

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

ÉTUDE DES PARAMÈTRES DU PROCÉDÉ DE MICRO MOULAGE PAR
INJECTION DE POUDRES CÉRAMIQUES

SIU KEE VICKY SO
DÉPARTEMENT DE GÉNIE MÉCANIQUE
ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

MÉMOIRE PRÉSENTÉ EN VUE DE L'OBTENTION
DU DIPLÔME DE MAÎTRISE ÈS SCIENCES APPLIQUÉES
(GÉNIE MÉTALLURGIQUE)
DÉCEMBRE 2005



Library and
Archives Canada

Bibliothèque et
Archives Canada

Published Heritage
Branch

Direction du
Patrimoine de l'édition

395 Wellington Street
Ottawa ON K1A 0N4
Canada

395, rue Wellington
Ottawa ON K1A 0N4
Canada

Your file Votre référence

ISBN: 978-0-494-16856-1

Our file Notre référence

ISBN: 978-0-494-16856-1

NOTICE:

The author has granted a non-exclusive license allowing Library and Archives Canada to reproduce, publish, archive, preserve, conserve, communicate to the public by telecommunication or on the Internet, loan, distribute and sell theses worldwide, for commercial or non-commercial purposes, in microform, paper, electronic and/or any other formats.

The author retains copyright ownership and moral rights in this thesis. Neither the thesis nor substantial extracts from it may be printed or otherwise reproduced without the author's permission.

AVIS:

L'auteur a accordé une licence non exclusive permettant à la Bibliothèque et Archives Canada de reproduire, publier, archiver, sauvegarder, conserver, transmettre au public par télécommunication ou par l'Internet, prêter, distribuer et vendre des thèses partout dans le monde, à des fins commerciales ou autres, sur support microforme, papier, électronique et/ou autres formats.

L'auteur conserve la propriété du droit d'auteur et des droits moraux qui protègent cette thèse. Ni la thèse ni des extraits substantiels de celle-ci ne doivent être imprimés ou autrement reproduits sans son autorisation.

In compliance with the Canadian Privacy Act some supporting forms may have been removed from this thesis.

Conformément à la loi canadienne sur la protection de la vie privée, quelques formulaires secondaires ont été enlevés de cette thèse.

While these forms may be included in the document page count, their removal does not represent any loss of content from the thesis.

Bien que ces formulaires aient inclus dans la pagination, il n'y aura aucun contenu manquant.


Canada

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL
ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

Ce mémoire intitulé :

Étude des paramètres du procédé du micro moulage par injection de poudres céramiques

Présenté par : SO Siu Kee Vicky

en vue de l'obtention du diplôme de : Maîtrise ès sciences appliquées

a été dûment accepté par le jury d'examen constitué de :

M. AJERSCH, Frank, Ph.D., président

M. TURENNE, Sylvain, Ph.D., membre et directeur de recherche

M. THOMAS, Yannig, Ph.D., membre

REMERCIEMENTS

Tout d'abords, j'aimerais remercier mon directeur Sylvain Turenne pour avoir dirigé mes travaux, pour ses connaissances en métallurgie des poudres et surtout, sa patience lors de la correction du mémoire.

Ensuite, j'aimerais remercier Yannig Thomas pour avoir supervisé mes travaux à l'IMI. Son attitude, sa façon de travailler et son approche au projet ont beaucoup aidé pour mener ce projet à terme. Le temps qu'il a consacré pour m'aider à préparer le mémoire et les présentations est aussi grandement apprécié.

J'aimerais aussi remercier Éric Baril pour m'avoir donné de nombreuses suggestions et de l'aide technique. Son aide durant la dernière partie du projet m'a énormément aidé à comprendre différents aspects du projet.

Je suis reconnaissante envers d'autres gens qui m'ont aidé à l'IMI, soit: Stéphane Ruggeri, Paul-Émile Mongeon, Shirley Mercier, Mario Laplume, Normand Nardini, Mathieu Evrard, Salim Derdouri, Marc Dufour, Bruno Gauthier et Mohamed Sabsabi.

Finalement, je tiens à remercier le Conseil de recherches en sciences naturelles et en génie (CRSNG) pour l'aide financière que j'ai reçue durant le projet.

RÉSUMÉ

Les méthodes de micro-fabrication sont des méthodes servant à produire des pièces à l'ordre microscopique avec de très grandes précisions. Plusieurs méthodes existent mais le micro moulage par injection est celle qui permet une production en série et qui est la moins coûteuse. Cependant, ce procédé est encore à l'étape de développement et plusieurs défis existent. Ce projet de recherche est une évaluation des paramètres du procédé de micro moulage par injection des poudres céramiques. Des tests de caractérisation ont été effectués sur le matériau de départ d'alumine (Al_2O_3). La mise en forme de ce matériau a ensuite été effectuée sur presse manuelle et la machine de micro moulage par injection *Microsystem 50* de *Battenfeld*. Ces pièces ont été déliantées à l'eau et par pyrolyse ce qui les amènent à la dernière étape du procédé, le frittage. La variable principale testée dans cette recherche est le support de déliantage / frittage utilisé et de nombreux tests de caractérisation ont été utilisés pour déterminer leur influence sur les variations dimensionnelles des pièces moulées. L'étape de moulage a été identifiée comme étant prépondérante, car les défauts créés lors de cette étape sont difficiles à corriger. Les procédures de déliantage ont été modifiées par rapport à celles fournies par le manufacturier afin de les adapter aux équipements disponibles. Enfin, le support de frittage fait avec un lit de poudre d'alumine a été identifié comme le meilleur car il permet d'obtenir des pièces finales ayant le moins de variations dimensionnelles.

ABSTRACT

Different methods of micro-fabrication consist of producing microscopic parts with very high dimensional tolerances. Up to now, the process of micro injection molding has been identified as the most promising because of its capability to produce parts in series and also of its low cost. However, there are still many future challenges for this newly developed technology. This research project consisted of an evaluation of the process parameters for the ceramic micro injection moulding process. Characterization tests were first completed on an alumina (Al_2O_3) based feedstock, the material selected for this project. The feedstock was then shaped using a manual press, as well as the *Microsystem 50* micro injection machine by *Battenfeld*. The parts were debinded with solvent and by pyrolysis, bringing them to the last step of the micro injection process, sintering. The main variable tested in this project was the debinding/sintering support. Numerous characterization methods were used to classify their influence on dimensional variations of the final product. In this process, the molding step was identified as the limiting step since defects created during this step are usually difficult to rectify. The debinding procedures were altered from the ones provided by the feedstock manufacturer in order to tailor them to the existing equipment. Finally, the debinding/sintering support made with alumina powder was identified as the one yielding the best results, with parts undergoing the least amount of dimensional variations.

TABLE DES MATIÈRES

Remerciements.....	IV
Résumé.....	V
Abstract.....	VI
Table des matières.....	VII
Liste des tableaux.....	X
Liste des figures.....	XII
Liste des annexes	XV
Introduction.....	1
Chapitre 1	
Revue de la littérature.....	6
1.1 Le procédé de moulage par injection de poudres (PIM).....	6
1.1.1 La production du mélange de départ (<i>feedstock</i>).....	8
1.1.2 Le moulage par injection.....	10
1.1.3 Le déliantage.....	14
1.1.4 Le frittage.....	17
1.2 Différences entre PIM et μ -PIM (micro moulage par injection de poudres).....	18
1.2.1 La production de mélange de départ.....	19
1.2.2 Le micro moulage par injection de poudres (μ -PIM).....	21
1.2.3 Le déliantage.....	23
1.2.4 Le frittage.....	24
1.3 Exemples de pièces fabriquées par μ -PIM.....	25
Chapitre 2	
Procédures expérimentales.....	29
2.1 Méthodes de caractérisation du matériau de départ.....	29
2.1.1 Les numéros de CAS.....	30
2.1.2 Test de DTA/TGA.....	31

2.1.3	Le test de Soxhlet.....	32
2.2	Étape de mise en forme.....	34
2.2.1	Pièces moulées avec la presse manuelle.....	35
2.2.2	Pièces produites avec le système de micro moulage par injection Battenfeld.....	37
2.3	Le déliantage.....	44
2.3.1	Déliantage à l'eau.....	45
2.3.2	Déliantage thermique.....	48
2.4	Le frittage.....	50
2.5	Méthodes de caractérisation pour les pièces fabriquées par μ -PIM.....	53
2.5.1	Mesure d'homogénéité.....	54
2.5.2	Mesure de micro-dureté.....	55
2.5.3	Observation du fini de surface à l'aide du MEB.....	56
2.5.4	Mesure de rugosité.....	57
2.5.5	Mesure de densité.....	57
2.5.6	Profilométrie.....	58

Chapitre 3

Résultats et discussions – Mélange, moulage et déliantage à l'eau.....		60
3.1	Caractérisation du mélange de départ.....	60
3.1.1	Courbes de TGA/DTA.....	60
3.1.2	Test de Soxhlet.....	64
3.2	Moulage des pièces.....	65
3.2.1	Moulage des pièces avec la presse manuelle Ray-ran.....	65
3.2.2	Moulage des pièces avec la machine de μ -PIM Battenfeld.....	68
3.2.2.1	Problèmes rencontrés lors du premier essai et solutions utilisées.....	68
3.2.3	Choix des pièces pour le déliantage et frittage.....	75
3.2.3.1	Homogénéité de la poudre céramique à travers la pièce moulée.....	75

3.2.3.2	Qualité de surface et remplissage des micro-détails.....	79
3.2.3.3	Gauchissement et rugosité des pièces après l'étape de moulage.....	83
3.3	Déliantage à l'eau.....	87
3.3.1	Essai de déliantage avec les paramètres fournis par Inmatec.....	87
3.3.2	Changement de conditions de déliantage à l'eau.....	88
Chapitre 4		
Résultats et discussions – Déliantage thermique et frittage.....		94
4.1	Déliantage thermique – Causes possibles des pièces brisées ou fissurées.....	94
4.2	Frittage des pièces fabriquées par μ -PIM.....	97
4.2.1	Rétrécissement et densification des pièces.....	97
4.2.2	Rétrécissement macroscopique et densité des pièces.....	98
4.2.3	Rétrécissement microscopique (observé à partir des micro-détails).....	100
4.3	Imagerie par MEB et mesure de rugosité.....	105
4.4	Gauchissement macroscopique et microscopique des pièces frittées....	113
Conclusion.....		121
Références bibliographiques.....		124
Annexes		128

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1.1 – Principaux systèmes de liant
Tableau 2.1 – Caractéristiques du matériau données par le manufacturier (Inmatec)
Tableau 2.2 – Paramètres utilisés pour les essais de TGA/DTA
Tableau 2.3 – Paramètres utilisés durant le test de Soxhlet
Tableau 2.4 – Dimensions de la pièce moulée manuellement
Tableau 2.5 – Différence en appellation des échantillons produits par la machine Battenfeld
Tableau 2.6 – Étapes du cycle d'injection sur la machine Battenfeld
Tableau 2.7 – Conditions de déliantage à l'eau suggérées par Inmatec
Tableau 2.8 – Paramètres utilisés pour la deuxième série de déliantage
Tableau 2.9 – Paramètres utilisés pour le déliantage thermique (selon Inmatec)
Tableau 2.10 – Paramètres modifiés utilisés pour le frittage
Tableau 2.11 – Appellations des essais de frittage
Tableau 2.12 – Particularités des essais de micro-dureté
Tableau 2.13 – Données requises pour calculer la densité
Tableau 3.1 – Masses de granules avant et après le test de Soxhlet
Tableau 3.2 – Températures des différentes parties du baril
Tableau 3.3 – Comparaison de la densité du mélange et des pièces moulées
Tableau 3.4 – Description des défauts
Tableau 3.5 – Changement des paramètres de moulage pour diminuer la contamination
Tableau 3.6 – Deuxième changement (essais 3 à 6) des paramètres de moulage
Tableau 3.7 – Nombre des pièces rejetées des essais 3 à 6
Tableau 3.8 – Résultats des tests d'homogénéité
Tableau 3.9 – Résultats des tests de micro-dureté
Tableau 3.10 – Rugosité de surface des pièces moulées
Tableau 3.11 – Valeurs de gauchissement des pièces après le moulage
Tableau 3.12 – Perte de poids des pièces après le déliantage à l'eau

Tableau 3.13 – Résultats des essais de déliantage à l'eau

Tableau 3.14 – Conditions optimales de déliantage à l'eau

Tableau 4.1 – Taux de déliantage et rejet des pièces

Tableau 4.2 – Valeurs de rétrécissement des pièces frittées

Tableau 4.3 – Rétrécissement microscopique

Tableau 4.4 – Photos MEB et valeurs de rugosité des pièces du lot Batt M-6

Tableau 4.5 – Gauchissement macroscopique et microscopique des pièces frittées

Tableau 4.6 – Gauchissement de l'insert, des pièces moulées et des pièces frittées

