



**HAL**  
open science

# Modélisation, identification et simulation de l'étape de densification par diffusion à l'état solide. Applications à la simulation de micro-composants issus du Moulage par Injection de Poudres Métalliques

Jiupeng Song, Cédric Quinard, Thierry Barriere, Baoshung Liu, Jean-Claude Gelin

## ► To cite this version:

Jiupeng Song, Cédric Quinard, Thierry Barriere, Baoshung Liu, Jean-Claude Gelin. Modélisation, identification et simulation de l'étape de densification par diffusion à l'état solide. Applications à la simulation de micro-composants issus du Moulage par Injection de Poudres Métalliques. 9e Colloque national en calcul des structures, CSMA, May 2009, Giens, France. hal-01421803

**HAL Id: hal-01421803**

**<https://hal.science/hal-01421803>**

Submitted on 22 Dec 2016

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



Distributed under a Creative Commons Attribution 4.0 International License

# Modélisation, identification et simulation de l'étape de densification par diffusion à l'état solide. Applications à la simulation de micro-composants issus du Moulage par Injection de Poudres Métalliques.

J. Song<sup>1</sup>, C. Quinard<sup>2</sup>, T. Barriere<sup>2</sup>, B. liu<sup>1</sup>, J.C. Gelin<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Southwest Jiaotong University, Department of Applied Mechanics, 610031, Chengdu, Sichuan, P.R. China  
[bsliu@home.swjtu.edu.cn](mailto:bsliu@home.swjtu.edu.cn)

<sup>2</sup> Institut FEMTO-ST, UMR CNRS 6174, Département Mécanique Appliquée, ENSMM Besançon, 24 rue de l'épître, 25030 Besançon, France  
[thierry.barriere@univ-fcomte.fr](mailto:thierry.barriere@univ-fcomte.fr)

---

**Résumé** – La densification par diffusion à l'état solide est l'une des étapes les plus importantes du Moulage par Injection de Poudres (MIP). Un modèle de comportement de type viscoplastique est formulé pour représenter la densification des poudres métalliques. Les paramètres du modèle sont identifiés grâce à méthode inverse par comparaison entre les résultats expérimentaux et des résultats issus de simulations numériques. Le modèle physique ainsi identifié, ainsi que la procédure de simulation par éléments finis sont ensuite utilisés pour la simulation 3D de micro-composants obtenus par MIP, afin de quantifier les géométries et propriétés physiques.

**Mots clés** – Procédé MIP, Densification, Identification, Simulation numérique

---

## 1 Introduction

Le procédé de Moulage par Injection de Poudres (MIP), et plus particulièrement le procédé de Moulage par Injection de Poudres Métalliques (MIM), connaissent depuis quelques années une croissance industrielle importante en particulier pour la réalisation de micro-composants dans le domaine des télécommunications, du biomédical, des capteurs et de l'instrumentation [1]. De nouveaux équipements d'injection sont apparus sur le marché permettant la réalisation de micro-composants caractérisés par des volumes injectables de plus en plus petits, et par des tolérances de plus en plus précises. En même temps, des poudres métalliques de formes sphériques de plus en plus fines, par exemple en acier inoxydable de type 316L, sont apparues sur le marché permettant de réduire des granulométries de 16  $\mu\text{m}$  à 5  $\mu\text{m}$  [1].

Au niveau industriel, les différentes nuances de mélanges commercialisées pour le MIM ne concernent que des poudres de 16  $\mu\text{m}$ . Après avoir proposé une méthodologie et une formulation pour la réalisation de mélanges à partir de poudres d'acier inoxydable fines de 316L, possédant une granulométrie  $d_{50}$  de 3,8  $\mu\text{m}$ , des micro-composants de type éprouvette de flexion et on encore de forme cylindrique ont été réalisés à partir du mélange élaborés au laboratoire. Des micro-composants injectés, déliantés et densifiés sans défauts ont été obtenus.

L'objectif de la présente étude est de développer une méthodologie pour identifier la loi de comportement et simuler l'étape de densification par diffusion à l'état solide de poudres fines et dédiées à la simulation de micro-composants. Ce travail correspond à l'extension de travaux réalisés depuis quelques années sur des composants centimétriques élaborés soit à partir de poudres de mélange industriel de 16  $\mu\text{m}$  [2] soit à partir de mélanges élaborés en interne avec des poudres de granulométrie de 16  $\mu\text{m}$  [3].

