moulage par injection des poudres .....	4
Figure 1.2	Effet de la fraction volumique critique sur (a) la masse volumique et illustration du mélange poudre-liant lorsqu'il y a (b) peu de poudre, (c) une quantité optimale de poudre et (d) trop de poudre.....	6
Figure 1.3	Différents mécanismes pour l'injection du mélange dans le moule (a) par vis et (b) par piston .....	9
Figure 1.4	Défauts causés par le déliantage sur une pièce en alumine (a) fissure et (b) cloques Adapté de Randall M. German et Bose (2020) .....	11
Figure 1.5	Schémas des étapes du frittage (a), repositionnement de la poudre, (b) liaison des poudres, (c) formation de joints interparticulaires et grossissement des liaisons et (d) fermeture des porosités et création des joints de grains.....	12
Figure 1.6	(a) Schéma d'initiation et propagation de fissure à travers des porosités et (b) fissure ayant initié dans un large défaut et propagé à travers des porosités .....	13
Figure 1.7	Effet de la quantité de porosités sur les propriétés mécaniques monotones pour une pièce MIM en acier inoxydable grade 316L .....	14
Figure 1.8	Disque d'alumine produite par CIM (a) quart de la pièce comportant des défauts sur la surface extérieure et (b) vue de coupe A-A du disque avec des porosités .....	15
Figure 1.9	Pièce en alumine produite par le procédé CIM basse pression montrant une porosité importante sur les vues en coupe (a) transversale et (b) longitudinale .....	16
Figure 1.10	Effet des lignes de fusion sur le positionnement des porosités (a) schéma des différents défauts en lien avec les lignes de fusion et (b) vue de coupe d'une pièce d'alumine avec défauts submillimétriques visibles .....	17
Figure 1.11	Effet d'une contre-pression dans le moule pour réduire le phénomène de giclée et le nombre de porosités.....	17
Figure 1.12	Influence de (a) la température d'injection et (b) la pression d'injection sur la densité des pièces à vert .....	18

Figure 1.13	Pièce produite par $\mu$ IM avec détails en surface : (a) disque en polystyrène et (b) image MEB de l'insert métallique servant à faire la pièce .....20
Figure 1.14	Schématisation du phénomène de remplissage incomplet des détails microscopiques en surface d'une pièce $\mu$ IM causés par la formation trop rapide de la peau externe (effet d'hésitation) .....21
Figure 1.15	Représentation schématique du déplacement d'air dans un moule en (a) début d'injection et en (b) fin d'injection .....22
Figure 1.16	Représentation schématique du ratio de transfert .....23
Figure 1.17	Comparaison d'un résultat négatif et d'un résultat positif de l'effet de l'injection sous-vide sur le ratio de transfert .....24
Figure 1.18	Température maximale du polymère lors de l'injection en fonction de (a) l'application d'un vacuum et (b) la vitesse d'injection et la température du moule .....25
Figure 1.19	Pièce d'aluminium pur coulé (a) tel quel, (b) pressée et (c) pressé avec vacuum dans le moule.....27
Figure 1.20	Pièce HPDC en aluminium comportant des porosités .....28
Figure 1.21	Effet du niveau de vide dans le moule sur la quantité de porosité dans une pièce en aluminium (Al-9Si-3Cu-Fe).....29
Figure 1.22	Remplacement de valve pour le VPDC .....30
Figure 1.23	Moule sous vide (a) en position ouverte et (b) représentation schématique du système de vacuum .....31
Figure 1.24	Photo d'un moule à cavité isolée .....32
Figure 3.1	(a) Observation MEB de la poudre utilisée dans ce projet et (b) granulométrie de la poudre .....36
Figure 3.2	Vue de coupe du réservoir de la presse à injection.....37
Figure 3.3	Presse à injection MIM (a) photo du montage et (b) schéma explicatif....38
Figure 3.4	Schéma fonctionnel du moule sous-vide (a) vue explosée de composantes, (b) chemin de l'air vers le vacuum, (c) et (d) vues de coupe du moule avec la pièce .....40

Figure 3.5	Représentation schématique du système de vacuum (a) d'origine et (b) après modification pour le moule et (c) photo du montage modifié sur la presse.....	42
Figure 3.6	(a) vue isométrique de la pièce injectée, et résultat préliminaire d'une injection dans le moule sous vide montrant les vues de (b) dessus et (c) dessous (zone 1 : partie poreuse en bout de pièces ; zone 2 : partie centrale avec défauts en surface ; zone 3 : point d'injection poreux) .....	44
Figure 3.7	Séquence d'injection complexe.....	46
Figure 4.1	(a) Mélange avec bulles à pression atmosphérique, (b) mélange avec bulles sous vide, (c) mélange dégazé à pression atmosphérique et (d) mélange dégazé sous vide.....	48
Figure 4.2	État des trois liants polymériques non dégazés lors d'une mise sous vide : (a) cire de paraffine, (b) acide stérique et (c) éthylène-acétate de vinyle.....	49
Figure 4.3	Schéma en vue de coupe du moule et du cylindre avant l'injection (a) à pression atmosphérique et (b) après l'application du vacuum.....	50
Figure 4.4	Taille de la ZAV en fonction du niveau de vide dans le moule.....	50
Figure 4.5	Photos et rayons X de pièces injectées sous des niveaux de vacuum.....	51
Figure 4.6	Résultats des injections partielles et complètes montrant la ZAV pour différentes dimensions de pièces .....	53
Figure 4.7	Photos et rayons X de demi-injections avec un délai entre l'application du vacuum et l'injection.....	55
Figure 4.8	Schéma en vue de coupe du moule et du cylindre (a) en condition standard et (b) avec l'ajout d'une zone tampon .....	56
Figure 4.9	Photos et rayons X de pièces injectées avec une zone tampon chaude .....	57
Figure 4.10	ZAV seulement après différents temps de dégazage .....	58
Figure 4.11	Schéma montrant la longueur du cylindre contenant le mélange dans le piston.....	58
Figure 4.12	ZAV seulement pour différentes longueurs de cylindre .....	59
Figure 4.13	Photos et rayons X des injections avec séquence complexe.....	60
Figure 5.1	Concentration des bulles au centre de la pièce .....	61

## XVIII

Figure 5.2	Déplacement des bulles en zigzag .....	62
Figure 5.3	Chemin de trainée des porosités .....	62
Figure 5.4	Concentration des bulles en bout de pièce .....	63
Figure 5.5	Positionnement et déplacement des bulles dans le mélange pour les 4 étapes de l'injection complexe (a) l'injection à pression atmosphérique, (b) l'activation du vacuum, (c) l'injection sous vide et (d) la pièce finale.....	64
Figure 5.6	Fréquence des porosités en fonction de la taille pour 50 pièces injectées avec et sans vacuum.....	66
Figure 5.7	Taux d'acceptation des lots avec et sans vacuum en fonction de la plus grande porosité acceptable.....	67

## LISTE DES ABRÉVIATIONS, SIGLES ET ACRONYMES

μIM	Micromoulage par injection ( <i>Micro Injection Molding</i> )
CIM	Moulage par injection de poudre de céramique ( <i>Ceramic Injection Molding</i> )
CRSNG-RDC	Subvention de recherche et développement coopérative du Conseil de recherches en sciences naturelles et en génie du Canada
DSC	Analyse de calorimétrie différentielle à balayage ( <i>Differential Scanning Calorimetry</i> )
ÉTS	École de technologie supérieure
EVA	Éthylène-acétate de vinyle ( <i>Ethylene Vinyl Acetate</i> )
HIP	Pressage isostatique à chaude ( <i>Hot Isostatic Pressing</i> )
HPDV	Moulage sous pression ( <i>High-Pressure Die Casting</i> )
LP-MIM	Moulage par injection de poudre métallique basse pression ( <i>Low-Pressure Powder Injection Modling</i> )
MEB	Microscope électronique à balayage
MIM	Moulage par injection de poudre métallique ( <i>Metal Injection Molding</i> )
P&WC	Pratt & Whitney Canada
PIM	Moulage par injection de poudre ( <i>Powder Injection Molding</i> )
PW	Cire de paraffine ( <i>Paraffin Wax</i> )
SA	Acide stéarique ( <i>Stearic Acid</i> )
VPDC	Moulage sous pression avec vacuum ( <i>Vacuum High-Pressure Die Casting</i> )
ZAV	Zone affectée par le vacuum



## LISTE DES SYMBOLES ET UNITÉS DE MESURE

$T_{me}$	Température du mélange (°C)
$T_i$	Température d'injection (°C)
$T_m$	Température du moule (°C)
$V_i$	Vitesse d'injection (mm/s)
$T_g$	Température de transition vitreuse (°C)
$D_m$	Longueur du détail sur la pièce ( $\mu\text{m}$ )
$D_0$	Longueur du détail dans le moule ( $\mu\text{m}$ )
$TR$	Ratio de transfert
$D_{50}$	Taille des particules au 50e rang centile ( $\mu\text{m}$ )



## INTRODUCTION

Le moulage par injection des poudres métalliques (ou en anglais *Metal Injection Molding*, *MIM*) permet de fabriquer des pièces à forte valeur ajoutée qui sont difficiles ou coûteuses à produire par les procédés de mise en forme traditionnelle. Le procédé MIM est utilisé depuis plusieurs années dans les domaines de pointes comme l'aérospatiale. Il se divise en quatre étapes. Premièrement, la préparation du mélange consiste à mélanger une poudre métallique avec un liant polymérique fondu. Deuxièmement, ce mélange à l'état fondu est injecté dans un moule pour générer la géométrie de la pièce. Troisièmement, le procédé de déliantage permet de retirer le liant ne laissant presque qu'exclusivement la poudre pour former une pièce fragile. Notons ainsi que le liant polymérique sert de médias de transport de la poudre métallique, mais que ce dernier n'est pas présent dans la pièce finale. Quatrièmement, le procédé de frittage permet une densification de la pièce pour refermer l'espace présent entre les poudres et produire une pièce métallique dense à plus de 95 % de la densité théorique. Si des défauts sont créés à l'étape d'injection, celles-ci ne seront pas corrigées par les étapes de déliantage et de frittage. Pour cette raison, il est important d'adresser le problème à la source et d'éliminer les défauts causés par l'injection. Une solution envisageable pour réduire les bulles dans la pièce injectée est d'appliquer un vacuum dans le moule, une option utilisée en moulage à haute pression et en micro-injection de plastique, mais jamais étudié en MIM. Ce travail vise donc à investiguer l'effet d'un vacuum dans le moule pour réduire la quantité et la taille des porosités.

Le premier chapitre présente une revue de littérature de toutes les étapes du procédé MIM, de la formation des bulles lors de l'injection, des solutions qui existent pour retirer les bulles dans d'autres procédés puis les techniques employées pour produire un vide dans un moule lors d'une injection. Le second chapitre définit la problématique en plus des objectifs du projet. Le troisième chapitre décrit la méthodologie utilisée pour atteindre les objectifs. Le quatrième chapitre présente les résultats des analyses de toutes les expériences effectuées. Finalement, le cinquième chapitre présente une discussion sur l'ensemble des résultats et un retour sur la problématique initiale.



# CHAPITRE 1

## REVUE DE LITTÉRATURE

### 1.1 Contexte du projet

L'utilisation de pièces de formes complexes et de matériaux dispendieux ou difficiles à mettre en forme représente des défis auxquels les fabricants de moteurs d'avions font face. La compagnie Pratt & Whitney Canada (P&WC) cherche à réduire les coûts de fabrication de ses pièces sans compromis sur la qualité finale de ses assemblages. L'une des techniques utilisées est le procédé de fabrication par moulage par injection de poudres métalliques (ou en anglais *Metal Injection Molding, MIM*). Ce procédé permet de réduire les coûts d'outillage et possède un excellent ratio d'utilisation du matériau (connu aussi sous le nom ratio *buy-to-fly*). Bien que ce procédé soit mature et qu'il soit déjà utilisé depuis plusieurs années, il présente encore aujourd'hui plusieurs défis, dont un problème récurrent de présence de bulles d'air, ou de porosités, dans les pièces injectées qui se retrouvent dans les pièces métalliques finales. Dans le cadre d'un projet CRSNG-RDC comportant plusieurs volets, la compagnie P&WC a demandé à l'ÉTS de les épauler dans l'étude d'une nouvelle approche utilisant un vacuum dans la cavité d'un moule pendant la phase d'injection.

### 1.2 Description du procédé MIM

Le procédé MIM est une branche spécifique du moulage par injection des poudres (ou en anglais *Powder Injection Molding, PIM*) qui comprend l'injection de pièces métalliques et l'injection de pièces céramiques (en anglais *Ceramic Injection Molding, CIM*) illustrée à la Figure 1.1. L'injection de poudre de céramique a été mise en place dans les années 60 pour fabriquer des bougies d'allumage alors que les poudres métalliques ont commencé à être utilisées dans les années 1970. Dans les deux cas, ces procédés ont connu un succès industriel marqué dans les années 1990 (R.M. German, 2003). Aujourd'hui, environ 80 % des compagnies utilisant le PIM se spécialisent dans le procédé MIM (Heaney, 2019).

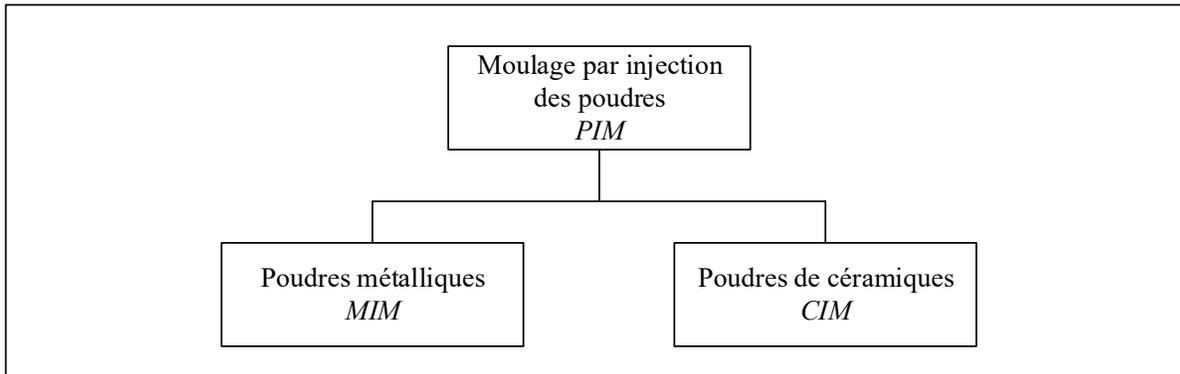


Figure 1.1 Déclinaisons du moulage par injection des poudres

L'avantage du procédé MIM est d'utiliser un procédé analogue à l'injection de plastique, mais pour fabriquer des pièces métalliques qui requièrent des propriétés mécaniques beaucoup plus élevées. Il permet la production de masse de pièces de forme complexe ou de détails qui nécessiterait des étapes supplémentaires dans d'autres procédés comme des filets, des détails de surface et même le numéro de pièce ou le logo de la compagnie (Randall M. German & Bose, 1997). Il est principalement utilisé sur des matériaux à haute performance, difficiles à mettre en forme par les procédés conventionnels, tels les aciers inoxydables, les superalliages ou les alliages de titane (R.M. German, 2003). D'autres métaux utilisés sont des aciers faiblement alliés, des aciers outils ou des alliages de cuivre. Le métal le plus communément utilisé est l'acier inoxydable avec près de 50 % du marché (Heaney, 2019).

Le MIM est généralement compétitif par rapport aux autres procédés de fabrication conventionnels lorsque ceux-ci atteignent leurs limites techniques. Par exemple, il permet une meilleure résistance mécanique que le moulage sous pression, un meilleur fini de surface que le moulage au sable et une meilleure complexité que la majorité des autres procédés conventionnels (excluant la fonderie) en plus d'être généralement moins dispendieux (Heaney, 2019). Le coût de fabrication est moindre, car il permet de réduire ou d'éviter les étapes d'usinage. De plus, il est possible de recycler les chemins de coulées et les pièces injectées contenant des défauts ce qui permet d'atteindre un ratio d'utilisation de matière près de 100 % (R.M. German, 2003).

Le procédé se divise en plusieurs étapes. D'abord, la poudre métallique est mélangée avec un liant pour former le mélange MIM. Ensuite, ce mélange est injecté dans la cavité d'un moule. Suite au démoulage, le liant est retiré par le processus de déliantage. Finalement, le frittage permet d'obtenir une pièce métallique dense. Les sections suivantes décrivent plus en détail ces quatre étapes.

### 1.2.1 Caractéristiques du mélange

Il existe une vaste possibilité de formulation pour le MIM. Dans tous les cas, le mélange (nommé en anglais *feedstock*) est fabriqué de poudre métallique en suspension dans un liant de polymère. Les caractéristiques du mélange sont définies par plusieurs éléments, dont le type de poudre, le liant, la fraction volumique et la qualité du mélange. Pour qu'il soit optimal, le mélange fondu doit être assez fluide pour s'injecter dans le moule, mais assez résistant à l'état solide pour maintenir sa forme pendant le démoulage. La fraction volumique est définie par le volume de poudre par rapport au volume total du mélange. Si celle-ci est trop élevée, le mélange devient très visqueux et difficile à injecter. Si elle est trop basse, il y a un risque de déformation importante pendant les étapes de déliantage et frittage dû au rétrécissement important (Randall M. German & Bose, 1997). Cette proportion de poudre doit se trouver au-dessus de 50 % pour permettre le déliantage et le frittage (R.M. German, 2003), mais en dessous d'une valeur critique à ne pas dépasser. À la Figure 1.2a, la densité du mélange est mesurée avec différentes fractions volumiques. La Figure 1.2b-d représente schématiquement la distribution du mélange pour trois situations différentes. D'abord pour un mélange possédant trop de liant, la masse volumique mesurée est équivalente à la masse volumique théorique et les poudres ont très peu de contacts entre elles (Figure 1.2b). En ajoutant la poudre, la masse volumique du mélange augmente de manière linéaire comme indiqué par la droite théorique et schématisée par la section 1 de la Figure 1.2a. Cependant, à partir d'une certaine concentration, la masse volumique mesurée se détache de la masse volumique théorique (section 2 de la Figure 1.2a). Cette concentration est la fraction volumique critique où les poudres ont beaucoup de contact entre elles et le liant est présent de manière uniforme (Figure 1.2c). Toute augmentation de la quantité de poudre au-dessus de ce point fait en sorte que le liant n'est plus

en mesure de faire le lien entre les poudres, des vides se forment entre celles-ci (illustré sur la Figure 1.2d) et la masse volumique est donc plus basse que sa valeur théorique (section 3 de la Figure 1.2a). La fraction critique varie d'un mélange à l'autre et dépend de la géométrie de la poudre, de sa taille et de la distribution de celle-ci. La fraction volumique utilisée (aussi nommé la fraction volumique maximale) se trouve généralement un peu en dessous de la fraction critique (Randall M. German & Bose, 1997).

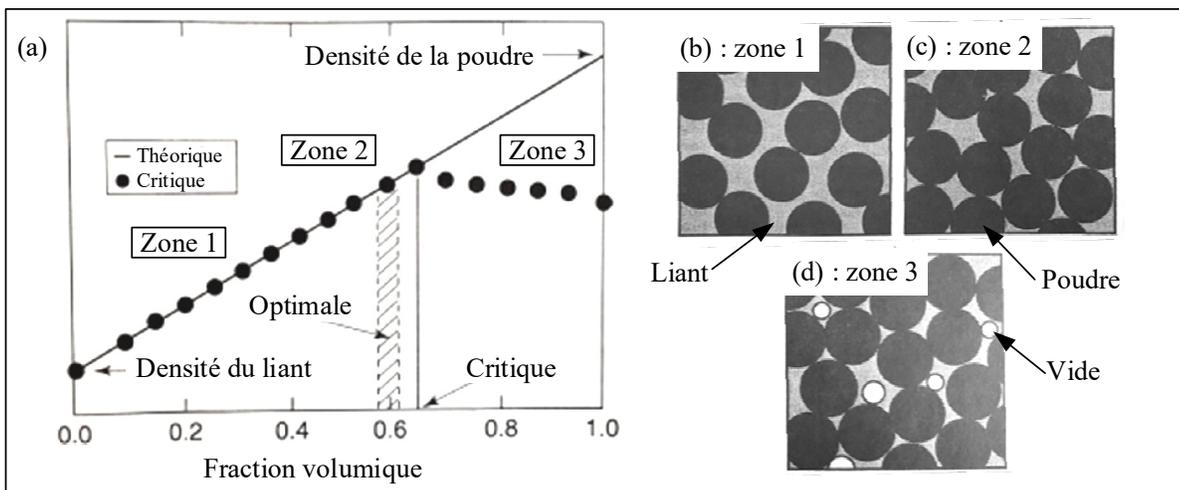


Figure 1.2 Effet de la fraction volumique critique sur (a) la masse volumique et illustration du mélange poudre-liant lorsqu'il y a (b) peu de poudre, (c) une quantité optimale de poudre et (d) trop de poudre

Adapté de Randall M. German et Bose (1997)

Le mélange se doit aussi d'être homogène pour éviter la création des défauts dans la pièce finale. Un mélange non homogène peut être causé par une séparation entre le liant et la poudre (ségrégation) ou l'agglomération de particules. L'inhomogénéité du mélange ou les porosités dans celui-ci peuvent entraîner des défauts dans la pièce qui ne peuvent pas être corrigés aux étapes subséquentes (Randall M. German & Bose, 1997). Le mélange permet d'enrober uniformément les poudres du liant, de mélanger les différents liants entre eux en plus de défaire les agglomérations et d'empêcher la ségrégation (Heaney, 2019).

La forme de la poudre est l'un des paramètres les plus importants. Une poudre sphérique permet une plus grande masse volumique et une viscosité plus faible, cependant, elle crée des pièces déliantées plus fragiles. Les poudres sphériques ont aussi l'avantage de ne pas s'orienter à l'injection ce qui aurait pour effet de former des pièces anisotropes (Randall M. German & Bose, 1997). La taille de la poudre utilisée en MIM est assez fine, typiquement le diamètre de celle-ci est inférieure à 22  $\mu\text{m}$ , mais il est possible d'utiliser des poudres jusqu'à 45  $\mu\text{m}$  (Heaney, 2019).

Le liant est un véhicule temporaire qui permet de déplacer la poudre dans le moule et de maintenir la poudre en place entre l'injection et le frittage. Ce liant ne doit pas être présent dans la pièce finale alors il doit être en mesure d'être retiré sans laisser de résidu. Idéalement, il est inerte en ce sens où il n'absorbe pas d'humidité, ne crée pas de vapeur, ne se dégrade pas à température d'injection, n'est pas toxique et n'interagit pas avec la poudre ou le moule. Il doit être facilement nettoyable et avoir une dilatation thermique minimale pour faciliter le déliantage. Le liant est généralement constitué de plusieurs polymères. La cire est le liant de base le plus commun dans l'industrie, on peut noter par exemple la cire de paraffine, la cire d'abeille ou la cire de carnauba. Il est largement utilisé pour ses diverses qualités comme son point de fusion bas, ces bonnes propriétés de mouillage, sa basse viscosité et sa faible dilatation thermique. Un surfactant peut être nécessaire pour aider à faire le lien entre la poudre et le liant. L'acide stéarique est un surfactant largement utilisé, qui aide aussi à réduire l'usure du moule (Randall M. German & Bose, 1997). Finalement, un polymère secondaire (appelé le squelette) est généralement utilisé pour maintenir la forme de la pièce entre les étapes de déliantage et frittage.

### **1.2.2 Étape de l'injection**

L'étape d'injection permet la mise en forme du mélange dans un moule. Le mélange est chauffé à une température ( $T_{me}$ ) au-delà du point de fusion du liant, mais bien en deçà de celui du métal. Le liant permet de lubrifier le moule et les poudre pour les transporter dans celui-ci.

Après son refroidissement, la pièce est solidifiée et est démoulée, elle se nomme pièce à vert (R.M. German, 2003).

Les paramètres d'injection exercent une grande influence sur la qualité de la pièce produite. Ils vont influencer la masse volumique de la pièce, le rétrécissement et la déformation de celle-ci (Heaney, 2019). La température d'injection ( $T_i$ ) et la température du moule ( $T_m$ ) doivent se trouver en dessous de la température de dégradation de tous les polymères du liant. Les températures varient donc en fonction du mélange et sont définies pour obtenir une viscosité idéale à l'injection, généralement autour de 100 Pa·s (Randall M. German & Bose, 1997). La température d'injection se trouve 10 à 20 °C au-dessus de la température de fusion du liant. Pour un liant à base de cire, la température du moule se situe entre 25 et 55 °C. Des températures trop basses entraînent des lignes d'écoulement, des porosités ou des pièces incomplètes alors qu'une température trop haute cause un rétrécissement à vert plus important, des fuites du mélange, une séparation du liant et de la poudre ou même la dégradation du liant (Heaney, 2019).

En MIM conventionnel, la pression d'injection varie de 2 à 60 MPa (R.M. German, 2003). Une pression trop importante peut entraîner une fuite de polymère à l'extérieur du moule, créant un défaut sur la surface de la pièce. Cette pression doit être maintenue jusqu'à ce que le point d'injection solidifie pour éviter tout retrait du matériau (Heaney, 2019). Il est possible d'utiliser une variante de MIM à basse pression (en anglais *Low-pressure Metal Injection Molding, LP-MIM*). Le mélange en LP-MIM possède une viscosité plus basse ce qui permet d'utiliser des pressions plus faibles, aussi basses que 0,3 MPa. Son principal avantage est qu'il n'utilise pas de vis pour acheminer le mélange dans le moule comme à la Figure 1.3a, il s'agit plutôt d'un piston qui pousse le mélange comme à la Figure 1.3b, ce qui a pour effet une machine plus simple. Le LP-MIM est idéal pour les pièces plus petites ou très grosses, car il permet de réduire les coûts (Randall M. German & Bose, 1997). Ce procédé à basse pression est utilisé par environ 15 % de l'industrie (R.M. German, 2003).

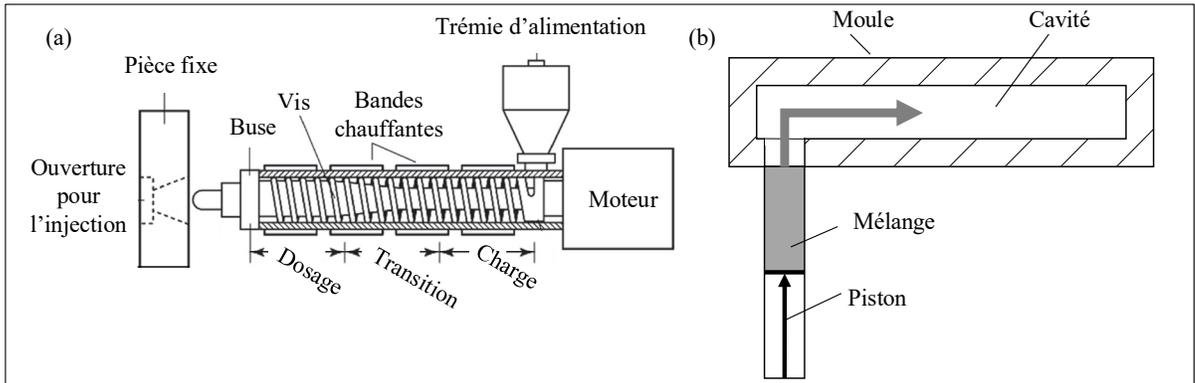


Figure 1.3 Différents mécanismes pour l'injection du mélange dans le moule (a) par vis et (b) par piston

Adapté de Heaney (2019)

Une vitesse d'injection ( $V_i$ ) trop basse permet au mélange de se solidifier trop tôt ce qui entraîne des lignes d'écoulement, des lignes de fusion ou des pièces incomplètes. Une vitesse trop élevée entraîne la séparation du liant et de la poudre et un giclage du mélange dans le moule.

Plusieurs défauts causés par le moulage sont détectables seulement aux étapes suivantes. Il est donc nécessaire d'optimiser et de contrôler tous les paramètres d'injection (Heaney, 2019).

Le moule assure plusieurs rôles dont la définition de la forme de la pièce et l'échange de chaleur entre le mélange chaud et la pièce et permet le démoulage de la pièce. Les moules utilisés en MIM sont similaires à ceux utilisés en moulage par injection de plastique, sauf que la cavité doit être significativement plus grande que la pièce finale pour compenser le rétrécissement lors du frittage et le rétrécissement à vert qui peut aller jusqu'à 1 % (Heaney, 2019). Tout comme en moulage par injection de polymère, des événements sont utilisés pour sortir l'air de la cavité pendant qu'elle se remplit du mélange. Celles-ci doivent être suffisamment grandes pour permettre à l'air de sortir, mais pas trop pour éviter le risque de fuite du mélange. Elles ont typiquement 0,015 mm de profondeur et 12 mm de largeur. Il est primordial de comprendre le déplacement du mélange à travers le moule pour optimiser le positionnement du point d'injection et des événements, sinon il y a risque de porosités ou de zones non remplies (Randall M. German & Bose, 1997). La pièce à vert est nettement plus fragile qu'une pièce de

polymère ce qui la rend plus difficile à démouler. Il est nécessaire d'attendre que le moule et la pièce soient refroidis avant de la démouler pour éviter de la déformer, mais si elle est trop froide, elle devient très fragile et difficile à démouler (Heaney, 2019).

