Ségrégation de phases dans les écoulements de polymères fondus chargés en poudres métalliques

JEAN-CLAUDE GÉLIN^a ET THIERRY BARRIÈRE

Équipe Modélisation et Mise en Forme des Matériaux, Laboratoire de Mécanique Appliquée R. Chaleat,
UMR CNRS 6604/ENSM Besançon, 24 chemin de l'épithaphe, 25030 Besançon, France

Reçu le 10 juin 2003, accepté le 7 novembre 2003

Résumé – Le moulage par injection de poudres métalliques consiste à injecter des mélanges polymères/poudres métalliques. Durant l'écoulement de ces mélanges dans les moules, il peut se produire des effets de ségrégation de phases, conduisant à des défauts de formes, de propriétés physiques et mécaniques lors des étapes ultérieures du procédé. Un pilote expérimental de moulage par injection métallique, précédemment mis au point au laboratoire, est utilisé pour réaliser des composants moulés permettant d'analyser les différentes étapes du procédé. Une méthode expérimentale est développée pour déterminer la répartition de densité sur divers types de composants moulés. Une modélisation de ces phénomènes à partir de la théorie des mélanges pour les écoulements bi-phasiques est proposée. La simulation numérique des écoulements de polymères chargés en poudres solides a été développée. Enfin des exemples de simulation de remplissage, avec analyse prédictive des zones de ségrégation, sont donnés et des comparaisons calculs-expériences montrent le degré de validité de l'approche proposée.

Mots clés : Moulage / injection / polymères chargés / modèle bi-phasique / ségrégation

Abstract – **Fluid and powder segregation for polymer flows with high concentration of metallic powders.** Metal injection moulding process consists to inject a mixture of a thermoplastic binder and metallic powders. During mould filling, the segregation of metallic powders and thermoplastic binder frequently arises mainly due to poor mould design. This phenomenon induces lot of defects during the subsequent stages of the process. An experimental pilot developed in the laboratory has been used to manufacture a group of moulded components. An experimental method has been developed to measure the local density for moulded components. The modelling of mould filling for metallic injection moulding is considered using a two-phase model. A numerical algorithm based on a fractional steps method has also been developed. An example of tensile test specimens filled with one or two inlets is considered. Numerical and experimental comparisons on local density values have been chosen to validate the approach.

Key words: Moulding / injection / loaded polymers / two-phases model / segregation

1 Introduction

Le moulage par injection de poudres (MIP) consiste à injecter des mélanges de polymères thermoplastiques chargés en poudres métalliques ou céramiques. La réalisation d'un composant par moulage par injection de poudres comprend principalement quatre étapes : le mixage d'une poudre métallique fine avec un liant thermoplastique [1], le moulage par injection qui donne la forme du composant par réplique de l'empreinte du moule [2], l'évacuation du liant ou encore déliantage qui permet

d'éliminer le liant qui a joué le rôle de fluide porteur [3] et enfin la densification par diffusion à l'état solide ou par solidification/diffusion lorsqu'une partie des poudres est portée à l'état liquide [4]. La forme finale ainsi que les propriétés mécaniques des composants sont obtenues pendant l'étape de densification, mais dépendent étroitement de l'ensemble des étapes [5]. En particulier, l'écoulement de mélange fortement chargé en poudres métalliques ou céramiques fines (90 % en masse ou 60 % en volume), peut provoquer durant la phase d'injection, des effets de ségrégation dont les conséquences apparaissent dans la suite du procédé [6, 7].

L'objectif des travaux développés est d'appréhender ces effets. Une modélisation a été développée, basée

^a Auteur correspondant :
jean-claude.gelin@univ-fcomte.fr

Nomenclature

X_i	variable X associ��e �� la phase i du m��lange	
ϕ_i	fraction volumique de la phase i	
ρ_i	densit�� courante de la phase i	kg.m ⁻³
ρ_i^o	densit�� initiale de la phase i	kg.m ⁻³
V_i	vitesse de la phase i	m.s ⁻¹
V_{eff}	vitesse effective du m��lange	m.s ⁻¹
V_m	vitesse moyenne du m��lange	m.s ⁻¹
m_i	terme d'interaction de la phase i	
P	champ de pression	Mpa
T	champ de temp��rature	��C
σ_i	tenseur des contraintes de Cauchy de la phase i	
σ'_i	d��viateur du tenseur des contraintes de Cauchy de la phase i	
g	gravit��	m.s ⁻²
k	param��tre d'interaction entre phases	Pa.s.m ⁻²
$\dot{\epsilon}_i$	taux de cisaillement ��quivalent de la phase i	
$\dot{\epsilon}_m$	taux de cisaillement ��quivalent du m��lange	
$\dot{\epsilon}_i$	tenseur des taux de d��formation de la phase i	
$\dot{\epsilon}'_i$	d��viateur du tenseur des taux de d��formation de la phase i	
μ_i	viscosit�� de la phase i	Pa.s
V_i^*	vecteur pr��diction de vitesse de la phase i li�� �� la r��solution de l'��tape diffusion-visqueuse	
V_i^{**}	vecteur pr��diction de vitesse de la phase i li�� �� la r��solution de l'��tape d'interaction	
V_i^{n+1}	vecteur pr��diction de vitesse de la phase i li�� �� la r��solution de l'��tape d'incompressibilit��	
M_i	matrice masse diagonalis��e de la phase i	
F_i	vecteur des forces ext��rieures de la phase i	
K	matrice d'interaction	
K_i	matrice de raideur visqueuse de la phase i	
C	op��rateur gradient	
C^T	op��rateur divergence	
A	op��rateur d'assemblage	
$F(x, t)$	variable de remplissage	