LISTE DES FIGURES

- Figure i – Bagues d'extrémité pour montage de fibres optiques
- Figure ii – Rotors de montres
- Figure 1.1 – Schéma du procédé de PIM (Rota et al. 2002)
- Figure 1.2 – Exemple de graphique conceptuel donnant des relations entre les paramètres de moulage (d'après German et al., 1997)
- Figure 1.3 – Schéma d'injection d'une poudre de zircone avec un diamètre de 10 μm (Nishiyabu et al., 2002)
- Figure 1.4 – Schéma d'injection d'une poudre de zircone avec un diamètre de 2 μm (Nishiyabu et al., 2002)
- Figure 1.5 – Évolution des traitements thermiques en moulage par injection
- a) Structure moulée
 - b) Structure déliantée
 - c) Structure frittée
- (Liu et al., 1997)
- Figure 1.6 – Échantillon en forme d'éprouvette dans une machine de traction (Nishiyabu et al., 2002)
- Figure 1.7 – Engrenage en ZrO_2 fabriqué par μ -PIM (Piotter et al., 2000)
- Figure 1.8 – Buse d'injection en Al_2O_3 fabriquée par μ -PIM (Rota et al., 2002)
- Figure 2.1 – Photo de la poudre utilisée dans le mélange de départ
- Figure 2.2 – Montage de Soxhlet
- Figure 2.3 – Machine de moulage Ray-ran et emplacement des thermocouples
- Figure 2.4 – Dessin de pièce moulée manuellement
- Figure 2.5 – Battenfeld Microsystem 50 (Battenfeld)
- Figure 2.6 – Insert utilisé pour imprimer le micro-détail sur les échantillons
- Figure 2.7 – Photo MEB d'un insert
- Figure 2.8 – Dessin de l'insert resserré dans le moule
- Figure 2.9 – Le module d'injection du Microsystem 50 (Battenfeld)

Figure 2.10 – Montage utilisé pour le déliantage suggéré par Inmatec (vue de côté)

Figure 2.11 – Montage utilisé pour le déliantage suggéré par Inmatec (vue de haut)

Figure 2.12 – Montage utilisé pour la deuxième série de déliantage (vue de côté)

Figure 2.13 – Montage utilisé pour la deuxième série de déliantage (vue de haut)

Figure 2.14 – Photo du tube de quartz et du four tubulaire Lindberg

Figure 2.15 – L'intérieur du four de frittage CM

Figure 2.16 – Grille tracée sur la pièce moulée pour mesurer l'hétérogénéité

Figure 2.17 – Profilomètre utilisé

Figure 3.1 – DTA du mélange de départ

Figure 3.2 – Graphique de TGA obtenu avec le mélange de départ

Figure 3.3 – Pièce moulée avec la presse manuelle Ray-ran

Figure 3.4 – Identification des thermocouples dans la machine d'injection manuelle

Figure 3.5 – Exemple de pièce rejetée

Figure 3.6 – Comparaison des pièces avant et après le changement de paramètres

Figure 3.7 – Photo MEB de l'ensemble des micro-détails

Figure 3.8 – Photo MEB d'une première section agrandie

Figure 3.9 – Photo MEB de la deuxième section agrandie

Figure 3.10 – Photo MEB prise avec inclinaison

Figure 3.11 – Partie agrandie d'une pièce rejetée

Figure 3.12 – Exemple de résultat de profilométrie, Batt M-21

Figure 3.13 – Comparaison des résultats de déliantage à l'eau

Figure 3.14 – Influence de l'eau déminéralisée sur la quantité de liant éliminé

Figure 4.1 – Pièce fissurée après frittage

Figure 4.2 – Rétrécissement et densification des pièces après frittage

Figure 4.3 – Exemple d'image de profilométrie d'une pièce frittée (Batt M-6-1)

Figure 4.4 – Graphique (l'axe X) du point sélectionné dans l'exemple

Figure 4.5 – Rétrécissement microscopique des pièces après le frittage

Figure 4.6 – Comparaison entre le rétrécissement macroscopique et microscopique

Figure 4.7 - Image obtenue par le logiciel qui montre la ligne utilisée

Figure 4.8 – Profil de hauteur (le long de l'axe Y) de la portion sélectionnée (marquée par le rectangle) est choisie pour mesurer le gauchissement microscopique

Figure 4.9 – Graphique de la section centrale, utilisés pour mesurer le gauchissement microscopique

Figure 4.10 – Résultats de gauchissement selon les essais de frittage

LISTE DES ANNEXES

ANNEXE A – Documents fournis par Inmatec.....	128
ANNEXE B – Liste détaillées des paramètres utilisés durant le μ -PIM avec la machine Battenfeld.....	136

INTRODUCTION

Depuis dix ans, les technologies de micro-fabrication ont attiré l'attention des groupes de recherches à travers le monde. Ces technologies consistent à fabriquer des pièces ayant des structures complexes avec des détails de l'ordre des micromètres. À travers ces années, les procédures de micro-fabrication ont démontré leurs potentiels et leurs contributions possibles aux différents secteurs industriels. Jusqu'à présent, le secteur de la micro-électronique semble être le principal bénéficiaire de cette technologie, plus précisément pour fabriquer des MEMS (Systèmes Électro-Mécaniques Microscopiques, *Micro Electro-Mechanical Systems*).

La micro-fabrication est actuellement disponible pour fabriquer des substrats avec des structures complexes sur lesquels des composants micro-électroniques sont assemblés (Institute Bolton 2003). Ces systèmes sont capables d'émettre et de générer des signaux électroniques et peuvent fonctionner comme une unité séparée et plusieurs domaines peuvent bénéficier de cette technologie (MEMS and Nanotechnology Clearinghouse 2003). En premier lieu, les fabricants automobiles ont utilisé la technologie de microsystèmes afin de remplacer les accéléromètres qui détectent la décélération et déploient les coussins gonflables (MEMSCAP Inc. 2002). En biotechnologie, les montages de MEMS peuvent servir comme des distributeurs de médicaments en continu, installés dans le corps humain. Finalement, dans le secteur des communications, les MEMS prennent la forme de microprocesseurs microscopiques pour les ordinateurs et les téléphones cellulaires.

Les potentiels de micro-fabrication ne s'arrêtent pas là. Des micro-pièces produites par la micro-fabrication peuvent être incorporées dans d'autres systèmes, par exemple, des bagues d'extrémité utilisées pour attacher des fibres optiques. Ces enveloppes céramiques avec un diamètre de $130\text{ }\mu\text{m}$ (Figure i) sont des candidats idéaux pour la micro-fabrication (KIRKLAND 2002). Ensuite, des rotors miniatures pour des montres (diamètre de 1,5 mm avec des facteurs de forme très importants) peuvent aussi être très facilement être produits par la micro-fabrication (Figure ii).

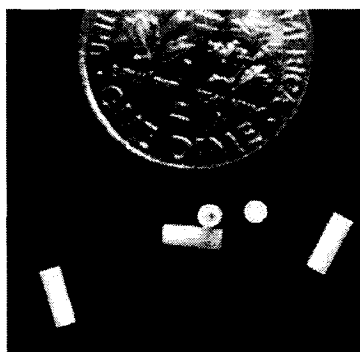


Figure i : Bagues d'extrémité pour montage de fibres optiques

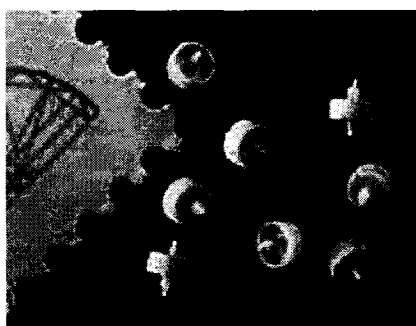


Figure ii : Rotors fabriqués pour montres

La micro-fabrication est une combinaison des connaissances, des pratiques et des techniques de différentes disciplines. Pour ce qui concerne les ingénieurs en matériaux,

leurs tâches consistent à fournir des matériaux qui sont robustes avec des qualités de surface supérieures. De plus, il faut trouver des méthodes qui sont capables de produire des composants microscopiques avec des facteurs de forme assez élevés en grandes séries (PIOTTER, et al. 2003).

Pour ce faire, plusieurs méthodes ont été identifiées et elles sont très couramment utilisées dans l'industrie depuis des années. D'ailleurs, le procédé LIGA, une technique utilisée pour fabriquer des substrats pour MEMS, est le sujet de plusieurs publications scientifiques (GRIFFITHS, et al. 1998, KUPKA, et al. 2000, MADOU 2002, STADEL, et al. 1996). Cette technique est une combinaison de lithographie, de déposition et de moulage pour fabriquer des substrats en micro-électroniques. L'avantage principal de ce procédé est la production des substrats avec des détails très précis. Une autre méthode très utilisée est le micro-usinage sur des pièces de silice qui consiste à usiner des structures avec des dimensions à l'échelle du micron à l'aide d'instruments très précis (GARINO, et al. 2002). Cependant, ces deux méthodes ne sont pas rapides et une production industrielle en grande quantité n'est pas possible. De plus, des substrats dispendieux augmentent considérablement le prix de ces procédés. C'est à ce moment que les scientifiques ont commencé à s'intéresser au procédé de micro moulage par injection.

Le micro moulage par injection (*micro injection molding*, μ -PIM) est un procédé bien connu dans le domaine des polymères et il est déjà commercialisé. Cependant, la demande pour des propriétés physiques, chimiques, thermiques et électriques supérieures requiert souvent l'utilisation de métaux ou de céramiques (PIOTTER, et al.

2003). C'est pourquoi la production des micro-pièces avec ces deux types de matériaux est très avantageuse. Récemment, on trouve de plus en plus de publications soulignant les avantages du μ -PIM, ainsi que les défis qui y sont reliés (LIU, et al. 2002, NISHIYABU, et al. 2003, RATH, et al. 2003, ROTA, et al. 2002). C'est l'intention de comprendre ce procédé et d'explorer ses capacités qui a donné naissance aux motivations et aux objectifs de ce projet.

Le premier objectif de ce projet est de mettre en place une procédure pour produire des pièces avec le procédé de μ -PIM. À l'Institut des matériaux industriels (IMI) à Boucherville, un nouvel appareil de micro moulage par injection a été mis en service. Cet appareil est conçu principalement pour le micro moulage par injection de plastique mais des essais avec les poudres céramiques ou métalliques sont possibles. Cependant, aucune procédure n'est établie et il semble que plusieurs phénomènes ne sont pas compris.

Le deuxième objectif est de standardiser les procédures de traitements thermiques. En plus du micro moulage par injection de plastiques, des étapes additionnelles sont nécessaires afin d'obtenir le produit final en μ -PIM. Ces étapes comprennent le déliantage, durant lequel le polymère est éliminé et le frittage qui sert à consolider les liens entre les particules. Le matériau utilisé pour ce projet est commercialement disponible et une procédure est fournie avec le produit. Il est cependant essentiel de confirmer ces paramètres et aussi de les adapter aux équipements disponibles. De plus, ces procédures doivent être contrôlées afin de minimiser les défauts créés par les traitements thermiques, comme le gauchissement et les fissures.

Le dernier objectif vise à établir des méthodes de caractérisation qui permettent de distinguer l'influence des paramètres de déliantage et de frittage. Le μ -PIM n'est pas encore un procédé très largement utilisé, les méthodes de caractérisation ne sont donc pas bien développées. Celles utilisées pour les pièces produites par PIM sont acceptables mais il faut vérifier si ces méthodes sont assez précises pour tester des pièces qui ont de très petites dimensions.

CHAPITRE 1

REVUE DE LA LITTÉRATURE

La revue de la littérature se divise en deux sections. La première section présente les différentes étapes du moulage par injection de poudres conventionnel (PIM). Dans la deuxième partie, un parallèle entre le micro moulage par injection de poudres (μ -PIM) et le moulage par injection de poudres est fait. Une synthèse des particularités et des défis du micro moulage par injection de poudres est aussi présentée dans cette deuxième section.

1.1 Le procédé de moulage par injection de poudres (PIM)

Afin de comprendre le micro moulage par injection de poudres, il est préférable de connaître le moulage par injection de poudres puisque ces deux procédés sont similaires. Le PIM est un procédé très utilisé et bien connu, ce qui rendra la présentation plus simple. Par contre, pour le μ -PIM, plusieurs défis et questions existent.

Le procédé de moulage par injection est une combinaison de moulage par injection en plastique et de la métallurgie des poudres conventionnelle. Ce procédé est bien plus avantageux comparé à d'autres procédés automatisés au point de vue du coût et de la précision dimensionnelle des pièces (JI et al., 1998). Il comprend quatre étapes principales : l'obtention du mélange, la mise en forme, l'élimination du liant et le frittage. Le schéma de procédé publié par Rota et al. (2002) explique bien le PIM.