### 1.2.3 Étape du déliantage

L'étape du déliantage permet de retirer le liant polymérique de la pièce. L'objectif est de dégrader le liant pour laisser principalement un réseau de poudre métallique produisant ainsi une pièce poreuse, nommée pièce à brun (R.M. German, 2003). Il existe trois types de déliantages. D'abord, le déliantage par solvant qui consiste à dissoudre le liant en plaçant la pièce dans un solvant. Ce solvant se trouve à une température pour laquelle le liant est sous phase liquide pour qu'il puisse se dissoudre dans le solvant. Les pièces sont séchées avant d'être placées au four pour le frittage. Ce séchage se fait souvent sous vide ou sous atmosphère contrôlée pour éviter d'exposer l'environnement aux vapeurs du solvant. Des exemples de solvants couramment utilisés sont l'hexane, des alcools ou de l'acétone. Ensuite, le déliantage thermique qui consiste à faire évaporer le liant à haute température. La pièce à vert est placée au four à une température permettant de faire évaporer les liants. Puisque chaque liant a une température de dégradation différente, le cycle de déliantage est formé de différents paliers avec une température spécifique pour chaque liant. Finalement, le déliantage catalytique où le liant est décomposé chimiquement dans le four sous l'acide nitrique. Ce dernier est le plus utilisé dans l'industrie, mais fonctionne seulement avec un type de liant spécifique. Ce liant est composé de deux parties soit un polyoxyméthylène (POM), qui se dégrade en présence d'acide nitrique pour des températures de 100 à 140 °C et une polyoléfine qui permettra de maintenir l'intégrité de la pièce à brun jusqu'au déliantage (Heaney, 2019).

L'ordre de dégradation des polymères est important à considérer. Le premier polymère, avec une température de dégradation plus basse, doit sortir en laissant des porosités pour que le second liant puisse sortir de la pièce (Heaney, 2019). Autrement, ce dernier liant risque de demeurer dans la pièce et d'entraîner, pendant le chauffage, des défauts tels des fissures ou des cloques tels qu'illustrés à la Figure 1.4. Suite au déliantage, une faible partie du liant est

toujours présente pour maintenir l'intégrité de la pièce à brun. La dernière étape du déliantage se fera avec le frittage (Randall M. German & Bose, 1997).

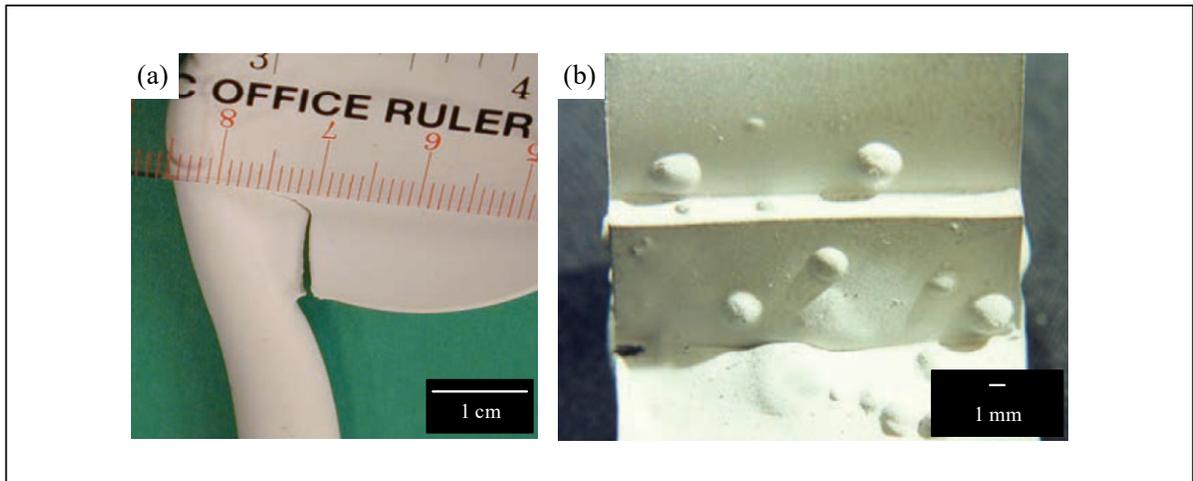


Figure 1.4 Défauts causés par le déliantage sur une pièce en alumine (a) fissure et (b) cloques  
Adapté de Randall M. German et Bose (2020)

#### 1.2.4 Étape du frittage

L'étape du frittage permet de densifier la pièce poreuse et de consolider les vides laissés par le liant. Il permet de créer idéalement une pièce solide qui ne contient ni porosité ni cavité. Le rétrécissement de la pièce dépend de la fraction volumique de poudre utilisée, mais se situe généralement entre 12 et 18 % linéaire. Des erreurs à la mise en forme ou au déliantage peuvent causer des rétrécissements anisotropes lors de cette dernière étape du frittage (R.M. German, 2003).

La température de frittage est largement plus élevée que la température de déliantage. Elle se situe généralement juste en dessous de la température de fusion du métal. Le frittage se fait sous atmosphère contrôlée pour éviter l'oxydation ou les autres réactions de surfaces (Randall M. German & Bose, 1997). La Figure 1.5 illustre les quatre étapes du frittage. D'abord, les poudres se replacent de manière optimale et commencent à se souder par le mécanisme de

diffusion à l'état solide. Les joints interparticulaires se transforment lentement en joint de grains emprisonnant ainsi des porosités (Heaney, 2019).

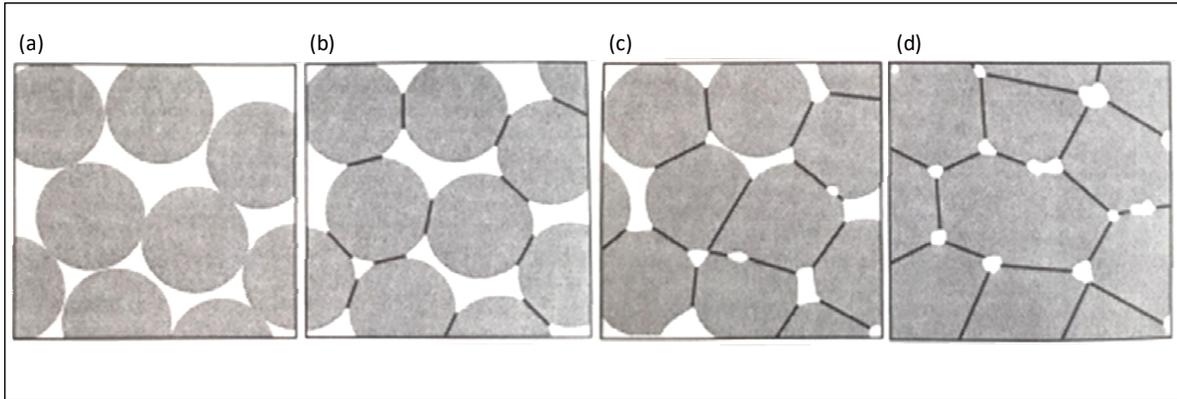


Figure 1.5 Schémas des étapes du frittage (a), repositionnement de la poudre, (b) liaison des poudres, (c) formation de joints interparticulaires et grossissement des liaisons et (d) fermeture des porosités et création des joints de grains

Adapté de Randall M. German et Bose (1997)

Il est commun que le frittage ne permette pas de retirer toutes les porosités et que la masse volumique théorique ne soit pas atteinte. Celle-ci se trouve typiquement entre 95 et 100 % de la densité théorique (Randall M. German & Bose, 1997). Les porosités sont nuisibles à la majorité des propriétés mécaniques. Par exemple, en passant d'une densité de 85 % à 100 %, la résistance en traction peut doubler (Randall M. German & Bose, 2020). Il est possible d'effectuer un traitement de pressage isostatique à chaud (en anglais *Hot Isostatic Pressing, HIP*) pour densifier davantage la pièce. Il consiste à faire chauffer la pièce sous une pression de gaz d'environ 100 MPa. Puisque cette pression est isostatique, le rétrécissement et l'amélioration de propriété mécaniques le seront aussi (Heaney, 2019). Ni le frittage ni le HIP ne permettent de corriger les fissures qui peuvent être dues à l'injection ou au déliantage. Au contraire, le rétrécissement entraîne souvent l'ouverture et le grossissement de ce type de défaut (Randall M. German & Bose, 1997).

### 1.3 Formation de bulles et solution actuelles

L'étape de l'injection est une étape critique dans laquelle plusieurs défauts comme des retraits, des lignes de fusion, des déformations, des fissures ou des porosités peuvent être créés. Plusieurs de ses défauts ne seront pas effacés par les étapes subséquentes de déliantage ou de frittage. Il devient donc nécessaire de les éliminer à la source avant ou pendant l'injection du mélange (Sardarian, Mirzaee, & Habibolahzadeh, 2016). Encore aujourd'hui, les porosités sont un problème critique pour les utilisateurs du MIM de même que pour les utilisateurs des pièces finales (Seerane & Machaka, 2019). En effets, les porosités présentes dans la pièce métallique finale vont influencer différentes propriétés mécaniques. D'abord, la durée de vie en fatigue est réduite, car les porosités deviennent des points d'initiation pour la formation et la propagation des fissures. La Figure 1.6 illustre schématiquement l'initiation d'une fissure dans une porosité importante présente à la frontière d'un joint interparticulaire, puis la propagation de cette dernière à travers les porosités adjacentes (Xu, Ebel, Pyczak, Willumeit-Römer, & Yu, 2022). La Figure 1.6 b montre une fissure ayant été initiée dans une large porosité causée par le procédé de fusion au laser sur lit de poudre en titane (Ti-6Al-4V). Cette figure s'est ensuite propagée à travers les plus petites porosités adjacentes indiquées par les flèches noires.

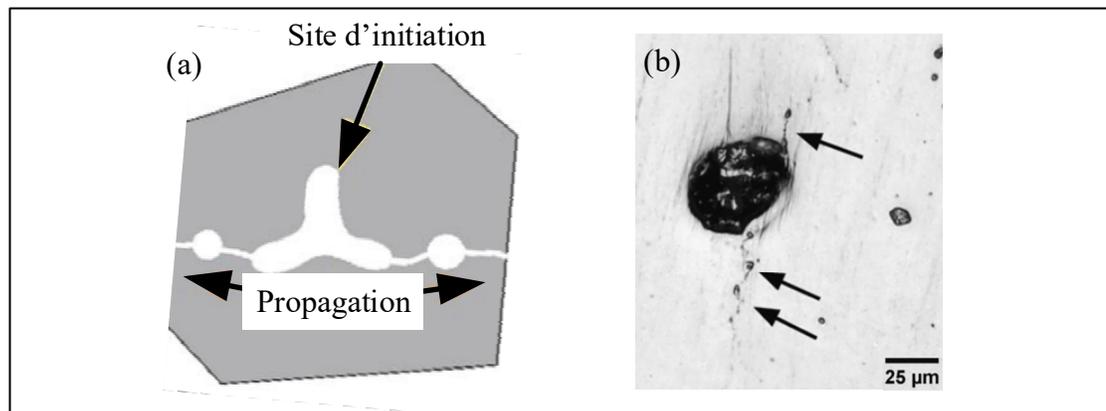


Figure 1.6 (a) Schéma d'initiation et propagation de fissure à travers des porosités et (b) fissure ayant initié dans un large défaut et propagé à travers des porosités

Adaptée de Xu et al. (2022) et de Akgun, Zhang, Lowe, Zhang, et Doré (2022)

Les porosités ont aussi un négatif sur les propriétés mécaniques monotones. T. Yoon, Lee, Ahn, Lee, et Lee (2003) ont étudié l'effet de la quantité de porosités sur les propriétés mécaniques de pièces MIM en acier inoxydable 316L. En créant des pièces avec des niveaux de porosités différentes, ils ont été en mesure de quantifier l'évolution des propriétés mécaniques en traction selon le taux de porosité tel que présenté à la Figure 1.7. Il est possible de noter une nette amélioration de la résistance mécanique et de l'allongement à la rupture avec la réduction de la quantité de porosité. Selon les chercheurs, cette diminution de porosités devrait aussi s'accompagner avec une augmentation de la limite d'écoulement. Cependant, ils ont remarqué une augmentation de la taille des grains avec la réduction des porosités ce qui avait pour effet d'affecter négativement la limite d'écoulement.

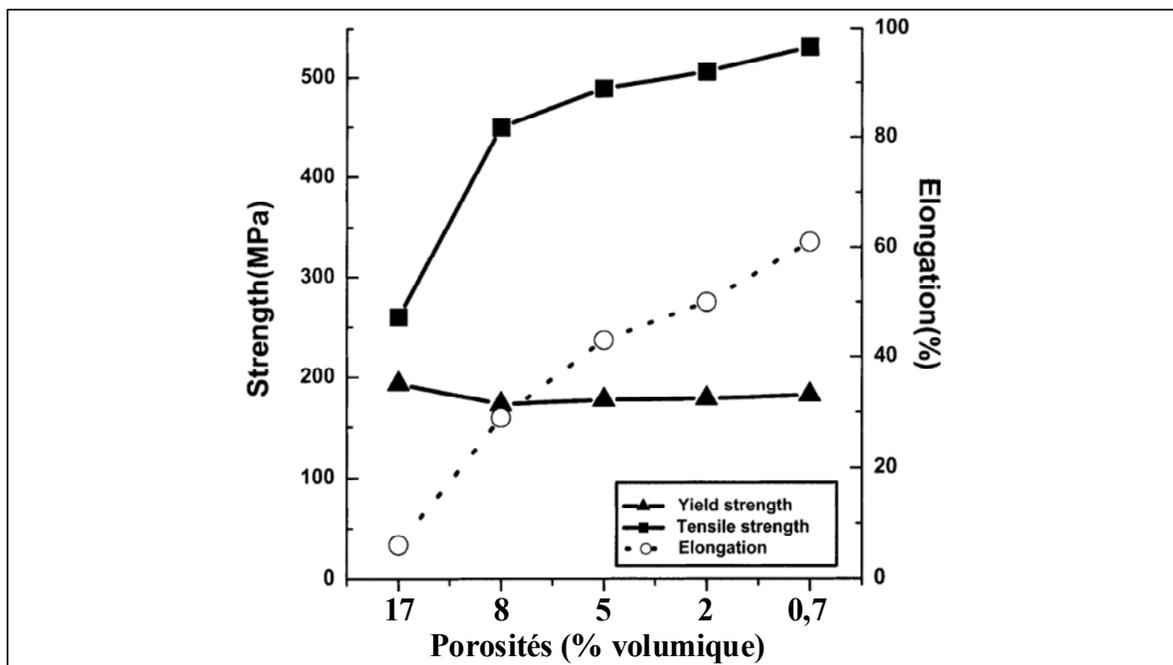


Figure 1.7 Effet de la quantité de porosités sur les propriétés mécaniques monotones pour une pièce MIM en acier inoxydable grade 316L

Adaptée de T. Yoon et al. (2003)

Les mécanismes de formation des porosités dans les pièces à vert sont multiples. Parmi celles-ci, le phénomène de giclée (ou en anglais *jetting*) dans le chemin de coulée est l'une des causes principales de formation de porosités. Le phénomène de giclée du mélange se produit lorsque

le mélange liquide est injecté à trop grande vitesse qui fait ensuite contact avec la face opposée du moule, puis commence à remplir le moule par le fond jusqu'au point d'injection au lieu du contraire. Dans ce mécanisme de remplissage inversé, des bulles d'air peuvent rester emprisonnées dans le mélange qui peut être qualifié de turbulent (Dvorak, Barriere, & Gelin, 2008; Sardarian et al., 2016). Chung, Kato, et Ohtake (2001) ont établi que ces bulles se déplaceraient dans le mélange pour éclater au front d'injection. Ainsi, les bulles qui ne réussissent pas à se rendre au front restent piégées dans le mélange et deviennent des porosités, alors que les bulles qui éclatent au front causent une surface rugueuse sur la pièce finale. La Figure 1.8 montre une pièce produite par moulage par injection de poudres de céramique (CIM) utilisant de la poudre d'alumine. Le disque complet a un diamètre de 130 mm et une épaisseur de 2 mm. Le point d'injection se trouve au centre du disque, en haut de la pièce. La Figure 1.8a montre une vue de dessus de cette pièce où l'on y voit la surface rugueuse sur la partie extérieure de la pièce causée par les bulles qui y auraient éclaté. La Figure 1.8 b montre une vue de coupe de la pièce où l'on peut y apercevoir des porosités internes qui y sont plus nombreuses sur le pourtour de la pièce, c.-à-d., éloignées du point d'injection.

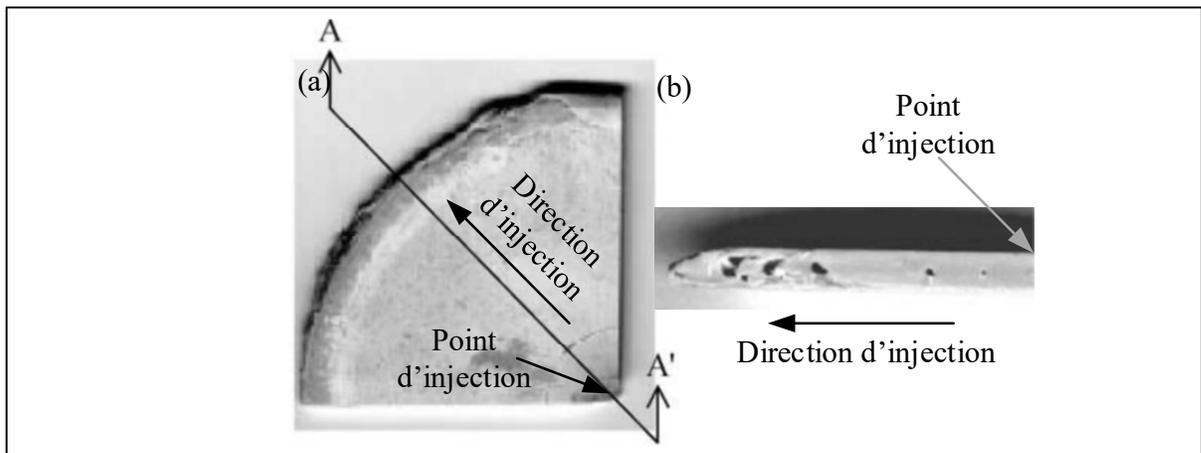


Figure 1.8 Disque d'alumine produite par CIM (a) quart de la pièce comportant des défauts sur la surface extérieure et (b) vue de coupe A-A du disque avec des porosités

Adaptée de Chung et al. (2001)

La Figure 1.9 montre une autre pièce produite par le procédé CIM basse pression où la pièce rectangulaire en alumine possède une porosité centrale importante causée par le phénomène

de giclé. La Figure 1.9a montre cette porosité sur la vue transversale tandis que la Figure 1.9 b présente cette même porosité centrale sur la vue longitudinale qui confirme sa grande taille relativement aux dimensions de la pièce. En effet, un tel défaut représentant environ 3 % du volume de la pièce aura un impact significatif sur les propriétés mécaniques de la pièce.

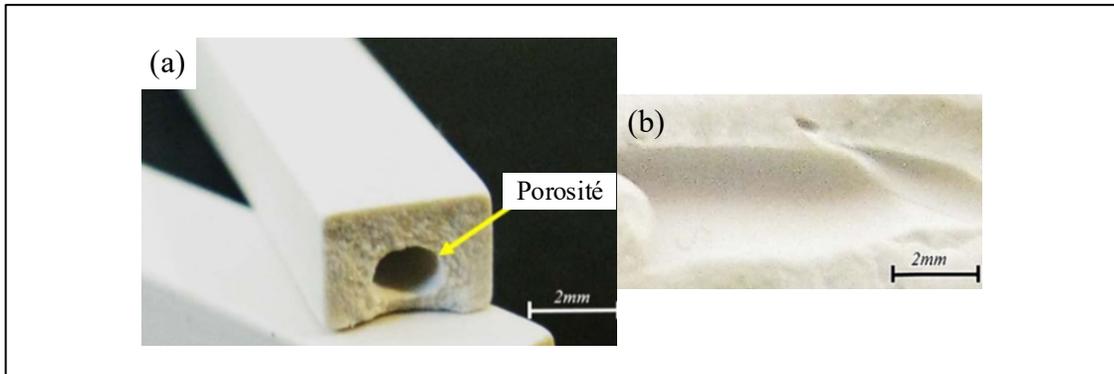


Figure 1.9 Pièce en alumine produite par le procédé CIM basse pression montrant une porosité importante sur les vues en coupe (a) transversale et (b) longitudinale

Adaptée de Sardarian et al. (2016)

Un deuxième mécanisme de formation de porosités est souvent recensé à la rencontre de deux lignes de fusion telles que montrées à la Figure 1.10. Une ligne de fusion correspond en fait à la rencontre de deux fronts de mélange MIM liquide pour lequel l'air peut se faire emprisonner à cette interface si la ventilation du moule n'est pas adéquate. La Figure 1.10a représente schématiquement le mécanisme d'emprisonnement des bulles à la ligne de fusion qui créeront une faiblesse dans la pièce dans une zone déjà affaiblie. Chung et al. (2001) montrent un exemple de ce phénomène sur une vue de coupe de la Figure 1.10 b qui permet d'apercevoir les porosités près de la ligne de fusion.

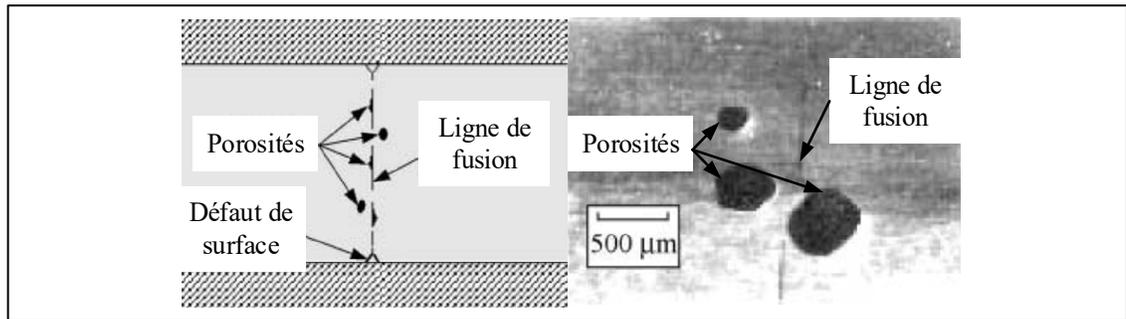


Figure 1.10 Effet des lignes de fusion sur le positionnement des porosités (a) schéma des différents défauts en lien avec les lignes de fusion et (b) vue de coupe d'une pièce d'alumine avec défauts submillimétriques visibles

Adaptée de Chung et al. (2001)

Pour minimiser ce phénomène, les chercheurs (Chung et al., 2001) ont utilisé une pression positive dans le moule pour contrer le phénomène de giclée dans le chemin de coulée. La Figure 1.11 montre le résultat de différentes pressions sur la quantité de porosités dans la pièce. Une pression de 10 MPa semble suffisante pour éliminer les porosités pour des vitesses d'injections plus basses et plus hautes.

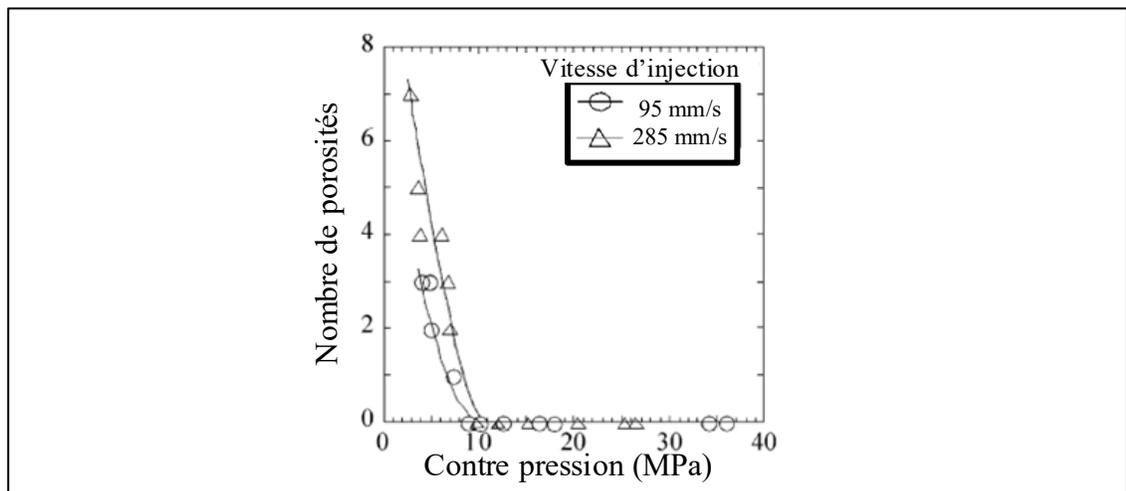


Figure 1.11 Effet d'une contre-pression dans le moule pour réduire le phénomène de giclée et le nombre de porosités

Adaptée de Chung et al. (2001)

L'utilisation de mauvais paramètres d'injections est souvent considérée comme un troisième mécanisme de formation de porosités. Par exemple, une pression trop faible, de mauvaises conditions d'évacuation d'air dans le moule et/ou une température trop faible peuvent toutes entraîner des pièces incomplètes pour les sections plus minces ou des porosités importantes dans des pièces plus épaisses. Les solutions proposées dans la littérature sont listées ici :

- Augmenter la pression de maintien pour contrer le rétrécissement,
- Réduire la vitesse d'injection ou augmenter la taille du point d'injection pour réduire l'occurrence du phénomène de giclée,
- Augmenter la température du moule pour retarder la solidification
- Déplacer le point d'injection vers une autre partie du moule pour changer le parcours du mélange dans le moule (Hwang, 2012).

Ani, Muchtar, Muhamad, et Ghani (2012) ont étudié l'effet de la température et la pression d'injection sur les défauts des pièces à vert produites par CIM. La Figure 1.12 montre l'évolution de la masse volumique des pièces en fonction de la température et de la pression d'injection. La Figure 1.12a montre qu'une augmentation de la température et de la pression produit une augmentation de la densité à vert. De la même manière, la Figure 1.12 b montre qu'une augmentation de la pression engendre une augmentation de la densité à vert pour toutes les températures jusqu'à 110 MPa, après quoi la pression maximale est atteinte et la densité à vert se stabilise.

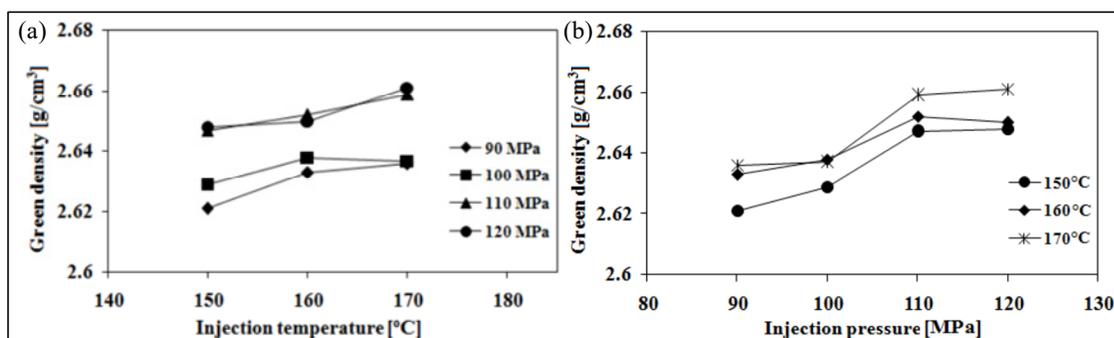


Figure 1.12 Influence de (a) la température d'injection et (b) la pression d'injection sur la densité des pièces à vert

Adaptée de Ani et al. (2012)

Il a été noté qu'à moins d'avoir atteint la température et la pression optimales, des porosités peuvent être causées par le rétrécissement de la pièce à vert. En effet, plus la température du mélange est importante, plus le rétrécissement sera important. Cependant, une température trop faible apporte un refroidissement rapide ce qui peut causer des pièces incomplètes ou des vides importants dans les détails ou aux lignes de fusion. L'utilisation d'une pression élevée et le maintien de cette pression permettent de comprimer les bulles présentes dans le mélange et d'en réduire son occurrence dans la pièce injectée. Par contre, une pression trop élevée peut entraîner des contraintes résiduelles importantes et des fissures dans la pièce. En plus des solutions présentées plus haut, certains groupes de recherche se sont penchés sur l'utilisation d'un vacuum pendant la phase d'injection dans d'autres procédés de moulage par injection.