sur une approche bi-phasique permettant d'apprhender et de calculer la variation de fraction volumique de poudres durant l'injection [8, 9]. Des mthodes de simulation numrique bases des algorithmes explicites pas fractionns ont t mises en uvre pour dvelopper un logiciel de simulation par lments finis [10, 11]. Un ensemble d'exprimentations a t ralis, permettant l'obtention de composants injects avec une trs bonne reproductibilit en termes de masses et de proprits mcaniques [6, 8]. Des expriences ont t ralises sur des poudres mtalliques en acier inoxydable 316L avec un mlange de polymres dliantage thermique. Un des verrous technologique en Moulage par Injection de Poudres concerne la caractrisation et la quantification de la sgrgation de phases. Seules quelques publications s'intressent cette caractrisation dans le domaine de la mcanique des roches [12, 13]. Afin d'analyser ce

problme, un quipement de mesure locale de densit a t mis en place pour valuer prcisment la distribution spatiale de fractions volumiques de poudres aprs injection. Les rsultats concernant les distributions de fractions volumiques de poudres sont ensuite compars aux rsultats obtenus par simulation, grce au modle propos et au logiciel de simulation dvelopp.

2 Dveloppements exprimentaux

2.1 Moulage par injection

Afin d'tudier les effets de sgrgation et de variation de rpartition de poudres au cours de l'injection, un moule multi-empreintes a t conu, instrument et

Fig. 1. Photographie des empreintes du moule.

Fig. 2. Gomtrie et dimensions des empreintes du moule, emplacements des capteurs de pression (P_1 P_4) et de temprature (T_1 T_4).

ralis au laboratoire. Il permet de raliser des composants destins diffrents usages : prouvettes destines la mesure des proprits mcaniques, prouvettes conues pour tudier le dliantage et la densification, ou encore empreintes pour tests d'injectabilit [4].

La description de la conception et la ralisation du moule est donne dans [6, 7]. Le moule ralis comprend 5 empreintes permettant de raliser 3 types de composants : des prouvettes de traction avec un ou deux points d'injection (type 1a et 1b), des prouvettes de flexion avec un ou deux points d'injection (type 2a et 2b) et un composant de type volant (type 3) avec plusieurs zones de jonction de fronts d'coulements, figures 1 et 2.

Les composants ainsi raliss (comprenant un ou deux points d'injection pour un mme composant) permettent

de quantifier les effets des paramtres d'injection ainsi que la position des zones de sgrgations ventuelles durant la phase d'injection par rapport aux points d'injection.

L'alimentation des empreintes en mlange de polymres chargs en poudres est trs importante pour le bon droulement de l'injection, ainsi le dimensionnement des canaux et seuils a t ralis partir de simulations numriques par lments finis, en utilisant une viscosit quivalente pour le mlange [14]. Les rsultats de simulation conduisent des canaux de section circulaire de 5 mm de diamtre et des seuils de 6 mm² de section.

Le moulage des composants est ralis avec une presse injecter de type BOY[®]22 T. Les paramtres d'injection correspondent une pression d'injection 16 MPa et une vitesse d'injection de 160 mm.s⁻¹. La machine est

Fig. 3. Photographie des composants obtenus grce au moule multi-empreintes. partir de mlange base de poudres mtalliques 316L.

Tableau 1. Paramtres d'injection utiliss pour le mlange base de poudres mtalliques 316L.

	Param��tres utilis��s	[15]
Temp��rature d'injection du m��lange	175 ��C	175 ��C
Temp��rature du moule	48 ��C	45 ��C
Temps d'injection	1 s	��1 s
Vitesse d'injection	160 mm.s ⁻¹	
Pression d'injection	16 MPa	
Pression de maintien	6 MPa	6,5 MPa
Temps de refroidissement	20 s	

quipe d'une vis de diamtre de 22 mm avec une course maximale d'injection de 80 mm. La force maximale de fermeture est de 22 000 N. Elle possde quatre zones de chauffage pour fondre le polymre. Les paramtres d'injection utiliss sont donns tableau 1. Les composants obtenus sont donns figure 3. Les paramtres de moulage correspondent ceux proposs par le fournisseur du matriau [15] et correspondent galement des travaux raliss prcdemment au sein du laboratoire. Des thermocouples et des capteurs de pression placs dans les empreintes du moule permettent de s'assurer des conditions et paramtres d'injection (Fig. 2). Le temps d'injection est comparable celui obtenu par d'autres auteurs pour raliser le mme type de composants [15–18].

L'volution de la temprature du mlange pendant un cycle complet de moulage est reprsente figure 4. La temprature maximale dans l'prouvette de type 2a est de 165 C (capteur T_2), pour une consigne de temprature de 175 ± 10 C. La temprature maximale dans l'prouvette

de type 2b est de 131 C (capteur T_1). La pression maximale dans l'prouvette de type 2a est de 19,35 MPa (capteur P_3). La rptitivit des valeurs exprimentales maximales a t value afin de quantifier la dispersion des mesures. Les rsultats sont indiqus figure 5. On observe une bonne rptitivit des mesures de temprature et de pression pendant l'injection pour le mlange dliantage thermique utilis.

Les composants obtenus possdent des formes correctes, et sont exempts de dfauts extrieurs, voir figure 3.