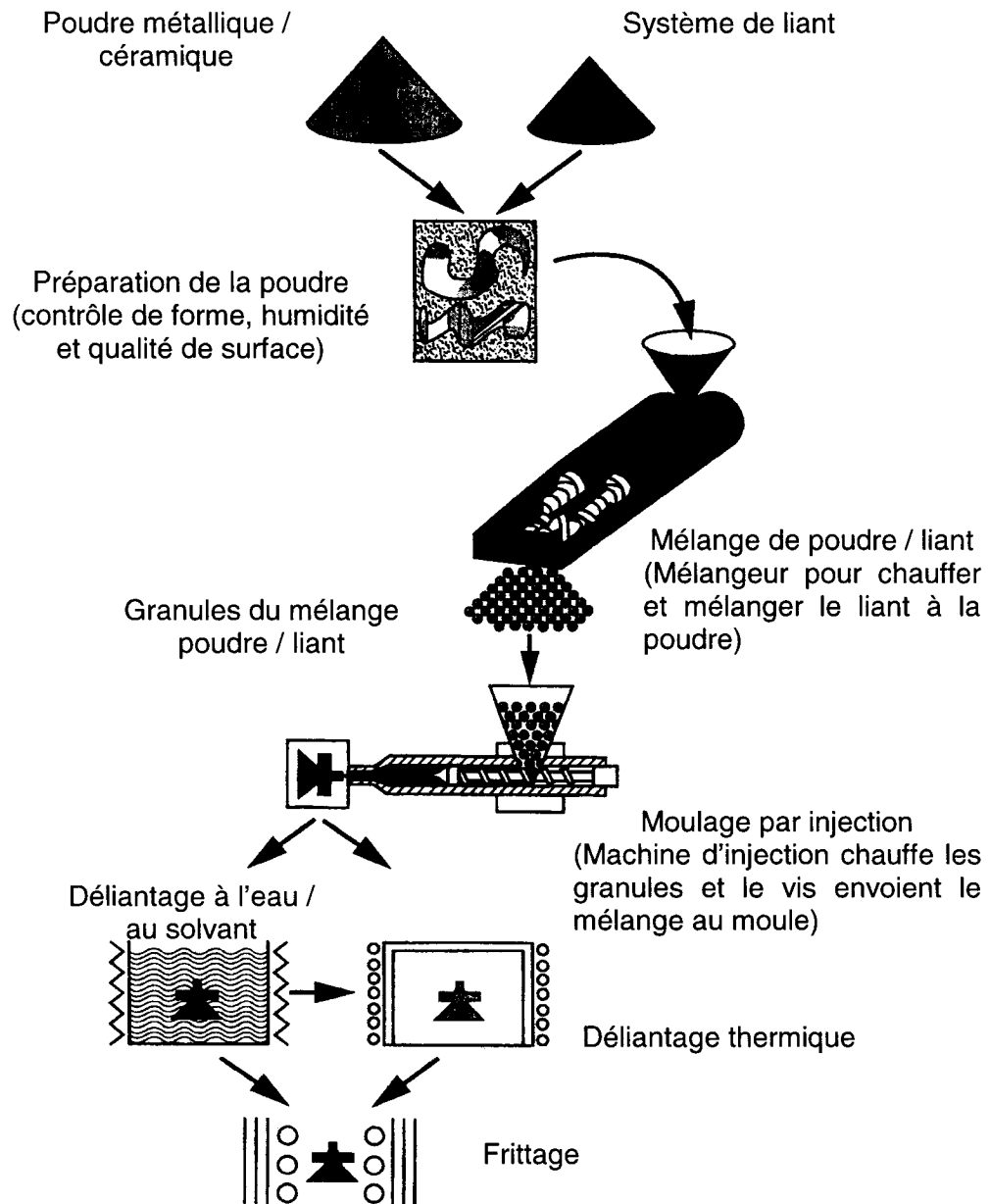


Figure 1.1 Schéma du procédé de PIM (Rota et al. 2002)

1.1.1 La production du mélange de départ (*feedstock*)

En PIM conventionnel, le matériau de départ s'appelle le 'feedstock'. Il s'agit d'un mélange d'un système de liant et de poudre métallique ou céramique. Cette poudre est le composant principal et son chargement varie selon le matériau utilisé. Afin d'obtenir des propriétés mécaniques acceptables, le chargement solide est souvent très haut, d'environ 60-70% volumique (CHUNG et al., 1989). Le deuxième composant du feedstock est une combinaison de polymères et d'additifs permettant d'obtenir un mélange avec des propriétés rhéologiques appropriées.

Un des avantages du moulage par injection est la possibilité d'adapter différents matériaux à ce procédé. Il y a donc plusieurs matériaux de départ disponibles commercialement faits à partir de métaux et de céramiques (HEANEY, 2002). Selon les besoins du client, ces mélanges peuvent être aussi faits sur mesure. Une étude faite en 1993 par Randall M. German donne les critères généraux et les caractéristiques optimales pour les particules utilisées en PIM. La gamme des tailles de particules peut être grande, avec un D_{50} variant de 4 à 8 μm . Pour ce qui est de la forme des particules, les particules sphériques semblent être plus avantageuses car ces particules forment moins d'agglomérats avec le liant durant la production de mélange et donne aussi une meilleure résistance à vert (GERMAN, 1993).

Pour les systèmes de liant, les combinaisons de polymères sont plus nombreuses et elles sont classées en quatre catégories principales, présentées dans le Tableau 1.1.

Tableau 1.1 Principaux systèmes de liant

Système	Composition
Polymère/Cire	Paraffine et/ou cire mélangée avec du polypropylène / polyéthylène
Partiellement Soluble dans l'eau	Liant contient un polymère soluble dans l'eau (Polyéthylène glycol (PEG), par exemple)
Catalytique	Polymère qui se dégrade de façon catalytique pendant le déliantage (Résine polyoxyméthylénique, <i>POM</i> , par exemple)
À base d'eau	Polymère ayant de l'eau comme plastifiant majeur

Peu importe le système choisi, le liant doit avoir certaines caractéristiques particulières afin de produire des pièces ayant de bonnes propriétés. Il sert en premier de véhicule pour transporter la poudre dans la machine d'injection pour produire des pièces en visant une distribution homogène de particules. Pour ce faire, la viscosité du liant choisi se situe habituellement entre 20 à 200 Pa·s à la température de moulage (GERMAN et al., 1997). Le liant doit aussi avoir de bonnes propriétés mécaniques à la température ambiante pour avoir une bonne résistance à vert après moulage. Généralement, 45-50% de polymère jouant le rôle de squelette est présent dans un système de liant afin d'assurer la rétention de forme de la pièce après le déliantage au solvant. Différents systèmes de liant demandent des pratiques de déliantage, des équipements et des délais de déliantage différents. Ce sujet sera abordé plus en profondeur dans la section de déliantage.

Une fois que ces composants sont choisis, ils sont mélangés et préparés pour le moulage en les mettant en granules. Plusieurs paramètres peuvent influencer le succès d'obtention du mélange, incluant la température de mélange, la durée et la vitesse du

malaxeur. Les caractéristiques du matériau (chargement solide, le système de liant et les caractéristiques des poudres) peuvent aussi influencer le procédé du mélange.

Les défis majeurs durant la production du mélange sont la ségrégation de particules et la séparation du liant de la poudre. Il est important de s'assurer qu'aucun agglomérat ne se forme et que chacune des granules contient une proportion de particules très similaire. Ceci est crucial car des granules hétérogènes conduisent à la fabrication des pièces hétérogènes. Le liant/polymère doit être aussi bien réparti pour assurer que la viscosité est égale à travers le mélange durant le moulage. Une façon efficace de s'assurer que le mélange est homogène est d'observer le torque appliqué pour mélanger les composants. Lors de l'ajout de poudres, le travail fourni par le malaxeur augmente pour initier le mélange. Lorsque le mélange s'homogénéise, le torque diminue et se stabilise jusqu'à l'ajout de nouvelles poudres.

Des tests de TGA (*Thermal Gravimetric Analysis* – Analyse Thermo Gravimétrique) et de DTA (*Differential Thermal Analysis* – Analyse Thermique Différentielle) sont souvent utilisés pour déterminer la température à laquelle les composants doivent être mélangés. Lorsque le mélange est complété, il est extrudé, granulé et prêt pour l'étape de l'injection.

1.1.2 Le moulage par injection

La deuxième étape du PIM est celle du moulage. La définition du moulage est "un simple procédé cyclique dans lequel un mélange granuleux est chauffé jusqu'à ce qu'il

soit visqueux pour être ensuite poussé vers un moule où le mélange sera refroidi pour former des pièces avec une forme désirée" (MUTSUDDY et al., 1995). Malgré la simplicité de cette définition, les expériences accumulées à travers les années indiquent que le moulage n'est pas un procédé si simple. De nombreux paramètres peuvent créer des défauts dans la pièce et affecter son intégrité. Durant chaque étape, la pression et la température semblent être les deux paramètres jouant des rôles majeurs à la réussite du moulage. Cependant, avant de discuter les paramètres de moulage, il est préférable de connaître le cycle d'injection et les différentes parties d'une machine d'injection.

Le cycle d'injection est divisé en quatre grandes parties. Le mélange granulé peut être séché afin d'enlever l'humidité accumulée et ensuite introduit dans l'unité d'injection, plus précisément le baril. Une combinaison de chauffage et de cisaillement amènent le mélange à une température qui donne une viscosité acceptable (environ 200 Pa·s). Cette température est souvent de 10 à 15°C plus élevée que la température de fusion du liant. Ce mélange est ensuite injecté dans le moule pour la mise en forme. Selon la conception de la machine, le mélange est poussé vers le moule de différente façon. Dans le système vis-piston, le système le plus courant, la vis d'injection est aussi employée comme un piston d'injection. Dans le système hydraulique, la vis et le piston sont deux parties séparées. Finalement, un système pneumatique utilise une pression de gaz pour injecter le mélange dans le moule. Ensuite, une certaine pression est appliquée au moule après l'injection pour bien compacter le mélange et le temps de refroidissement est généralement de 5 à 10 secondes. Le moule s'ouvre et la pièce est éjectée à l'aide d'un piston ou d'une unité d'aspiration. Durant ce cycle d'injection, plusieurs facteurs

peuvent influencer la réussite d'obtention de pièces, mais la température et la pression sont les plus importants.

Durant le moulage, trois niveaux de pression existent : pression d'injection, de maintien et de compactage. La pression d'injection est celle qui est appliquée au mélange fondu au bout de la vis et la valeur de cette pression peut atteindre jusqu'à 130 MPa. Une variation de cette pression va conséquemment varier la vitesse avec laquelle le mélange entre dans le moule. La pression de maintien est appliquée sur la pièce moulée afin de la consolider avant l'éjection. La durée de l'application de la pression de maintien peut influencer la qualité du produit car une pièce mal consolidée ou éjectée trop rapidement peut contenir des fissures et des défauts, qui demeureront présents aux différentes étapes de traitements thermiques (pièce brisée). En dernier lieu, la pression de compactage est la pression appliquée pour pousser une quantité de matériel en excès afin de tenir compte du rétrécissement et la valeur de celle-ci est d'environ 10 MPa. Il est important de bien répartir la pression à travers la pièce. Un gradient de pression se transforme en un gradient de densité, ce qui crée des fissures ou du gauchissement.

Le deuxième paramètre qui est important durant le moulage est la température. En réalité, la température influence plutôt la viscosité que d'autres propriétés. La viscosité (d'un ordre de grandeur d'environ 200 Pa.s), est très importante pour assurer la reproductibilité et les dimensions des pièces moulées. Une bonne viscosité d'injection nécessite des hautes températures du moule et du baril, mais pas trop hautes pour éviter de dégrader le polymère avant l'injection.

Afin de mieux comprendre l'étape de moulage, plusieurs chercheurs ont construit des abaques plutôt qualitatifs qui aident à expliquer le comportement du matériel. Dans ces abaques, on trouve des régions dans lesquelles des pièces sont moulées avec réussite et d'autres régions dans lesquelles les paramètres utilisés résultent en un excès (*flashing*) ou un manque (*short shot*) de matériau dans le moule. Un exemple de tels graphiques est montré à la Figure 1.2.

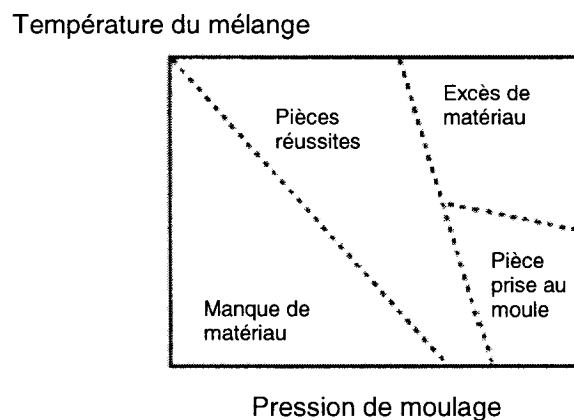


Figure 1.2 Exemple de graphique conceptuel donnant des relations entre les paramètres de moulage (d'après German et al., 1997)

Pour chaque matériau, un ensemble de ces graphiques conceptuels peut être construit afin de donner des relations entre différents paramètres de moulage.

1.1.3 Le déliantage

La deuxième étape du PIM consiste à éliminer le système liant. Cette étape est souvent caractérisée comme l'étape décisive du procédé. Il est important de s'assurer que le système de liant est complètement éliminé de la pièce à vert. En même temps, il faut que la pièce garde sa forme jusqu'au frittage. Comme le liant est constitué d'un mélange de polymères et d'additifs, il est nécessaire de l'éliminer en plus d'une étape. La première étape consiste souvent à éliminer le constituant du liant qui se trouve en plus grande proportion. C'est ce constituant qui procure normalement une faible viscosité au mélange lors du moulage. Le rôle de l'autre constituant du liant est de maintenir la forme de la pièce pour permettre l'élimination graduelle du premier constituant et c'est durant cette étape de déliantage que des porosités ouvertes sont créées.