#### **1.4 Solutions existantes pour éliminer les bulles d'air à l'aide d'un vacuum**

Il existe plusieurs procédés de fabrication de moulage rencontrant les mêmes problèmes de porosités ou d'emprisonnement d'air dans le moule. Parmi ceux-ci, le moulage par injection de polymères ou le moulage sous pression de métal en fusion. Le moulage des polymères s'apparente au procédé MIM par la taille des pièces, la vitesse d'injection, les pressions d'injections, le type de machine, les moules et les cycles d'injections (R.M. German, 2003). Bien que relativement différent du procédé MIM, le moulage sous pression de métal en fusion présente des problèmes de porosités dans les pièces finales très similaires à ceux rencontrés dans le procédé MIM. L'une des solutions communes à tous ces procédés est d'appliquer un vacuum dans la cavité du moule pendant la phase d'injection. Bien que cette solution ait montré des effets positifs pour ces technologies de fabrication, elle n'a jamais été testée dans le procédé MIM. Cette section présente donc une revue de la littérature des principaux procédés ayant utilisé cette approche de vacuum pendant l'injection de polymère ou de métal fondu.

##### **1.4.1 Micromoulage par injection**

Le micromoulage par injection (ou en anglais *Micro-Injection Molding*,  $\mu IM$ ), est une branche spécifique de l'injection de polymère dans lequel les pièces ont des dimensions totales de

l'ordre du millimètre et des détails possédant des dimensions comprises entre le nanomètre et le micromètre. La Figure 1.13a présente un disque en polystyrène muni de détails entre 4 et 300  $\mu\text{m}$  de largeur et entre 8.8 et 9.8  $\mu\text{m}$  de hauteur produits par le procédé  $\mu\text{IM}$ . La Figure 1.13 b montre une image MEB de l'insert d'acier du moule servant à faire ces petits détails. Typiquement, la vitesse d'injection se trouve entre 0.7 m/s et 2 m/s et la température d'injection se trouve entre 240 et 300  $^{\circ}\text{C}$  selon le type de polymère utilisé (Sorgato, Masato, & Lucchetta, 2016; Yokoi, Han, Takahashi, & Kim, 2006). Notons que des vitesses d'injections aussi grandes sont utilisées pour permettre une meilleure reproductibilité des détails (Sha, Dimov, Griffiths, & Packianather, 2007). La température d'injection est déterminée en fonction de la température de transition vitreuse du polymère et de sa température de dégradation.

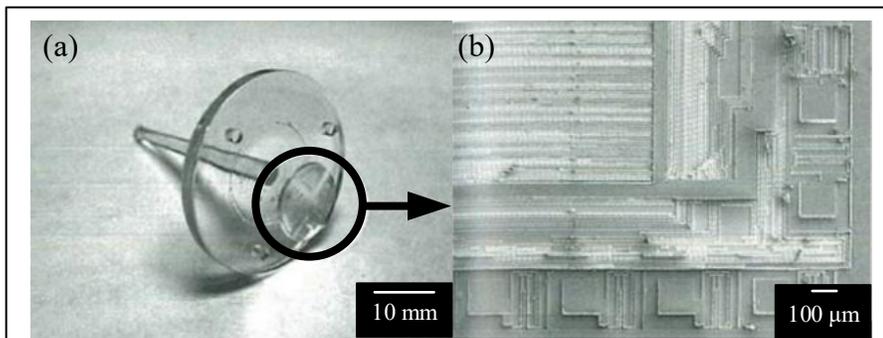


Figure 1.13 Pièce produite par  $\mu\text{IM}$  avec détails en surface : (a) disque en polystyrène et (b) image MEB de l'insert métallique servant à faire la pièce

Adaptée de S. H. Yoon, Padmanabha, Cha, Mead, et Barry (2011)

Lors de l'injection du polymère, la couche externe en contact avec le moule se solidifie en premier dû à la différence de température entre le moule et le polymère (c.-à-d., le moule joue le rôle de puits de chaleur). Cela peut créer une peau solide tout le tour de la pièce dans lequel le cœur est encore liquide. Si cette peau se forme trop rapidement, elle bloque l'accès aux différentes cavités internes du moule, dont les détails microscopiques en surface qui ne peuvent pas se remplir. La Figure 1.14 illustre une injection de polymère (gris) dans un moule (hachuré) des détails en surface sont représentés. Dû à cette formation de peau, le polymère se solidifie dans les détails et ne parvient pas à les remplir aux complets.

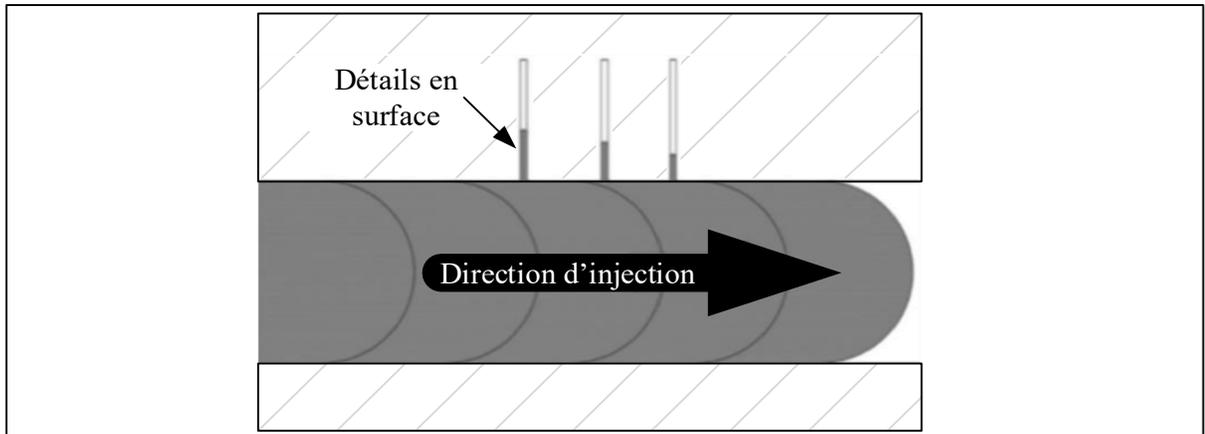


Figure 1.14 Schématisation du phénomène de remplissage incomplet des détails microscopiques en surface d'une pièce  $\mu$ IM causés par la formation trop rapide de la peau externe (effet d'hésitation)

Adaptée de Sorgato, Masato, et al. (2016)

Sorgato, Babenko, Lucchetta, et Whiteside (2016) proposent donc de conserver le moule chaud, d'augmenter la vitesse d'injection et/ou d'augmenter la mouillabilité du moule. Dans un premier temps, le maintien de la température du moule au-dessus de la température de transition vitreuse ( $T_g$ ) du polymère permet de maintenir le polymère dans un état ramolli, de favoriser sa fluidité et de garantir un meilleur écoulement. Deuxièmement, l'augmentation de la vitesse d'injection permet d'éviter la formation précoce de la peau sur le tour de la pièce qui n'a pas le temps de se former. En d'autres mots, l'augmentation de la vitesse d'injection produit indirectement le même phénomène de retardement de la solidification qu'une augmentation ou un maintien de la température qui permet finalement une meilleure reproductibilité des détails. Finalement, une bonne mouillabilité entre le polymère et le moule permet de maintenir le contact entre ceux-ci et d'assurer que le polymère suive la surface jusqu'au fond des détails. La mouillabilité dépend du polymère injecté et du matériel utilisé pour faire le moule. Certains polymères sont donc mieux adaptés pour ce type de procédé et il est important de choisir le matériel du moule en fonction du polymère (Sorgato, Masato, et al., 2016). Bien que ces solutions règlent beaucoup de problèmes, certains persistent. D'abord, l'air présent dans le moule offre une certaine résistance à l'écoulement. Dans les pièces de tailles moyennes (ex. :

2 X 2 X 2 cm), des évènements sont généralement présents pour évacuer l'air et permettre l'écoulement du polymère. S. H. Yoon et al. (2011) mentionnent qu'il est souvent impossible, dans les pièces avec des petits détails, d'y placer des évènements, car les détails sont si petits que les évènements deviendraient impossibles à fabriquer. L'air reste donc emprisonné dans le fond de ces cavités. La Figure 1.15 schématise le remplissage à différentes étapes d'un moule rempli d'air (gris) dans lequel on injecte un polymère (noir) qui contient des évènements. La Figure 1.15a montre le début de l'injection où le polymère se déplace l'air vers l'avant du moule (c.-à-d., de gauche à droite sur le schéma). Dans les sections larges du moule, cet air peut sortir par les évènements ou se déplacer vers d'autres parties du moule qui n'ont pas encore été remplies comme les détails en surface. La Figure 1.15 b représente la fin de l'injection où la majorité de l'air est sorti par les évènements pour laisser place au polymère, mais où l'air présent dans les détails submillimétriques ne peut pas s'échapper. À cet instant, l'air emprisonné se comprime et bloque l'accès au polymère. En restreignant l'écoulement, l'air peut créer des bulles, des défauts de surface ou engendrer des pièces incomplètes. Une nouvelle solution apportée est donc de retirer l'air présent dans le moule avant l'injection. Ainsi, toute résistance apportée par l'air devrait être éliminée.

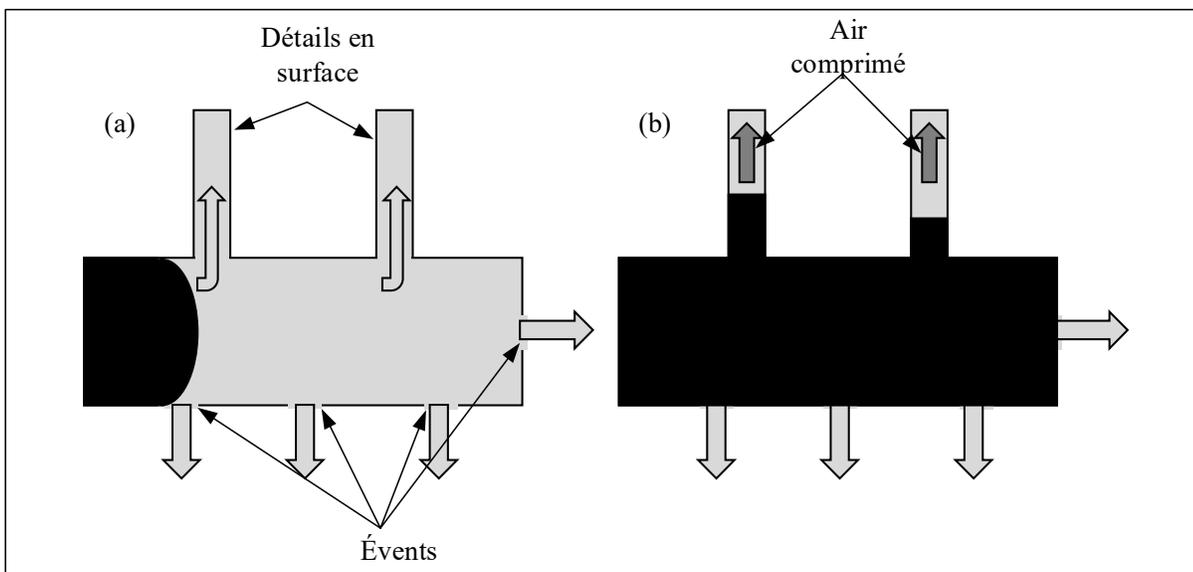


Figure 1.15 Représentation schématique du déplacement d'air dans un moule en (a) début d'injection et en (b) fin d'injection

Plusieurs chercheurs (Sorgato, Masato, et al., 2016; S. H. Yoon et al., 2011) utilisent le paramètre du ratio de transfert pour mesurer l'efficacité de l'injection sous vide, soit la hauteur du paramètre mesuré sur la pièce par rapport à la hauteur du même paramètre mesuré sur le moule, tel qu'illustré à la Figure 1.16. La partie supérieure représente la pièce moulée de polymère et la partie inférieure représente les détails présents dans le moule. Lors d'une injection parfaite, la longueur de détail sur la pièce ( $D_m$ ) serait la même que celle dans le moule ( $D_o$ ), pour un ratio de transfert de  $TR = 1$ . En cas de détail incomplet comme celui encerclé à la Figure 1.16, le ratio de transfert est inférieur à 1.

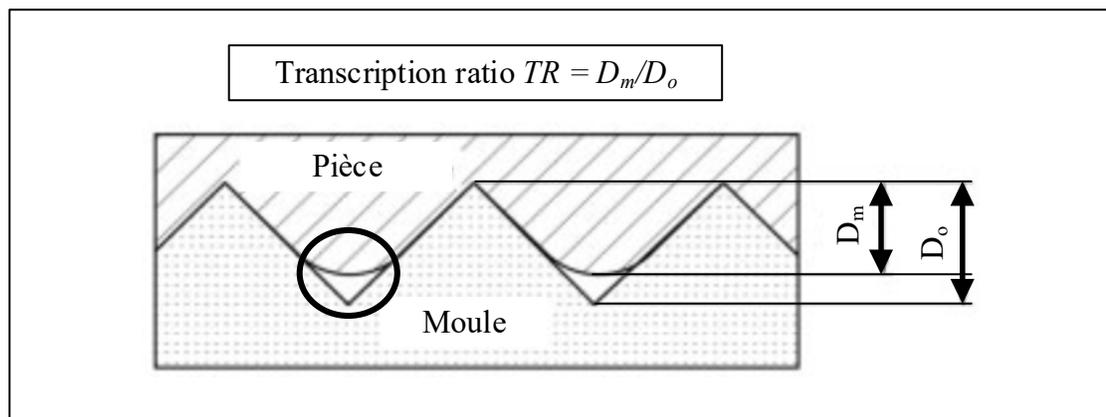


Figure 1.16 Représentation schématique du ratio de transfert  
Adaptée de Yokoi et al. (2006)

À ce jour, le problème majeur en lien avec l'application d'un vide dans le moule est la variabilité des résultats d'une équipe à l'autre. En effet, certaines recherches en tirent des résultats positifs alors que d'autres n'observent pas de différences ou même concluent par des résultats négatifs. Par exemple, à la Figure 1.17, Sorgato, Babenko, et al. (2016) une sensibilité de l'efficacité du vacuum par rapport aux autres paramètres d'injection. En effet, pour une température de moule plus élevée, l'application du vacuum permet d'améliorer le ratio de transfert alors que pour une température plus basse, le vacuum réduit le ratio de transfert. De l'autre côté, Ying Choi, Zhang, Toner, Dunne, et Gilchrist (2016) ont noté une amélioration de ratio de transfert avec la diminution de la pression absolue dans le moule.

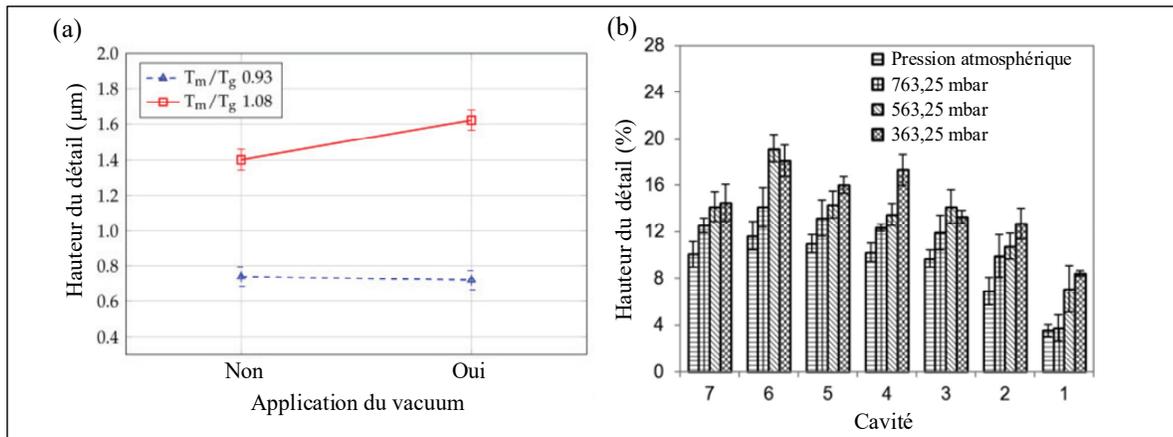


Figure 1.17 Comparaison d'un résultat négatif et d'un résultat positif de l'effet de l'injection sous-vide sur le ratio de transfert

Adapté de Sorgato, Babenko, et al. (2016) et de Ying Choi et al. (2016)

Dans les cavités plus petites, l'air comprimé se réchauffe produisant ainsi une légère surchauffe du liquide qui conduit en une diminution de sa viscosité (Sorgato, Masato, et al., 2016). Sorgato, Babenko, et al. (2016) ont démontré qu'en retirant l'air, ce réchauffement ne se fait pas et le liquide refroidit plus vite l'empêchant ainsi de se rendre dans l'entièreté des cavités. La Figure 1.18 montre l'effet de différents paramètres sur la température maximale atteinte par le copolymère d'oléfine cyclique dans le moule. Lors de l'injection, la température du polymère augmente dû à la friction avec le moule et avec l'air. À la Figure 1.18a, tous les paramètres d'injections sont maintenus constants, seule l'application du vacuum est modifiée. Dans cette condition, il est possible de remarquer qu'en appliquant un vacuum dans le moule pendant l'injection, la température maximale diminue, puisque la friction entre le polymère et l'air ne se fait plus. Pour contrer ce phénomène, ils ont proposé d'augmenter la vitesse d'injection pour créer un chauffage plus important causé par le frottement entre le polymère et le moule ou d'augmenter la température du moule. La Figure 1.18 b montre l'effet de ces deux paramètres sur la température du polymère lors d'une injection sous vide. Comme attendu, la température du polymère augmente lorsque la vitesse d'injection et la température du moule augmentent.

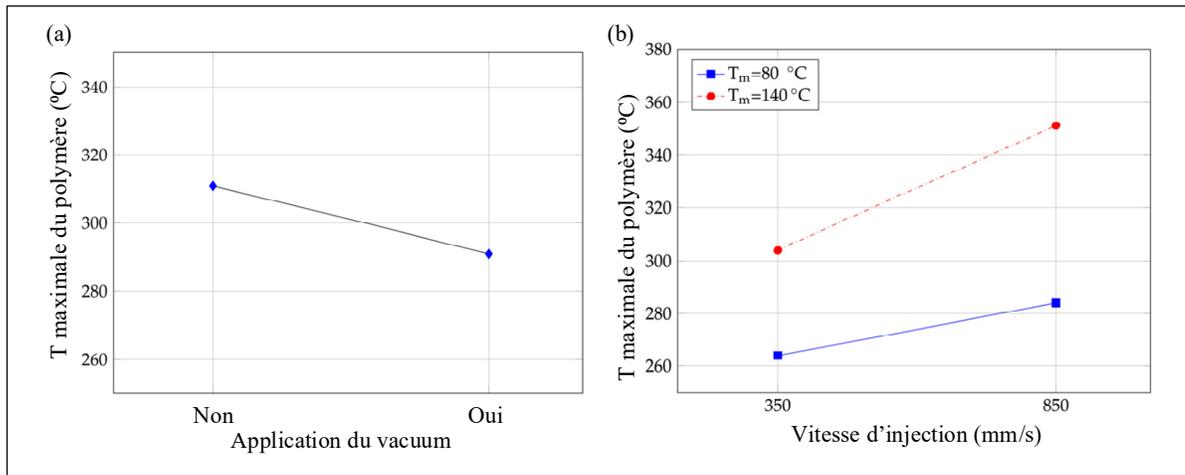


Figure 1.18 Température maximale du polymère lors de l'injection en fonction de (a) l'application d'un vacuum et (b) la vitesse d'injection et la température du moule

Adaptée de Sorgato, Babenko, et al. (2016)

Une autre conclusion importante est que l'injection sous vide ne permet pas de contrer de mauvais paramètres d'injections. En effet, pour la majorité des études, il est conclu que si la température du moule, la vitesse d'injection ou le matériau ne sont pas optimisés, le vide produit moins d'influence ou aucune influence (Sorgato, Masato, et al., 2016).

#### 1.4.2 Moulage sous pression

Le procédé de moulage sous pression (ou en anglais *High Pressure Die Casting, HPDC*) est un procédé d'injection de métal en fusion à haute vitesse dans un moule. Lors de la solidification, la haute pression est maintenue dans le moule afin de compenser le retrait pendant la solidification (Szalva & Orbulov, 2019). Ce procédé est largement utilisé dans le domaine de l'automobile et de l'électronique. Il existe depuis le début du 20<sup>e</sup> siècle et a été largement popularisé dans les années 1950 (Laihua Wang & Nguyen, 2005). Typiquement, les vitesses d'injections sont de l'ordre de 1 à 4 m/s, la pression peut atteindre 800 bars et la température du métal se situe autour de 700 °C (Altuncu, Doğan, & Ekmen, 2019; Kim, Choi, & Kang, 2013; Szalva & Orbulov, 2019). Bien évidemment, comme il s'agit de métal en fusion, la température du procédé est supérieure à celle utilisée en MIM et même en injection des

plastiques. De plus, comme les pièces produites par HPDC sont plus grandes que celles produites par MIM, les vitesses d'injection y sont aussi plus importantes.

Tout comme les pièces fabriquées par le procédé MIM, celles produites par HPDC comportent souvent des porosités. Kim et al. (2013) ont démontré que ces porosités peuvent être dues au rétrécissement de la pièce. L'option utilisée pour compenser ce rétrécissement dans l'industrie est l'utilisation d'un pressage additionnel (en anglais, *squeeze*). Lors de l'injection, la couche externe se solidifie en premier alors que le cœur peut rester liquide. Comme le métal se comprime en refroidissant, le cœur liquide peut créer des porosités. L'utilisation d'une pression sur la pièce lors du refroidissement permet de compenser le rétrécissement. Elles peuvent aussi avoir été formées à partir des gaz emprisonnés/dissous à haute température, à la vapeur due au procédé, à l'évaporation du lubrifiant ou à l'air qui se mélangent avec le métal dû à la vitesse d'injection élevée et à l'écoulement turbulent. Altuncu et al. (2019) ont corrigé ces phénomènes par un meilleur design de moule, une modification des paramètres d'injection, comme la vitesse d'injection, ou à une meilleure évacuation de l'air. Tout comme en MIM, les porosités dans les pièces entraînent des concentrateurs de contraintes qui peuvent apporter une réduction des propriétés mécaniques de la pièce finale. Pour cette raison, il est important de minimiser la taille et la quantité de porosités (Bar-Meir, Eckert, & Goldstein, 1996; Szalva & Orbulov, 2019).

L'utilisation d'une pression négative dans le procédé HPDC (ou en anglais *vacuum HPDC* ou *VPDC*) est largement utilisée dans l'industrie depuis les années 1960. Il est souvent utilisé en concordance avec le pressage additionnel pour minimiser les porosités dues au rétrécissement. À la Figure 1.19, il est possible d'observer l'effet du vacuum et du pressage sur un rotor de moteur à induction en aluminium pur. La Figure 1.19a montre la métallographie d'une pièce telle que moulée sans aucune étape subséquente tandis que la Figure 1.19b-c montre le résultat métallographique respectivement avec un pressage et une combinaison de pressage-vacuum. Dans la condition telle que coulée, les porosités sont de diverses tailles avec certaines de plus de 100  $\mu\text{m}$  de diamètre montrées en noir sur la Figure 1.19a. Le pressage permet clairement de réduire la taille des porosités, mais elles sont toujours présentes en quantité élevée. La

combinaison d'un pressage et d'un vacuum appliqué avant l'injection favorise la diminution de la taille, mais aussi de l'occurrence des porosités.

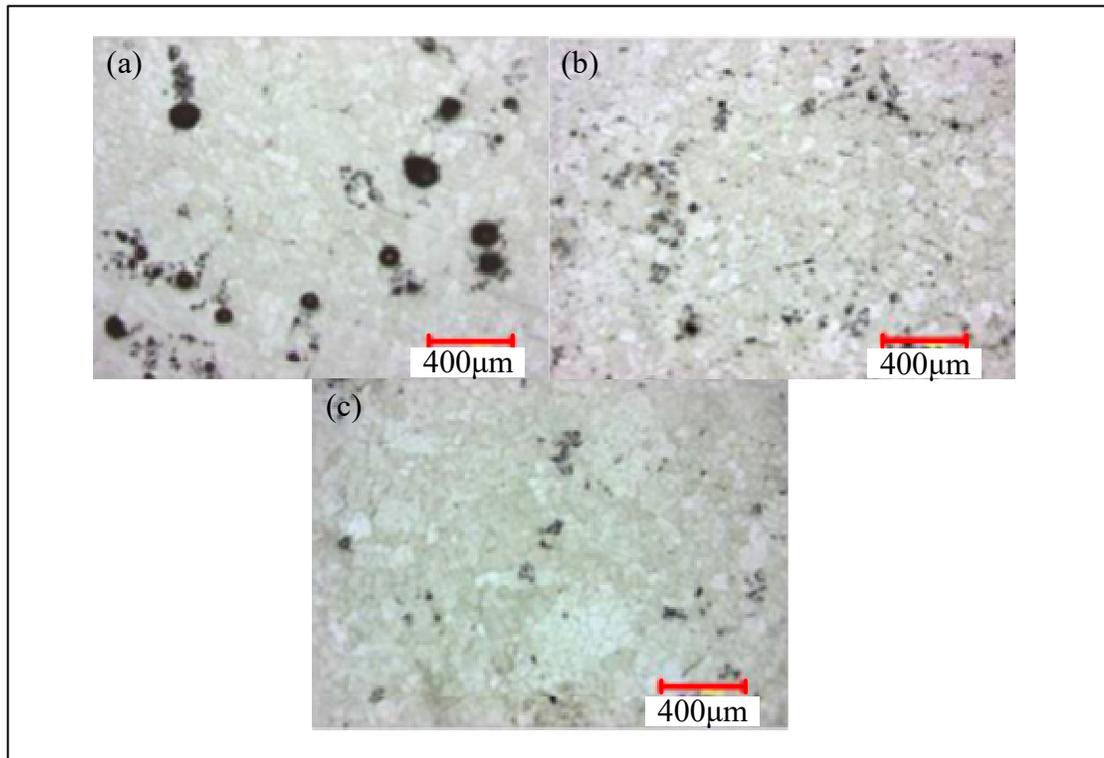


Figure 1.19 Pièce d'aluminium pur coulé (a) tel quel, (b) pressée et (c) pressé avec vacuum dans le moule

Adaptée de Kim et al. (2013)

Possédant un niveau de maturité technologique élevé, il est convenu que l'injection sous vide appliquée au procédé HPDC permet de diminuer la quantité et la taille des porosités. Cela peut être quantifié en mesurant la masse volumique des pièces ou par analyses tomographiques (Szalva & Orbulov, 2019). La Figure 1.19 montre une image obtenue par tomographie d'une pièce telle que coulée en aluminium. Cette technologie est largement utilisée pour quantifier les porosités dans une pièce, leur taille et les positions. Dans cet exemple, des porosités très larges sont observables en périphérie alors qu'un plus petit nombre de porosités plus petites sont présentes au centre.

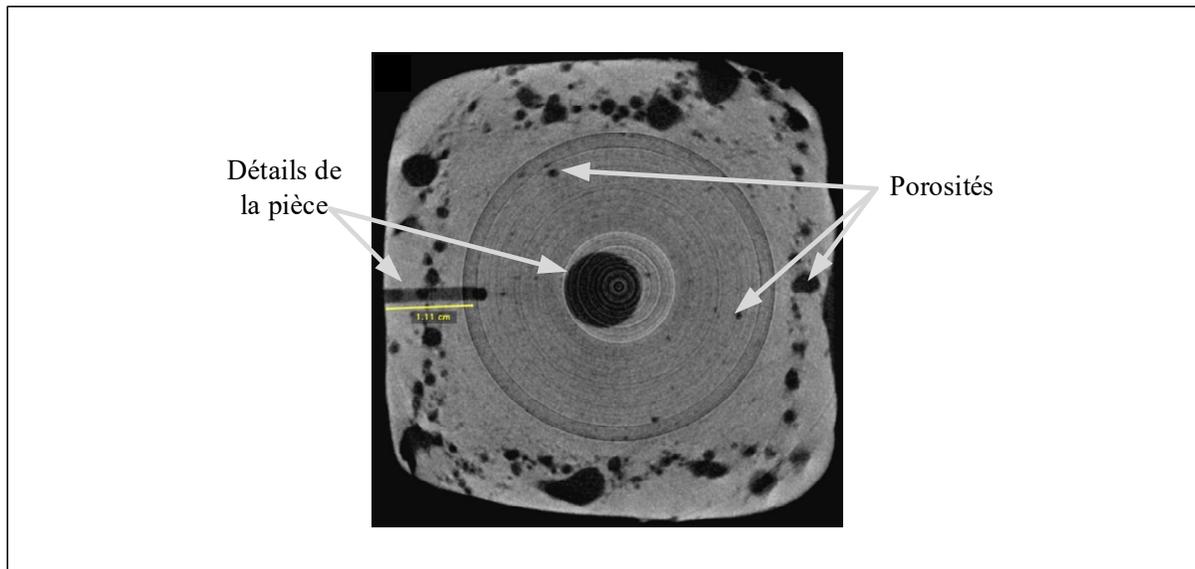


Figure 1.20 Pièce HPDC en aluminium comportant des porosités  
Adaptée de Bandara, Kan, Morii, Koike, et Aoki (2019)

La Figure 1.21 montre que l'efficacité du VPDC sur l'enlèvement des porosités est influencée par la qualité du vide, soit la quantité d'air restante dans le moule. À pression atmosphérique (1000 mbar), le pourcentage de porosité est d'environ 1.1 %. En appliquant une pression partielle de 170 mbar, il est possible de diminuer cette proportion à 0.7 %. Par la suite, plus le vacuum est important, plus la quantité de porosité diminue pour atteindre une moyenne de 0.45 %. Considérant la taille et la complexité des moules utilisées pour le procédé VPDC, il n'est pas possible d'obtenir des pressions aussi faibles qu'en  $\mu\text{IM}$ . Le vacuum utilisé est donc partiel et le procédé d'injection VPDC sous vide ne permet pas d'éliminer 100 % des porosités (Dubay & Winkler, 2005).