2.2 Mesures de densit

Les mesures de densit sont ralises l'aide d'un pycnomtre hlium. Afin d'obtenir les rsultats les plus prcis possibles, plusieurs mesures sont effectues pour obtenir une valeur moyenne de densit, le temps de ralisation de ces mesures est d'environ 30 minutes. La densit du mlange compos de poudres en acier inoxydable 316L et des diffrents liants, avant moulage, est de $5,16 \text{ g.cm}^{-3}$.

Une prouvette de traction de chaque type (type 1a avec un seul point d'injection ou type 1b avec deux points d'injection) est dcoupe en plusieurs segments afin d'effectuer des mesures locales de densit, figure 6.

Les rsultats des mesures de densit sont reprsents figure 7. Une densit relativement homogne de poudre est obtenue, on remarque nanmoins que des valeurs plus importantes sont obtenues au niveau des seuils. Une valeur maximale de 5,30 est obtenue dans le cas d'une cavit avec un point d'injection, par rapport 5,33 dans le cas d'une cavit avec deux points d'injection.

3 Modlisation et simulation numrique de la sgrgation de phases

Il n'existe pas actuellement de logiciels commerciaux capables de simuler le remplissage de moule en Moulage par Injection de Poudres Mtalliques, et en particulier pas de logiciels capables de simuler la sgrgation de phases.

Bien que diffrentes approches physiques puissent tre appliques, la thorie des coulements des matriaux granulaires n'est videmment pas utilisable pour des simulations 3D de l'tape d'injection, du fait qu'elle considre l'volution de chacune des particules dans le fluide [19], ce qui conduit des temps de calcul trs importants. Les modlisations et simulations ralises en considrant le mlange polymre + poudres comme un fluide monophasique en introduisant une viscosit quivalente [20], ne peuvent pas reprsenter la sgrgation de phases de faon prcise, du fait qu'elles ne contiennent pas les quations ncessaires pour rendre compte des variations de fraction volumique.

Plusieurs auteurs [6,8,12,14,20–22] ont utilis le cadre de la thorie des mlanges et ont dvelopp une approche d'coulements bi-phases associe, pour rendre compte de la variation de fraction volumique de poudre durant et en fin d'injection. Cette approche considre

Fig. 4. Variation de la temprature et de la pression lors de l'injection du mlange 316L dlantage thermique ($P_{inj} = 16$ MPa, $T_{inj} = 175$ C, $T_{paroi} = 48$ C).

Fig. 5. volution des pressions et tempratures pour diffrents chantillons (316L dlantage thermique, $P_{inj} = 16$ MPa, $T_{inj} = 175$ C, $T_{paroi} = 48$ C).

l'coulement de deux phases distinctes : une phase dite solide considre comme un fluide visqueux reprsentant les poudres, et une phase fluide reprsentant le polymre fondu. L'interaction entre les deux phases et l'incompressibilit du mlange sont prises en compte dans la reprsentation de l'coulement du mlange poudre + liant. Cette thorie est bien adapte la simulation de l'coulement des fluides visqueux fortement chargs en poudres [21, 22], elle est par consquent bien adapte au cas du MIM. Chacune des phases possde sa propre loi de comportement et les quations de conservation sont crites pour chacune des phases. L'interaction entre les deux phases est reprsente par un coefficient d'interaction [11, 21, 22].

Plusieurs auteurs ont utilis des algorithmes implicites pour rsoudre les problmes d'coulements

bi-phasiques [21, 22] en remplissage de moules. Les auteurs considrent le problme comme un problme transitoire dynamique et le rsolv de manire itrative et incrmentale. Le systme algbrique coupl, associ au modle bi-phasique est transitoire, non linaire et de grande taille. Il y a donc des risques de non convergence ; de plus, le temps de calcul est trs important. C'est la raison pour laquelle nos dveloppements se sont orients vers la mise en uvre et l'utilisation d'un modle dynamique transitoire explicite, adapt partir du modle dvelopp pour le moulage par injection de polymres fondus.

Considrant le cas de la simulation de remplissage de moules en fonderie, certains auteurs ont propos d'utiliser des algorithmes dynamiques explicites, dvelopps en particulier pour des simulations tri-dimensionnelles [23–25]. Les mmes auteurs ont propos d'utiliser des mthodes

Fig. 6. Segmentation des prouvettes de traction, (a) prouvette injecte avec un point d'injection, (b) prouvette injecte avec deux points d'injection (pour le mlange liant + poudre 316L).

explicites pour calculer de manire dcouple l'ensemble des variables vitesse, pression et temprature ainsi que l'tat de remplissage. Le calcul du champ de pression est effectu par une mthode globale sans itration, aboutissant un systme avec un nombre de degrs de liberts moins important que celui du champ de vitesse [25, 26].

3.1 quations de conservation

3.1.1 Conservation de la masse

L'coulement du mlange est reprsent l'aide d'une phase solide pour la poudre tandis que le liant est reprsent par une phase fluide. Les deux phases sont caractrises respectivement par les fractions volumiques solide et fluide (ϕ_s, ϕ_f) , devant respecter la condition de saturation pour le mlange $\phi_s + \phi_f = 1$. La variation fraction volumique de chaque phase permet de reprsenter l'volution de la sgrgation au cours du remplissage. Les densits de chacune des phases sont dfinies par les relations $\rho_s = \phi_s \rho_s^o$ et $\rho_f = \phi_f \rho_f^o$ o ρ_s^o, ρ_f^o caractrisent les densits des phases solide et fluide denses supposes constantes. En utilisant ces dfinitions, la conservation de la masse pour chaque phase s'crit sous la forme :

$$\frac{\partial \phi_s}{\partial t} + \nabla \cdot (\phi_s \mathbf{V}_s) = 0 \quad \text{et} \quad \frac{\partial \phi_f}{\partial t} + \nabla \cdot (\phi_f \mathbf{V}_f) = 0 \quad (1a, b)$$

o $\mathbf{V}_s$ et $\mathbf{V}_f$ reprsentent respectivement les vitesses de la phase solide et fluide.