L'étape de déliantage thermique est fortement influencée par le choix de liant. Comme le Tableau 1.1 l'indique, il existe plusieurs méthodes de déliantage, dépendant du système de liant utilisé. Le délai et les paramètres de chacun sont extrêmement variés. Entre elles, le déliantage thermique, par capillarité et au solvant sont les plus souvent utilisés.

La méthode thermique est utilisée pour délianter des systèmes de liant à base de polymère/cire. Une montée lente de température entre 100 et 200°C est préférable. Cette température est inférieure au point de décomposition de plusieurs polymères

squelette, ce qui assure l'élimination de 40% poids de liant tout en maintenant la forme de la pièce (JI et al., 1998).

Le déliantage par capillarité est aussi thermique, avec l'ajout d'un substrat poreux comme support. Cette méthode est souvent utilisée pour les céramiques et les carbures. Les montées de température sont plus rapides (près de 300°C/heure) jusqu'à 250°C pour éliminer 50% du liant (GERMAN et al., 1997).

Une grande variété de solvants est utilisée pour le déliantage (eau, heptane et autres solvants organiques) mais le déliantage à l'eau est pratiqué surtout pour diminuer le coût. Le déliantage par solvant est presque toujours accompagné d'un déliantage thermique afin d'éliminer le polymère squelette qui est souvent non-soluble (YANG et al., 2003).

Les résultats de DTA, TGA et de DSC sont encore une fois très utiles pour l'étape de déliantage. C'est avec ces méthodes d'analyse que les températures de transformations de phases, de fusion et le taux de décomposition de liant sont identifiés. Ces informations permettent de déterminer plusieurs paramètres durant le déliantage. Par exemple, la durée de maintien de température, le taux de chauffage et les plateaux de température sont importants pour bien réussir le déliantage.

Le déliantage est divisé en trois étapes et deux mécanismes sont concernés. Premièrement, la température est augmentée au niveau du point de fusion du premier constituant. Ensuite, ce constituant se dégrade et voyage jusqu'à la surface et s'évapore dans l'atmosphère. L'espace que le polymère occupait devient des porosités qui commencent à s'interconnecter. Ceci forme un réseau de porosités qui laisse le gaz

passer et aide à la diffusion du polymère. Le mécanisme de diffusion et d'évaporation se fait très lentement pour donner le temps au polymère de s'échapper en évitant que les murs entre les porosités ne s'écrasent. C'est à cause de cette cinétique lente que l'étape de déliantage prend généralement environ un jour à se compléter.

Le problème plus fréquemment rencontré durant l'étape de déliantage est l'apparition de fissures. Il existe plusieurs causes connues pour expliquer ce défaut. La première explication de ce défaut provient en réalité de l'étape de moulage. Un moulage qui semble être bien réussi peut produire des pièces ayant une distribution de particules inhomogène (ZHANG et al., 1992). Une fois le déliantage complété, il existe certaines parties qui sont plus faibles que d'autres parce qu'elles sont plus poreuses. Elles sont alors plus susceptibles de fissurer. Ce problème est souvent corrigé en variant et en essayant différentes combinaisons de paramètres durant l'étape de moulage. La deuxième explication est reliée aux montées de température trop rapides ne donnant pas à la structure suffisamment de temps pour se tenir en place. Ce problème peut être corrigé en concevant des traitements qui respectent la cinétique de décomposition du liant, déterminée par les essais de DTA/TGA.

Un autre problème durant le déliantage des matériaux métalliques est l'accumulation des dépôts de carbone. Lors de la décomposition des composés organiques (polymères), le dépôt de carbone peut se déposer sur les pièces. Il forme ensuite des carbures durant le frittage qui peuvent nuire aux propriétés mécaniques des pièces (JI et al., 1998).

1.1.4 Le frittage

Le frittage est la dernière étape du procédé. Après le déliantage, les particules sont légèrement reliées car aucun (ou peu) de polymère ne les tient ensemble. Les pièces contiennent alors près de 40% de porosité. L'étape de frittage sert alors à densifier les pièces en consolidant les liens entre les particules. Cette consolidation se fait près de la température de fusion du matériau de façon à ce que la pièce frittée ait une densité de 95 à 100% après frittage.

Le déroulement du frittage est séparé en trois étapes majeures. Au niveau microscopique, le frittage est considéré comme un transfert d'atomes qui comblent les porosités entre les particules. Plusieurs phénomènes sont responsables de ce transfert, entre autres la diffusion en volume, l'écoulement plastique et la diffusion en surface. Tous ces phénomènes sont plus rapides lorsque la diffusion s'effectue le long des joints de grains (GERMAN et al., 1997). C'est pourquoi des particules fines et irrégulières sont plus faciles à fritter, surtout dû à une augmentation de la force motrice provenant de la réduction d'énergie de surface et des joints de grains disponibles pour le transfert d'atomes.

Il est inévitable qu'une diminution des porosités entraîne du rétrécissement. À la conception d'un moule, il est nécessaire de prévoir des tolérances dimensionnelles non seulement pour l'étape de moulage (ouverture/fermeture du moule, refroidissement de la pièce et éjection) mais aussi pour le rétrécissement à l'étape de frittage (GERMAN, 2003). Les valeurs de rétrécissement linéaire sont en générale entre 10% et 20%

(GERMAN et al., 1997). Entre temps, des études ont essayé de minimiser le rétrécissement avec plusieurs méthodes. Dans une étude, les auteurs ont changé les paramètres de moulage, mais ont observé moins de 1% de différence dans les valeurs de rétrécissement (CHEN et al., 2004).

Le deuxième problème rencontré durant le frittage est le gauchissement de la pièce. Il existe seulement quelques publications qui expliquent les causes du gauchissement durant le frittage. Une des causes mentionnées est la contrainte résiduelle provenant de l'étape de moulage (TSENG et al., 1998). Avant l'ouverture du moule et l'éjection, le rétrécissement de la pièce (causée par le refroidissement) est restreint par le moule et la tension s'accumule dans la pièce. Lors de l'ouverture du moule, la pièce gauchit afin d'équilibrer la tension, même avant que le refroidissement ne soit complet. Ce gauchissement demeure présent pendant l'étape de déliantage et s'amplifie durant le frittage. Un autre facteur contribuant au gauchissement est l'hétérogénéité de la pièce moulée. Des sections plus riches en particules métalliques ou céramiques ont moins tendance à rétrécir parce que les particules sont bien compactées.

1.2 Différences entre PIM et μ -PIM (micro moulage par injection de poudres)

Le micro moulage par injection des poudres (μ -PIM) est un domaine de recherche relativement nouveau, les études ayant commencé il y a seulement 10 ans. Plusieurs études sont alors exploratoires et les chercheurs testent souvent les limites de ce procédé.

Avant de commencer le survol de chaque étape de μ -PIM, il est nécessaire de donner une définition de μ -PIM. Des définitions variées sont données dans la littérature, mais deux caractéristiques semblent mentionnées à plusieurs reprises. En premier, le μ -PIM produit des pièces de petites tailles, avec des dimensions inférieures à un millimètre (ENGEL et al., 2002; OSADA et al., 2003). La deuxième caractéristique, reliée à la première, précise à la taille des particules doit être un ordre de grandeur inférieur que la plus petite dimension de la pièce moulée (LIU et al., 2001). En dernier, il est possible de considérer des pièces macroscopiques avec des micro-détails (dimensions inférieures à 1mm, autrement appelé *microstructures*) comme des pièces produites par μ -PIM (PIOTTER et al., 2003).

Certains pensent que les exigences en dimensions et matériaux sont les seules différences entre le PIM et le μ -PIM, car les étapes du procédé sont identiques. Pourtant, après des années de recherche, plusieurs défis persistent et le μ -PIM semble être plus complexe que le moulage par injection de poudres conventionnel. Dans cette section, les nouveaux développements et les défis dans ce domaine depuis quelques années seront détaillés. En faisant des parallèles avec les étapes de PIM données dans les sections précédentes, les particularités du μ -PIM sont présentées.

1.2.1 La production de mélange de départ

Jusqu'à présent, il n'existe pas de mélange commercialement disponible pour le μ -PIM. Dans certains cas, les mélanges destinés pour le PIM sont employés, car ils sont

composés de particules ayant une taille à l'ordre du micromètre. Dans d'autres cas, les mélanges sont fabriqués avec des recettes spécifiques aux fins de recherche. La composition des mélanges est similaire au PIM, avec un chargement solide d'environ 50-60% volumique. Les combinaisons de poudres et de systèmes de liant sont aussi semblables au PIM. Des pièces moulées avec de l'alumine (Al_2O_3), de la zircone (ZrO_2), de l'acier et du fer se trouvent déjà à plusieurs reprises dans des publications (GARINO et al., 2002; LIU et al., 2002; ROTA et al., 2002).

Du point de vue du mélange, les mêmes équipements sont utilisés et les pratiques sont aussi applicables au μ -PIM. Une recherche remarque que le torque se stabilise plus tôt durant la production de mélange pour μ -PIM que pour le PIM, ce qui veut dire que l'homogénéisation du mélange est plus rapide (RATH et al., 2003). Ce raccourcissement de la durée de mélange est un bon indice que l'homogénéisation est accomplie. Comme pour le PIM, le mélange est extrudé et mis en granules.

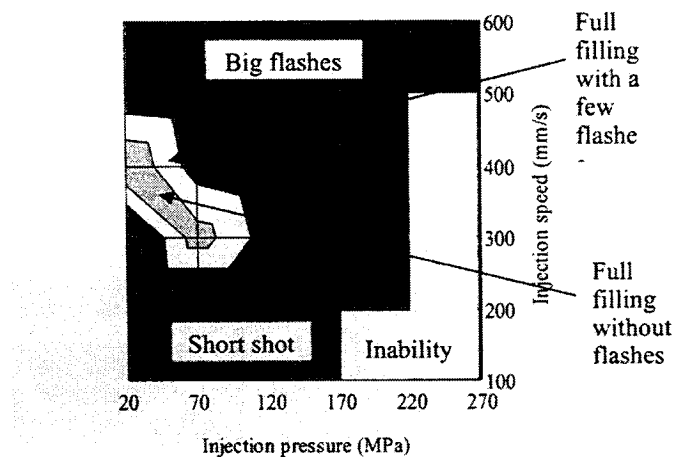
À plusieurs reprises, les chercheurs ont utilisé des méthodes de caractérisation afin de bien prédire le comportement des mélanges à l'étape de moulage et aussi de déterminer les paramètres de déliantage. Parmi elles, le TGA/DTA et DSC sont utilisés pour déterminer la température de moulage et aussi pour concevoir un programme de déliantage (LIU et al., 2001). La viscosité est mesurée à l'aide des rhéomètres capillaires, avec des taux de cisaillement différents afin de simuler des vitesses d'injection différentes (RATH et al., 2003).

1.2.2 Le micro moulage par injection des poudres (μ -PIM)

Au moulage, plusieurs aspects différencient le PIM et le μ -PIM. Il y a, en premier, les différentes spécifications de la machine de moulage. Les machines utilisées pour compléter des recherches en μ -PIM sont souvent celles conçues pour le micro moulage par injection de plastique. Quelques compagnies à travers le monde ont déjà mis sur le marché des modèles différents de machine de micro moulage par injection : *Battenfeld*, *Ferromatik Milacron Europe* (Allemagne); *Boy Machines*, *Meiki America* (États-Unis); *Tomken Tool* (Grande-Bretagne) et *Sumitomo* (Japon). Ces machines sont souvent moins volumineuses que celles pour le moulage par injection mais les pièces du montage sont plus difficiles à manipuler car elles sont en version miniaturisée. Une autre différence est le tonnage de la machine. Les machines de PIM requièrent des forces de fermeture de moule d'environ 60 à 100 tonnes tandis que les machines de μ -PIM demandent seulement une force de 5 à 15 tonnes (KNIGHTS, 2001).

Du point de vue du procédé, le principe de moulage en μ -PIM est identique au PIM. Le mélange est inséré, chauffé, injecté au moule, consolidé avec une pression et éjecté du moule. Comme pour le PIM, les paramètres de temps, température et de pression sont cruciaux pour la réussite de cette étape et les principes sont similaires. Malheureusement, il existe seulement une publication qui fait mention des paramètres utilisés en μ -PIM (NISHIYABU et al., 2003). Dans cette étude, la poudre d'acier inoxydable est utilisée pour préparer des échantillons en forme d'éprouvette. En faisant changer la pression et la vitesse de moulage, ils trouvent très peu de combinaisons de paramètres qui donnent de bonnes pièces. Ces combinaisons dépendent aussi fortement

de la taille des particules utilisées. Ces paramètres sont représentés sous forme de schéma, aux Figures 1.3 et 1.4.