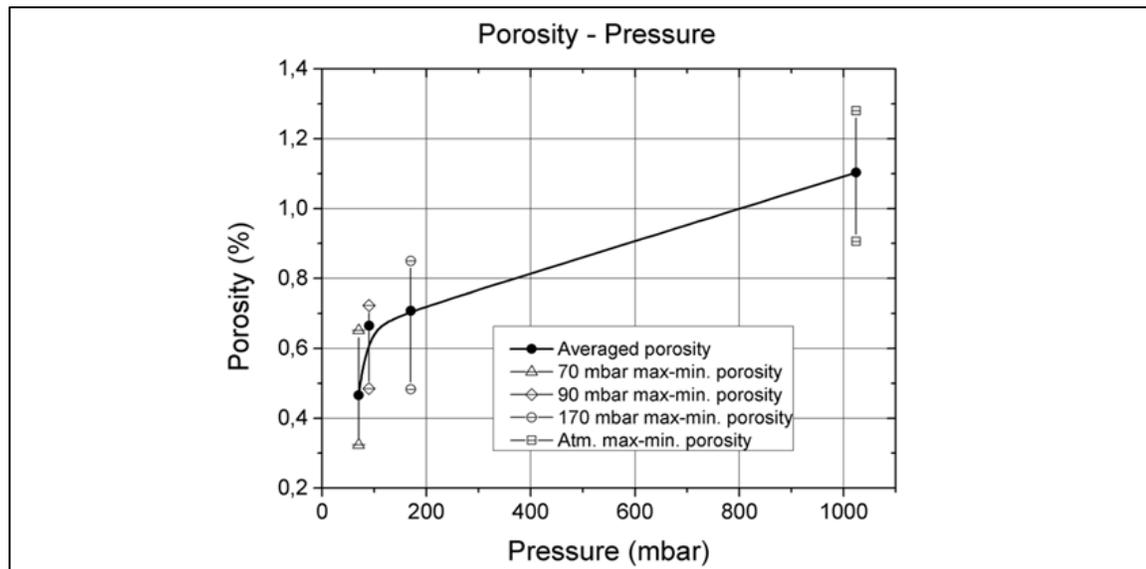


Figure 1.21 Effet du niveau de vide dans le moule sur la quantité de porosité dans une pièce en aluminium (Al-9Si-3Cu-Fe)

Adaptée de Szalva et Orbulov (2019)

## 1.5 Méthode permettant d'appliquer le vide dans un moule

Il existe plusieurs systèmes disponibles sur le marché pour faire le vide dans un moule. Ces systèmes ne sont pas les mêmes pour le moulage de métal fondu et le  $\mu$ IM considérant la différence de taille des pièces fabriquées.

### 1.5.1 Moules avec valves

Pour les moules de VPDC, il est nécessaire d'utiliser une valve pour bloquer l'accès du métal liquide vers la pompe (Altuncu et al., 2019). Cette valve peut être actionnée par un contact de fin de course qui détecte la position du piston, par un minuteur, un PLC, ou une combinaison de ces éléments (Dubay & Winkler, 2005). Considérant la taille des moules de moulage sous pression, la fuite de vide peut être de l'ordre de 230 mbar/s, il est donc primordial de fermer la valve le plus tard possible. Dans les années 1980, une valve mécanique qui permet de détecter la position du métal a été inventée, cette valve est plus efficace, car le contrôle du moment de

la fermeture de la valve est plus précise, mais elle est moins fiable à cause de la complexité du mécanisme, alors elle est peu utilisée (Laihua Wang & Nguyen, 2005).

Au début des années 1990, un système sans valve a été inventé. La Figure 1.22 montre ce système dans lequel la valve est remplacée par une longue ouverture en zigzag. Puisque celle-ci est mince et longue à traverser, le métal solidifie dans cette ouverture qui joue ensuite le rôle de valve en scellant le vide et en bloquant l'accès du métal liquide vers la pompe (Dubay & Winkler, 2005). Il est ensuite possible de démouler cette partie avec le restant de la pièce et de la retirer en même temps que les chemins de coulée.



Figure 1.22 Remplacement de valve pour le VPDC

Tirée de Dubay et Winkler (2005)

### 1.5.2 Moules à cavité isolée

Le système utilisé en  $\mu$ IM consiste à isoler la cavité du moule au plan de joint avec un joint annulaire et à évacuer l'air par un orifice qui se trouve sur la surface de la cavité ou au plan de joint (Ying Choi et al., 2016). Ce type de système est représenté à la Figure 1.23 où, dans ce cas particulier, l'évent de l'air vers la pompe à vacuum se fait par le tour des tiges d'éjection. La Figure 1.23a montre les deux parties du moule où la partie mobile (à gauche) contient le joint torique qui assure l'étanchéité entre les deux parties, les 4 tiges d'éjections qui servent

d'évent, le détail nanométrique indiqué par la flèche et les détails micrométriques sur la bande encerclée. La partie fixe (à droite sur la Figure 1.23a) contient la cavité pour la pièce. La Figure 1.23 b est une représentation schématique de la vue de coupe de ce moule où l'on peut apercevoir les canaux servant à pomper l'air vers l'extérieur du moule par les côtés du moule. L'avantage principal de ce moule est la capacité à changer facilement l'insert avec les détails nanométriques, sans aucune influence sur le système complexe de vacuum.

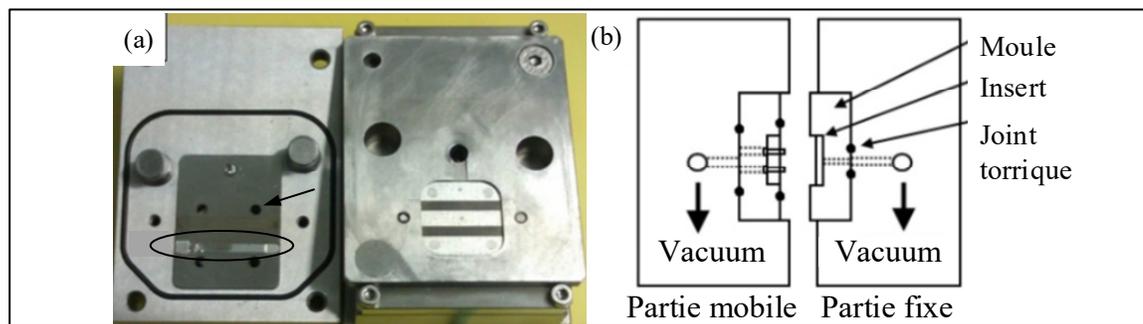


Figure 1.23 Moule sous vide (a) en position ouverte et (b) représentation schématique du système de vacuum

Adaptée de Ying Choi et al. (2016)

La Figure 1.24 montre une autre version d'un moule à cavité isolée plus simple que le précédent ne possédant pas de tiges d'éjection. La pièce est injectée par le trou au centre de la partie fixe « A ». L'air est évacué par le jeu entre les deux parties jusqu'au port de vacuum et un joint torrique permet d'assurer l'étanchéité entre les deux parties. La partie mobile « B » contient un insert pour former la pièce de même que les détails. Ce moule permet de fabriquer la pièce présentée plus haut à la Figure 1.13.

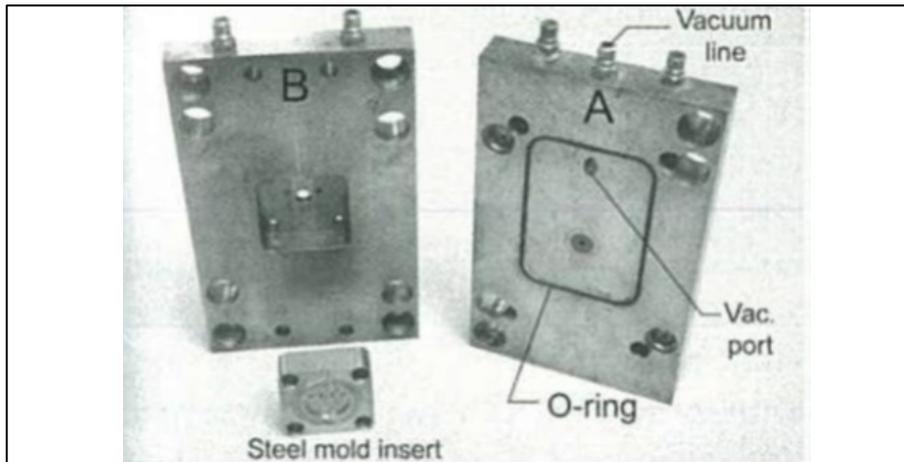


Figure 1.24 Photo d'un moule à cavité isolée

Tirée de S. H. Yoon et al. (2011)

Pour conclure, la revue de littérature a permis de démontrer qu'il existe une problématique de porosité dans les pièces MIM qui apparaissent au moment de l'injection. Plusieurs solutions sont proposées en MIM haute pression, en micromoulage par injection et en moulage haute pression.

## CHAPITRE 2

### Problématique et objectifs

#### 2.1 Problématique

Tel que montré à la revue de la littérature, les porosités présentes dans les pièces produites par MIM basse pression peuvent être produites par le phénomène de giclée, par l'utilisation de mauvais paramètres d'injections ou par des bulles déjà existantes dans le mélange. Ces défauts posent un problème de qualité des pièces qui se traduit souvent par une perte de propriétés en service des pièces moulées. L'une des solutions proposées dans la littérature est d'appliquer une pression positive de 10 MPa dans le moule pour contrer le phénomène de giclée. Pour le MIM basse pression, cette approche n'est pas envisageable, car une telle pression positive représente une valeur d'environ 10 à 100 fois celle qui est utilisée pendant la phase d'injection. En d'autres mots, cette pression positive dans le moule empêcherait simplement toute forme de remplissage du moule en MIM basse pression.

Les pièces à vert présentant des bulles lors de l'inspection doivent être simplement rejetées. Bien que ces pièces puissent être recyclées, les étapes d'injection et d'inspection de ces pièces rejetées sont des étapes à non-valeur ajoutée qui entraînent des coûts supplémentaires en perte d'efficacité brute du procédé. À ce jour, aucune solution proposée dans la littérature ne permet de réduire de manière satisfaisante la quantité de pièces rejetées dans le procédé de MIM basse pression. D'autres procédés comme le micromoulage par injection des polymères ( $\mu$ IM) et le moulage sous pression de métal fondu (HPDC) ont démontré que l'utilisation d'un vacuum dans le moule pouvait diminuer significativement la taille et l'occurrence des porosités. Par contre, les performances de cette approche prometteuse n'ont jamais encore été testées dans le procédé MIM.

## 2.2 Objectifs

L'objectif principal de ce projet est donc d'explorer l'utilisation d'un vacuum dans un moule MIM et de quantifier les performances d'un tel système à réduire la quantité et la taille des porosités dans les pièces MIM à vert.

Pour ce faire, les sous-objectifs suivants devront être atteints :

- Concevoir un système permettant de faire le vide dans un moule MIM.
- Étudier l'influence du vacuum sur la taille et l'occurrence des porosités dans le mélange
- Déterminer une séquence d'injection optimale minimisant les porosités dans les pièces MIM à vert

## CHAPITRE 3

### Méthodologie

Les différentes étapes de la méthodologie seront présentées à cette section. D'abord, les étapes de la préparation du mélange ainsi que ses constituants sont décrites. Puis, les différentes étapes menant à l'injection de pièce sous vide sont expliquées. Ces étapes incluent une modification de la presse pour permettre le vacuum, la conception d'un moule sous vide, des injections préliminaires pour bien cerner le problème et un plan de tests complet.

#### 3.1 Préparation du mélange

Tel que mentionné précédemment, le mélange est constitué de poudre métallique et d'un liant polymérique. Dans cette étude, la poudre utilisée est une poudre d'acier inoxydable 17-4PH atomisée à l'eau présentant une forme quasi sphérique et allongée (Figure 3.1a). Cette poudre a été fournie par Epsom Atmix Corp. (Japon) et est largement utilisée en MIM grâce à sa résistance adéquate à la corrosion et ses propriétés mécaniques élevées requises dans plusieurs domaines industriels tels que l'aérospatial, la chimie, la pétrochimie, l'agroalimentaire, et bien d'autres. La granulométrie de la poudre présentée à la Figure 3.1 b confirme une taille médiane de particule  $D_{50} = 11.8 \mu\text{m}$  qui est bien adaptée à ce procédé de fabrication. Le liant est formulé à partir de trois constituants. D'abord la cire de paraffine qui sert de polymère principal puisqu'il permet une bonne fluidité lors de l'injection en plus d'être largement utilisé dans l'industrie. Ensuite l'acide stérique qui sert d'agent surfactant permettant une meilleure homogénéité du mélange en améliorant la mouillabilité de la poudre. Finalement, l'éthylène-acétate de vinyle sert d'agent épaississant permettant d'augmenter la viscosité et de diminuer les risques de ségrégation. Les composantes du mélange utilisé se trouvent au Tableau 3.1.

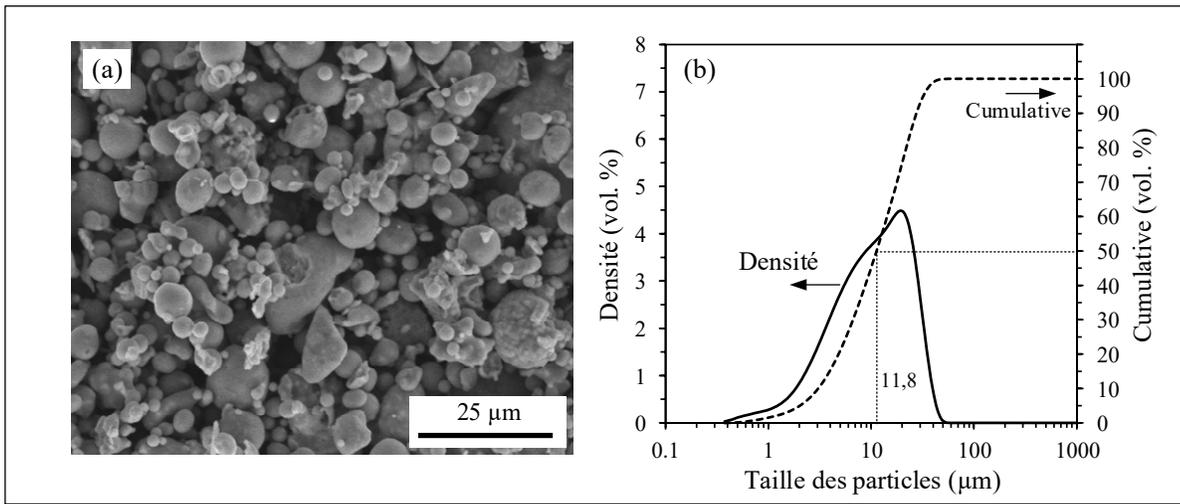


Figure 3.1 (a) Observation MEB de la poudre utilisée dans ce projet et (b) granulométrie de la poudre

Tableau 3.1 Constituants du mélange utilisé pour l'injection

Polymère	Fraction volumique (%)	Fournisseur
Acier inoxydable 17-4PH	65	Epson Atmix Corp.
Cire de paraffine (PW)	29	Sigma-Aldrich
Acide stérique (SA)	1	Sigma-Aldrich
Éthylène-acétate de vinyle (EVA)	5	Dupont

Un calorimètre différentiel à balayage (DSC) de modèle Perkin Elmer Pyris 1 a été utilisé pour déterminer le point de fusion de chacun des polymères. Pour fabriquer le mélange, les trois constituants polymériques ont été fondus puis mélangés manuellement avec la poudre d'acier inoxydable. Le mélange final a été mis dans le réservoir de la presse d'injection, tel qu'illustré à la Figure 3.2, et mélangé pendant une heure supplémentaire à pression atmosphérique pour assurer une bonne homogénéité. Il est à noter qu'aucun vacuum n'a été appliqué sur le mélange pour dégazer et retirer les bulles, car l'objectif premier de cette étude était de quantifier l'enlèvement des bulles par l'approche d'un vacuum dans le moule. Le mélange a été mélangé un minimum de 15 minutes avant l'injection selon les résultats de l'étude présentée en ANNEXE I.

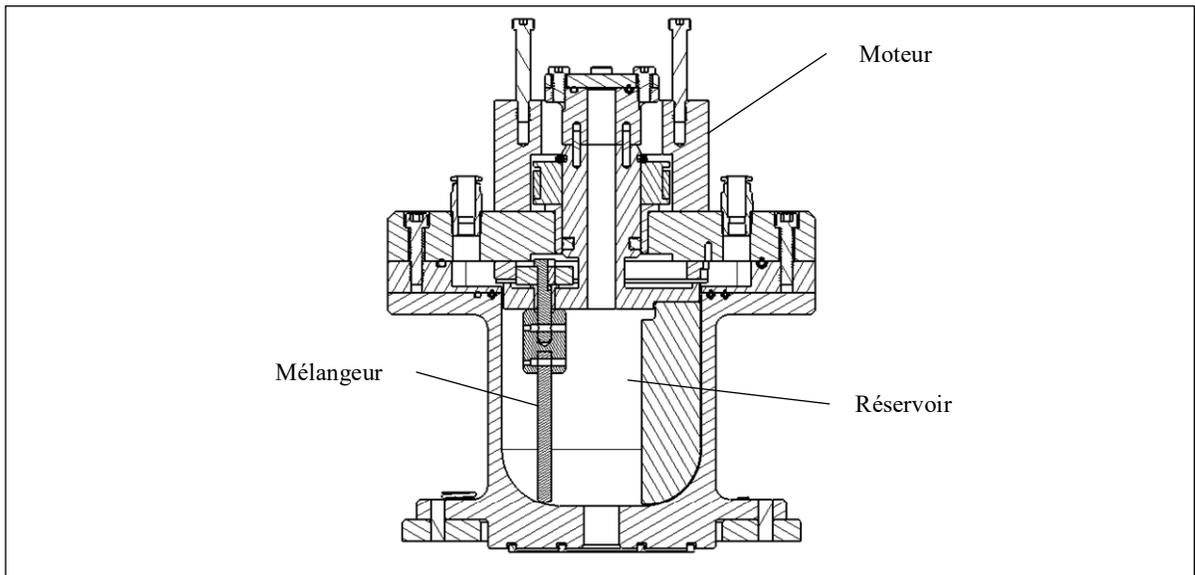


Figure 3.2 Vue de coupe du réservoir de la presse à injection

## 3.2 Injection

### 3.2.1 Presse à injection

La presse à injection utilisée dans ce projet est un équipement de laboratoire développé et fabriqué par Francis Arès dans le cadre de son projet de maîtrise. Celle-ci représente une amélioration du prototype initial conçu par un autre étudiant à la maîtrise Lamarre (2016). La Figure 3.3a montre une vue d'ensemble du montage de la presse dans le laboratoire et la Figure 3.3 b est un schéma explicatif des différentes composantes du système. Le mélange préalablement préparé avec cet équipement se situe dans le réservoir chauffé afin de le maintenir à l'état liquide et à la température constante d'injection de 90 °C. Le mélangeur permet de brasser le mélange afin d'assurer son homogénéité et d'éviter la ségrégation des poudres entre les injections. Lors d'un cycle d'injection normal, ce réservoir est mis sous vide pendant environ 1 heure pour réduire la quantité de bulles présentes dans le mélange. Dans ce projet par contre, cette étape a été annulée pendant les phases 1 à 7 du plan de tests présenté plus bas au Tableau 3.2 afin de produire intentionnellement un mélange contenant plusieurs bulles. Lorsque le mélange est prêt à être injecté, le cylindre est placé sous le mélangeur et,

comme une seringue, se remplit de la quantité de mélange nécessaire pour remplir le moule. La table glissante est ensuite déplacée afin d'aligner le cylindre vis-à-vis l'entrée du moule avant de le serrer contre la presse. À ce moment, la vitesse de piston est contrôlée pour injecter le mélange dans le moule. Lorsque le cylindre est vide ou le moule est rempli, la table glissante est repoussée pour mettre le cylindre sous le réservoir. Toute quantité de mélange restant dans le cylindre est réintroduite dans le réservoir afin d'être brassée de nouveau jusqu'à la prochaine injection.

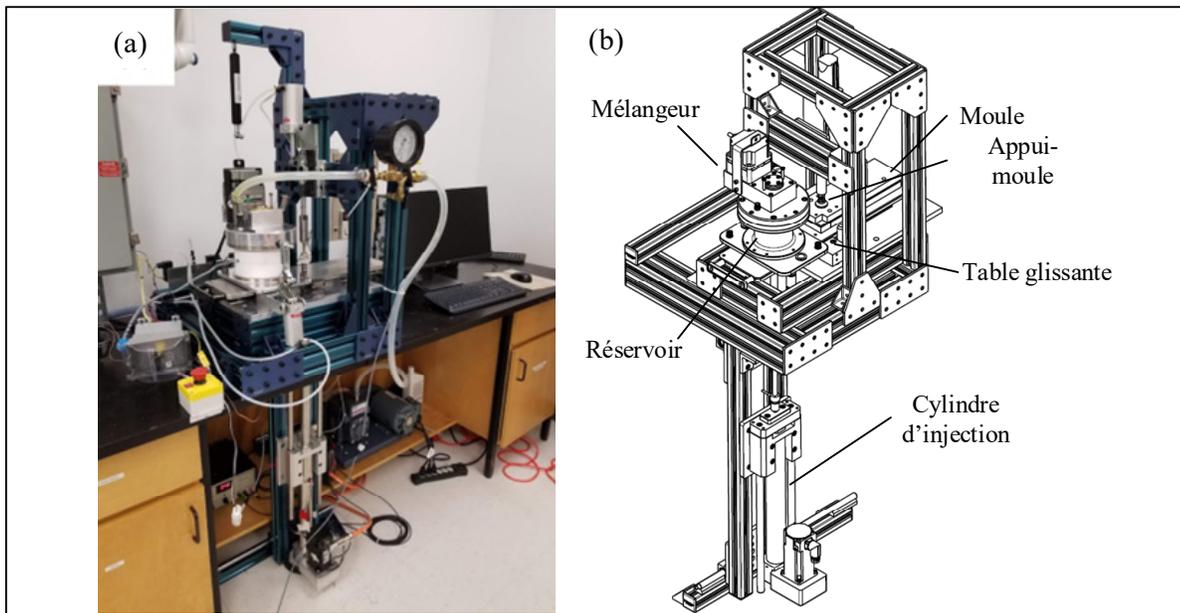


Figure 3.3 Presse à injection MIM (a) photo du montage et (b) schéma explicatif

### 3.2.2 Moule et pièces

Comme discuté à la section 1.5, il existe plusieurs types de moules capables d'appliquer un vide dans la cavité du moule. Entre autres, les moules avec valves utilisés en VPDC et les moules à cavité isolée utilisés en  $\mu$ IM. Les valves utilisées en VPDC sont nécessaires vu la très basse viscosité du métal liquide pour l'empêcher de se rendre à la pompe. En  $\mu$ IM, la viscosité du polymère est beaucoup plus élevée et les événements suffisent pour l'empêcher de sortir par ces orifices. La viscosité du mélange MIM se rapproche beaucoup plus de celle d'un polymère que

d'un métal fondu. Pour cette raison, le moule à cavité isolé a été choisi pour ce projet. La Figure 3.4a est un schéma de fonctionnement du moule sous vide pour le MIM. Il est composé de trois sections qui ont été conçues, fabriquées et validées dans le cadre de ce projet. D'abord, la section du bas qui contient le point d'injection (pièce verte). Ensuite la section centrale (pièces rose et mauve) qui permet de définir la forme et l'épaisseur de la pièce en plus de contenir les événements et le canal d'échappement d'air. Finalement, la partie supérieure (pièce bleue) contient le port de connexion pour le système de vacuum.

Toutes les sections montrées à la Figure 3.4a sont séparées par des joints toriques pour assurer l'étanchéité du moule. Un premier joint est placé entre la base du moule et la table d'injection tandis qu'un second joint est placé entre la base et le milieu du moule. Finalement, un troisième joint torique est placé entre le haut et le milieu du moule. Les rainures de même que le dimensionnement des joints toriques ont été faits en accord avec la norme AS568 (SAE, 2020). L'air présent dans le moule sera évacué par les événements du moule jusqu'à dans une rainure qui permet de connecter les événements au port de vacuum. Ce chemin est indiqué par les flèches rouges de la Figure 3.4 b. Lors de l'injection, le mélange entrera par le point d'injection pour remplir la cavité tel qu'illustrés par les vues de coupes des Figure 3.4c et d. Tout air présent dans le mélange pourra continuer à être évacué par les événements durant l'injection. S'inspirant des moules complexes utilisés en  $\mu$ IM, la partie centrale contient des inserts modulables permettant de modifier la taille et la forme de la pièce injectées. Cette section a aussi été produite en deux épaisseurs différentes. Une version modifiée du bas du moule a aussi été conçue pour permettre de faire des pièces plus complexes. Les dessins de détail de ce moule sont disponibles en ANNEXE II.

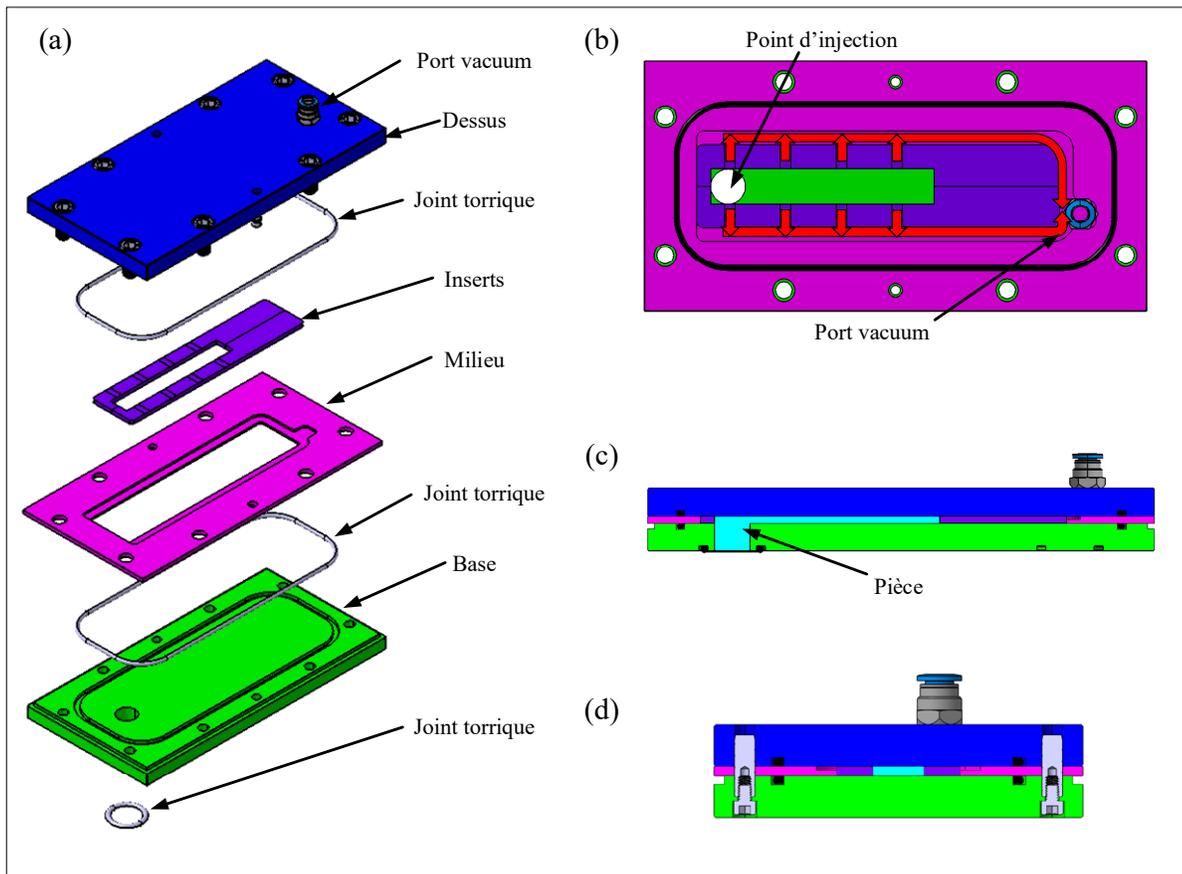


Figure 3.4 Schéma fonctionnel du moule sous-vide (a) vue explosée de composantes, (b) chemin de l'air vers le vacuum, (c) et (d) vues de coupe du moule avec la pièce

Pour vérifier l'étanchéité du moule et le fonctionnement de celui-ci, des tests de vacuum ont été effectués. Dans la littérature, pour les moules sous vide, ce genre de test n'est pas documenté. Sachant que les moules industriels utilisés en  $\mu$ IM peuvent atteindre des pressions absolues de 6 mbar, que la pression obtenue dans les moules de HPDC est d'au minimum 50 mbar et que le moule est utilisé au plus 20 secondes à la fois, l'objectif était d'obtenir un moule pouvant atteindre une pression de 10 mbar avec un taux de fuite maximale de 10 mbar à l'heure. Le résultat des tests de fuite fut très concluant, la pression atteinte dans le moule est de moins de 1 mbar et les fuites sont de moins de 1 mbar à l'heure. Il est donc possible d'en conclure qu'il ne reste pratiquement pas d'air dans le moule au début de l'injection et que, pratiquement, aucun air n'entrera dans le moule durant l'injection.