En utilisant la condition de saturation dans chacune des quations prcdentes, la condition d'incompressibilit du mlange s'crit sous la forme :

$$\nabla \cdot \mathbf{V}_{eff} = 0 \quad \text{avec} \quad \mathbf{V}_{eff} = \phi_s \mathbf{V}_s + \phi_f \mathbf{V}_f \quad (2)$$

o $\mathbf{V}_{eff}$ est la vitesse effective du mlange.

Fig. 7. Mesures perimentales de la densit dans les prouvettes de traction, (a) prouvette injecte avec un point d'injection, (b) prouvette injecte avec deux points d'injection (pour le mlange liant + poudre 316L) (densit en g.cm^{-3}).

3.1.2 Conservation de la quantit de mouvement

En considrant que dans le cas du MIM les termes d'advection puissent tre ngligs [11, 14, 21, 22], les quations de conservation de la quantit de mouvement des phases solide et fluide s'crivent sparment l'aide de deux quations de Stokes avec des termes d'interaction opposs $\mathbf{m}_s = -\mathbf{m}_f$:

$$\rho_s \frac{\partial \mathbf{V}_s}{\partial t} = -\nabla (\phi_s P) + \nabla \cdot \boldsymbol{\sigma}'_s + \rho_s \mathbf{g} + \mathbf{m}_s$$

et $\rho_f \frac{\partial \mathbf{V}_f}{\partial t} = -\nabla (\phi_f P) + \nabla \cdot \boldsymbol{\sigma}'_f + \rho_f \mathbf{g} + \mathbf{m}_f \quad (3)$

o P reprsente le champ de pression, $\boldsymbol{\sigma}'_s$ et $\boldsymbol{\sigma}'_f$ sont les dviateurs des tenseurs des contraintes partielles de Cauchy des phases solide et fluide et $\mathbf{g}$ la gravit. Les termes d'interaction s'crivent sous la forme :

$$\mathbf{m}_s = k (\mathbf{V}_f - \mathbf{V}_s) \quad \text{et} \quad \mathbf{m}_f = k (\mathbf{V}_s - \mathbf{V}_f) \quad (4)$$

o k est un paramtre d'interaction entre les phases.

3.1.3 quation thermique

L'quation de couplage thermique s'crit sous la forme :

$$\rho_m c_m \left(\frac{\partial T_m}{\partial t} + \mathbf{V}_m \cdot \nabla T_m \right) = k \Delta T_m + s_m \quad (5)$$

Les coefficients et variables homognss du mlange peuvent tre exprims sous la forme :

$$\begin{aligned} \rho_m c_m &= \phi_f \rho_f c_f + \phi_s \rho_s c_s \\ \rho_m c_m V_m &= \phi_f \rho_f c_f V_f + \phi_s \rho_s c_s V_p \\ k_m &= \phi_f k_f + \phi_s k_s \end{aligned} \quad (6)$$

o ρ_m est la densit du mlange, ρ_i la densit de la phase i , c_m la capacit calorifique du mlange, c_i la capacit calorifique de la phase i , k_m la conductivit thermique du mlange, ρ_i la conductivit thermique de la phase i .

Dans ces relations, la vitesse de transport V_m a une expression qui est notablement diffrente de la vitesse volumique dfinie prcdemment et de la vitesse massique du mlange ($\rho_m V_m = \phi_f \rho_f V_f + \phi_s \rho_s V_p$) [19]. L'expression des autres paramtres est donne par une simple loi des mlanges.

3.1.4 Lois de comportement

Les lois de comportement visqueuses reprsentant le comportement de chaque phase sont crites sous la forme de lois visqueuses :

$$\sigma'_s = 2\mu_s(\phi_s, T, \dot{\epsilon}'_s)\dot{\epsilon}'_s \quad \text{et} \quad \sigma'_f = 2\mu_f(\phi_f, T, \dot{\epsilon}'_f)\dot{\epsilon}'_f \quad (7)$$

o $\dot{\epsilon}'_s$ et $\dot{\epsilon}'_f$ sont respectivement les dviateurs des tenseurs des taux de dformation de la phase solide et fluide, ces deux grandeurs sont calcules partir du champ de vitesse pour chaque phase, μ_s et μ_f reprsentent les viscosits respectives de chacune des phases, T la temprature du mlange, le taux de cisaillement quivalent de la phase i tant dfini par $\dot{\epsilon}_i = \sqrt{2/3}(\dot{\epsilon}'_i : \dot{\epsilon}'_i)^{1/2}$.

3.2 Simulation numrique

Les quations de Stokes sont discrtises par la mthode des lments finis. La rsolution de ces quations se fait de manire explicite par une nouvelle mthode propose et dveloppe pour le traitement de l'incompressibilit du mlange [6, 9, 10].