## 2 Modèle physique

Un modèle de densification par diffusion à l'état solide basé sur une loi de comportement thermo-elasto-viscoplastique est utilisé pour évaluer le retrait et l'évolution de la densité pendant et après la phase de densification pour des composants centimétriques élaborés à partir de poudres métalliques de granulométrie de 16  $\mu\text{m}$  ou plus [3-5]. Pour simuler l'étape de densification par diffusion solide sur des micro-composants de petites tailles à partir de poudres fines, ainsi que pour optimiser les paramètres du procédé MIM et prévoir les dimensions des micro-cavités de moule d'injection, le retrait et la densité finale, le même modèle physique macroscopique est utilisé. Les paramètres de ce modèle de comportement doivent être déterminés à partir de mesures expérimentales et notamment grâce à des mesures dilatométriques sur les poudres fines. Ce modèle de comportement thermo-elasto-viscoplastique de la densification par diffusion à l'état solide s'écrit sous la forme:

$$\dot{\varepsilon} = \dot{\varepsilon}^e + \dot{\varepsilon}^{th} + \dot{\varepsilon}^{vp} \quad (1)$$

où  $\dot{\varepsilon}^e$  est la vitesse de déformation élastique,  $\dot{\varepsilon}^{th}$  est la vitesse thermique et  $\dot{\varepsilon}^{vp}$  est la vitesse de déformation viscoplastique.

La vitesse de déformation viscoplastique est déterminée grâce à l'expression suivante, considérant à la fois les termes de cisaillement et de dilatation:

$$\dot{\varepsilon}^{vp} = \frac{dev\sigma}{2G} + \frac{\sigma_m - \sigma_s}{3K} I \quad (2)$$

où  $dev\sigma$  est le déviateur des contraintes,  $\sigma_m$  est la contrainte moyenne ( $\sigma_m = tr(\sigma)/3$ ),  $\sigma_s$  est la contrainte de densification,  $G$  est le module de cisaillement,  $K$  est le module de compressibilité et  $I$  est la matrice identité du second ordre.

Les modules de cisaillement visqueux  $G$  et de compressibilité visqueuse  $K$  sont respectivement définis par :

$$G = \frac{\eta_z}{2(1+\nu_p)} \quad K = \frac{\eta_z}{3(1-2\nu_p)} \quad (3) (4)$$

où  $\eta_z$  est la viscosité uniaxiale et  $\nu_p$  est le coefficient de Poisson pour un matériau poreux.

La viscosité uniaxiale  $\eta_z^e$ , déterminée par mesures expérimentales, est exprimée en fonction du taux de déflexion pendant la phase de densification et s'écrit sous la forme:

$$\eta_z^e = \frac{1}{\dot{\delta}} \frac{FL_s^3}{4bh^3} \quad (5)$$

où  $\dot{\delta}$  est le taux de déflexion déterminé à partir des mesures expérimentales de déflexion,  $L_s$  est la longueur entre les deux supports (10 mm),  $h$  et  $b$  sont respectivement l'épaisseur et la largeur de l'éprouvette avant déformation et  $F$  est l'effort axial appliqué sur l'éprouvette (15 cN).

Afin d'estimer les modules de viscosité de cisaillement et de compressibilité, le coefficient de Poisson pour les matériaux poreux peut être déterminé par la relation suivante:

$$\nu_p \approx \frac{1}{2} \sqrt{\frac{d}{3-2d}} \quad (6)$$

où  $d$  est la densité relative, comprise entre 0,6 (pour un taux de charge de 60 %) et 1 (une densification parfaite sans porosité résiduelle).

La contrainte de densification, déterminée en fonction de la densité relative et de la taille des grains [5], est exprimée sous la forme suivante:

$$\sigma_s = Bd^C \quad (7)$$

où  $d$  est la densité relative,  $B$  et  $C$  sont des constantes physiques à identifier par mesures dilatométriques du retrait en fluage.