Figures 1.3 Schéma d'injection d'une poudre de zircone avec un diamètre de 10 µm

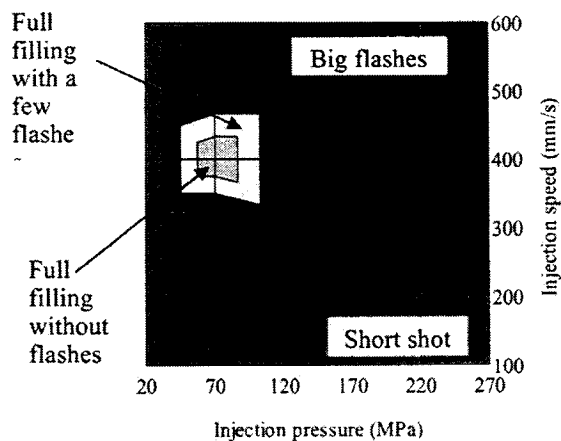


Figure 1.4 Schéma d'injection d'une poudre de zircone avec un diamètre de 2 µm

(Nishiyaby et al., 2003)

Dans d'autres publications, il n'existe souvent aucune mention des essais de moulage. Des changements aux paramètres apportent peu de changement aux propriétés des pièces moulées. En plus des défis rencontrés avec le PIM, il existe aussi la manipulation des pièces ayant de très petites dimensions. Des précautions doivent être prises afin de bien éjecter les pièces afin de ne pas les endommager.

1.2.3 Le déliantage

Les mécanismes de déliantage au μ -PIM sont identiques au PIM, car les mêmes liants sont utilisés et les mêmes méthodes sont employées pour les éliminer de la pièce. Les principes de déliantage au PIM sont appliqués au μ -PIM. Le DTA/TGA sont utilisés pour déterminer la température de déliantage. Les montées de température très lentes sont aussi couramment utilisées, ce qui donne des durées de déliantage de presque 30 heures.

Plus de précautions doivent être prises lors du déliantage en μ -PIM, surtout à cause de la taille des pièces. Une perte de liant trop rapide peut créer des poches d'air et des fissures peuvent apparaître. L'influence est plus prononcée avec le μ -PIM car un défaut de la même taille est bien plus nuisible avec une pièce ayant des dimensions plus petites. Pourtant, jusqu'à présent, il n'existe aucune recherche spécifique sur le déliantage. Dans les publications existantes, il existe souvent un survol simple sur le déliantage.

1.2.4 Le frittage

Comparé au PIM, le frittage est plus important avec μ -PIM, surtout parce que les critères sont assez sévères pour l'industrie destinée. Les composants dans des montages de micro électromécaniques demandent non seulement de bonnes précisions dimensionnelles, mais aussi des pièces n'ayant aucun gauchissement ou rugosité de surface. En variant les paramètres de frittage, ces propriétés sont fortement altérées.

Comme au déliantage, les principes et les méthodes au frittage s'appliquent tant qu'au PIM et qu'au μ -PIM. L'ajout d'un gaz inerte, une pratique utilisée pour le frittage des poudres métalliques, est couramment utilisé en μ -PIM. Dans quelques publications, les délais de frittage testés sont plutôt courts (seulement 30 à 60 minutes seulement), surtout à cause des dimensions réduites, ce qui demande de plus courtes durées pour consolider la pièce (LIU et al., 2002). La faible taille des particules contribue aussi à activer efficacement les mécanismes de frittage.

Un autre essai intéressant est l'utilisation des différentes surfaces de déliantage afin d'améliorer la densification et aussi contrôler le rétrécissement (NISHIYABU et al., 2003). Peu de différence est observée mais les auteurs ont mentionné que cette méthode peut être bénéfique pour contrôler la rugosité de surface, un autre aspect important au niveau de la qualité des pièces.

1.3 Exemples de pièces fabriquées par μ -PIM

Pour conclure la section de la revue littérature, il faut regarder les potentiels de ce procédé en présentant des exemples de pièces bien réussies par d'autres chercheurs. Dans cette sous-section, les matériaux utilisés, les formes, les dimensions et les propriétés finales des pièces seront résumés.

Depuis le début des recherches en μ -PIM, plusieurs matériaux ont été testés. Du côté des métaux, des essais ont été faits avec les poudres de fer, d'acier inoxydable (316L) et des alliages de tungstène. Pour les poudres céramiques, l'alumine et la zircone sont souvent le sujet des recherches effectuées. Afin de mouler des structures de l'ordre du 50 à 200 μm , le D_{50} de ces particules varient de 0,5 μm à 10 μm et deux sortes de formes sont utilisées : sphérique et irrégulière.

Pour commencer, les pièces produites étaient simples. Elles n'étaient que des cubes (taille de 100 μm) embossés sur un substrat. L'évolution de la structure moulée, déliantée et frittée est présentée à la Figure 1.5.

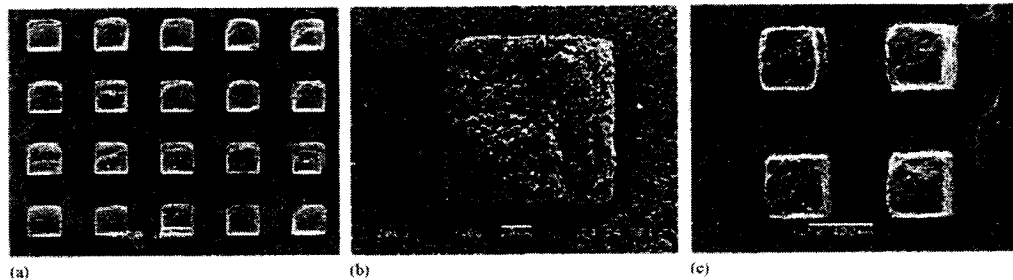


Figure 1.5 Évolution des traitements thermique en moulage par injection

- a) Structure moulée
 - b) Structure déliantée
 - c) Structure frittée
- (d'après Liu et al, 1997)

Par la suite, les limites de ce procédé sont testées et des structures plus complexes sont fabriquées, comme des échantillons en forme d'éprouvettes pour fins de test de traction (plus petite dimension = 200 μm), roues d'engrenages (largueur = 190 μm et hauteur 500 μm) et des buses d'injection. Ces exemples sont présentés dans les Figures 1.6 à 1.8.

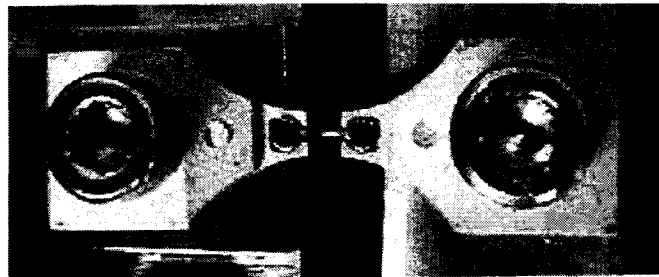


Figure 1.6 Échantillon en forme d'éprouvette dans une machine de traction

(Nishiyaby et al., 2003)

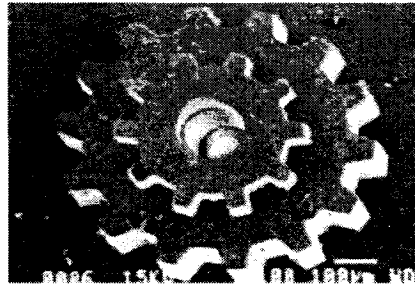


Figure 1.7 Engrenage en ZrO_2 fabriqué par μ -PIM (Piotter et al., 2000)

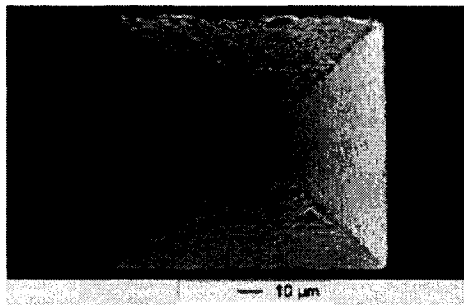


Figure 1.8 Buse d'injection en Al_2O_3 fabriquée par μ -PIM (Rota et al., 2002)

Comme mentionné auparavant, le rétrécissement et la rugosité de surface sont deux aspects importants à observer pour le procédé de μ -PIM. Ces structures, une fois frittées, ont souvent des rétrécissements de 10 à 20% et des valeurs de rugosité de 8 à 20 μm . Le rétrécissement peut facilement être accommodé avec une bonne conception du moule mais plusieurs indiquent que la rugosité est plus difficile à corriger car toutes les étapes du procédé peuvent influencer la rugosité. C'est alors un sujet important à traiter dans les recherches futures.

Depuis deux ans, le nombre de groupes de recherche qui travaillent dans ce domaine et de publications n'ont pas cessé d'augmenter. Les potentiels et les limitations sont

principalement déterminés mais il reste encore beaucoup de travail à accomplir afin d'exploiter ce procédé à son maximum.

CHAPITRE 2

PROCÉDURES EXPÉRIMENTALES

Dans ce chapitre, les procédures expérimentales utilisées dans ce projet sont détaillées. En premier lieu, les méthodes de caractérisation du matériau de départ sont décrites. Ensuite, le procédé pour obtenir les échantillons est présenté. Il est composé de trois étapes : la mise en forme (micro moulage par injection), le déliantage et le frittage. Finalement, les méthodes de caractérisation des échantillons frittés sont résumées.

2.1 Méthodes de caractérisation du matériau de départ

Le matériau choisi pour ce projet est un mélange commercialement disponible, composé d'un système de liant et de poudre d'alumine (Al_2O_3). Ce mélange, produit par une compagnie allemande (Inmatec), porte le nom Inmafeed K1013. Dans le marché, aucun mélange n'est disponible pour le micro moulage par injection. Par conséquent, Inmafeed K1013 est choisi, même s'il est conçu pour le moulage par injection conventionnel. Le critère justifiant son emploi pour le μ -PIM est la granulométrie des particules d'alumine utilisées dans ce mélange ($D_{50} = 0,5 \mu\text{m}$). Une photo de la poudre d'alumine utilisée dans ce mélange est présentée à la Figure 2.1. Cette photo est prise après la pyrolyse des granules du mélange.

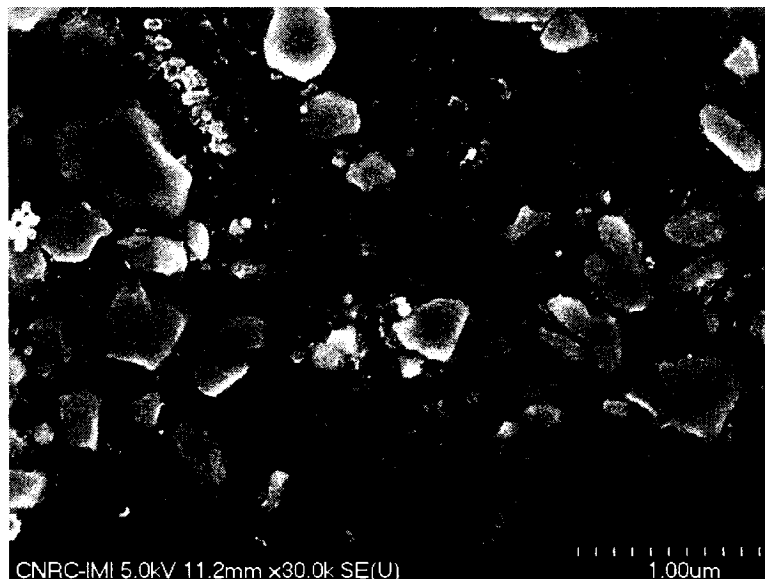


Figure 2.1 Photo de la poudre utilisée dans le mélange de départ

Deux documents sont inclus avec l'achat du produit : la fiche signalétique et les directives pour la mise en forme et les traitements thermiques (fournies à l'annexe A). Les directives données pour les traitements thermiques sont assez complètes. La fiche signalétique, quant à elle, donne peu de renseignement sur la composition du mélange et la proportion de chaque composant. Les sections suivantes décrivent les méthodes utilisées pour identifier les composants du liant et mesurer leur proportion dans le mélange.

2.1.1 Les numéros CAS

Les numéros CAS (*Chemical Abstract Services*) sont uniques et servent à identifier un produit chimique. Quatre numéros sont inclus dans la fiche signalétique fournie par le manufacturier et ils sont énumérés dans le tableau suivant.

Tableau 2.1 Caractéristiques du matériau données par le fabricant

Description	Numéro de CAS	Plus spécifiquement
Alumine 96-99,9%	1344-28-1	Alumine
Additif organique	12055-23-1	Oxyde d'Hafnium (HfO ₂)
Combinaison de polyoléfine à base de cire	25322-68-3 et 68441-17-8	Polyéthylène glycol (PEG) et polyéthylène oxydé

2.1.2 Test de TGA/DTA

Après l'identification de ces composants, il est important de connaître leurs proportions.

Deux tests de TGA/DTA sont effectués avec le mélange.

Les essais de TGA/DTA sont complétés dans un système Setaram TG96. Un échantillon est placé dans un creuset d'alumine. Ce creuset descend dans le four qui chauffe et dégrade le contenu du creuset. Lors de la décomposition de l'échantillon, une balance sert à mesurer la variation de masse. Pour ce qui est le DTA, un thermocouple est utilisé afin de mesurer la différence de température. Les paramètres utilisés pour les essais de TGA/DTA sont listés dans le Tableau 2.2.