3.2.1 Diffusion visqueuse

Aprs discrtisation par la mthode de Galerkin, l'effet de la diffusion visqueuse est pris en compte dans la premire tape de l'algorithme de rsolution pas fractionns afin de dterminer une premire prdiction des champs de vitesse V_S^* et V_f^* :

$$M_S \frac{V_S^* - V_S^n}{\Delta t} = K_S V_S^n + F_S$$

$$\text{et} \quad M_f \frac{V_f^* - V_f^n}{\Delta t} = K_f V_f^n + F_f \quad (8)$$

o M_S et M_f sont les matrices masses diagonalises de chacune des phases, K_S et K_f sont les matrices de raideur visqueuse, F_S et F_f sont les vecteurs des forces extrieures.

3.2.2 Effets d'interaction

La seconde tape de l'algorithme pas fractionns consiste prendre en compte les effets d'interaction entre phases. l'aide d'une matrice d'interaction K , la discrtisation conduit deux quations pour une nouvelle prdiction des champs de vitesse V_S^{**} et V_f^{**} :

$$M_S \frac{V_S^{**} - V_S^*}{\Delta t} = K(V_f^n - V_S^n)$$

$$\text{et} \quad M_f \frac{V_f^{**} - V_f^*}{\Delta t} = K(V_S^n - V_f^n) \quad (9a, b)$$

3.3 Champ de pression et incompressibilit du mlange

Le traitement de l'incompressibilit se concrtise dans l'algorithme pas fractionns par un effet du champ de pression sur les champs de vitesse. Aprs discrtisation, on obtient respectivement les quations suivantes pour chacune des phases :

$$M_S \frac{V_S^{n+1} - V_S^{**}}{\Delta t} = -\phi_s C P$$

$$\text{et} \quad M_f \frac{V_f^{n+1} - V_f^{**}}{\Delta t} = -\phi_f C P \quad (10a, b)$$

Par addition des quations (8) et en tenant compte de l'incompressibilit du mlange (2), le champ de pression P est dtermin grce une rsolution globale, sous la forme :

$$A C^T M_{eq}^{-1} C P = \frac{1}{\Delta t} A C^T V_{eff}^{**} \quad (11)$$

o C est l'oprateur gradient, tandis que sa transpose C^T reprsente l'oprateur divergence, A est l'oprateur d'assemblage sur l'ensemble des lments finis du domaine considr. Les champs de vitesse V_S^{n+1} et V_f^{n+1} sont facilement obtenus grce l'quation (10) et la connaissance du champ de pression.

3.4 Dtermination des fractions volumiques de poudre et de liant

En tenant compte de la condition de saturation, les fractions volumiques se calculent grce aux quations (1a, b), ces quations sont discrtises par une mthode de Galerkin [6, 9].

3.5 Calcul de la position du front

Dans le cadre d'une description eulrienne, un champ $F(x, t)$ est utilis pour dcrire l'tat de remplissage. Cette variable prend une valeur 1 dans le domaine rempli et

0 dans le domaine vide, F est dtermin par une quation de diffusion advection de la forme :

$$\frac{\partial F}{\partial t} + \nabla \bullet (\mathbf{V}_{eff} F) = 0 \quad (12)$$

La mthode de Taylor-Galerkin est utilise pour rsoudre cette quation afin d'viter d'ventuelles oscillations numriques dues aux effets de convection [26].

4 Dtermination des paramtres rhologiques

L'utilisation du modle bi-phasique pour la simulation par lments finis ncessite une dtermination des paramtres rhologiques pour l'coulement de chacune des phases, ainsi que leur interaction. Mais seule la viscosit du mlange (polymre fondu + poudres mtalliques) peut tre obtenue par des essais de rhomtrie capillaire ou grce une buse de rhologie permettant de raliser des essais in situ sur la machine d'injection. Des recherches antrieures ont montr que la viscosit de chacune des phases d'un modle bi-phasique est loin d'tre la viscosit de chaque constituant. partir de la conservation de masse, l'coulement obtenu par le modle bi-phasique est quivalent l'coulement rel du mlange. Il implique que la dtermination de la viscosit de chacune des phases dans le cadre mathmatique du modle bi-phasique conduise un coulement quivalent l'coulement du mlange rellement observ. Des recherches antrieures supposent que la viscosit du fluide est nulle, mais cette hypothse ne s'adapte pas au cas de l'injection mtallique avec un liant polymre. La dtermination des paramtres visqueux pour le modle bi-phasique se ralise en trois tapes successives : la premire tape consiste en la mesure de la viscosit du mlange pour diffrentes tempratures et taux de cisaillements grce un viscosimtre capillaire, elle permet l'identification de la viscosit du mlange, la deuxime tape consiste en l'analyse d'un coulement de Poiseuille plan, partir d'un modle analytique bi-phasique, pour dterminer la viscosit de chacune des phases dans les mmes conditions de temprature et de taux de cisaillement. Cette analyse est base sur le principe que la conservation de masse soit vrifie tant par l'coulement bi-phasique que par l'coulement du mlange, cette condition doit tre respecte pour diffrentes tailles de capillaire. La troisime tape consiste dterminer le paramtre d'interaction en utilisant les lois de viscosits dtermines pour chacune des phases. Un essai de sgrgation pouvant tre utilis pour identifier le coefficient d'interaction par couplage calculs-periences l'aide d'une mthode inverse.

tape 1 : identification de la viscosit du mlange

Les essais sont effectus pour diffrents taux de cisaillement et diffrentes tempratures. La viscosit du mlange est fonction de la temprature T , de la fraction volumique initiale de poudre ϕ_s et du taux de cisaillement