### 3.2.3 Adaptation du système de vacuum

Pour ce projet, le système de vacuum de la presse disponible au laboratoire MIM de l'ÉTS a été modifié pour accommoder le nouveau moule sous vide présenté à la section précédente. La Figure 3.5 schématise le système d'origine et ce nouveau système. À l'origine, la pompe sous vide retire l'air du réservoir selon le schéma montré à la Figure 3.5a. Une jauge de pression est utilisée pour connaître la pression dans le système, une valve principale permet d'isoler le réservoir de la pompe et une valve d'échappement permet de ramener le réservoir à pression atmosphérique. Dans le système modifié schématisé à la Figure 3.5 b, un raccord en T (en rouge) a été ajouté pour permettre de dévier la pression négative du récipient vers le moule. La Figure 3.5c montre les différents circuits pour le vacuum ; le circuit provenant de la pompe sous vide (en jaune) qui peut se connecter au réservoir par le circuit bleu ou au moule par le circuit rouge. La nouvelle séquence de manipulation lors d'une injection sous vide serait la suivante :

- Fermer le raccord en T
- Remettre le réservoir sous pression atmosphérique
- Remplir le cylindre de mélange
- Déplacer la table vers la position moule
- Connecter le moule au système de vacuum et le positionner avec le cylindre
- Mettre le raccord en T en position « moule »
- Injecter le mélange dans le moule
- Fermer le raccord en T
- Déconnecter le moule du système sous vide et démouler la pièce
- Déplacer la table vers la position réservoir
- Vider le cylindre dans le réservoir
- Fermer la valve du réservoir et mettre le raccord en T en position « réservoir »

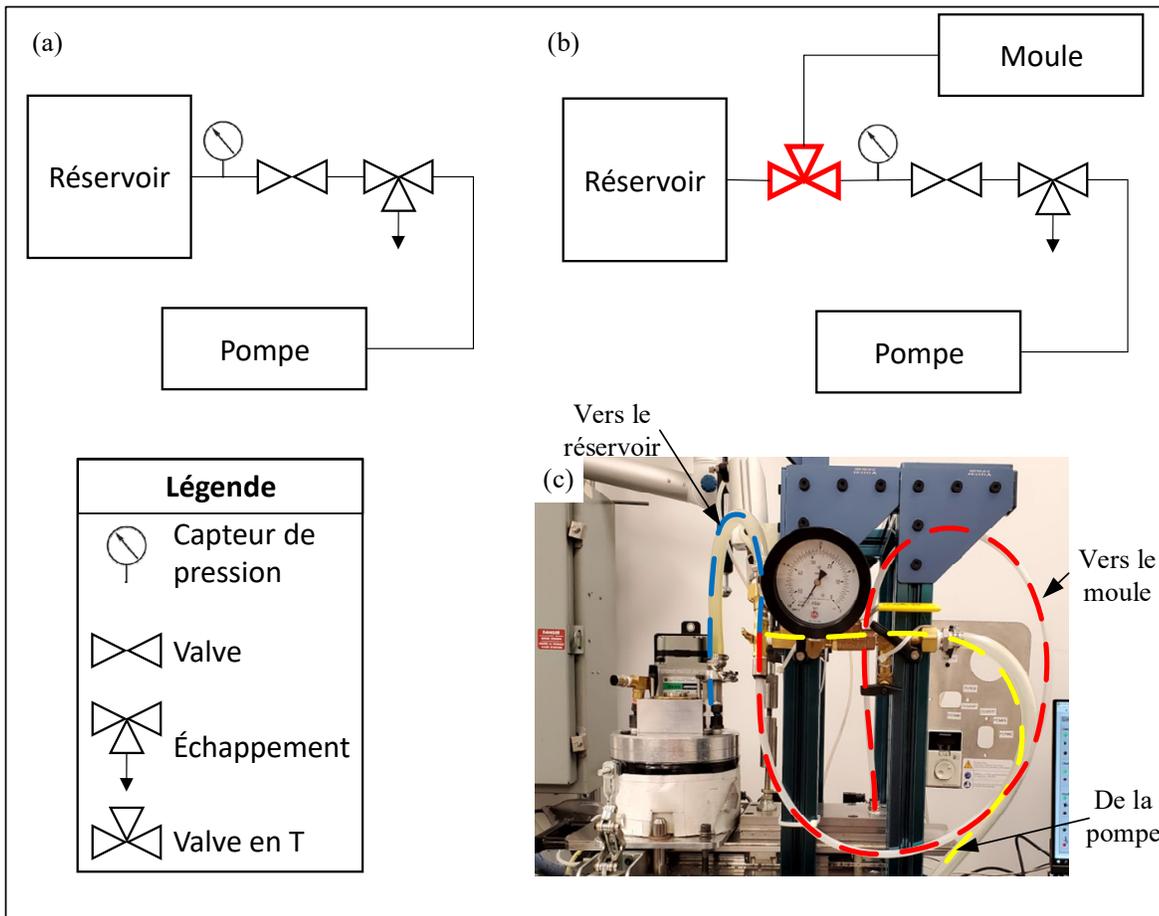


Figure 3.5 Représentation schématique du système de vacuum (a) d'origine et (b) après modification pour le moule et (c) photo du montage modifié sur la presse

En  $\mu$ IM, la procédure pour appliquer et maintenir le vide dans le moule est bien définie par divers chercheurs. Sorgato et Lucchetta (2015) proposent de faire le vide 10 secondes avant le début de l'injection et de le maintenir tout le long de l'injection et de la solidification. Ce temps de 10 secondes se base sur plusieurs recherches qui ont démontré que l'efficacité du procédé est proportionnelle au temps de maintien avant l'injection. Cette proportionnalité se stabilise après un certain temps, dépendant du moule et du matériau. Les 10 secondes permettent d'assurer que la pression minimale est obtenue pour toutes les moules et tous les montages (Ying Choi et al., 2016). La pression absolue atteinte dans le moule est de 6 mbar (Sorgato, Babenko, et al., 2016). Pour ce faire, des pompes avec un débit de  $0.95 \text{ mm}^3/\text{s}$  et une capacité de  $0.5 \text{ mm}^3$  sont utilisées. Puisque les pièces produites par HPDC sont nettement plus larges

que celles produites en  $\mu$ IM, le niveau de vide qu'il est possible d'obtenir est moins important, de l'ordre de 200 mbar (Szalva & Orbulov, 2019). Un réservoir entre la pompe et le moule pour réduire la force de la pompe, peut aussi être utilisé. Ce type de système a été utilisé par Bar-Meir et al. (1996) et lui a permis d'obtenir des pressions de 50 mbar. Dans le cas du MIM, les moules sont plus petits qu'en HPDC et plus simples qu'en  $\mu$ IM. Pour cette raison, le présent projet s'est inspiré des techniques et des équipements du  $\mu$ IM, l'injection sera faite dès que la pression dans le moule sera en bas de 2 mbar, ce qui prend environ 7 secondes.

### **3.3 Injections préliminaires (criblage) et plan d'essais**

Puisqu'il n'y a aucune information disponible dans la littérature sur l'effet d'un vacuum dans un moule pendant l'injection du procédé MIM, des injections préliminaires ont été faites pour mieux baliser l'étendue du projet. La Figure 3.6 montre une vue isométrique de la pièce injectée ainsi que le résultat préliminaire de la première pièce injectée dans un moule sous vide. Il est à noter que les paramètres d'injections ainsi que les paramètres du vacuum n'ont pas été optimisés pour ces pièces. La Figure 3.6b est montrée en vue de dessus de la pièce alors que la Figure 3.6c est montrée en vue de dessous. Il est possible de remarquer trois zones distinctes. Une première zone à gauche de l'image montre une partie poreuse et foncée. Une deuxième zone au centre est représentée par une partie plus pâle dont la texture en surface n'est pas lisse. Une troisième zone près du point d'injection montre une autre partie poreuse, mais plus pâle particulièrement visible sur la Figure 3.6c. Cette dernière section n'est pas visible sur la Figure 3.6a puisqu'elle est cachée par le mélange provenant du chemin d'injection (c.-à-d., partie cylindrique massive attachée à la pièce rectangulaire).

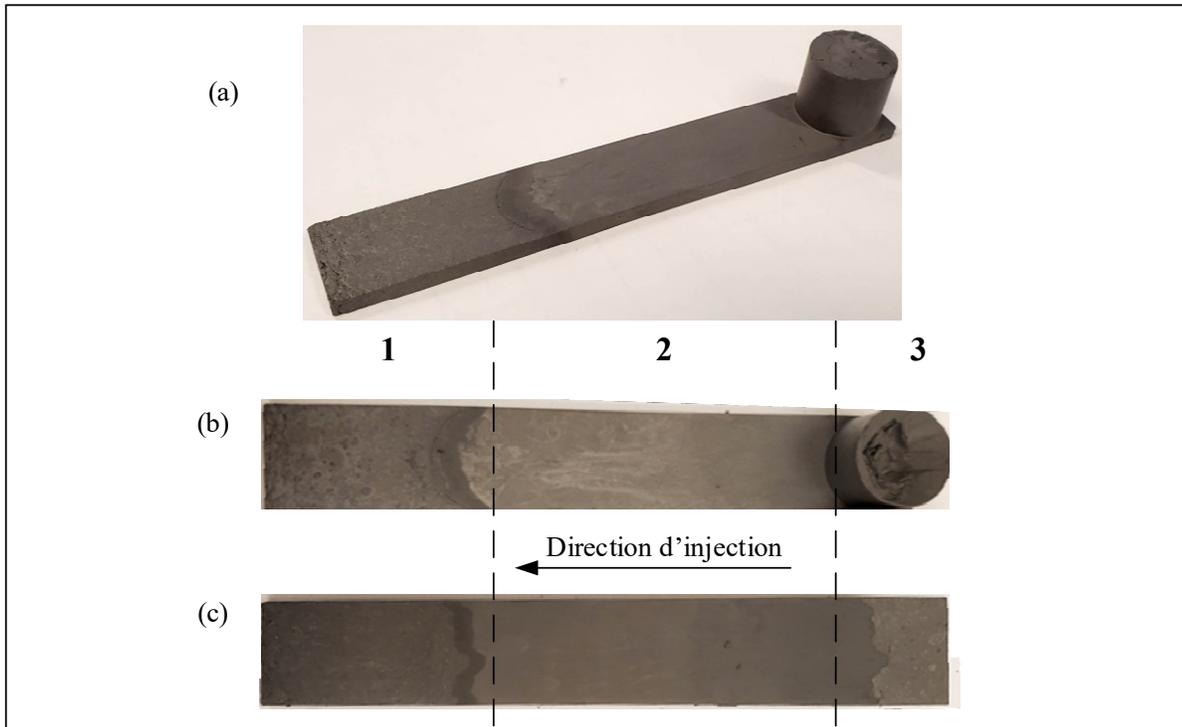


Figure 3.6 (a) vue isométrique de la pièce injectée, et résultat préliminaire d'une injection dans le moule sous vide montrant les vues de (b) dessus et (c) dessous (zone 1 : partie poreuse en bout de pièces ; zone 2 : partie centrale avec défauts en surface ; zone 3 : point d'injection poreux)

Ces essais préliminaires ont permis d'établir le plan de tests présenté au Tableau 3.2, le but est de mieux comprendre l'effet du vacuum sur la qualité générale de la pièce et sur la présence et la distribution des bulles. Les injections seront séparées en huit (8) phases comportant chacune un objectif principal. D'autres expériences ont aussi été réalisées, elles sont présentées en ANNEXE III. Une analyse du comportement du mélange MIM liquide sous vide sera faite en premier lieu afin de mieux comprendre l'évolution d'un mélange lorsqu'il est soumis à un vacuum. Dans ce test où aucune injection n'est prévue, le mélange sera observé sous vide afin de discrétiser le comportement du mélange des effets du moule. Un mélange standard et un mélange comportant un grand nombre de bulles (c.-à-d., 2 mélanges différents) seront placés sous une cloche à vide, à la température d'injection, et seront observés de la pression atmosphérique jusqu'à la pression absolue minimale atteignable par la cloche pour une durée totale de 5 minutes.

Deuxièmement, l'effet du niveau de vide variant d'un vide absolu à l'utilisation d'une pression partielle sur la pièce sera étudié. L'une des hypothèses derrière cette phase de test est que le niveau de vide absolu obtenu dans la moule soit significativement plus faible que celui utilisé dans les procédés  $\mu$ IM ou VPDC (présenté plus haut) et, qu'il est possible que les défauts soient causés par ce niveau de vide trop intense. Des pièces seront donc injectées en utilisant 11 niveaux de vide entre un vacuum absolu et une pression atmosphérique et les défauts des différentes pièces seront observés. Troisièmement, des pièces de différentes tailles seront injectées sous vide pour tenter de quantifier si ce paramètre influence la qualité de la pièce. Plusieurs paramètres comme la surface de la pièce en contact avec la cavité sous vide, le volume de la pièce et la masse de mélange dans le cylindre ou encore l'écoulement du mélange dans le moule peuvent ainsi produire un impact sur la qualité de la pièce. Pour ce faire, la pièce standard de 100 X 16 X 3 mm sera comparée avec une pièce de même taille, mais avec une épaisseur de 5 mm puis une pièce de même épaisseur, mais mesurant 150 X 25 mm. Quatrièmement, le temps d'incubation du mélange sous vide avant d'être injecté sera modifié dans le but d'observer si la longueur de la partie poreuse est influencée par ce paramètre.

Cinquièmement, une zone tampon chaude sera ajoutée entre le cylindre et le moule dans l'objectif de faire monter la partie poreuse dans cette section pour éviter qu'elle ne solidifie immédiatement dans le moule. Sixièmement, l'effet de la quantité de bulles dans le mélange sur le résultat des pièces sera étudié. Pour ce faire, le mélange subira divers temps de dégazage avant l'injection sous vide. Septièmement, la séquence d'injection et d'application du vide sera modifiée. Tel que schématisé à la Figure 3.7, la pièce sera partiellement injectée à pression atmosphérique, puis le restant de la pièce sera injecté sous vide.

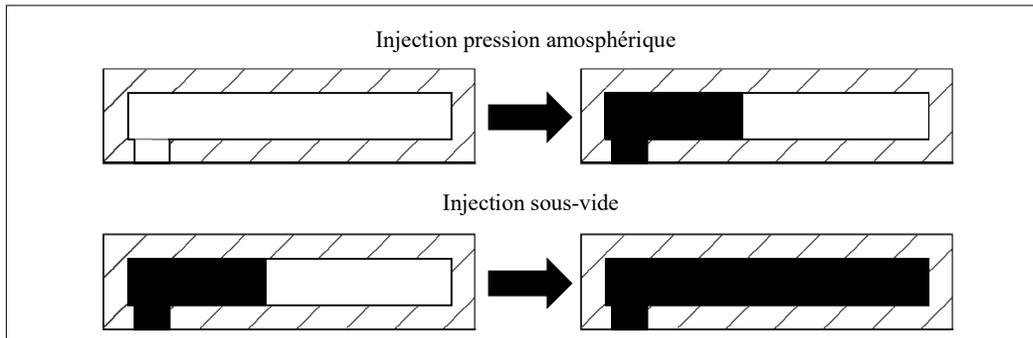


Figure 3.7 Séquence d'injection complexe

Enfin, l'effet de l'injection sous vide sur un mélange initialement dégazé (mélange proche des conditions de production) possédant très peu de bulles sur la quantité de porosités finales sera analysé. À partir du même mélange, des pièces seront injectées à pression atmosphérique et sous vide. La quantité, la taille et la position des porosités seront qualifiées à l'aide d'observations par rayons X.

Tableau 3.2 Plan de tests proposé

Phase (Section)	Titre	Objectif	Paramètre modifié	Variable
1 (§ 4.1)	Effet du vacuum sur le mélange	Comprendre le comportement du mélange MIM à température d'injection, lorsque placé sous vide	Quantité de bulles dans le mélange (Temps de dégazage)	Aucun dégazage – 3h de dégazage
2 (§ 4.2)	Effet de la pression partielle sur les pièces	Étudier l'effet de différentes pressions partielles dans le moule	Pression dans le moule	2 mbar à 1000 mbar
3 (§ 4.3)	Effet de la taille des pièces	Étudier l'influence de la taille et de la force des pièces	Épaisseur du moule	3 mm à 5 mm
4 (§ 4.4)	Effet du temps sous vide	Étudier l'influence du temps entre le vide et l'injection	Temps sous-vide	3 secondes à 30 secondes
5 (§ 4.5)	Ajout d'une zone tampon	Explorer la possibilité d'ajouter une zone chaude entre le cylindre et l'entrée du moule	Longueur de la zone	25 mm à 75 mm
6 (§ 4.6)	Effet de la quantité de bulles dans le mélange	Étudier l'effet de la quantité de bulles présentes dans le mélange avant l'injection	Temps de dégazage et longueur du cylindre	0 h à 3h 10 mm à 75 mm
7 (§ 4.7)	Injections avec des séquences complexes	Étudier la possibilité de faire des séquences complexes entre l'injection et l'application du vide	Volume injecté avant le vacuum	10 % à 75%
8 (§ 5.3)	Effet du vacuum sur les porosités	Analyse l'effet du vacuum sur la quantité et la taille des porosités	Environnement industriel	Mélange industriel

## CHAPITRE 4

### Résultats

Dans cette section, les résultats des différents tests définis au Tableau 3.2 sont décrits et analysés étape par étape où une discussion est ensuite proposée au Chapitre 5.

#### 4.1 Effet du vacuum sur le mélange poudre-liant

Dans le but de mieux comprendre les résultats préliminaires montrant une zone poreuse (Figure 3.6), un mélange non dégazé a été chauffé jusqu'à la température d'injection de 90°C et placé sous une cloche à vide à pression atmosphérique telle qu'illustrée à la Figure 4.1a. Le vide a ensuite été appliqué (c.-à-d., air complètement retiré de la cloche) puis l'image présentée à la Figure 4.1b a été prise 5 minutes après le début de l'expérience. Il est possible d'observer un gonflement significatif du mélange en plus d'une surface poreuse qui ressemble à celle de la zone 1 identifiée à la Figure 3.6 sur des barres injectées. L'hypothèse posée est que le vacuum affecte le mélange présent dans le cylindre de la presse à injection qui se gonfle jusqu'au moule. Le moule étant plus froid que le cylindre (40°C au lieu de 90 °C), le mélange gonflé refroidit dans le moule et commence à se solidifier. Lors de l'injection subséquente, il est donc possible que le mélange non affecté pousse cette zone de mélange affectée en avant de la pièce pour créer la zone deux de la Figure 3.6. Dans le cadre de cette étude, cette zone caractéristique de la pièce a été nommée Zone affectée par le vacuum (ZAV). Deux phénomènes pourraient expliquer ce gonflement. D'abord, l'absence de pression pourrait faire « bouillir » le polymère en dessous de 90°C. Cependant, la littérature ne fait pas question de point d'ébullition de polymère à pression atmosphérique ou sous vide. L'autre phénomène serait l'absence de pression sur l'air présent dans le mélange qui permet aux bulles de gonfler. Pour confirmer cette hypothèse, le mélange de la Figure 4.1b a été mélangé sous vide pendant 2 heures dans le but de retirer le plus de bulles possibles. Ce mélange dégazé a de nouveau été placé à 90 °C dans la cloche à pression atmosphérique (Figure 4.1c) et mis sous vide durant 5 minutes. Le résultat, comme illustré à la Figure 4.1d est bien différent du mélange avec bulles. En effet, le gonflement ne se produit pas et la surface n'est pas poreuse. Quelques bulles

sont tout de même apparues en pourtour du bol. Cela laisse présager que même après 2 heures, il reste encore quelques bulles dans le mélange et que, sous vide, ces bulles montent à la surface, mais n'éclatent pas, même après 5 minutes. Cela pourrait aussi porter à croire que la partie poreuse de la zone 1 de la Figure 3.6 serait notablement plus petite, voire inexistant sur un mélange dégazé.

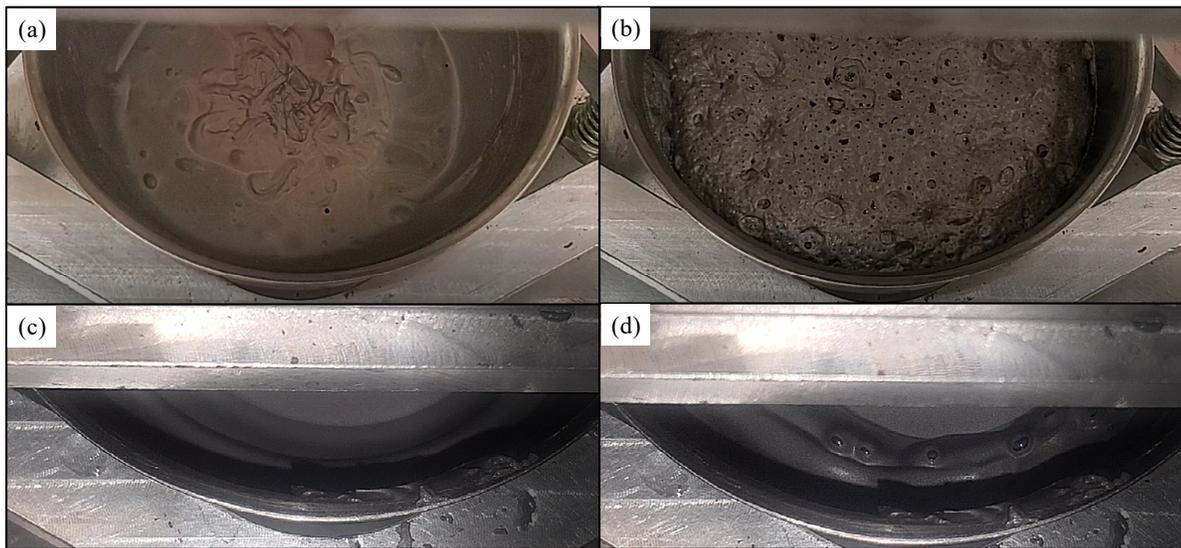


Figure 4.1 (a) Mélange avec bulles à pression atmosphérique, (b) mélange avec bulles sous vide, (c) mélange dégazé à pression atmosphérique et (d) mélange dégazé sous vide

Pour mieux comprendre la dynamique du mélange, les trois polymères ont été placés individuellement sous vide durant 5 minutes. Pour la cire de paraffine et l'acide stérique, de petites bulles montaient continuellement vers la surface pour ensuite éclater rapidement. Ces bulles sont encerclées par des cercles rouges sur la Figure 4.2a-b. L'éthylène-acétate de vinyle, montré à la Figure 4.2c, se comporte bien différemment. En effet, l'air présent dans le mélange fondu ne semble pas être en mesure de s'échapper, probablement dû à sa viscosité plus élevée, et gonfle sous l'absence de pression atmosphérique. Le gonflement et la texture de la surface sont très similaires au phénomène observé sur le mélange poudre-liant montré à la Figure 4.1b. Ce résultat confirme que l'EVA est probablement la cause de ce phénomène, mais aussi que les résultats présentés dans ce rapport pourraient varier en fonction de la nature des polymères utilisés et de la viscosité du mélange.



Figure 4.2 État des trois liants polymériques non dégazés lors d'une mise sous vide : (a) cire de paraffine, (b) acide stérique et (c) éthylène-acétate de vinyle

#### 4.2 Effet du niveau de vide sur la ZAV

Tel que mentionné précédemment, le niveau de vide atteint dans les injections préliminaires était plus important que celui atteint normalement en  $\mu$ IM. Il a donc été proposé de réduire le niveau de vacuum afin de possiblement réduire la taille de la ZAV, voire éliminer, tout en garantissant une force de vacuum assez importante pour retirer les bulles de la pièce injectée. Pour vérifier cette hypothèse, le moule et le cylindre remplis ont été placés en position d'injection (Figure 4.3a), le vacuum a été appliqué (Figure 4.3b) puis la pièce a été démoulée sans jamais avoir été injectée. En d'autres mots, seuls le vacuum et le phénomène de gonflement ont permis de transporter le mélange dans le moule, le cas échéant.

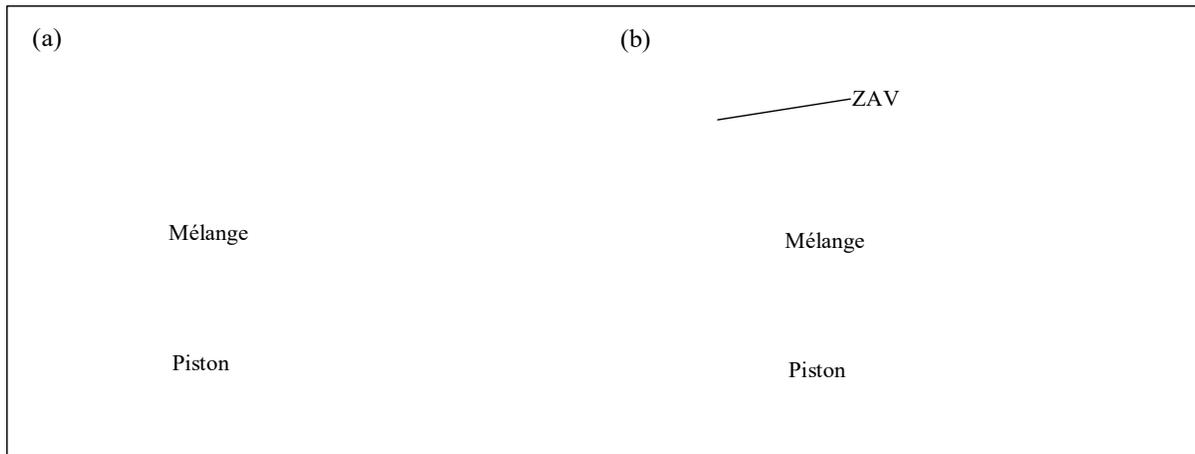


Figure 4.3 Schéma en vue de coupe du moule et du cylindre avant l'injection (a) à pression atmosphérique et (b) après l'application du vacuum

La Figure 4.4 illustre la taille de la ZAV, soit de la pièce obtenue en fonction du niveau de vide. Il est possible de remarquer que la longueur de la ZAV demeure relativement stable jusqu'à une pression absolue de 45 mbar ce qui est supérieur aux pressions utilisées en  $\mu$ IM, mais toujours inférieures à celles obtenues en VPDC. À 100 mbar, la ZAV est notablement plus petite, mais toujours présente. Pour des niveaux de vide entre 250 et 500 mbar, la ZAV ne monte plus dans la partie de la pièce et reste dans le chemin d'injection. Des tests à 750 mbar et 1000 mbar (pression atmosphérique) ont aussi été effectués, rien n'était présent dans le moule ou le chemin d'injection. En conclusion, un niveau de vide supérieur à 500 mbar ne permet plus de faire monter le mélange dans le moule, la ZAV peut donc être évitée.