Tableau 2.2 Paramètres utilisés pour les essais de TGA/DTA

Paramètre	Valeur
Température de départ	20°C
Température finale	500°C
Vitesse de montée de température	0,5°C/min
Atmosphère	Argon

2.1.3 Le test de Soxhlet

Le test de Soxhlet est utilisé pour extraire un certain composant d'un mélange en utilisant la distillation. Dans le cadre du présent projet, le test de Soxhlet sert à déterminer la proportion maximale du mélange éliminée par solvant. En se référant à la procédure de déliantage et de frittage fournie par le manufacturier, il existe deux étapes de déliantage, dont une effectuée avec l'eau comme solvant. Le test de Soxhlet permet alors de savoir quelle est la proportion maximale de liant éliminée après l'étape de déliantage à l'eau.

Le montage de Soxhlet illustré à la Figure 2.2 comprend trois parties : une ampoule, un extracteur et un condenseur. Le condenseur est mis au-dessus de l'extracteur. Il y a, dans l'extracteur, un filtre de papier qui contient le matériel à dissoudre. L'ampoule, quant à elle, est remplie avec le solvant d'extraction.

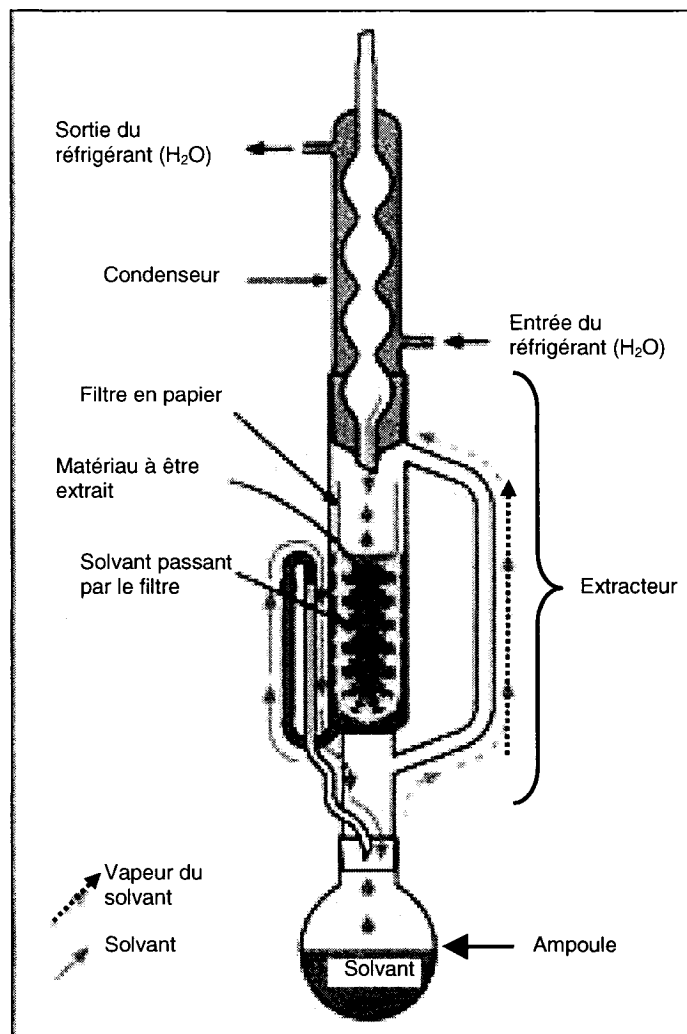


Figure 2.2 Montage de Soxhlet

Le montage est placé sur une plaque chauffante. Lors du chauffage, le solvant commence à s'évaporer et cette vapeur monte par la manche de l'extracteur (trajet indiqué par la ligne pointillée). Une fois que cette vapeur arrive au condenseur, le réfrigérant aide cette vapeur à se condenser et à s'égoutter dans le filtre contenant le matériau (trajet du solvant liquide indiqué par la ligne pleine). Ce solvant circule donc

en circuit fermé pour une période de temps déterminée. Le Tableau 2.3 résume les paramètres utilisés pour le test de Soxhlet.

Tableau 2.3 Paramètres utilisés durant le test de Soxhlet

Paramètres	Valeurs
Solvant utilisé	Méthanol
Quantité de solvant	500 ml
Quantité de matériel	53,62 g
Température	70°C
Durée	5 heures

Le but d'utiliser le méthanol est de trouver la proportion maximale déliantable dans le mélange. Le méthanol est bien plus performant que l'eau et la proportion déliantée au méthanol sert d'indication de la progression du déliantage à l'eau et si le maximum est atteint par le déliantage. La facilité de séchage est aussi une autre raison pour laquelle le méthanol est choisi. Le méthanol s'évapore plus facilement que l'eau et ceci peut accélérer l'obtention des résultats.

2.2 Étape de mise en forme

Trois types d'échantillons sont produits pour être déliantés, frittés et analysés. Il y a, en premier lieu, des échantillons produits avec la presse manuelle. Ensuite, deux sortes de

disques sont moulées avec la machine de micro moulage par injection Battenfeld : des disques sans micro détails et avec micro détails. Cette section décrit les équipements et la procédure utilisés pour obtenir ces échantillons.

2.2.1 Pièces moulées avec la presse manuelle

La presse manuelle Ray-ran sert à produire des pièces à partir des mélanges de plastique, polymère, de métal et de céramique. La Figure 2.3 est une photo de cet appareil de moulage.

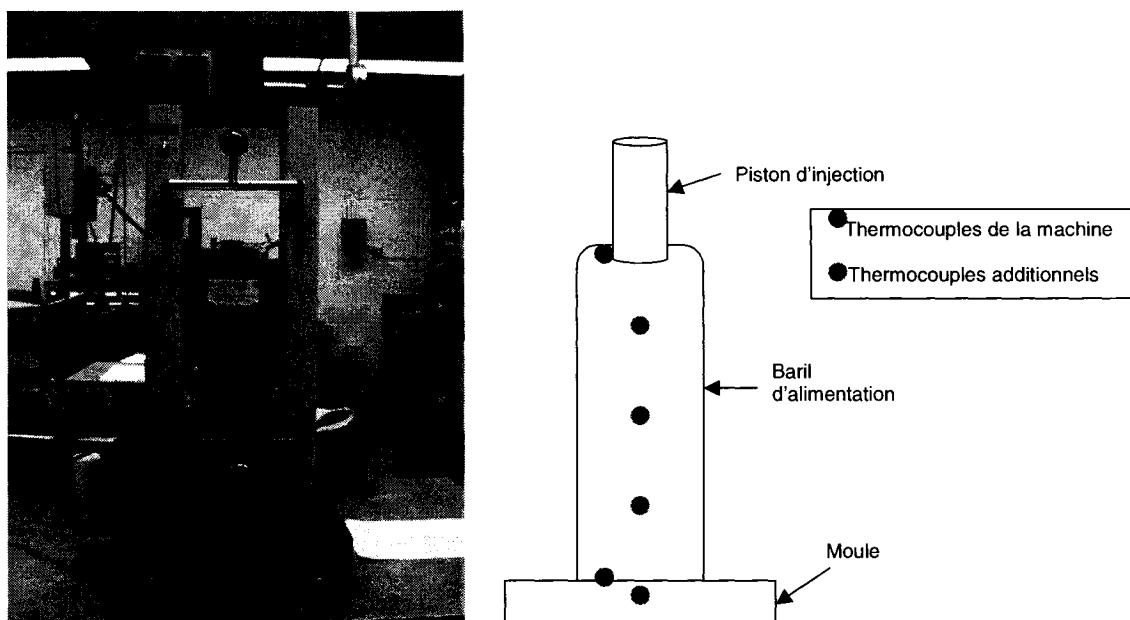


Figure 2.3 Machine de moulage Ray-ran et l'emplacement des thermocouples

La presse est munie de deux thermocouples, un situé dans le baril d'alimentation et un deuxième près du moule. Trois éléments chauffants sont situés sur le côté du baril.

Avant le moulage, quatre thermocouples additionnels sont placés afin de confirmer la température indiquée par les contrôleurs. Trois thermocouples sont placés près de chaque élément chauffant et un est placé près du moule.

La machine est équipée avec deux types de moule, dont un produisant des échantillons de tests de traction. Le deuxième sert à produire des échantillons ayant la forme et les dimensions présentées à la Figure 2.4 et au Tableau 2.4.

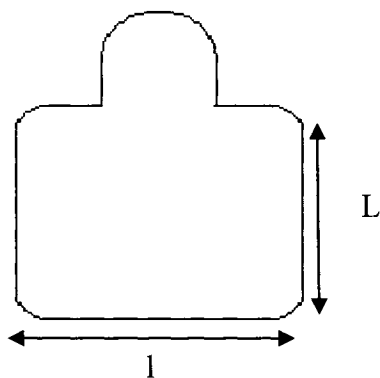


Figure 2.4 Dessin de pièce moulée manuellement

Tableau 2.4 Dimensions de la pièce moulée manuellement

Paramètres	Valeurs (mm)
L	25,50
L	19,00
Épaisseur	3,20

Un nettoyage est requis avant l'injection des pièces afin de s'assurer que les échantillons ne sont pas contaminés par le matériau de l'injection précédente. Une petite quantité

(environ la masse requise pour injecter une pièce) de mélange est introduite dans la machine et elle est chauffée pour environ dix minutes. Cette petite quantité de mélange est ensuite éjectée de la machine.

Après le nettoyage, la machine est prête pour l'injection des pièces. En utilisant le levier, le piston d'injection est levé et le mélange est introduit dans le baril avec l'aide d'un entonnoir. Comme au nettoyage, le mélange demeure dans le baril pour environ dix minutes. Le piston est ensuite descendu et une pression est appliquée à la main pour faire descendre le mélange visqueux dans le moule. Le piston est remonté quand le levier ne peut plus descendre. Le moule s'ouvre pour refroidir la pièce, et la pièce est ensuite éjectée. En tout, cinq pièces ont été moulées avec la presse manuelle, appelées Man-1, Man-2, Man-3, Man-4 et Man-5.

2.2.2 Pièces produites avec le système de micro moulage par injection Battenfeld

La deuxième méthode de mise en forme consiste en un procédé automatisé effectué avec la machine de micro moulage par injection. Le manufacturier de cette machine est la compagnie Battenfeld d'Autriche et une photo est présentée à la Figure 2.5.

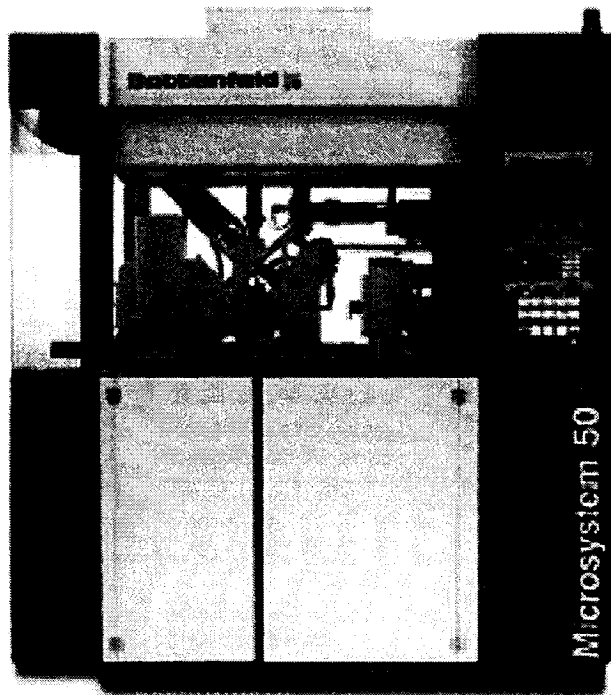


Figure 2.5 Battenfeld Microsystem 50 (Battenfeld)

Deux sortes de pièce sont moulées avec cette machine. Les deux sont en forme de disque, ayant un diamètre de 25 mm et une épaisseur de 1,5 mm. La différence entre ces deux disques est l'ajout de micro détails sur la surface de l'échantillon. Ces détails sont embossés sur une plaque métallique insérée dans le moule et ce qui va à son tour créer des canaux sur la pièce moulée. Cet insert est d'abord utilisé pour produire des plaques micro-fluidiques en plastique et comprend des divisions et des chiffres. Les Figures 2.6 et 2.7 sont des photos de ces micro-détails.