Fig. 8. Viscosit de mlange 316L dliantage thermique pour deux tempratures distinctes.

quivalent $\dot{\epsilon}_m$. La relation de comportement en rsultant s'crit symboliquement sous la forme suivante :

$$\sigma'_m = 2\mu_m(T, \phi_s, \dot{\epsilon}_m)\dot{\epsilon}'_m \quad (13)$$

Deux essais de rhologie capillaire ont t raliss pour un mlange 316L dliantage thermique pour deux tempratures correspondant 170 C et 190 C. L'volution de la viscosit du mlange en fonction du taux de cisaillement, pour les deux tempratures considres, est relate figure 8.

tape 2 : dtermination de la viscosit de chacune des phases

Pour obtenir un modle relativement simple permettant l'identification de la viscosit de chacune des phases, on considre l'coulement de Poiseuille plan dans le cadre de la thorie des mlanges, par souci de simplicit. Un modle analytique quasi-statique de Poiseuille plan est donc utilis pour dterminer la correspondance entre l'coulement du mlange et l'coulement bi-phasique [21, 22]. Une condition de paroi collante est utilise pour l'coulement de chacune des phases afin de se placer dans des hypothses similaires celles utilises dans les essais de rhomtrie capillaire, figure 9. La solution analytique de ce modle est donne tableau 2. Dans les mmes conditions de temprature et taux de cisaillement en parois, la conservation de masse doit tre vrifie par la relation $\mathbf{V}_m = \phi_s \mathbf{V}_s + \phi_f \mathbf{V}_f$ dans laquelle $\mathbf{V}_m$ reprsente la vitesse du mlange. Cette relation doit tre respecte pour diffrents diamtres de capillaire, pour un mme tat rhologique (temprature et taux de cisaillement en parois). videmment diffrentes valeurs de pressions doivent tre appliques pour les diffrents capillaires en vue de conserver le mme taux de cisaillement en parois. L'analyse montre bien que le choix du paramtre d'interaction est indpendant du choix de viscosit de chacune des phases, si toutefois l'effet de sgrgation est suppos rester faible. Sous cette condition, le choix de la viscosit de chacune des phases doit conduire la vrification de la conservation de masse entre l'coulement bi-phasique (2) et l'coulement observ du mlange.

Tableau 2. Mthode d'identification partir de l'coulement de type Poiseuille.

R��solution du probl��me : ��coulement de Poiseuille en capillaire plan	
$y = h,$	$\dot{\gamma}_{xy} = \frac{\Delta P h}{2 \mu_m L}$
Hypoth��se :	
Le m��lange, la phase solide et fluide sont collants �� la paroi	
Champs de vitesses solution :	
Vitesse du m��lange : $\mu_m V_m = \mu_f V_f + \mu_s V_s$	
Vitesse de la phase solide : $v_s(y) = D \frac{(1 - e^{-Ah})e^{Ay} - (1 - e^{Ah})e^{-Ay}}{e^{Ah} - e^{-Ah}} + B(y^2 - hy) - D$	
Vitesse de la phase fluide : $v_f(y) = C \frac{(1 - e^{-Ah})e^{Ay} - (1 - e^{Ah})e^{-Ay}}{e^{Ah} - e^{-Ah}} + B(y^2 - hy) - C$	
avec $A = \sqrt{\frac{k(\mu_s + \mu_f)}{\mu_s \mu_f}}, \quad B = \frac{\Delta p}{2l(\mu_f + \mu_s)}, \quad C = \frac{\Delta p}{kl} \left[\frac{\mu_s^2 \Phi_f - (1 - \Phi_f)\mu_f \mu_s}{(\mu_f + \mu_s)^2} \right]$	
et $D = \frac{\Delta p}{kl} \left[\frac{\mu_f^2 \Phi_s - (1 - \Phi_s)\mu_f \mu_s}{(\mu_f + \mu_s)^2} \right]$

Fig. 9. coulement de Poiseuille entre deux plaques parallles fixes, utilis pour l'identification de la viscosit de phases solide et fluide du mlange.

Le choix du couple (μ_s, μ_f) qui vrifie cette condition doit tre respect pour diffrents diamtres de capillaire. Ces conditions fixent le couple qui doit tre utilis dans la simulation. La solution possible en (μ_s, μ_f) est reprsente figure 10, pour trois diamtres de capillaires. On note qu'il existe deux points d'intersection uniques des faisceaux de courbes correspondant aux diffrentes paisseurs de capillaires. Ces deux points reprsentent deux solutions possibles du problme.

Dans le cas de la figure 10, trois capillaires ont t utiliss. Ils sont caractriss respectivement par les paisseurs $h^{(1)} = 1,25$ mm, $h^{(2)} = 2,5$ mm, $h^{(3)} = 5,0$ mm. Les variables suivantes ont t utilises : $\mu_m = 28,33$ Pa.s ; $\phi_s = 0,55$; $\dot{\gamma}_{xy} = 1179$ s⁻¹ ; $L = 80 \times 10^{-3}$ m ;

Fig. 10. Rsultat de l'identification pour un taux de cisaillement donn pour le mlange polymre fondu + poudres 316L.

$k = 1 \times 10^8$ Pa.s.m⁻². La solution est symtrique. La solution correspondant $\mu_s > \mu_f$ est choisie et est applique pour les simulations numriques du moulage par injection mtallique.