### 3 Mesures expérimentales

L'identification des paramètres du modèle par méthode inverse nécessite des mesures dilatométriques du retrait et de la déflexion pendant la densification. Ces valeurs sont utilisées pour identifier les paramètres expérimentaux de la loi de comportement. Les mesures dilatométriques ont été réalisées grâce à un dilatomètre horizontal équipé d'un four haute température (temp. max: 1650°C). Il fonctionne sous vide primaire et les mesures sont réalisées sous l'action d'une force de 15 cN. Des mesures de déflexion axiale ont été réalisées dans le dilatomètre, pour des cinétiques de densification de 5, 10 et 15°C/min, avec des éprouvettes réalisées à partir de poudres inox d'acier inoxydable de 5 µm de diamètre. Ces mesures ont été réalisées pendant la phase de chauffage pour des températures comprises entre 25°C et 1360°C ainsi que durant la phase de maintien en température pendant 120 minutes à la température maximale de 1360°C, Figure 1.

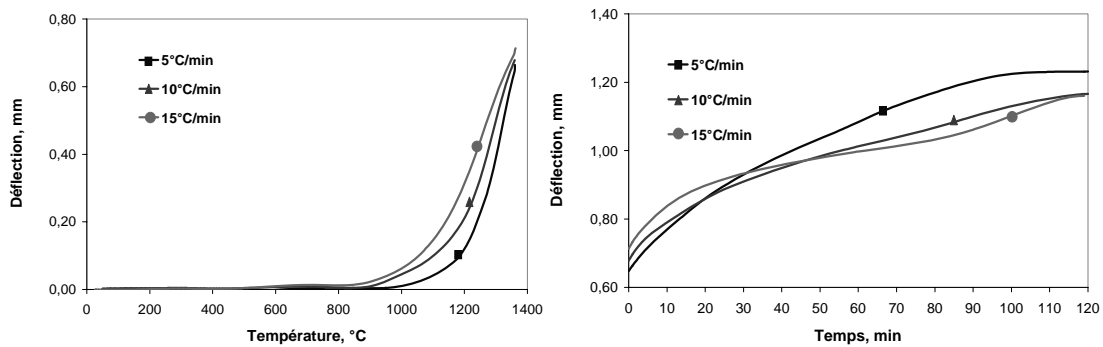


Figure 1 - Evolution des déflexions axiales pendant la phase de chauffage et la phase de maintien à partir de poudres d'acier inoxydable de 316L de granulométrie  $d_{50}$  de 3,8 µm.

Des mesures dilatométriques ont été effectuées avec des composants réalisés à partir de mélanges de poudres inox de taille 5 µm pour trois cycles de densification: 5, 10 et 15°C/min jusqu'à 1360°C. La Figure 2 relate l'évolution du retrait ( $dL/L_0$ ), représentée en fonction du temps de densification.

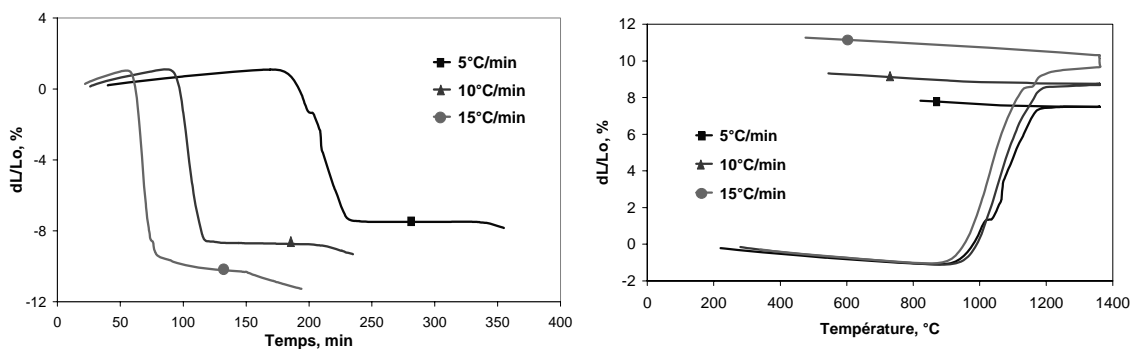


Figure 2 - Evolution du retrait en fonction du temps et de la température à partir de poudres d'acier inoxydable 316L, de granulométrie  $d_{50} = 3,8$  µm.