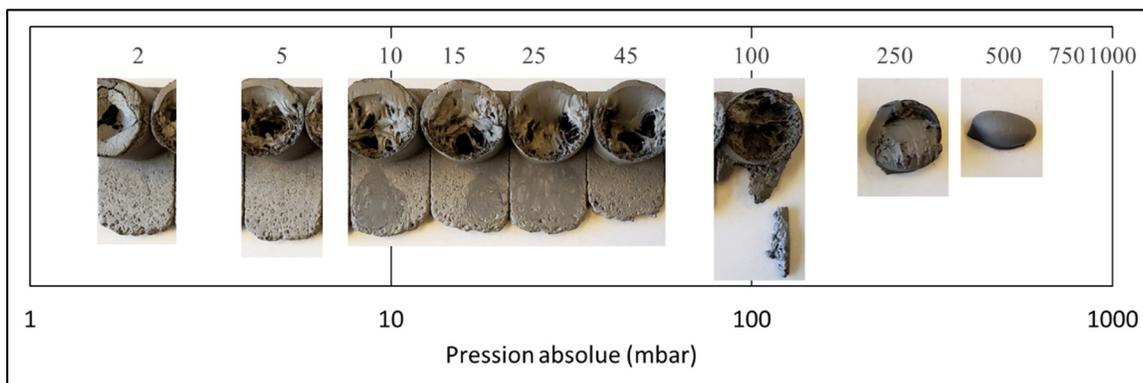


Figure 4.4 Taille de la ZAV en fonction du niveau de vide dans le moule

Pour quantifier l'effet de divers niveaux de vide sur les porosités dans la pièce, quatre (4) injections à des niveaux de vacuum de moins de 2 mbar, de 45 mbar, de 250 mbar puis une injection à pression atmosphérique ont été réalisées. Les pièces montrées aux Figure 4.5a-d, appuient les résultats de l'expérience précédente. En effet, la ZAV est visible sur les pièces injectées en bas de 100 mbar, mais n'est pas visible en haut de cette pression. Les rayons X de ces injections, présentés aux Figure 4.5e-h, montrent ce pendant que la corrélation entre le niveau de vide, la position et la quantité des porosités n'est pas claire. Pour un vacuum complet, la pièce semble avoir moins de bulles que pour toutes les autres conditions de vide. Pour le vacuum à 45 mbar, beaucoup de bulles sont présentes, et elles ont une forte tendance à s'agglomérer dans la ZAV. Pour celle injectée à 250 mbar, les porosités sont plus grosses et il est possible de remarquer de gros défauts en bout de pièce. Finalement, dans la pièce injectée sans vacuum, les bulles semblent dispersées uniformément et plus grosses que pour la pièce sous un vide complet. Dans tous les cas, des bulles sont encore présentes dans la pièce.

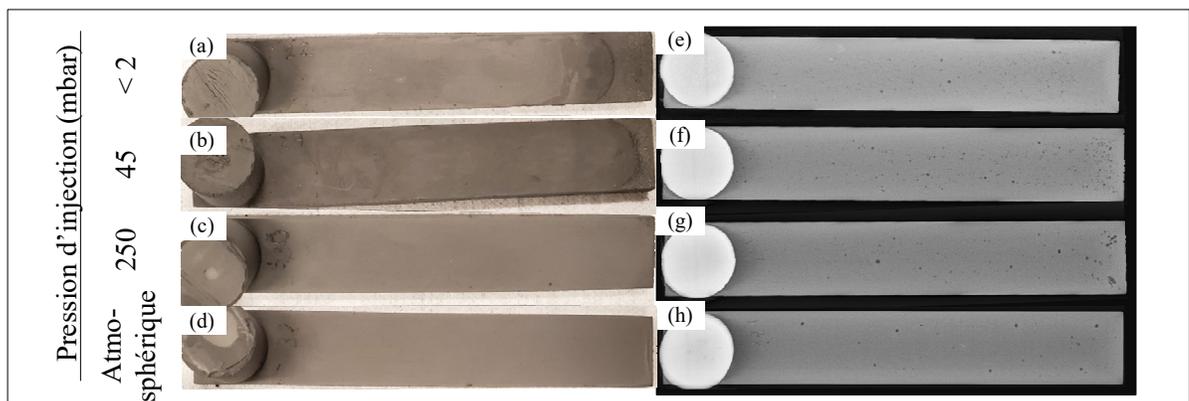


Figure 4.5 Photos et rayons X de pièces injectées sous des niveaux de vacuum

### 4.3 Effet de la taille des pièces injectées sur la ZAV

Les pièces présentées aux sections précédentes possédaient une dimension constante de 100 X 16 X 3 mm et la ZAV était toujours de même taille en plus d'être au même endroit pour les mêmes paramètres d'injection. En augmentant la taille des pièces, le volume de mélange dans le cylindre en attente d'injection augmente (possiblement plus de bulles au total) et la section

transversale sur laquelle le vacuum est appliqué augmente aussi. Dans un premier temps, la largeur de la pièce a été gardée constante à 16 mm, mais l'épaisseur a été augmentée à 5 mm et dans un deuxième temps, l'épaisseur a été maintenue constante à 3 mm, mais la largeur et la longueur ont été augmentées à 25 et 150 mm, respectivement. Les Figure 4.6a-c, montrent le moule et le cylindre après l'étape de mise sous vide, mais sans injection pour ces trois différentes géométries. On remarque que la longueur de la ZAV reste sensiblement la même et donc que le volume de celle-ci change. L'hypothèse soulevée est que la résistance de frottement entre le moule et le mélange pourrait avoir plus d'impact que les autres paramètres sur la taille de la ZAV.

Les Figure 4.6d-f, montrent le moule et le cylindre après l'étape de mise sous vide et une injection équivalente à 50 % du volume total de la pièce injectée (c.-à-d., injections interrompues) encore une fois pour ces trois différentes géométries. On remarque plus de changement entre les pièces. En effet, les deux pièces minces se comportent de la même manière au niveau de la ZAV, mais la forme du joint entre la ZAV et le reste de la pièce est inversée. Puisque la forme de la ZAV était la même avant l'injection, ce résultat est surprenant. Une première cause possible pourrait s'expliquer par un refroidissement plus vite ou un changement dans l'écoulement du mélange, les deux en lien avec une plus grande surface de contact entre le moule et le mélange. Une autre explication pourrait être que les côtés du point d'injection se remplissent en premier alors le restant du mélange pousserait seulement sur la partie centrale, expliquant du même coup aussi la ZAV restante sur les côtés du point d'injection. Pour la pièce plus épaisse (Figure 4.6f), la ZAV semble remplir le volume complet de la pièce alors qu'il était plus petit avant l'injection. Pour les deux pièces plus minces, la ZAV avant l'injection a la même épaisseur que le moule, ce qui n'est pas le cas pour la pièce plus épaisse (Figure 4.6d & f vs Figure 4.6e). On peut donc poser l'hypothèse que le vacuum est présent dans le moule au-dessus de la pièce au cours de l'injection et qu'elle continue de faire gonfler le mélange alors qu'il se fait injecter dans le moule.

Les résultats présentés aux Figure 4.6g-i semblent confirmer les hypothèses émises jusqu'à maintenant dans cette section. Ces pièces ont été produites après une mise sous vide et une

injection complète des pièces. Pour la petite pièce mince (Figure 4.6g), la ZAV remplit la section du moule et crée un bouchon qui se fait pousser jusqu'au bout de la pièce. Pour cette même largeur de pièce, mais plus épaisse (Figure 4.6h), la ZAV ne remplit pas complètement l'épaisseur. Le mélange peut donc passer par-dessus lors de l'injection et le vacuum continue de l'affecter. À un certain point, le mélange passe par-dessus la ZAV sans être affecté, possiblement parce qu'il n'y a plus assez de bulles dans le mélange. Il est possible de remarquer quelques petites ZAV en bout de la pièce. Il est possible que l'écoulement du mélange lisse se soit mélangé avec quelques petites parties poreuses qui se seraient fait emporter vers le bout de la pièce. Pour la grande pièce mince (Figure 4.6i), une certaine partie de la ZAV se trouve des deux côtés du point d'injection, car aucune force ne la pousse vers le bout de la pièce et le restant de la ZAV se trouve en bout de pièce comme pour la plus petite. Le positionnement et la taille de la ZAV sur une pièce plus complexe qu'une barre rectangulaire pourrait être très difficile à prédire.

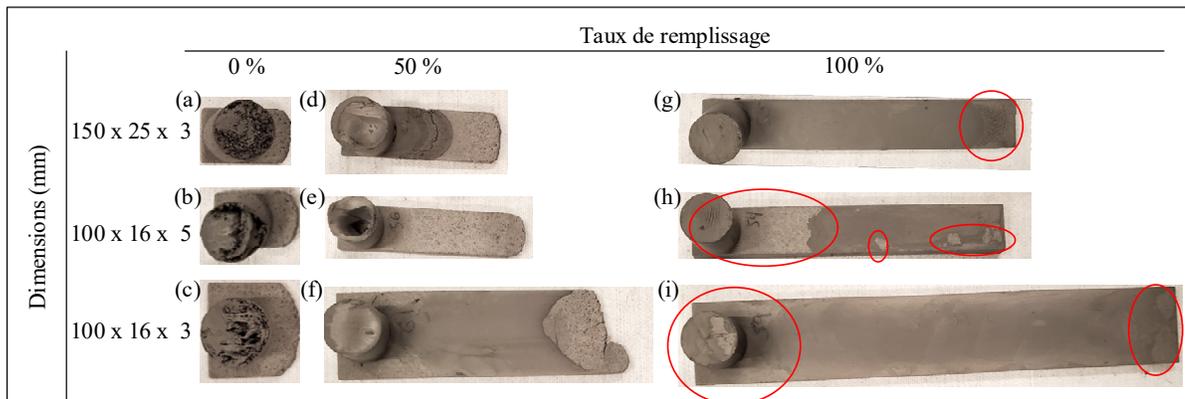


Figure 4.6 Résultats des injections partielles et complètes montrant la ZAV pour différentes dimensions de pièces

#### 4.4 Effet du temps d'application du vide sur la ZAV

La pompe à vacuum utilisée dans ce projet requiert un temps total de 7 secondes pour vider complètement l'air dans le moule et dans les conduits pour obtenir une pression de moins de 2 mbar. Après cette période, l'injection est démarrée. Puisque l'objectif du vacuum est de faire sortir toutes les bulles ou, du moins de les apporter dans la ZAV, il est possible que la pièce contienne moins de bulles si un délai est ajouté entre le moment où la pression minimale est

atteinte et le moment d'injection. Ainsi les bulles auraient plus de temps pour se déplacer ce qui pourrait aussi causer une ZAV plus grande. Des pièces ont donc été injectées à 50 % du volume avec des délais de 3, 5, 15 puis 30 secondes avant l'injection. En comparant les Figure 4.7a-d, il est d'abord possible de remarquer que la ZAV ne grossit pas, ce qui indique que, dès que la pression minimale est obtenue, un équilibre des forces est déjà présent et que le mélange ne continue pas de monter dans le moule. Une ligne foncée présente entre la ZAV et la partie lisse semble grossir avec l'augmentation du temps sous vide. Cela pourrait en partie être dû au fait que la ZAV a plus de temps pour refroidir dans le moule alors que le reste du mélange est encore chaud. Cette ligne serait donc simplement une faiblesse dans la pièce qui s'accroît avec la différence de température, un peu comme une ligne de fusion qui est souvent rencontrée en moulage par injection des poudres. En observant les rayons X correspondants aux Figure 4.7<sup>e</sup>-h, on voit la ZAV pratiquement inchangée et le joint entre les deux parties qui semble aussi s'élargir à mesure que le temps d'attente augmente. En observant la taille et la quantité de bulles présentes, il est possible de noter trois faits. D'abord, autant de bulles sont présentes dans la ZAV que dans le reste de la pièce, donc bien que la pièce semble visiblement lisse, elle est en réalité encore pleine de porosités. Ensuite, avec l'augmentation du délai d'injection, les bulles semblent se déplacer de plus en plus vers la ZAV sans nécessairement traverser la ligne entre les deux zones. Cela indique que la force du vacuum tire effectivement sur les bulles et que celles-ci se déplacent vers la tête de la pièce. Finalement, les bulles présentes à la Figure 4.7h semblent plus fines que celles de la Figure 4.7e. Ce phénomène pourrait être causé par le refroidissement du mélange près du moule qui s'accroît avec le temps, faisant en sorte que plus le mélange est froid, plus l'air dans les bulles est froid et, pour une pression constante, le volume de celle-ci diminue.

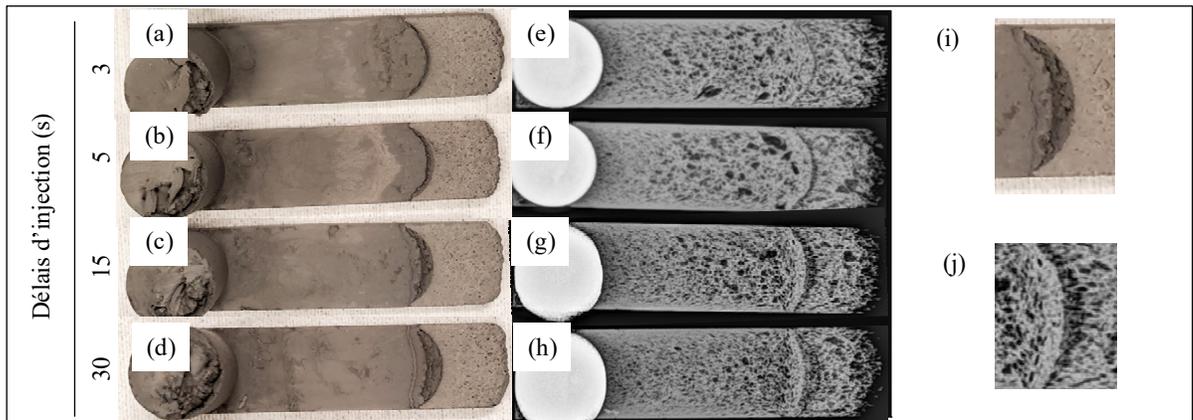


Figure 4.7 Photos et rayons X de demi-injections avec un délai entre l'application du vacuum et l'injection

#### 4.5 Ajout d'une zone tampon

En poursuivant l'hypothèse que la ZAV est causée par un refroidissement du mélange gonflé dans le moule, une zone plus chaude a été créée afin d'éviter la formation de la ZAV et donc la formation du joint entre celle-ci et le reste de la pièce qui semble empêcher la progression des bulles. La première option serait de chauffer le moule, mais cela rendrait les pièces difficiles, voire impossibles à démouler. La deuxième option serait d'ajouter une zone chaude entre le cylindre et le mélange tel qu'illustré à la Figure 4.8. Cette zone sera nommée zone tampon. Le mélange est placé dans le cylindre comme à l'habitude, puis la table est déplacée vers la zone d'injection. Le piston du cylindre est déplacé vers le bas de la longueur de la zone tampon dans le but de créer une partie chaude sans mélange avant le moule. Par la suite, le vacuum est enclenché et l'injection est faite selon la procédure normale.

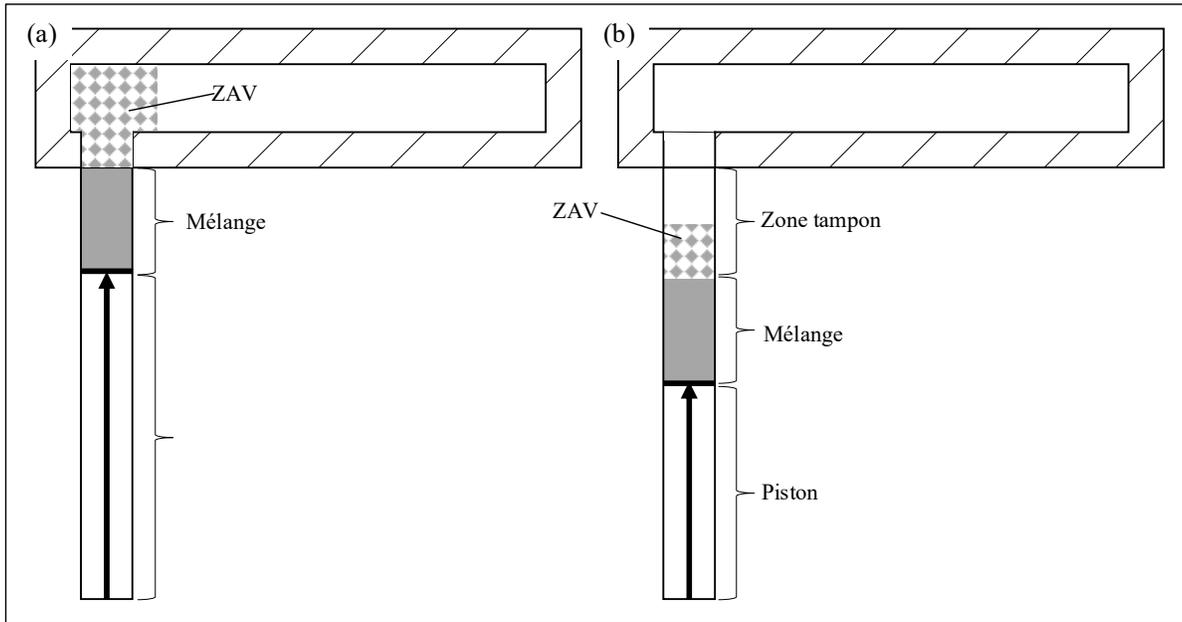


Figure 4.8 Schéma en vue de coupe du moule et du cylindre (a) en condition standard et (b) avec l'ajout d'une zone tampon

Des pièces avec des zones tampons de 25, 50 et 100 mm ont été injectées. À la Figure 4.9a (montré par une flèche), on peut voir que la pièce avec la zone tampon la plus courte présente encore une petite ZAV similaire à celle observée à la Figure 4.6h. Ce résultat confirme que la zone tampon était probablement trop courte et que le mélange aurait monté légèrement dans le moule. La partie refroidie serait alors trop petite et trop peu mécaniquement résistante pour faire un bouchon étanche et donc qui s'est probablement mélangé partiellement avec le mélange chaud pendant l'injection. En observant les Figure 4.9a-c, il est possible de remarquer que la ZAV en bout de pièce n'est pas visible, ce qui indique que la zone tampon fonctionne pour éliminer la partie poreuse visible. Cependant, les résultats des rayons X présentés aux Figure 4.9d-f confirment que l'ajout de la zone tampon n'aide pas vraiment le retrait des bulles du mélange, qui est rappelons le, l'objectif principal de ce projet de recherche. En outre, la pièce fabriquée avec la plus courte zone tampon montre quelques traces de ZAV, mais possède le moins de bulles. En allongeant la zone tampon, la quantité de bulles semble augmenter, ce qui est a priori difficile à expliquer. La première hypothèse est que l'allongement de la zone tampon produit un allongement artificiel du canal d'injection ce qui peut favoriser le phénomène de giclée et pourrait entraîner des turbulences causant des bulles. La deuxième

hypothèse serait une fuite d'air dans le système entre le moule et le cylindre. Cependant, les tests de fuite de vacuum avaient été faits avec des cylindres pleins et des cylindres vides alors cette cause est peu probable.

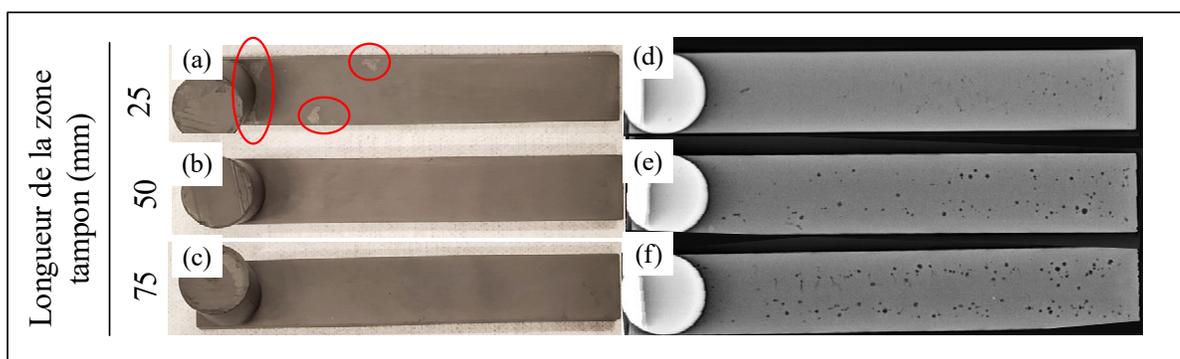


Figure 4.9 Photos et rayons X de pièces injectées avec une zone tampon chaude

#### 4.6 Effet de la quantité de bulles dans le mélange sur la ZAV

Comme indiqué à la section 4.1, le mélange sous vide ne se comporte pas de la même manière s'il est plein de bulles ou s'il a été dégazé. Pour mieux comprendre cette perspective, deux expériences ont été réalisées. D'abord, des pièces avec divers temps de dégazage ont été mises sous vacuum dans le moule, sans injection pour obtenir seulement la ZAV. En observant les différentes pièces, on peut remarquer qu'un temps de dégazage jusqu'à 1 heure (Figure 4.10a-c) produit des ZAV similaires, alors qu'un dégazage de 2 heures (Figure 4.10d) ne produit aucune ZAV. Ce résultat nous amène à formuler l'observation que la taille de la ZAV ne semble finalement pas proportionnelle à la quantité de bulles. Il semble donc y avoir un équilibre pour lequel la quantité de bulles dans le mélange ne le fait plus gonfler. Pour la Figure 4.10e, presque qu'aucun mélange n'est monté dans le moule ce qui laisse croire qu'il n'y a presque plus de bulles. Pour la Figure 4.10f, le mélange a été dégazé durant 3 heures puis mélangé à pression atmosphérique durant 15 minutes. Une ZAV semble alors présente, mais elle n'a pas la même texture que normalement. En effet, les défauts semblent plutôt de formes linéaires plutôt que des bulles sphériques. La présence d'une ZAV indique que le mélangeur a induit de l'air dans le mélange. La forme des bulles pourrait être due au temps de mélange très court qui a permis d'introduire de grosses bulles qui se sont allongées en mélangeant ou dans

le cylindre. Possiblement qu'un temps de mélange plus important aurait permis de défaire ces bulles en plus petites bulles bien distribuées.

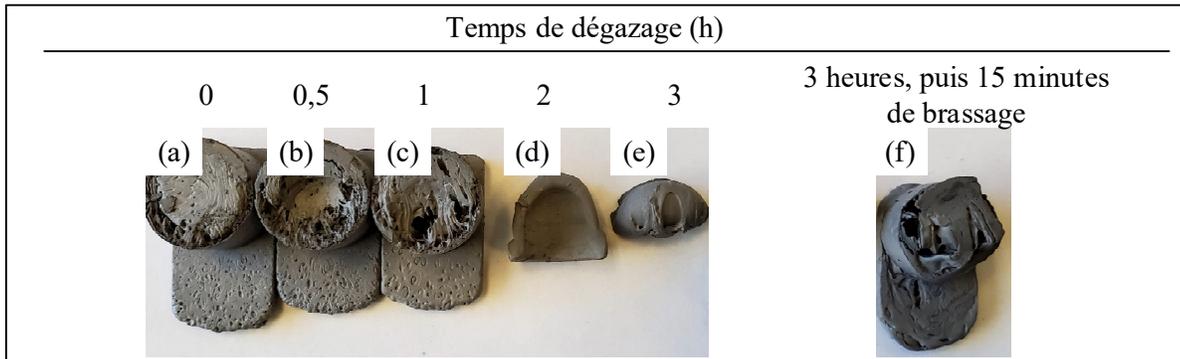


Figure 4.10 ZAV seulement après différents temps de dégazage

La seconde expérience consiste à varier la quantité de mélange dans le cylindre. Puisque les bulles sont distribuées uniformément dans le mélange, la quantité absolue de bulles devrait donc être proportionnelle au volume de mélange. L'unité de mesure choisie pour comparer les pièces est la longueur du cylindre d'injection tel que montré à la Figure 4.11. Celle-ci est proportionnelle au volume et donc à la quantité de bulles. Pour référence, la longueur utilisée pour remplir le moule normalement est de 40 mm.

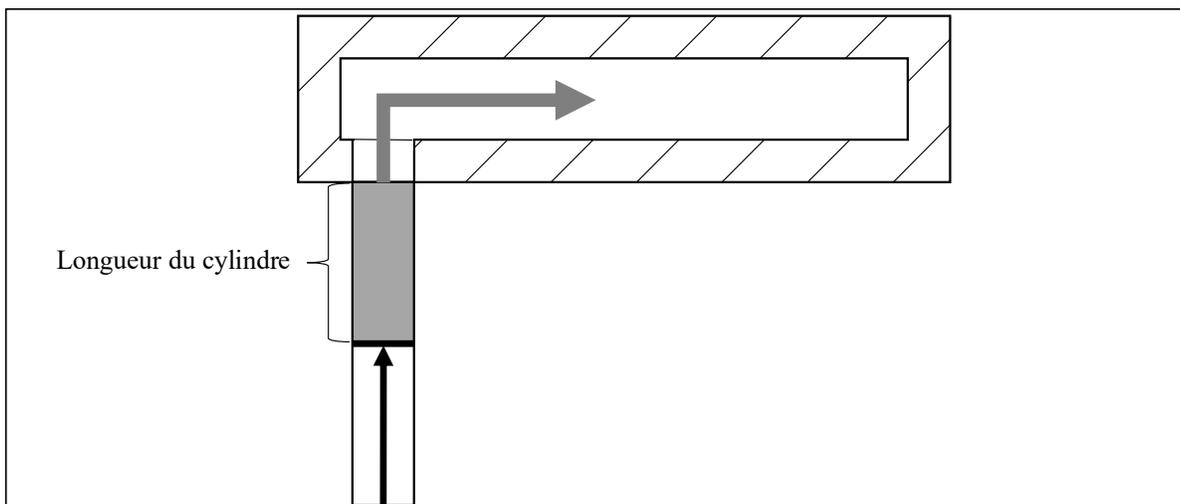


Figure 4.11 Schéma montrant la longueur du cylindre contenant le mélange dans le piston

L'expérience a été faite avec des longueurs de cylindre rempli à 10, 20 30, 50 et 75 mm. Les ZAV pour les deux longueurs de cylindre plus courtes, présentées aux Figure 4.12a-b sont plus petites alors que les trois autres (Figure 4.12c-e) ont tous sensiblement la même longueur. Cela pourrait être en lien avec le volume de mélange dans le cylindre et non la quantité de bulles. En effet, pour des volumes plus faibles, le vacuum fait gonfler le mélange, mais comme il a un volume limité, il ne peut pas remplir le moule au complet. Pour des volumes plus grands, le mélange gonfle et monte dans le moule jusqu'à atteindre un équilibre de force. La gravité tendrait à conserver une quantité de mélange dans le cylindre alors que le vacuum tire sur le mélange dans la moule et fait gonfler les bulles d'air qui n'ont pas le choix de monter vers le moule. Cet équilibre des forces dépendrait donc de la concentration de bulles dans le mélange et non de la quantité de bulles totales.

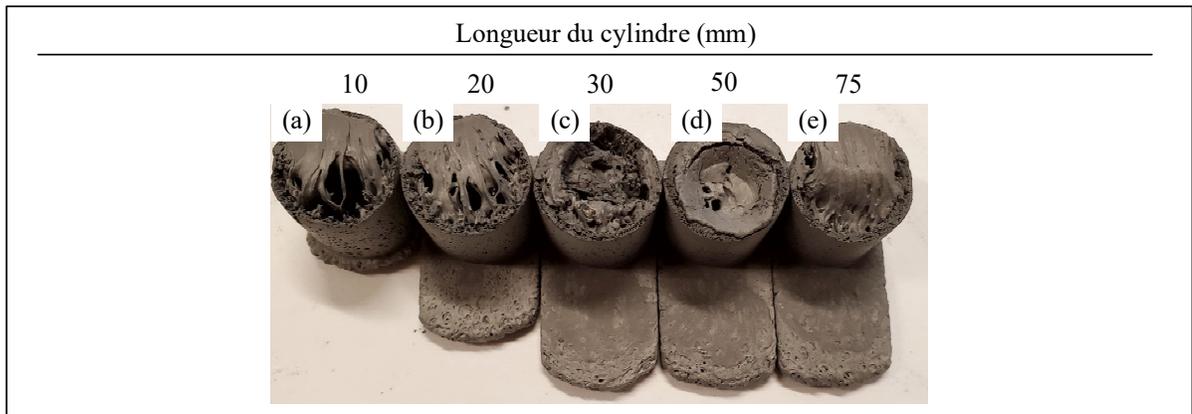


Figure 4.12 ZAV seulement pour différentes longueurs de cylindre

#### 4.7 Injections avec des séquences complexes

Dans le but de conserver la capacité du vacuum à retirer les bulles, mais d'éviter la formation de la ZAV, l'utilisation d'une séquence complexe en deux parties, comme expliquée par la Figure 3.7 a été explorée. Pour la Figure 4.13a, une injection de 10 % du volume total de la pièce a été injectée à pression atmosphérique, le vacuum a été activé, puis le 90 % restant a été injecté sous vide. La même expérience a été réalisée pour 25 %, 50 % et 75 % du volume

injecté à pression atmosphérique puis le reste injecté sous vacuum. Des injections avec une séquence inversée (i.e., début de l'injection sous vide puis le reste à pression atmosphérique). Les résultats sont disponibles en ANNEXE IV.