Les mmes procdures peuvent tre rptes pour diffrents tats rhologiques et donnent par consquence

Fig. 11. Lois de viscosit des phases solide et fluide en fonction du taux de cisaillement pour le mlange polymre fondu + poudres 316L, pour deux tempratures diffrentes ($T = 170\text{ }^\circ\text{C}$ et $T = 190\text{ }^\circ\text{C}$).

les lois de viscosit de la phase solide et de la phase fluide en fonction du taux de cisaillement, pour deux tempratures diffrentes, figure 11.

5 Moulage par injection d'une prouvette de traction

L'injection des prouvettes de traction de type 1a-b mentionnes la section 2 a t utilise comme cas test afin de raliser des comparaisons calculs-expriences. Les paramtres d'injection sont donns sur la figure 12. La pression d'injection est identique celle utilise lors des essais avec le moule multi-empreintes. Deux simulations sont ralises pour l'prouvette de traction : la premire pour la cavit avec un point d'injection, la seconde pour la cavit avec deux points d'injection aux deux extrmits, afin d'tudier la soudure au niveau de la jonction des fronts d'coulement du mlange.

Le maillage lments finis utilis est reprsent figure 12. Un vent doit tre plac pour vacuer l'air au fur et mesure du remplissage de l'empreinte afin que celui-ci puisse tre complet. Dans le cas tudi, l'vent est plac au milieu de l'empreinte pour l'prouvette bi-injecte et droite pour l'prouvette avec un seul point d'injection, afin de rendre compte de la sortie de l'air des empreintes du moule.

Mlange 316L dliantage thermique

Maillage :

Pression impose l'entre: 16 MPa

Fraction volumique de poudres: 55%

Terme d'interaction: $2 \times 10^{10}\text{ Pa.s.m}^{-2}$

Temprature de la matire $175\text{ }^\circ\text{C}$

Temprature du moule $48\text{ }^\circ\text{C}$

Fig. 12. Paramtres d'injection et maillage utiliss pour la simulation de l'injection d'une prouvette de traction.

Une pression de 16 MPa est impose au niveau des points d'injection. La simulation numrique rvle un champ de pression qui varie de la valeur maximale impose l'entre une valeur nulle qui correspond la sortie ou vent, figure 13a. Dans l'autre cas, le champ de pression varie de la valeur maximale une valeur nulle, de manire symtrique par rapport au centre de l'prouvette o se trouve l'vent, figure 13b.

L'tat de remplissage correspondant un taux de remplissage de 80 % est reprsent figure 14a. Pour l'empreinte de moule comportant une seule entre, on observe un remplissage allant du point d'injection vers l'vent, alors que pour deux entres il est symtrique tout au long du remplissage, figure 14b.

La rpartition du champ de temprature montre une distribution de temprature symtrique et plus homogne dans le cas d'une prouvette de type 1b, figures 15a et b. La temprature la plus faible se situe au niveau du contact entre le fluide et la paroi du moule.

 la fin du remplissage, on observe une fraction volumique de poudres de 0,565 pour l'prouvette avec un point d'injection et de 0,55 pour l'prouvette deux points d'injection, figure 16. Dans les 2 cas, les fractions volumiques de poudres mtalliques sont presque identiques. Il en rsulte que si les tapes de dliantage et de densification sont ralises correctement, les deux prouvettes ont les mmes proprits mcaniques, ce qui a t vrifi par les auteurs grce des essais mcaniques [6].

Une comparaison entre les distributions de densits mesures le long d'une prouvette de traction injecte avec un point ou deux points d'injection est reprsente figure 16 et rvle que la prsence de deux points d'injection est favorable. La figure 17 rvle que les volutions exprimentales et numriques de densits sont similaires, un cart maximal de 4,7 % tant obtenu. Une meilleure

Fig. 13. Champs de pression, (a) prouvette injecte avec un point d'injection, (b) prouvette injecte avec deux points d'injection (pour le mlange polymre fondu + poudre 316L).

Fig. 14. Champ de remplissage F pour un tat de remplissage de 80 %, (a) prouvette injecte avec un point d'injection, (b) prouvette injecte avec deux points d'injection (pour le mlange polymre fondu + poudre 316L).

Fig. 15. Champ de temprature pour un tat de remplissage de 80 %, (a) prouvette injecte avec un point d'injection, (b) prouvette injecte avec deux points d'injection (pour le mlange polymre fondu + poudre 316L).

Fig. 16. (b) Fractions volumiques solides moyennes la fin de remplissage, (a) prouvette injecte avec un point d'injection, (b) prouvette injecte avec deux points d'injection (pour le mlange polymre fondu + poudre 316L).

identification du coefficient d'interaction entre phases permettrait sans doute de rduire cet cart.

6 Conclusions

Les coulements de polymres fondus chargs en poudres mtalliques ont t tudis dans le cas du Moulage par Injection de Poudres Mtalliques. Un ensemble exprimental a t dvelopp permettant la ralisation de diffrents composants, et la rptitivit des rsultats a t analyse de faon prcise, tant en termes de masse que de dimensions finales. La densit locale a pu tre dtermine exprimentalement, ce qui permet d'accder la fraction volumique de poudres aprs injection. Un modle d'coulement bi-phasique, bas sur la thorie des mlanges a t labor, puis discrts par la mthode des

Fig. 17. Comparaison des densits exprimentales et numriques pour une prouvette mono-injecte.

lments finis. Un nouvel algorithme pas fractionns a t dvelopp, permettant d'accder la variation de fraction volumique des phases avec prcision. Des comparaisons entre rsultats numriques et exprimentaux, au niveau de la distribution de fraction volumique de poudres mtalliques obtenue aprs injection, prouvent la pertinence de l'approche propose. Cette approche permet de rendre compte avec prcision des problmes de sgrgation pouvant survenir lors de la phase d'injection en moulage par injection de poudres, y compris pour des cas industriels 3D.