### 4 Identification des paramètres expérimentaux

A partir des différents tests expérimentaux réalisés précédemment (mesures dilatométriques du retrait et de la déflexion) différentes grandeurs peuvent être évaluées. La densité relative  $d$ , le coefficient de Poisson  $\nu_p$  et la viscosité uniaxiale  $\eta_p$  peuvent être déterminés à partir des mesures de déflexion. Les modules de cisaillement  $G$  et compressibilité  $K$  peuvent être obtenus à partir de des paramètres précédemment déterminés. La contrainte de densification  $\sigma_s$  est obtenue à partir des mesures dilatométriques et du module de compressibilité  $K$ .

#### 4.1 Détermination de la viscosité uniaxiale

Les courbes d'évolution de la viscosité uniaxiale expérimentale, issues des exploitations, pendant la phase de montée en température, avec des cinétiques de 5, 10 et 15°C/min et pendant le maintien en température de l'étape de densification sont illustrées en Figure 3.

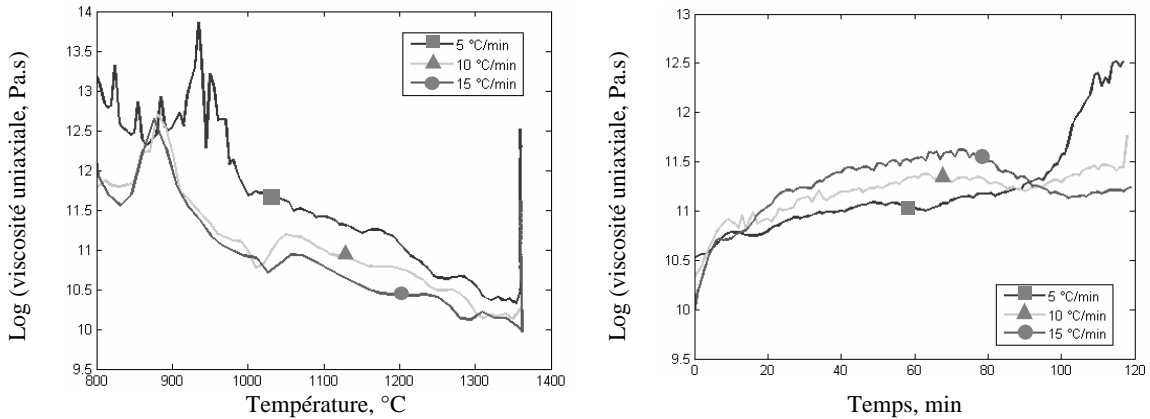


Figure 3 - Evolution de la viscosité uniaxiale pendant la montée en température et pendant le maintien en température pour une poudre en acier 316L de granulométrie  $d_{50} = 3,8 \mu\text{m}$ .

#### 4.2 Identification de la contrainte de densification

Une méthode inverse est également utilisée pour déterminer la contrainte de densification. Cette méthode est basée sur la minimisation d'une fonction objectif au sens des moindres carrés qui s'écrit sous la forme:

$$\begin{cases} \min G(x) \\ G(x) = \sum_{i=1}^n |\lambda^n(T_{i,x}) - \lambda^e(T_i, x)|^2 \\ x = [B, C] \end{cases} \quad (8)$$

où  $G(x)$  est la fonction objectif,  $\lambda^e$  représente le vecteur de la contrainte de densification expérimentale,  $\lambda^n$  représente le vecteur de la contrainte de densification numérique. Les paramètres constants  $B$  et  $C$ , issus de l'expression de la contrainte de densification  $\sigma_s$ , ont été identifiés à partir des courbes de retrait et de déflexion durant la densification. Pour chacun de ces deux paramètres, une valeur est donnée pour une densité relative inférieure à 80 % et une autre pour une densité supérieure ou égale à 80 %. Les courbes d'évolution de la contrainte de densification  $\sigma_s$  en fonction de la densité relative  $d$  indiquent bien les changements d'évolution en fonction de la densité relative (Figure 4).