Dans les trois premiers cas, une ZAV poreuse n'est pas visible, mais il existe tout de même une démarcation entre la ZAV lisse et le restant dans la pièce. Cette démarcation indiquée avec une flèche varie en fonction du moment d'activation du vacuum. Pour la Figure 4.13d, cette ligne n'est pas visible, puisqu'elle se retrouve dans le chemin d'injection. Plus le vacuum a été activé tôt, plus les bulles semblent avoir été transportées vers la pointe et même éliminées. Une analyse détaillée du phénomène sera faite au chapitre suivant.

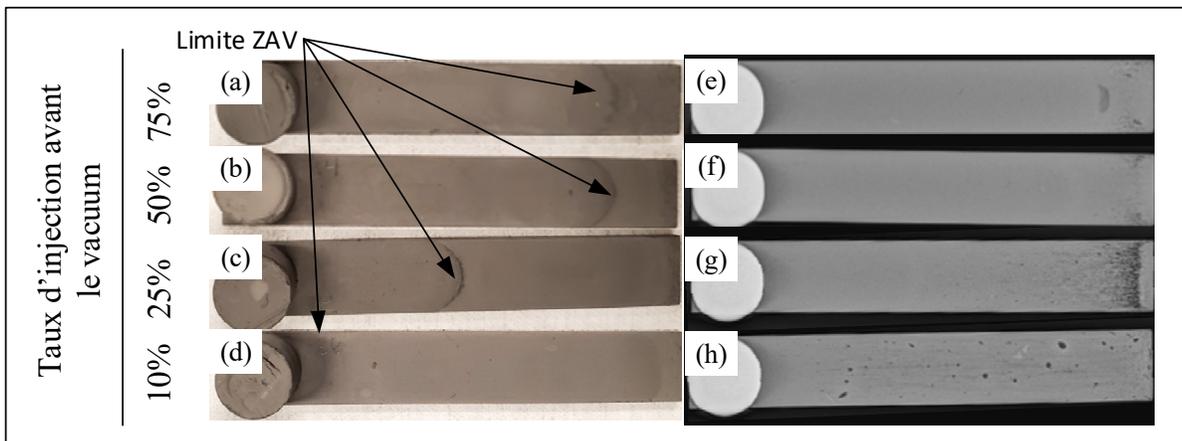


Figure 4.13 Photos et rayons X des injections avec séquence complexe

## CHAPITRE 5

### Discussions

Cette section vise à souligner les grandes lignes du projet et les résultats les plus prometteurs du MIM injecté dans un moule sous vide. Une analyse du procédé dans un contexte industriel sera aussi faite.

#### 5.1 Analyse de la ZAV et des porosités

Au fil des différents tests réalisés dans le cadre de cette étude, plusieurs aspects récurrents ont été observés qui permettent de mieux comprendre les phénomènes en jeu. D'abord, comme illustrées à la Figure 5.1, les bulles ont une tendance à se dégager des côtés de la pièce et se trouver au centre de la pièce. Lors de l'injection sous vide, plusieurs forcent agissent sur le mélange. D'abord, la force d'injection qui pousse le mélange du cylindre vers le moule. Ensuite la force de vacuum qui a tendance à aspirer le mélange et les bulles dans la direction d'injection. Finalement, la force de friction existe entre les parois du moule et le mélange qui tendent à le ralentir près des surfaces du moule. Dû à ce ralentissement, le mélange se déplace plus vite au centre et les bulles semblent avoir tendance à se faire aspirer dans cet écoulement plutôt que de rester sur les côtés.

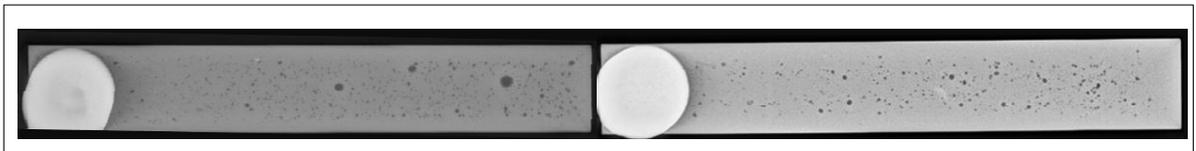


Figure 5.1 Concentration des bulles au centre de la pièce

Un autre motif récurrent est la formation de lignes de bulles en zigzag. En superposant la position des événements aux images rayons X, représentés par les flèches noires sur la Figure 5.2, il est possible de remarquer une tendance où les bulles sont plus proches des parois vis-à-vis les événements et plus proche du centre entre ceux-ci. Faisant suite à l'hypothèse du paragraphe

précédent, une quatrième force peut être considérée, soit celle du vacuum par les événements. Les bulles présentes au centre de la pièce à la fin de l'injection pourraient être tirées par le vacuum des vents durant le refroidissement de la pièce créant ainsi une ou même deux lignes en forme de zigzag avec les pointes vis-à-vis les événements.

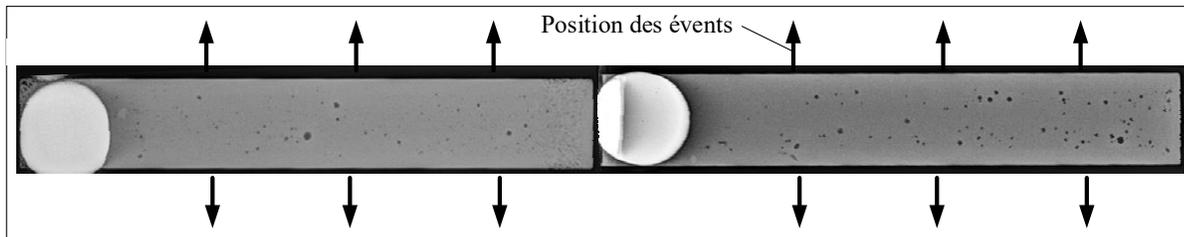


Figure 5.2 Déplacement des bulles en zigzag

Un autre élément observé est les lignes de trainées, telles que décrites précédemment à la section 4.3. Si les bulles continuent de se faire tirer par le vacuum alors que la pièce commence à se refroidir, celles-ci se déplacent dans un mélange très visqueux, laissant derrière elle une marque. Ces lignes de trainées, comme observées à la Figure 5.3, indiqueraient donc la direction de déplacement des bulles dans le sens de l'injection d'application, soit par le bout de la pièce, soit par les événements tel qu'expliqué au paragraphe précédent.

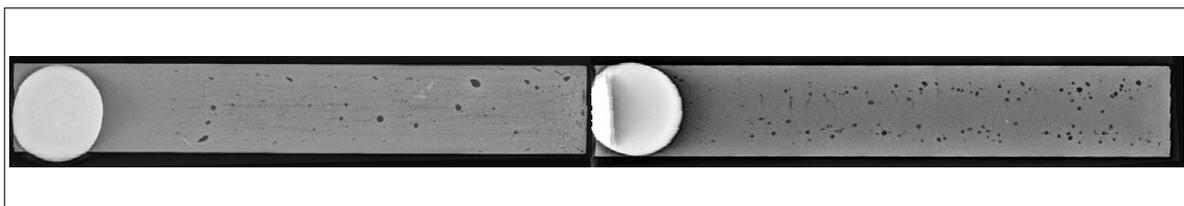


Figure 5.3 Chemin de trainée des porosités

Finalement, il est souvent possible d'observer une concentration de bulles en bout de pièce comme sur la Figure 5.4. Cela permet de confirmer, une fois de plus, que le vacuum est en mesure de tirer sur les bulles, mais qu'il n'est pas toujours facile ou possible pour les bulles de sortir de la pièce.

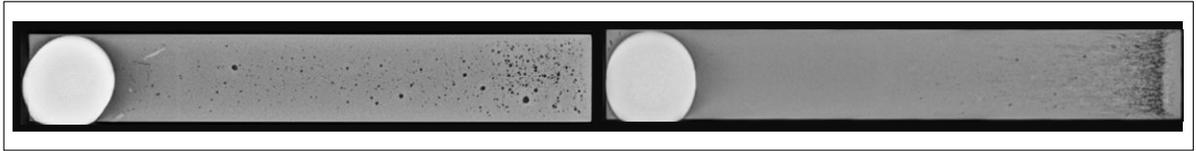


Figure 5.4 Concentration des bulles en bout de pièce

## 5.2 Séquence complexe d'injection

Bien que toutes les figures de la section 5.1 présentent des effets du vacuum sur les bulles, dans aucun cas le vacuum n'a permis de produire des pièces sans porosités. En se référant à la Figure 4.13b & f, la séquence complexe d'injection en deux parties semble avoir donné les meilleurs résultats. En effet, aucune bulle n'est visible dans le corps de la pièce, une ZAV poreuse n'est pas présente et très peu de bulles sont encore présentes en bout de pièce. Pour mieux comprendre ce résultat, la séquence d'injection peut être divisée en quatre parties telles qu'illustrées à la Figure 5.5. Avant l'injection, le mélange se trouve dans le cylindre avec les bulles distribuées de manière uniforme. Durant l'injection à pression atmosphérique (Figure 5.5a), 25 % du volume est injecté et les bulles sont toujours distribuées uniformément. Par la suite, le vacuum est enclenché et les bulles sont tirées vers l'avant (Figure 5.5b). Comme le mélange est circonscrit dans une section plus petite que le chemin de coulée, les forces de friction avec les parois pourraient empêcher le mélange de trop gonfler et de former la ZAV poreuse. Comme seulement 25 % du volume a été injecté, le mélange est encore assez chaud pour permettre aux bulles de se déplacer librement. La prochaine étape est l'injection sous vide (Figure 5.5c). Le mélange remplit le moule alors que le vacuum continue de tirer sur les bulles. Selon l'image rayons X, il serait logique de croire que les bulles vont non seulement se déplacer vers l'avant, mais sont aussi en mesure de sortir du mélange. Finalement, lorsque le moule est complètement rempli (Figure 5.5d), il ne reste que quelques porosités en bout de pièce.

Cette séquence ne fonctionne pas pour les pièces injectées à 50 ou 75 % avant l'activation du vacuum, car le mélange est trop froid. En effet, puisque le moule est plus froid que le mélange, le transfert de chaleur et le refroidissement du mélange commencent dès le début de l'injection. Plus il y a de temps entre les Figure 5.5a et b, plus le mélange a le temps de refroidir et plus il

Il y a de mélange dans le moule, plus la surface de contact entre ceux-ci est importante et plus le transfert de chaleur est efficace. Pour les situations à 50 et 75 %, l'étape de la Figure 5.5b n'est pas aussi efficace, car la force nécessaire pour tirer les bulles dans le mélange plus visqueux est trop importante.

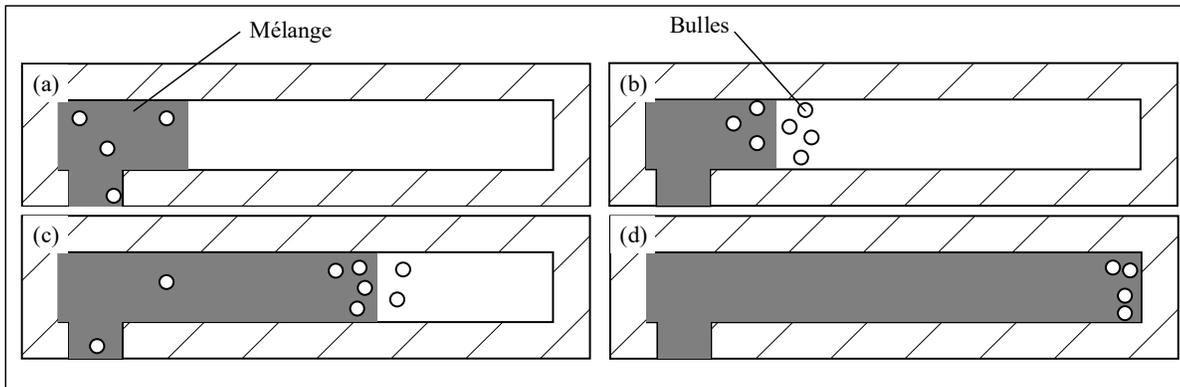


Figure 5.5 Positionnement et déplacement des bulles dans le mélange pour les 4 étapes de l'injection complexe (a) l'injection à pression atmosphérique, (b) l'activation du vacuum, (c) l'injection sous vide et (d) la pièce finale

### 5.3 Effet du vacuum sur les porosités d'un mélange standard

Jusqu'à maintenant dans cette étude, les injections sous vide ont été réalisées sur des mélanges contenant artificiellement beaucoup de bulles, principalement dans le but de mieux comprendre les phénomènes en jeu, mais aussi d'explorer l'option de remplacer le dégazage par une injection sous vide. Dans cette section du rapport, un mélange industriel standard a été utilisé. Ce mélange a été dégazé en mélangeant durant 30 minutes puis injecté dans le même moule, mais en utilisant une presse industrielle standard. Ce mélange devrait donc comporter très peu de bulles. Ainsi, 100 pièces ont été injectées, 50 sous vide et 50 à pression atmosphérique. Pour éviter l'apparition de biais de séquence et ainsi influencer les résultats, les pièces ont été injectées en alternant 5 pièces sous vide et 5 pièces sans vacuum. Il est important de noter que les paramètres d'injections utilisés sont ceux utilisés dans les moules industriels et n'ont pas été optimisés pour ce moule. Finalement, les résultats des rayons X des

pièces ont été analysés par un opérateur de la compagnie ne connaissant ni le projet ni la présence de deux lots différents. Toutes les porosités ont été identifiées et dimensionnées.

La Figure 5.6 compare la quantité absolue de porosités pour le lot de 50 pièces injectées sans vacuum et le lot de 50 pièces injectées sous vide en fonction de la taille. Il est possible de remarquer que, pour les plus petites porosités (inférieure à 800  $\mu\text{m}$ ), le vacuum a permis de réduire la quantité de porosités de manière significative. En effet, pour les porosités de moins de 250  $\mu\text{m}$ , la quantité de bulles a été réduite de plus de la moitié passant d'une moyenne de 1,44 porosités par pièce, lorsqu'injecté en condition standard, à 0,66 porosité par pièce lorsqu'injecté sous vide. Pour ce qui est des porosités moyennes (variant entre 250 et 800  $\mu\text{m}$ ), la quantité de porosités dans les deux lots est trop faible pour en tirer une conclusion claire. Des porosités très larges (entre 6 à 8 mm) ont été observées dans 6 pièces non consécutives à travers le lot des pièces sans vacuum. En comparaison, la plus grande porosité obtenue sous-vide était de 2.5 mm. Il est difficile d'expliquer la cause de ces très grandes porosités, mais elles pourraient être dues, entre autres à une vitesse d'injection trop grande causant l'emprisonnement d'une bulle d'air dans un mélange turbulent. En retirant l'air du moule, même si le mélange a un écoulement turbulent, les bulles d'air ne peuvent pas rester emprisonnées dans le mélange.

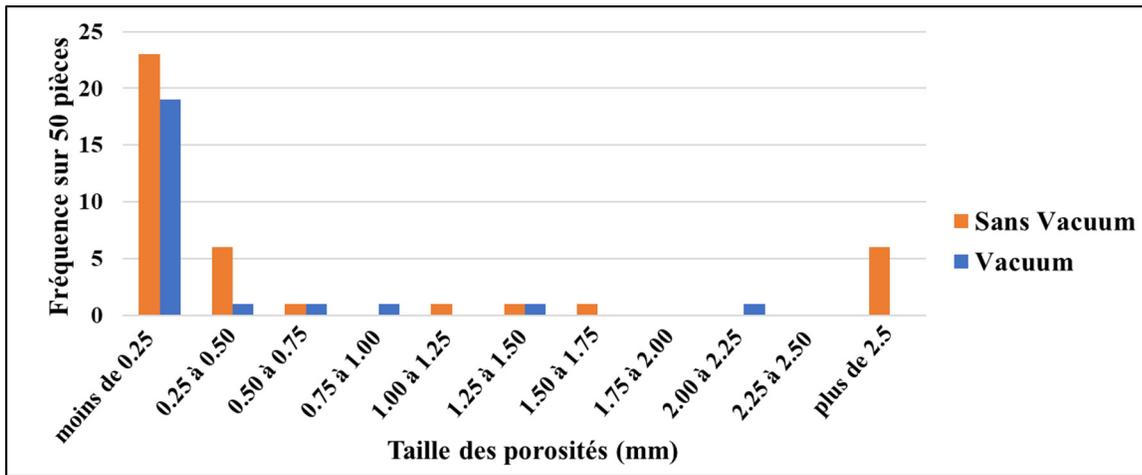


Figure 5.6 Fréquence des porosités en fonction de la taille pour 50 pièces injectées avec et sans vacuum

Il existe plusieurs critères pour déterminer si une pièce est acceptée. Une technique couramment utilisée est l'utilisation de rayons X et d'un critère de sélection. Par exemple, toute pièce contenant une ou des porosités de taille supérieure à 250  $\mu\text{m}$  sera rejetée. Un taux d'acceptation peut être calculé pour déterminer quel pourcentage de pièce est retenu. Les pièces rejetées doivent être recyclées et réinjectées. Plus le taux d'acceptation est élevé, plus le procédé est économique. À partir des données présentées à la Figure 5.7, il est clair que le vacuum permet d'augmenter le taux d'acceptation de manière significative, peu importe le critère d'acceptation requis.

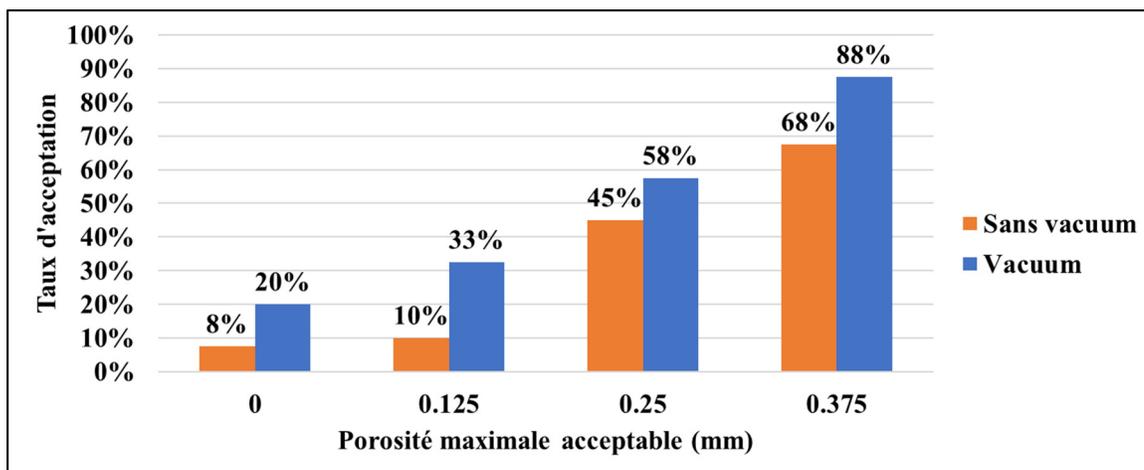


Figure 5.7 Taux d'acceptation des lots avec et sans vacuum en fonction de la plus grande porosité acceptable



## CONCLUSION

L'effet d'un vacuum appliqué dans le moule lors du moulage par injection de poudres métalliques à basse pression (LP-MIM) a été étudié. Pour ce faire, un moule permettant l'application du vacuum sans fuites a été conçu et fabriqué. Un système de vacuum a aussi été ajouté à la presse à injection du laboratoire MIM de l'ÉTS pour pouvoir accueillir le moule. Des injections préliminaires ont été faites pour mieux cerner le problème et définir un plan de tests en huit phases. Pour un mélange non dégazé, ces essais ont permis de révéler l'apparition d'une zone affectée par le vacuum (ZAV) en bout de pièce. Les différentes phases du plan de tests ont permis de mieux comprendre les paramètres qui affectent la formation de cette ZAV et de tirer les conclusions suivantes :

- La ZAV existe seulement lorsque le mélange injecté contient initialement une grande quantité de bulles. Le phénomène ne se produit donc pas dans un mélange bien dégazé.
- La ZAV est une conséquence des bulles présentes dans le mélange qui se gonflent sous l'absence de pression, qui montent dans le moule et qui solidifie.
- La ZAV existe seulement en dessous d'un niveau de vide critique, ici autour de 100 mbar. Cette pression varie probablement en fonction du type de mélange par le changement de viscosité.
- L'écoulement dans le moule change la position et la forme de la ZAV. Ainsi, dépendamment de la forme et de la taille de la pièce injectée, la ZAV peut se trouver près de point d'injection, en bout de pièce ou réparti à travers la pièce.
- La présence visuelle d'une ZAV n'est pas une indication de la présence de bulles. Il peut y avoir une ZAV avec seulement quelques bulles dans celle-ci ou il peut y avoir une ZAV alors qu'il y a des bulles à travers la pièce.

Pour un mélange non dégazé avec beaucoup de bulles, une séquence optimale a été trouvée pour limiter le nombre de bulles présentes dans le corps de la pièce. Cette séquence consiste à injecter 25 % du volume de la pièce à pression atmosphérique puis de terminer l'injection sous un vide complet (vide < 2 mbar). Lors de cette séquence, une démarcation entre la ZAV et le reste de la pièce est visible, mais n'est pas détectable au toucher ou au rayon X. En utilisant

ces conditions, seulement un très faible nombre de bulles est présent dans le dernier 75 % de la pièce et un très faible nombre de très petites bulles se trouvent dans le bout de la pièce.

Finalement, des injections sous vide ont été effectuées avec un mélange industriel standard dégazé et comparées avec des injections standard. L'application du vacuum a permis de réduire le nombre de porosités de 48 % en plus d'éliminer les très grosses porosités ( $> 2.5$  mm). Le taux d'acceptation des pièces a aussi été amélioré, passant de 45 % à 58 % pour une porosité maximale acceptable de 0.25 mm.

Bien que l'utilisation du vacuum dans le moule pour le procédé LP-MIM permette de réduire la quantité de bulles dans les pièces, il ne permet pas de remplacer l'étape du dégazage. De plus, la conception d'un moule étanche pour des pièces de formes complexes peut être difficile ou simplement impossible à mettre en œuvre limitant ainsi l'industrialisation de cette approche en production.

## **ANNEXE I**

### **Effet du temps de mélange sur les bulles**

Dans le but d'éliminer la variable du temps de mélange sur la quantité de bulles lors des différents essais, une étude de la quantité de bulles présentes en fonction du temps de mélange avant l'injection.

#### **I.1 Procédure**

Le mélange a été produit et mélangé selon la recette standard utilisée dans cette étude. Le mélange a ensuite été placé dans le baril du mélangeur. Ce dernier a été activé durant 5 minutes, sans vacuum puis une première pièce a été injectée. Le mélange a continué d'être mélangé pour un autre 5 minutes avant l'injection de la deuxième pièce, celle-ci ayant subi un temps de mélange total de 10 minutes. La procédure a été maintenue pour le reste des pièces jusqu'à un total de 60 minutes de mélange.

## I.2 Résultats

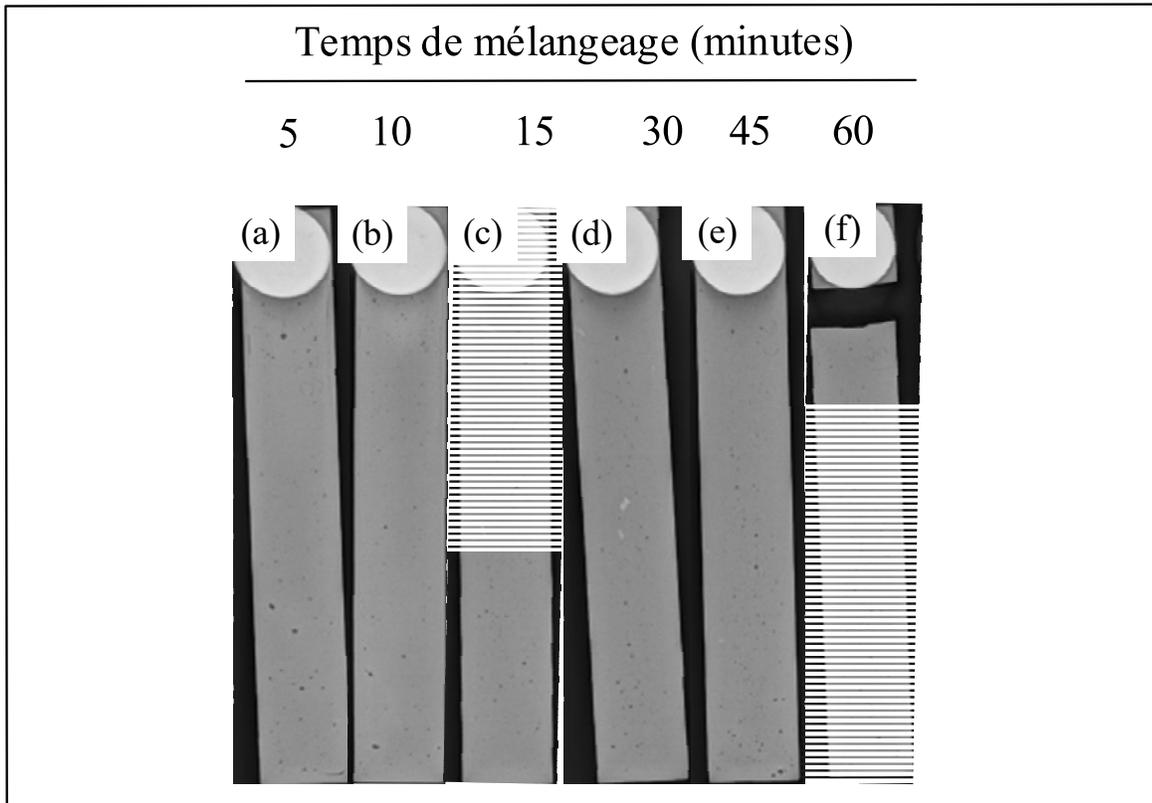


Figure-A I-1 Rayons X de pièces injectées à pression atmosphérique pour différents de temps de mélange avant l'injection

## I.3 Conclusion

Après un 15 minutes de brassage, la taille, la forme, la quantité et la distribution des bulles ne varient plus. Pour assurer une bonne validité des résultats, le mélange sera toujours brassé un minimum de 15 minutes avant de faire les expériences.