Rfrences

- [1] S. Eroglu, T. Baykara, Effects of powder mixing technique and tungsten powder size on the properties of tungsten heavy alloys, *J. Material Processing and Technology* 103 (2000) 288–292
- [2] T. Shimiza, Y. Murakoshi, K. Wechitayakhlung, T. Sano, H. Negishi, Characterization of the molding methods and the binder system in the MIM process, *J. Material Processing and Technology* 63 (1997) 753–758
- [3] D.M. Liu, W.J. Tseng, Binder removal from injection moulded zirconia ceramics, *Ceramics International* 25 (1999) 529–534
- [4] R.M. German, A. Bose, *Injection of metals and ceramics*, Princeton, USA, 1997
- [5] R.M. German, *Sintering theory and practise*, John Wiley & Sons, New York, 1996
- [6] T. Barrire, Exprimentations, Modlisation et Simulation Numrique du Moulage par Injection de Poudres Mtalliques, Thse de doctorat, Universit de Franche-Comt, Besanon, 2000
- [7] T. Barrire, D. Renault, J.C. Glin, M. Dutilly, Moulage par injection de poudres mtalliques, Exprimentations, modlisation et simulation, *Mcanique & Industries* 1 (2000) 201–212
- [8] T. Barrire, J.C. Glin, B. Liu, Experimental and numerical investigations on the properties and quality of parts produced by MIM, *Powder Metallurgy* 44(3) (2001) 228–234
- [9] T. Barrire, J.C. Glin, B. Liu, Analysis of phase segregation effects arising in fluid-particle flows during metal injection molding, *Int. J. Forming Process* 4(3–4) (2001) 199–216
- [10] T. Barrire, B. Liu, J.C. Glin, Improving mould design and injection parameters in metals injection moulding by accurate 3D finite element simulation, *J. Materials Processing and Technology* 125–126 (2002) 518–524
- [11] J.C. Glin, T. Barrire, M. Dutilly, Experiments and computational modeling of metal injection molding for forming small parts, *Annals of the CIRP* 48(1) (1999) 179–182
- [12] A. Louge, tude thorique et exprimentale du comportement et de la sgrgation de milieux pteux lors de l'extrusion, Thse de doctorat, Universit de la Mditerrane, Aix-Marseille, 1996
- [13] A. Acrivos, Shear-induced particle diffusion in concentrated suspensions of non colloidal particles, *J. Rheol.* 39(5) (1995) 813–826
- [14] V.V. Bilovol, L. Kowalski, J. Duszczek, Application of fully 3D simulation for studying of pressure development during powder injection moulding process, P.I.M 2000, R.M. German (ed.), Pennsylvania State University, USA, 2000, 25–29
- [15] K.M. Kulkarni, Factors affecting dimensional precision of MIM Parts under production conditions, *Advances Powder Metallurgy and Particulate Materials* 19 (1996) 157–170
- [16] J.C. Glin, T. Barrire, B. Liu, Mould design methods by experiment and numerical simulation in metal injection molding, *J. Engineering Manufacture* 126, Part B (2002) 1533–1547
- [17] Catamold, Feedstock for powder Injection Molding : Processing-Properties-Application, Technical Information, BASF (1997) 1–10
- [18] T. Hartwig, G. Veltl, F. Petzoldt, R. Scholl, B. Kieback, Powders for metal injection molding, *J. European Ceramic Society* 18 (1998) 1211–1216
- [19] T. Iwai, T. Aizawa, J. Kihara, Three dimensional granular modeling for metal injection molding, *Powder Metallurgy World Congress, PM'94*, ed. S.F.2M. and E.P.M.A, Paris 6–9 juin 2 (1994) 1097–1100
- [20] R.M. Bowen, (Ed.) *Theory of Mixtures*, Continuum Physics, Academic Press, New York, 3, 1976
- [21] M. Dutilly, Modlisation du moulage par injection de poudres mtalliques, Thse de doctorat, Universit de Franche-Comt, Besanon, 1998
- [22] B. Lanteri, H. Burlet, A. Poitou, I. Campion, Powder injection molding, an original simulation of paste flow, *Eur. J. Mech., A/Solids* 15(3) (1996) 465–485
- [23] P.M. Gresho, S.T. Chan, R.L. Lee, C.D. Upson, A modified finite element method for solving the time dependent, incompressible Navier-Stokes equations. Part 1 and Part 2, *Int. J. Numer. Methods in Fluids* 4 (1984) 557–598
- [24] A.S. Usmani, J.T. Cross, R.W. Lewis, A finite element model for the simulations of mould filling in metal casting and the associated heat transfer, *Int. J. Numer. Methods in Engrg.* 35 (1992) 787–806
- [25] R.W. Lewis, H.C. Huang, A.S. Usmani, J.T. Cross, Finite element analysis of heat transfer and flow problems using adaptive remeshing including application to solidification problems, *Int. J. Numer. Methods in Engrg.* 32 (1991) 767–781
- [26] R. Lohner, K. Morgan, O.C. Zienkiewicz, The solution of non linear hyperbolic equation systems by finite element method, *Int. J. Numer. Methods in Fluids* 4 (1984) 1043–1063