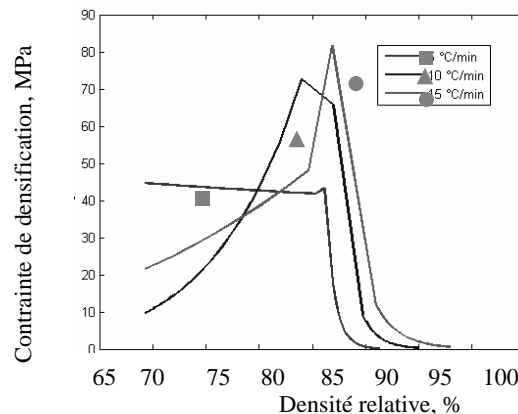


Figure 4 - Evolution de la contrainte de densification en fonction de la densité relative pour des cinétiques de densification à 5, 10 et 15°C/min pour la poudre en 316L  $d_{50} = 3,8 \mu\text{m}$ .

## 5 Simulation numérique

L'objectif de la simulation numérique est de déterminer le retrait, la densité relative et l'évolution de la forme des micro-composants après la phase de densification, pour un composant élaboré par le procédé MIM, sans avoir à réaliser des expérimentations. La géométrie retenue pour réaliser les simulations correspond à une éprouvette de flexion de longueur initiale 25 mm, de largeur 5,5 mm et d'épaisseur 1 mm. Les micro-composants moulés puis déliantés et enfin densifiés possèdent une distribution de densité relative uniforme de 60 %. Les cycles de densification retenus correspondent à 5, 10 et 15°C/min jusqu'à 1360°C, avec un temps de maintien de 120 min. La simulation est réalisée en prenant en compte la modélisation du support, avec un coefficient de frottement égale à 0,5, tandis que la gravité est négligée.

### 5.1 Résultats de la simulation de l'étape de densification

Des simulations de l'étape de densification ont été réalisées pour déterminer le retrait et la densité finale pour des éprouvettes, réalisées par le procédé MIM à partir de poudres d'acier inox 316L de granulométrie 5 µm et de forme sphérique. Ces simulations ont été réalisées pour les cycles de densification utilisés pour les expérimentations avec des cinétiques de chauffage de 5, 10 et 15°C/min, avec une température maximale de densification de 1360°C. Les résultats des simulations, réalisées pour la cinétique de densification de 5°C/min, sont indiqués en Figure 5 a, b, c et d. Les résultats sont donnés pour les retraits suivant la longueur (en  $x$ ), la largeur (en  $y$ ) et l'épaisseur (en  $z$ ) et pour la densité relative.

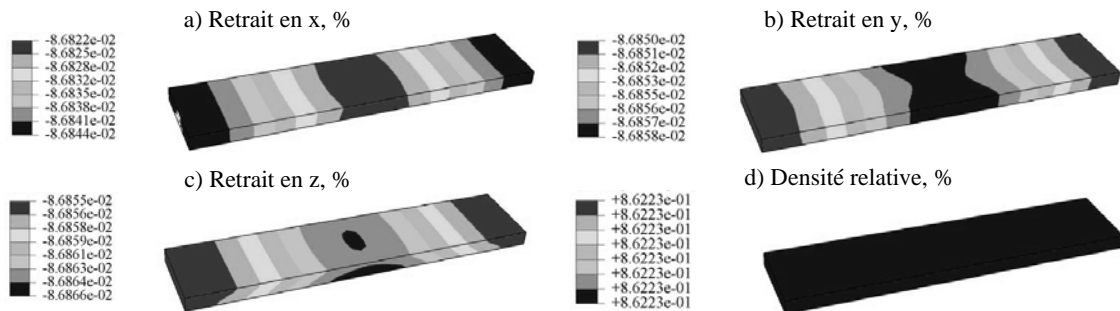


Figure 5 - Retraits directionnels a) la longueur, b) la largeur et c) l'épaisseur et d) la densité relative après densification avec la cinétique de 5°C/min.

Les différentes simulations indiquent que le retrait après densification est isotrope. En effet, quelque soit la cinétique de densification utilisée, les retraits suivant les trois dimensions (longueur, largeur et épaisseur) sont du même ordre. Les résultats des simulations (retrait et densité relative) sont récapitulés dans le Tableau 1. Ils indiquent que le retrait et donc la densité relative augmentent lorsque la cinétique de densification croît. Les valeurs de densité sont relativement faibles par rapport aux résultats expérimentaux.