## ANNEXE II

### Dessins de détail du moule sous vide

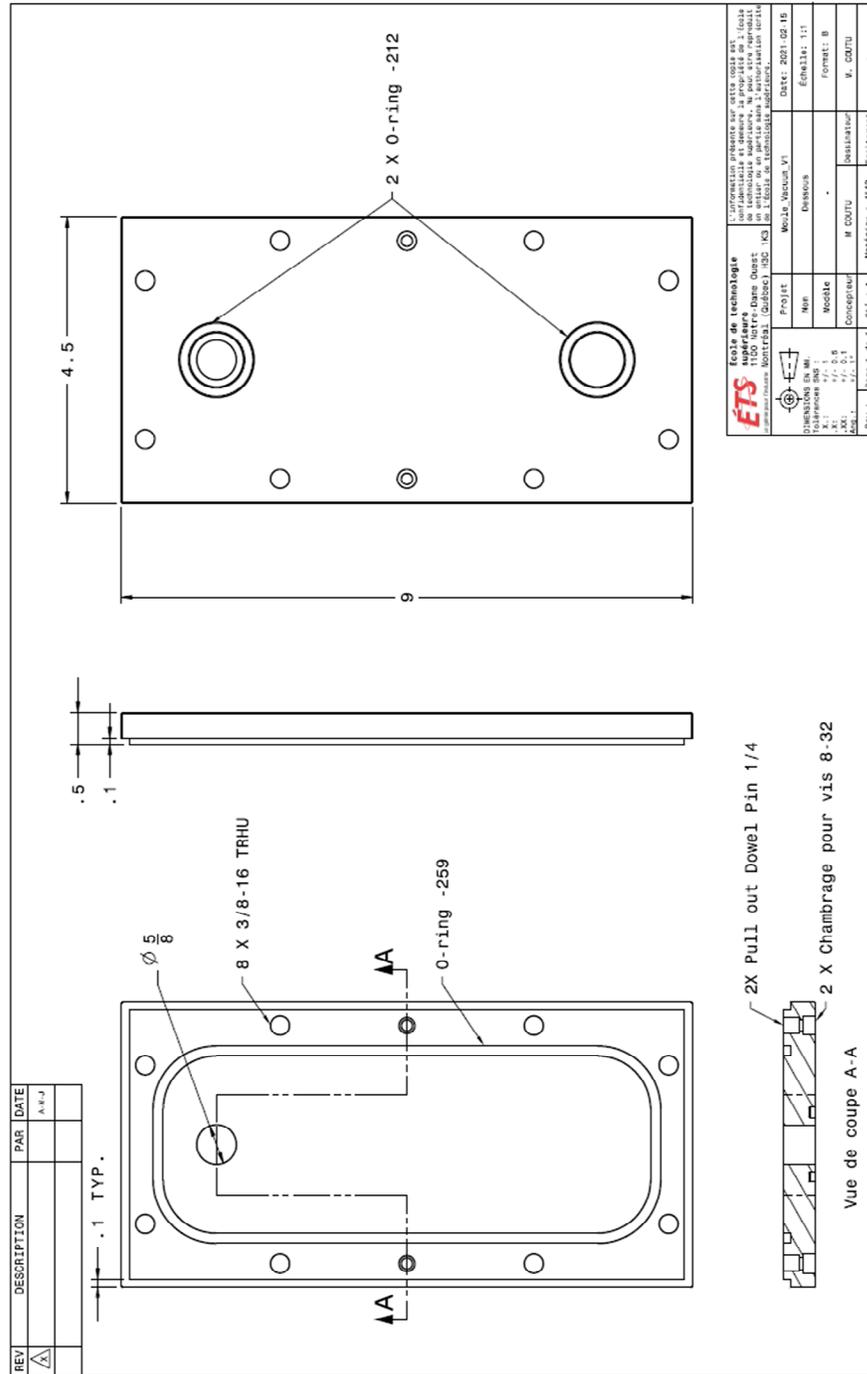


Figure-A II-1 Dessin de détail de la base du moule

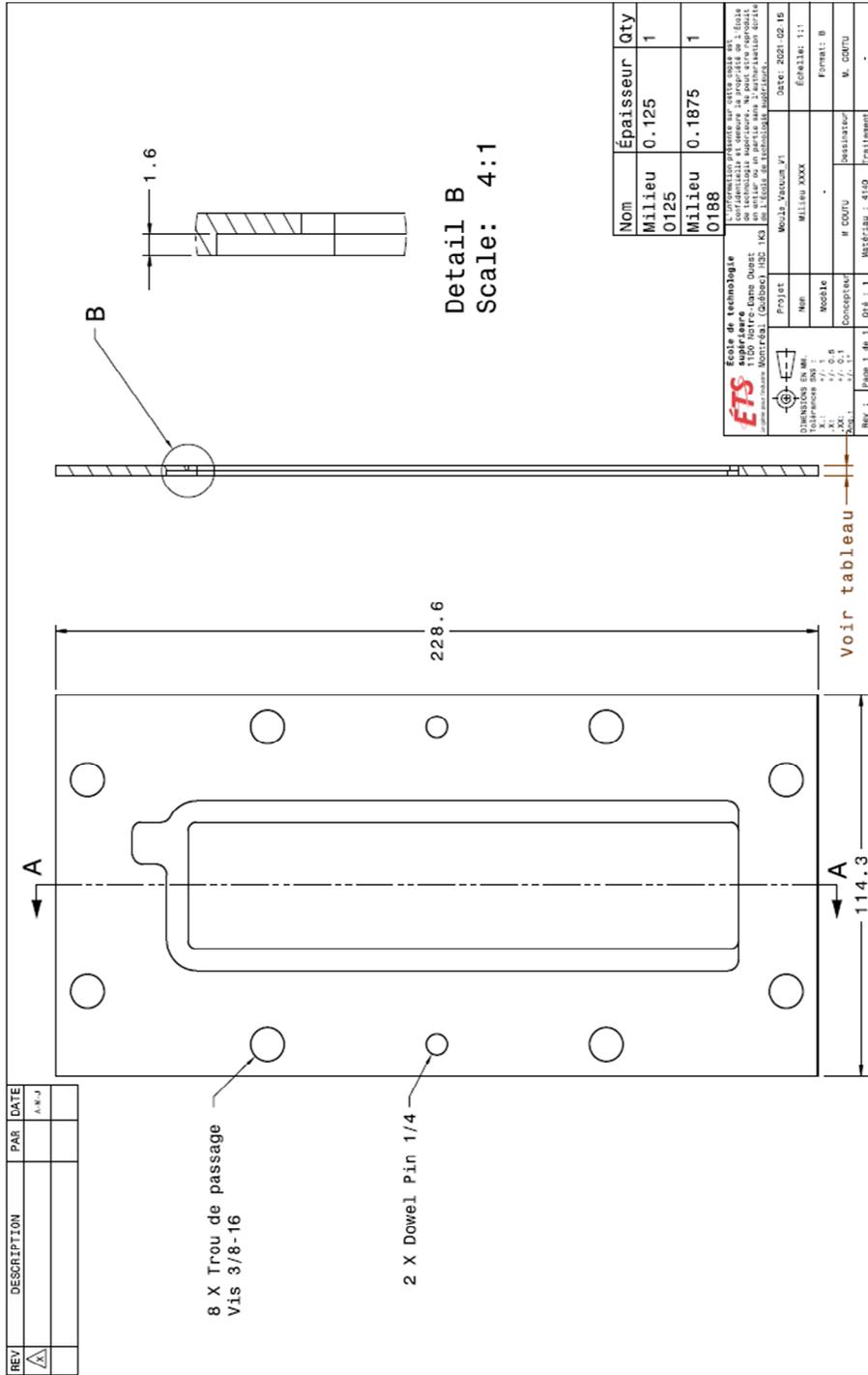


Figure-A II-2 Dessin de détail du milieu du moule

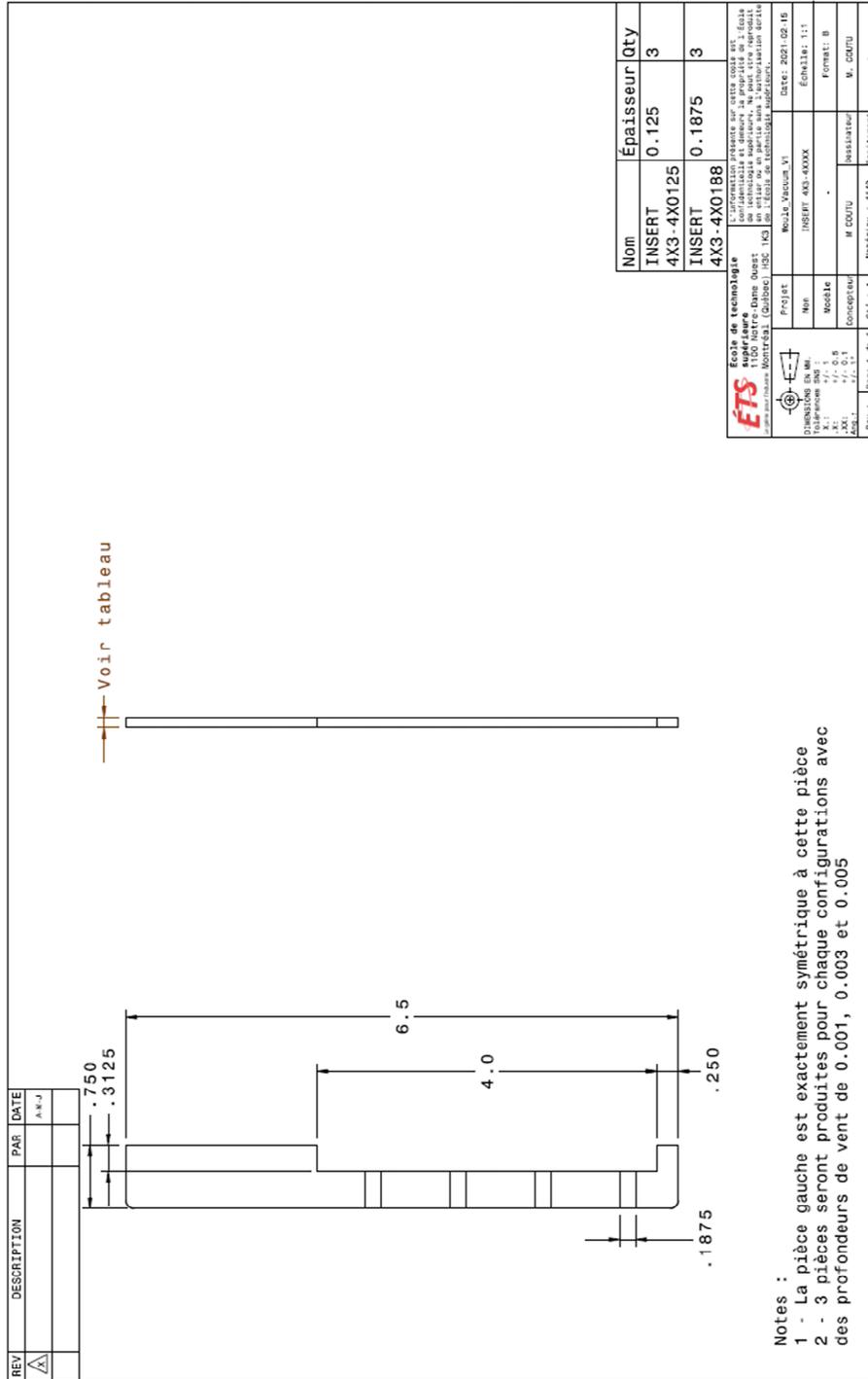


Figure-A II-3 Dessin de détail des inserts pour pièces 100 X 16 X 3 mm

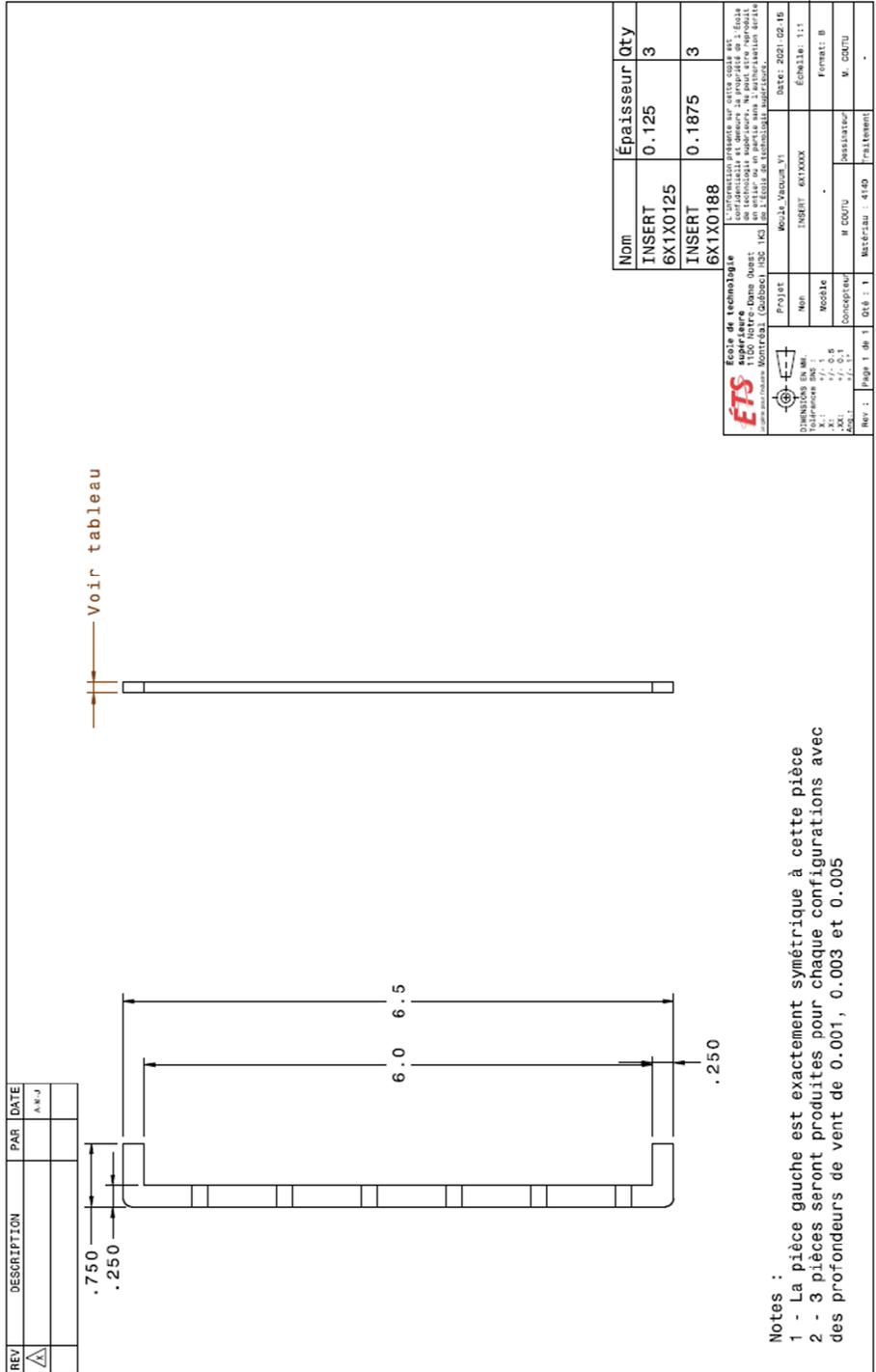
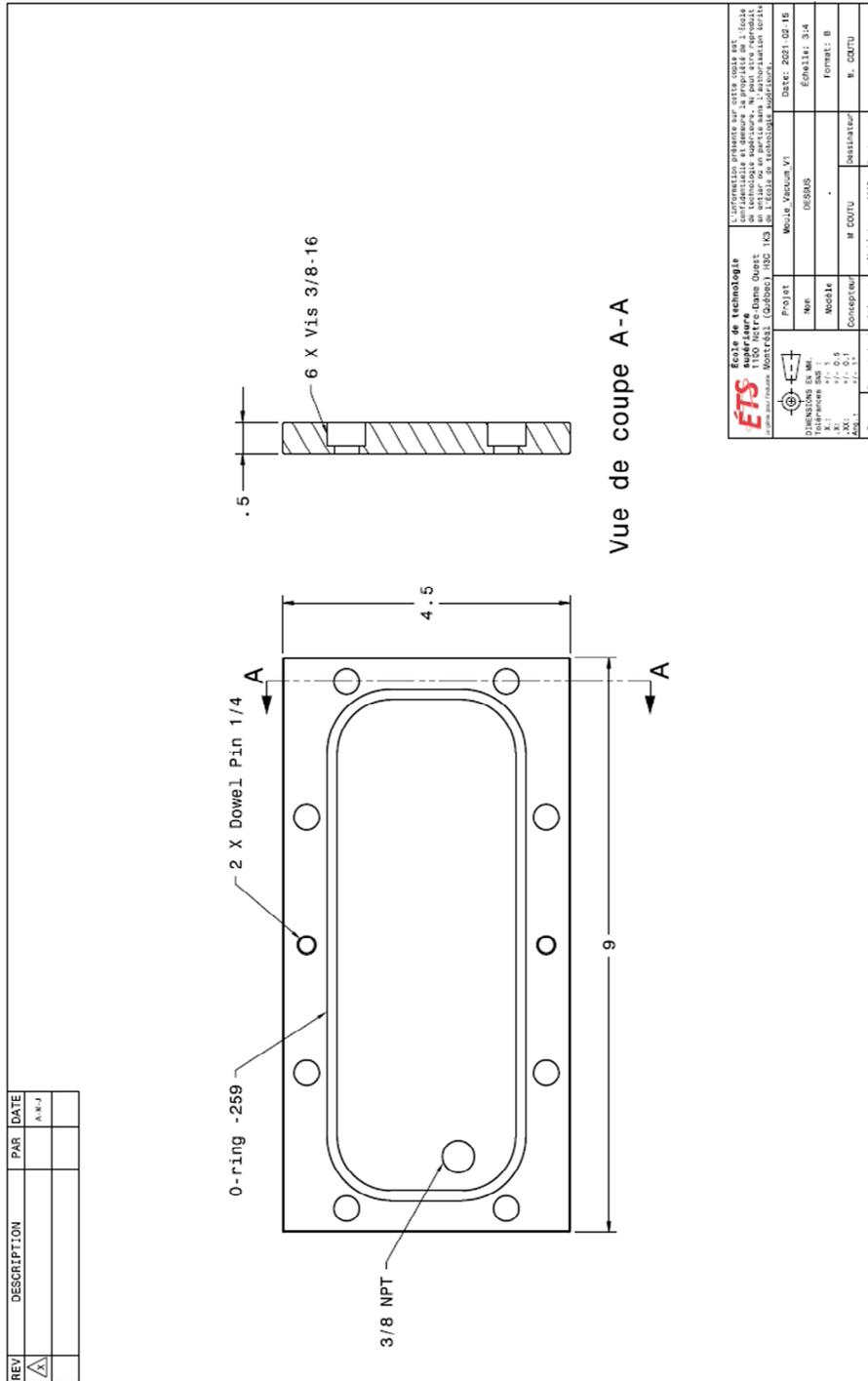


Figure-A II-4 Dessin de détail des inserts pour pièces 150 X 25 X 5 mm



<b>ETS</b> Ecole de technologie		Industrie manufacturière, génie mécanique et génie électrique	
1100 Avenue Duquesne		1100 Avenue Duquesne	
Montreal (Quebec) H3C 1J3		Montreal (Quebec) H3C 1J3	
Projet: Moulde Vacuum V1		Date: 2021-02-15	
Nom: DES005		Échelle: 3:4	
Moodle		Format: B	
Concepteur: M. COU		Dessinateur: M. COU	
Page: 1 de 1		Matériau: 4140	
Rev: 1		Finition: -	

Figure-A II-5 Dessin de détail du dessus du moule



## ANNEXE III

### Autres expériences effectuées

#### III.1 Augmentation de la température du mélange

##### III.1.1 Objectif

Garder la température du mélange plus haute plus longtemps dans le moule pour éviter que la ZAV ne fige trop vite

##### III.1.2 Résultat

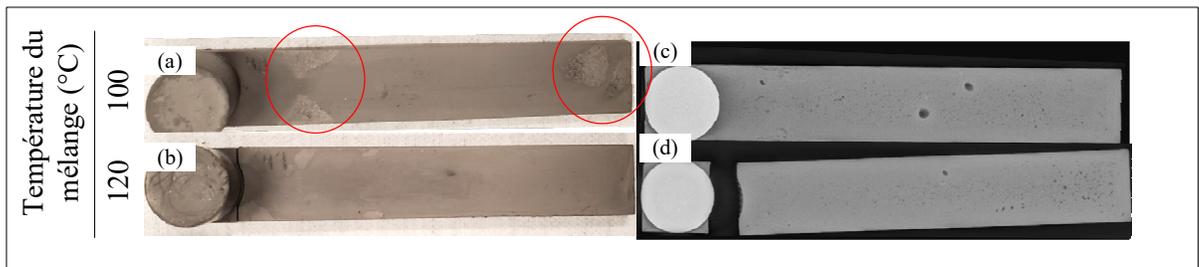


Figure-A III-1 Photos et rayons X de pièces injectées avec différentes températures de mélange

- 100 °C
  - ZAV toujours visible, mais séparée en plusieurs morceaux
  - Grosses porosités présentes dans les pièces
- 120 °C
  - Température très proche de la température de dégradation. Il n'est pas viable d'injecter à ces températures.

### III.2 Augmentation de la température du moule

#### III.2.1 Objectif

Garder la température du mélange plus haute plus longtemps dans le moule pour éviter que la ZAV ne solidifie trop vite

#### III.2.2 Résultat



Figure-A III-2 Démoulage d'une pièce injectée dans un moule à 60°C

- Le mélange reste collé sur le moule et la pièce devient impossible à démouler
- La texture de la coupe de la pièce laisse percevoir une présence de ZAV à travers toute la pièce, mais il est difficile de le prouver

## ANNEXE IV

### Séquences d'injections complexes

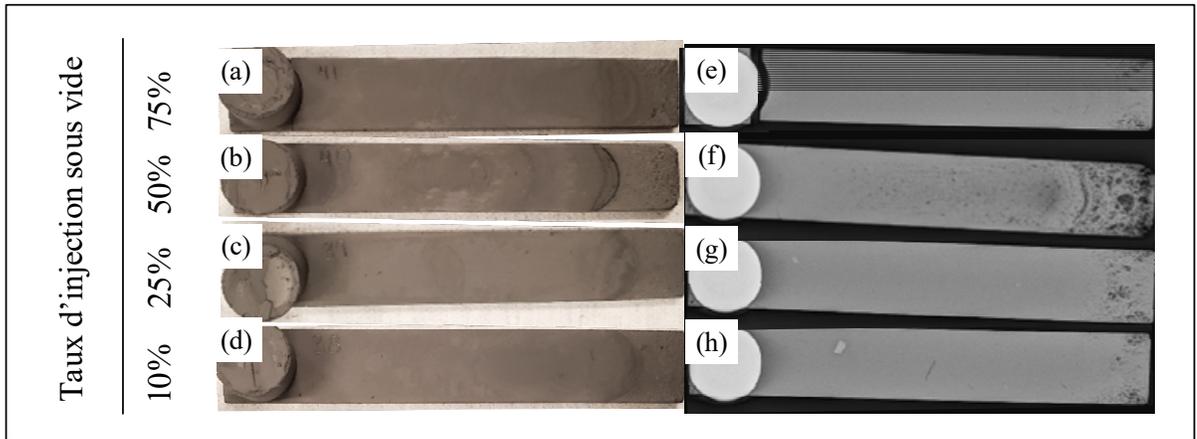


Figure-A IV-1 Photos de rayons X des injections avec séquence complexe inversée



## LISTE DE RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- Akgun, E., Zhang, X., Lowe, T., Zhang, Y., & Doré, M. (2022). Fatigue of laser powder-bed fusion additive manufactured Ti-6Al-4V in presence of process-induced porosity defects. *Engineering Fracture Mechanics*, 259, 108140. doi: <https://doi.org/10.1016/j.engfracmech.2021.108140>. Repéré à <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0013794421005452>
- Altuncu, E., Doğan, A., & Ekmen, N. (2019). Performance Evaluation of Different Air Venting Methods on High Pressure Aluminum Die Casting Process. *Acta Physica Polonica A*, 135(4), 664-667. doi: 10.12693/APhysPolA.135.664
- Ani, S., Muchtar, A., Muhamad, N., & Ghani, J. (2012). Effects of Injection Temperature and Pressure on Green Part Density for Ceramic Injection Molding. *Advanced Materials Research*, 622-623, 429-432. doi: 10.4028/[www.scientific.net/AMR.622-623.429](http://www.scientific.net/AMR.622-623.429)
- Bandara, A., Kan, K., Morii, H., Koike, A., & Aoki, T. (2019). X-ray computed tomography to investigate industrial cast Al-alloys. *Production Engineering*, 14. doi: 10.1007/s11740-019-00946-8
- Bar-Meir, G., Eckert, E. R. G., & Goldstein, R. J. (1996). Pressure die casting: a model of vacuum pumping. *Journal of Manufacturing Science and Engineering, Transactions of the ASME*, 118(2), 259-264.
- Chung, Y., Kato, K., & Ohtake, N. (2001). Melt front surface asperity and welding-defect generation in ceramic injection molding. *Journal of Materials Processing Technology - J MATER PROCESS TECHNOL*, 111, 219-224. doi: 10.1016/S0924-0136(01)00543-X
- Dubay, R., & Winkler, L. (2005). Correctly applying vacuum technology. *Die Casting Engineer*, 49(4), 36-38.
- Dvorak, P., Barriere, T., & Gelin, J. C. (2008). Direct observation of mould cavity filling in ceramic injection moulding. *Journal of the European Ceramic Society*, 28, 1923-1929. doi: 10.1016/j.jeurceramsoc.2008.02.001
- German, R. M. (2003). *Powder Injection Molding: Design and Applications*. Innovative Material Solutions, Incorporated. Repéré à <https://books.google.ca/books?id=-cDzAAAAMAAJ>
- German, R. M., & Bose, A. (1997). *Injection molding of metals and ceramics*. Princeton, N.J.: Metal Powder Industries Federation.

- German, R. M., & Bose, A. (2020). *Binder and polymer assisted powder processing* [Version WorldCat.org]. Materials Park, Ohio: ASM International. Repéré à <http://search.ebscohost.com/login.aspx?direct=true&scope=site&db=nlebk&db=nlabk&AN=2552493>  
<http://public.eblib.com/choice/PublicFullRecord.aspx?p=6272676>  
<https://ebookcentral.proquest.com/lib/mit/detail.action?docID=6272676>
- Heaney, D. F. (2019). *Handbook of Metal Injection Molding* (Second edition. éd.) [Version WorldCat.org]. Cambridge, MA: Elsevier Ltd. Repéré à <https://search.ebscohost.com/login.aspx?direct=true&scope=site&db=nlebk&db=nlabk&AN=1805969>  
<https://www.sciencedirect.com/science/book/9780081021521>  
<http://www.vlebooks.com/vleweb/product/openreader?id=none&isbn=9780081021538>  
<http://www.vlebooks.com/vleweb/product/openreader?id=none&isbn=9780081028094>
- Hwang, K. S. (2012). 10 - Common defects in metal injection molding (MIM). Dans D. F. Heaney (Éd.), *Handbook of Metal Injection Molding* (pp. 235-253). Woodhead Publishing. doi: <https://doi.org/10.1533/9780857096234.2.235>. Repéré à <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B9780857090669500108>
- Kim, Y. C., Choi, S. W., & Kang, C. S. (2013). Effect of Controlling Process Parameters on Shrinkage Porosity in Aluminum Die-Casting Rotor. *Advanced Materials Research*, 813, 136-143. doi: 10.4028/[www.scientific.net/AMR.813.136](http://www.scientific.net/AMR.813.136)
- Laihua Wang, M. G., & Nguyen, V. (2005). *An Innovative Device for Vacuum and Air Venting* présentée à CastExpo 05, St. Louis Missouri.
- Lamarre, S. G. (2016). *Conception, fabrication et validation d'une presse à injection basse pression pour le procédé des poudres métalliques*.
- SAE. (2020). *Aerospace Size Standard for O-Rings*. AS568.
- Sardarian, M., Mirzaee, O., & Habibolahzadeh, A. (2016). Influence of injection temperature and pressure on the properties of alumina parts fabricated by low pressure injection molding (LPIM). *Ceramics International*, 43. doi: 10.1016/j.ceramint.2016.11.208
- Seerane, M., & Machaka, R. (2019). Metal injection moulding of 17-4PH stainless steel: Effects of porosity on the mechanical properties of the sintered products. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 655, 012033. doi: 10.1088/1757-899X/655/1/012033

- Sha, B., Dimov, S., Griffiths, C., & Packianather, M. S. (2007). Investigation of micro-injection moulding: Factors affecting the replication quality. *Journal of Materials Processing Technology*, 183(2), 284-296. doi: <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2006.10.019>. Repéré à <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0924013606008661>
- Sorgato, M., Babenko, M., Lucchetta, G., & Whiteside, B. (2016). Investigation of the influence of vacuum venting on mould surface temperature in micro injection moulding. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 88(1-4), 547-555. doi: 10.1007/s00170-016-8789-8
- Sorgato, M., & Lucchetta, G. (2015). *The evaluation of vacuum venting and variotherm process for improving the replication by injection molding of high aspect ratio micro features for biomedical application*. doi: 10.1063/1.4918483
- Sorgato, M., Masato, D., & Lucchetta, G. (2016). Effect of vacuum venting and mold wettability on the replication of micro-structured surfaces. *Microsystem Technologies*, 23(7), 2543-2552. doi: 10.1007/s00542-016-3038-5
- Szalva, P., & Orbulov, I. N. (2019). The Effect of Vacuum on the Mechanical Properties of Die Cast Aluminum AlSi9Cu3(Fe) Alloy. *International Journal of Metalcasting*, 13(4), 853-864. doi: 10.1007/s40962-018-00302-z
- Xu, P., Ebel, T., Pyczak, F., Willumeit-Römer, R., & Yu, S. (2022). Influence of defects on damage tolerance of Metal-Injection-Molded  $\beta$  titanium alloys under static and dynamic loading. *Powder Metallurgy*, 1-11. doi: 10.1080/00325899.2022.2069077. Repéré à <https://doi.org/10.1080/00325899.2022.2069077>
- Ying Choi, S., Zhang, N., Toner, J. P., Dunne, G., & Gilchrist, M. D. (2016). Vacuum Venting Enhances the Replication of Nano/Microfeatures in Micro-Injection Molding Process. *Journal of Micro and Nano-Manufacturing*, 4(2). doi: 10.1115/1.4032891
- Yokoi, H., Han, X., Takahashi, T., & Kim, W. K. (2006). Effects of molding conditions on transcription molding of microscale prism patterns using ultra-high-speed injection molding. *Polymer Engineering & Science*, 46(9), 1140-1146. doi: 10.1002/pen.20519
- Yoon, S. H., Padmanabha, P., Cha, N. G., Mead, J. L., & Barry, C. M. F. (2011). Evaluation of vacuum venting for micro-injection molding. *International Polymer Processing*, 26(4), 346-353. doi: 10.3139/217.2308. Repéré à <http://dx.doi.org/10.3139/217.2308>
- Yoon, T., Lee, Y.-H., Ahn, S., Lee, J., & Lee, C. S. (2003). Effects of Sintering Conditions on the Mechanical Properties of Metal Injection Molded 316L Stainless Steel. *Isij International - ISIJ INT*, 43, 119-126. doi: 10.2355/isijinternational.43.119