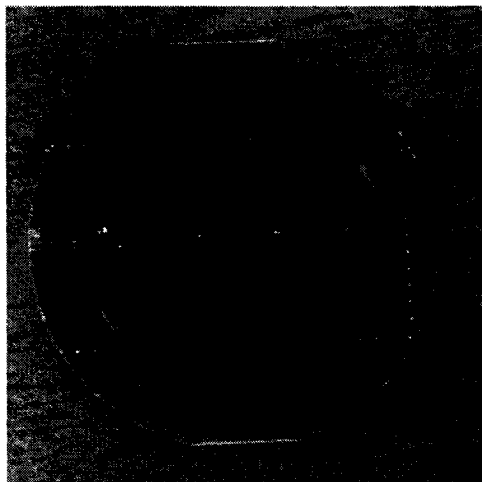


Figure 2.6 Insert utilisé pour imprimer le micro-détail sur les échantillons

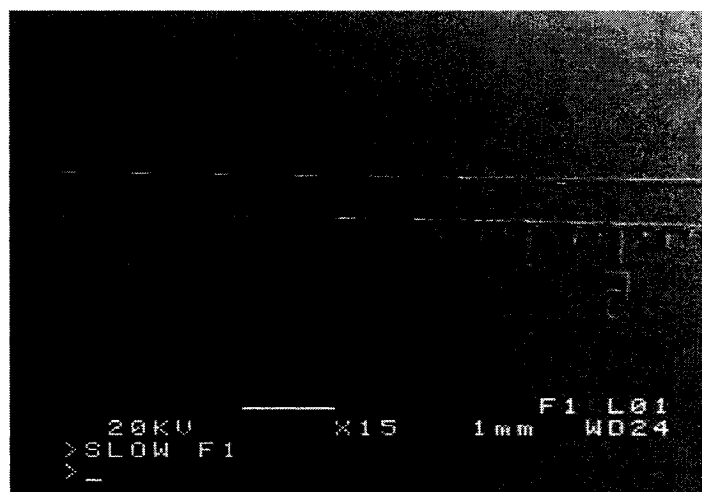


Figure 2.7 Photo MEB d'un insert

Il est aussi important de mentionner que l'insert, une fois mis dans le moule, possède un gauchissement de 15 μm . L'insert est resserré dans le moule par deux blocs munis de vis et la pression appliquée cause une distorsion mineure de l'insert, comme la Figure 2.8 le montre.

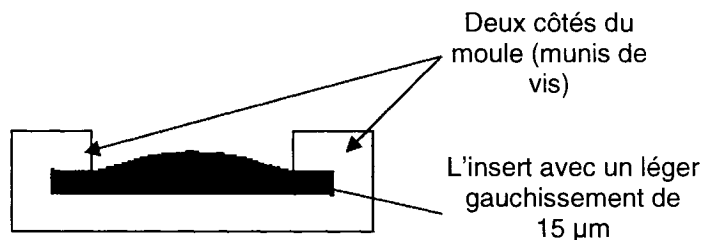


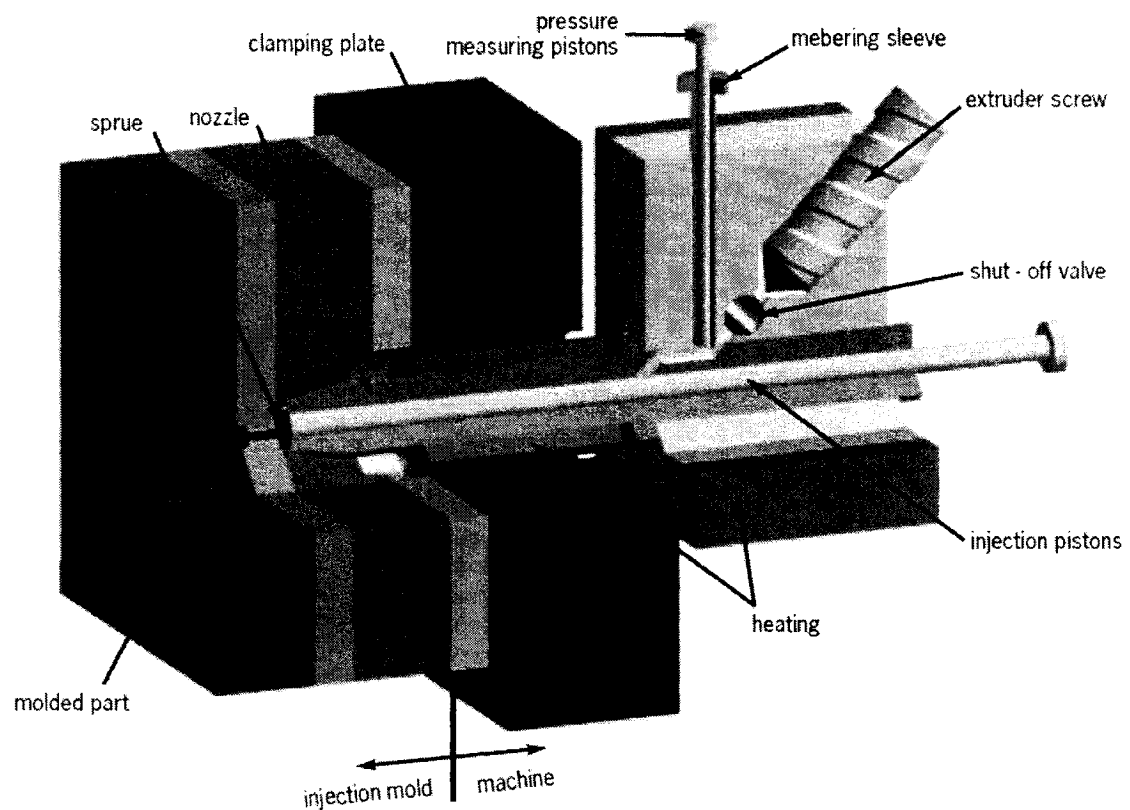
Figure 2.8 Dessin de l'insert resserré dans le moule

Les échantillons portent deux appellations différentes et le Tableau 2.5 explique la différence entre elles.

Tableau 2.5 Différence d'appellation des échantillons produits par la machine Battenfeld

Appellation	Explication
Batt x-y	Batt : Produit par machine Battenfeld x (1, 2, 3, 4...) Numéro de série avec un ensemble de paramètres uniques y (1, 2, 3, 4...) Numéro de pièce
Batt M-x-y	Batt : Produit par machine Battenfeld M : Présence de micro-détails x (1, 2, 3, 4...) Numéro de série avec un ensemble de paramètres uniques y (1, 2, 3, 4...) Numéro de pièce

Le mélange est inséré dans le cylindre d'alimentation qui est situé en arrière de la machine d'injection. Une fois que le cylindre est avancé, le mélange descend à la vis de dosage. La vis d'injection est chauffée et tourne continuellement. Elle envoie le mélange, rendu visqueux par la chaleur, dans le cylindre où le piston d'injection est situé. Toutes les autres parties de l'unité d'injection fonctionnent d'une façon cyclique. Ce cycle est composé de trois grandes étapes et plusieurs parties sont impliquées dans chaque étape. La Figure 2.9 est un dessin de l'unité d'injection. Le Tableau 2.6 présente le cycle d'injection, avec une description des paramètres impliqués dans chaque étape.



Metering sleeve with pressure measuring pistons: Enveloppe de dosage avec piston

Extruder screw: Vis de dosage

Injection piston: Piston d'injection

Shut-off valve: Valve d'arrêt de dosage

Nozzle: Buse d'injection

Heater: Éléments chauffants

Sprue: Carotte

Figure 2.9 Le module d'injection du Microsystem 50 (Battenfeld)

Tableau 2.6 Étapes du cycle d'injection sur la machine Battenfeld

L'étape	Description	Paramètres impliqués
Le moule se ferme		
Le piston d'injection recule		
La valve d'arrêt de dosage s'ouvre		
Dosage	La quantité de mélange est mesurée	• Contre-pression (<i>Back pressure</i>): pression appliquée sur le piston de dosage (en N) • Vitesse de dosage (<i>Dosing speed</i>) : la vitesse de la vis pour pousser le mélange (en mm/s) dans le cylindre d'injection
La valve d'arrêt de dosage se ferme		
Injection	Le mélange est injecté dans le moule	• Vitesse d'injection (<i>Injection speed</i>) : la vitesse du piston d'injection pour envoyer le mélange au moule (en mm/s)
Refroidissement	Le moule est fermé et une pression est appliquée	• Pression de maintien (<i>Holding pressure</i>) : la pression appliquée sur le moule (en bars) • Temps de maintien (<i>Holding pressure time</i>) : le délai de maintien de pression (en s) • Temps de refroidissement (<i>Holding pressure time</i>) : le délai avant l'ouverture du moule, sans pression appliquée (en s)
Le moule s'ouvre		
Éjection	La pièce est éjectée de l'unité d'injection	• Vitesse d'éjection (<i>Ejection speed</i>) : la vitesse du piston pour éjecter la pièce (en mm/s) hors du moule

Le tableau 2.6 n'indique que les paramètres de la machine Battenfeld utilisés dans ce travail. L'utilisateur a de nombreux choix de paramètres à modifier pour créer des programmes d'injection. Par exemple, il est possible de séparer l'injection et l'éjection en phases multiples, avec des vitesses et des distances différentes dans chacune des phases.

Dans le cadre de ce projet, les paramètres sont déterminés à partir des essais de micro moulage par injection de pièces en plastique exécutés au préalable. Suite à la première série d'essais, plusieurs problèmes sont constatés (discutés en détails dans le chapitre de résultats et discussions), d'autres séries sont alors complétées. Une liste détaillée des paramètres utilisés est présentée dans l'annexe B.

2.3 Déliantage

Pour le mélange utilisé durant ce projet, le déliantage est divisé en deux étapes. La première consiste en un déliantage à l'eau et la deuxième, un déliantage thermique.

2.3.1 Déliantage à l'eau

Le poids et les dimensions de chaque échantillon sont notés avant l'étape de déliantage. Après chaque étape, ces mesures sont répétées afin de bien surveiller la progression du procédé.

Selon les directives données par le fabricant, le déliantage dans l'eau devrait éliminer de 40 à 50% poids de liant présent dans le mélange. Le Tableau 2.7 résume les détails des conditions utilisées pour le déliantage à l'eau, suggérées par Inmatec.

Tableau 2.7 Conditions de déliantage à l'eau suggérées par Inmatec

Paramètres	Valeurs
Solvant utilisé	Eau du robinet (bain)
Température	Ambiante
Durée	24 heures

Il est aussi suggéré de placer les pièces moulées sur des grilles et de placer l'ensemble dans le bain de déliantage à l'eau.

En premier lieu, les conditions et les paramètres fournis ont été testés. Environ 1 litre d'eau est versé dans un contenant de Pyrex. Ensuite, les pièces moulées sont placées sur une grille d'acier inoxydable, qui est supportée par des billes céramiques (Diamètre = 6,50 mm). Les Figure 2.10 et 2.11 illustrent le montage (vue de côté et de haut).

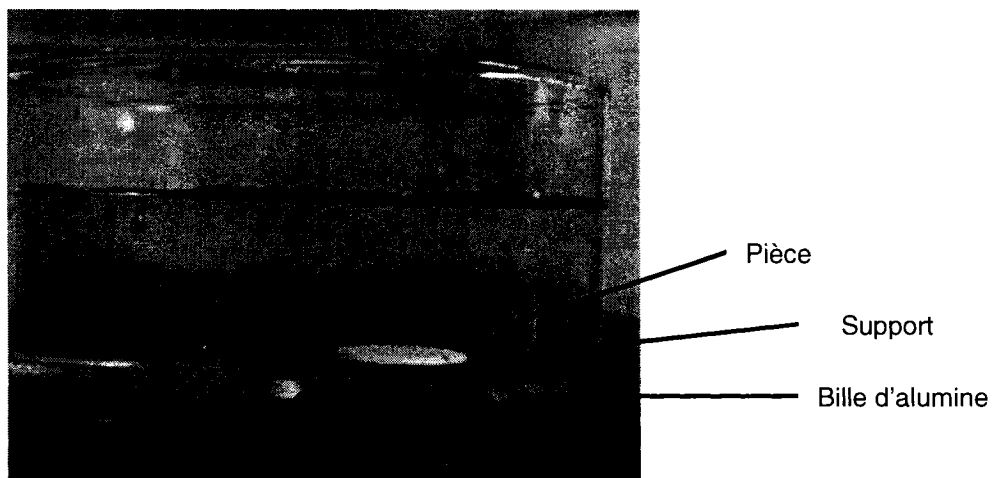


Figure 2.10 : Montage utilisé pour le déliantage suggéré par Inmatec (vue de côté)