Cinétiques	Retrait moyen, %	Densité relative, %
5°C/min	8,69	86,22
10°C/min	10,00	89,85
15°C/min	11,09	92,87

Tableau 1 - Retrait et densité relative obtenus par simulation après densification.

### 5.2 Comparaison entre simulation et expérimentation

Un comparatif a été réalisé concernant les résultats de retraits et de densité relative obtenus grâce aux expérimentations réalisées avec la poudre d'acier inox 316L de granulométrie 5µm et les simulations réalisées pour cette même poudre de forme sphérique (Figure 6). Les résultats montrent que les valeurs obtenues par simulation sont en général plus faibles que les valeurs

obtenues expérimentalement. Les simulations sont donc à recalculer légèrement donc un recalage pour améliorer le caractère prédictif du modèle.

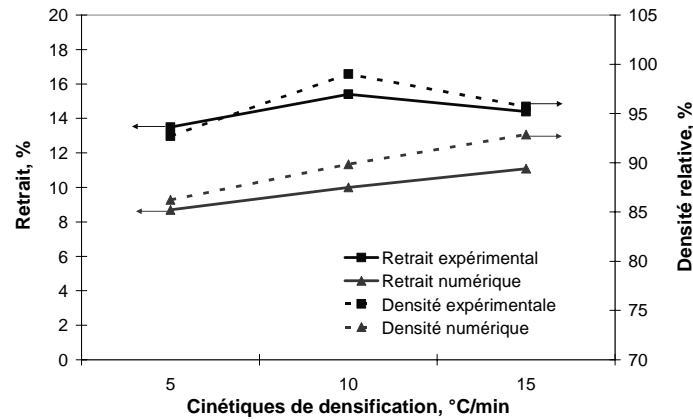


Figure 6 - Comparatif entre la densité relative mesurée expérimentalement et la densité relative simulée.

## 6 Conclusions

Dans ce papier, des procédures d'identification des différents termes des modules de compressibilité  $K$ , de cisaillement  $G$  et de la contrainte de densification  $\sigma_s$ , ont été mis en place et adaptés au cas d'une poudre d'acier inoxydable 316L de granulométrie  $5\mu\text{m}$ . La méthodologie d'identification est basée sur une méthode inverse en utilisant les résultats des essais de fluage et de dilatométrie, réalisés dans un dilatomètre horizontal. Les paramètres du modèle ont été identifiés pour différentes cinétiques de densification (5, 10 et  $15^\circ\text{C}/\text{min}$ ) et un temps de maintien de 120 min à la température de  $1360^\circ\text{C}$ . suite à cette phase d'identification paramétrique à partir des composants, les simulations numériques, par la méthode éléments finis, appliquée sur une éprouvette de flexion de petite taille, ont été réalisées. Les simulations donnent des valeurs de retrait et de densité plus faibles que les résultats expérimentaux. Il serait donc nécessaire de recalculer les données pour fiabiliser les simulations et donc obtenir des résultats numériques utilisables pour prédire correctement le retrait et donc pouvoir dimensionner précisément les moules d'injection.

## Références

- [1] Bay B.Y., Loh N.H., Tor S.B., Ng F.L., Fu G. and Lu X.H., Characterisation of micro gears produced by micro powder injection moulding, Powder Technology, Vol. 188, 2009, pp. 179-182.
- [2] J. Song, T. Barriere, J.C. Gelin, B. Liu, Physical and Mechanical Properties of Metallic or Ceramic Components Resulting from Powder Injection Moulding, International Powder Metallurgy, in print, 2009.
- [3] C. Quinard, T. Barrière and J.C. Gelin, Development and property identification of 316L stainless steel feedstock for PIM and  $\mu\text{PIM}$ , Powder Technology, vol. 190, 2009, pp. 179-182.
- [4] E.A. Olevsky, Theory of sintering: from discrete to continuum, J. of Materials Science and Engineering. R, Vol. 23, 1998, pp. 41-100.
- [5] R.M. German, Strength evolution in debinding and sintering, Proceedings of the 3rd International Conference on the Science, Technology & Applications of Sintering, September 15-17, 2003, State College, Pennsylvania, USA.