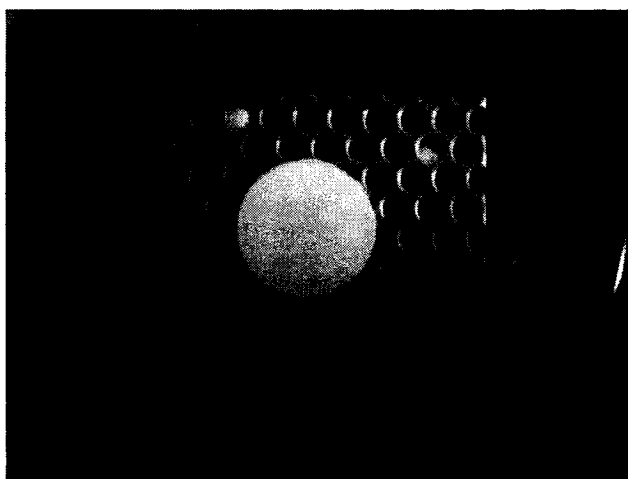


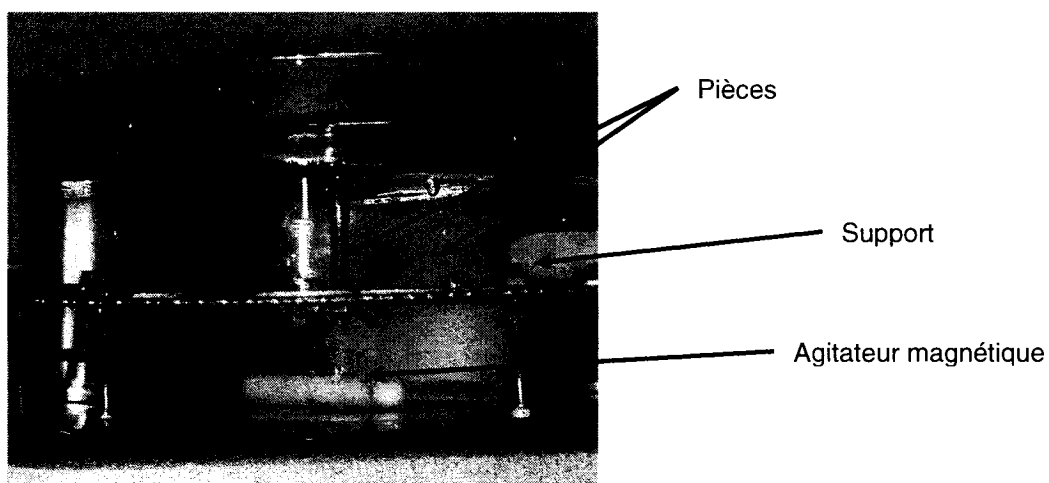
Figure 2.11 : Montage utilisé pour le déliantage suggéré par Inmatec (vue de haut)

Après les quelques premiers essais, les calculs montrent que les échantillons ne sont pas bien déliantés. Au lieu de donner un taux de déliantage de 40 à 50%, les taux obtenus sont de seulement 2%. Par conséquent, les conditions et les paramètres de déliantage sont modifiés afin d'augmenter le pourcentage de liant éliminé. Le Tableau 2.8 donne les détails de la deuxième série de tests complétés.

Tableau 2.8 Paramètres utilisés pour la deuxième série de déliantage

Conditions et paramètres	Test 1	Test 2	Test 3	Test 4
Température (°C)	50	50	70	70
Agitation	Non	Oui	Oui	Oui
Durée	24, 48, 72 h	24, 48, 72 h	24, 48, 72 h	24, 48, 72 h
Eau	Robinet	Robinet	Robinet	Déminéralisée

Comme le Tableau 2.8 l'indique, plusieurs paramètres sont changés. L'augmentation de la température vise à amener le bain plus près de la température de fusion du polymère pour encourager l'élimination du liant dans l'échantillon. Une agitation est ajoutée (à l'aide d'un agitateur magnétique) afin d'accélérer la cinétique de dissolution et optimiser le déliantage. Les Figures 2.12 et 2.13 montrent le montage modifié.

**Figure 2.12 Montage utilisé pour la deuxième série de déliantage (vue de côté)**

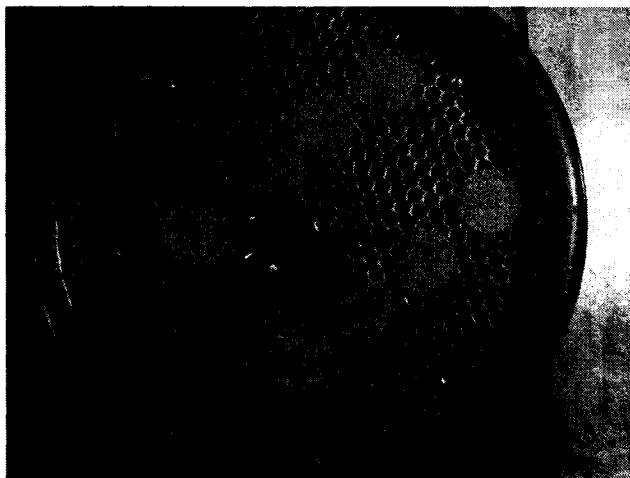


Figure 2.13 Montage utilisé pour la deuxième série de déliantage (vue de haut)

Les échantillons sont sortis du bain après la l'achèvement du déliantage. Ils sont séchés dans une étuve à 80°C pendant quatre heures, le poids et les dimensions sont mesurés.

Suite à ces tests de déliantage et aux résultats obtenus, les déliantages subséquents sont complétés avec les conditions et les paramètres utilisés au test 4 (référer au Tableau 2.8 pour les paramètres).

2.3.2 Déliantage thermique

Après l'étape de déliantage à l'eau, le liant résiduel est éliminé par un traitement thermique. Le déliantage thermique est exécuté dans un four tubulaire Lindberg (modèle 58125-P-B), équipé d'une unité de commande capable de contrôler les montées de température, les plateaux de maintien et la durée de ceux-ci. Les échantillons sont

placés dans un creuset d'alumine et ensuite, avec une feuille protectrice d'alumine, les creusets sont placés dans un tube de quartz de 7,62 cm. Une fois que les échantillons sont insérés dans le four, un couvercle est placé pour assurer un contrôle de l'atmosphère de déliantage. Un thermocouple de type K est placé près des échantillons et relié à un lecteur de température Fluke 2168A. Le tout est ensuite placé dans le four tubulaire, dont l'intérieur est revêtu avec des blocs réfractaires. La Figure 2.14 est une photo du tube de quartz et du four tubulaire.

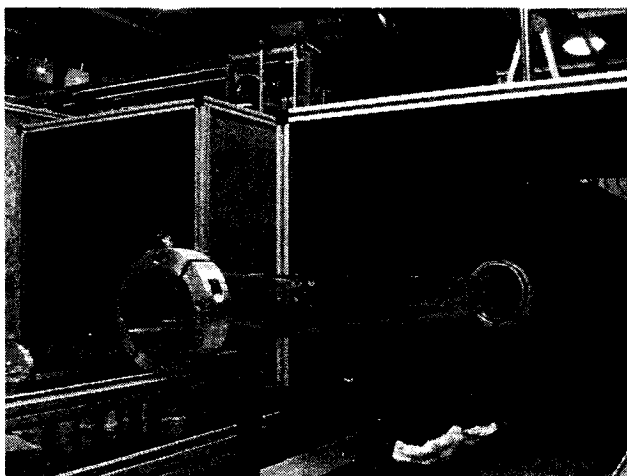


Figure 2.14 Photo du tube de quartz et du four tubulaire Lindberg

Un courant d'air est ajouté durant le déliantage pour pousser à l'extérieur du tube les résidus de carbone générés par la dégradation du polymère, afin que le carbone ne se dépose pas sur les échantillons. Le Tableau 2.9 résume les paramètres utilisés durant le déliantage thermique.

Tableau 2.9 Paramètres utilisés pour déliantage thermique (selon Inmatec)

De (°C)	À (°C)	Taux de chauffage (°C/heure)
80	145	20
145	155	5
155	160	2
Plateau de maintien à 160°C pour 4 heures		
160	170	5
170	220	10
220	300	20
Plateau de maintien à 300°C pour 2 heures		

2.4 Le frittage

Le frittage est la dernière étape du procédé de μ -PIM. Il sert à consolider les liens entre les particules, qui sont très faibles après le déliantage. Le frittage est fait dans un four de frittage CM (CM *RapidTemp Furnace* 80474) qui utilise des éléments chauffants de MoSi_2 . La Figure 2.15 est une photo de l'intérieur du four de frittage.

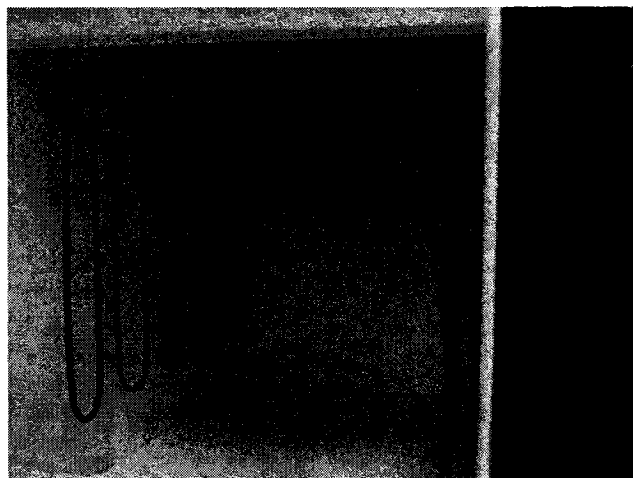


Figure 2.15 L'intérieur du four de frittage CM

La procédure est légèrement différente de celle fournie par Inmatec (fournies à l'annexe A) pour accommoder la capacité du four de frittage. À basse température (en bas de 600°C), les éléments de ce four peuvent cristalliser, ce qui diminue considérablement leur vie. Les procédures d'Inmatec indiquent un plateau de maintien à 300°C pour une heure. Les paramètres de température utilisés durant le frittage sont résumés dans le Tableau 2.10 et un plateau de maintien est ajouté à 600°C.

Tableau 2.10 Paramètres modifiés utilisés pour le frittage

De (°C)	À (°C)	Taux de chauffage (°C/heure)
25	600	600
Plateau de maintien à 600°C pour 3 heures		
600	1480	130
1480	1600	40
Plateau de maintien à 1600°C pour 2 heures		
Refroidissement		

Durant le projet, les paramètres de température ne sont pas testés comme variables. La seule variable testée durant le frittage est la surface utilisée pour supporter les échantillons. La pression appliquée sur la pièce déliantée peut affecter le gauchissement de la pièce frittée. La porosité des surfaces utilisées peut aussi aider à l'élimination du polymère squelette. Quatre types de surface ont été essayés dans ces essais avec les pièces échantillons orientés de deux façons différentes. La motivation d'orienter les échantillons de deux façons différentes vient de l'apparence des pièces vertes. Lors de l'injection, le piston crée une carotte sur l'arrière de la pièce à vert. Ce problème est connu et est inévitable avec les pièces fabriquées avec la machine Battenfeld (RATH et al., 2003). Si cette carotte est orientée vers le bas (côté du support), la pression exercée par le support cause possiblement du gauchissement au centre de la pièce. Afin de

simplifier la présentation des résultats, les différentes appellations sont désignées selon les conditions utilisées, dont la liste est présentée au Tableau 2.11.

Tableau 2.11 Appellations des essais de frittage

Support utilisé	Micro détails orientés vers	Appellation
Billes d'alumine ($\varnothing=3$ mm)	Haut	Test F1
	Bas	Test F2
Feuille d'alumine	Haut	Test F3
	Bas	Test F4
Surface dense d'alumine	Haut	Test F5
	Bas	Test F6
Poudre d' Al_2O_3 (-95 +40 μm) (pièce posée sur un lit de poudre)	Haut	Test F7
	Bas	Test F8
Poudre d' Al_2O_3 (-95 +40 μm) (pièce immergée dans un lit de poudre)	Haut	Test F9
	Bas	Test F10

2.5 Méthodes de caractérisation pour les pièces fabriquées par μ -PIM

Le micro moulage par injection de céramiques ou de métaux est un procédé encore peu utilisé industriellement. Il existe donc peu de méthodes standardisées et de normes pour caractériser les pièces frittées. Des méthodes de caractérisation existantes et d'autres créées pour les besoins du projet sont décrites dans cette section.

2.5.1 Mesure d'homogénéité

À l'étape de l'injection, le mélange est injecté dans le moule à travers un petit canal. Il est alors important de vérifier si les particules céramiques sont distribuées uniformément à travers la pièce. Deux méthodes sont utilisées pour mesurer l'homogénéité. La première consiste à déliant des parties tranchées de la pièce. Des lignes sont tracées en vertical et en horizontal sur la pièce. La distance entre chaque ligne est de 5 mm. Ces lignes forment une grille et les cases de la colonne centrale sont numérotées de 1 à 5, ce qui donne une pièce comme celle présentée à la Figure 2.16.

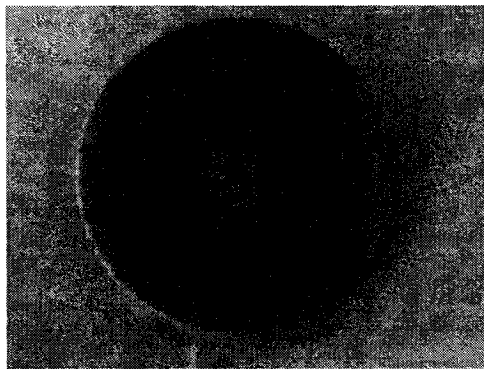


Figure 2.16 : Grille tracée sur la pièce moulée pour mesurer l'hétérogénéité

Ces segments sont coupés en morceaux avec une scie à diamant et leurs poids sont mesurés. Ils sont ensuite déliantés pour éliminer tout polymère présent et ils sont pesés de nouveau. En utilisant l'équation suivante, il est possible de calculer le contenu céramique de chaque morceau.

$$\text{fraction de céramique} = 1 - \left(\frac{\text{masse après déliantage}}{\text{masse avant déliantage}} \right)$$

Une fois que ces mesures sont complétées, il faut comparer les résultats de chaque partie pour connaître l'homogénéité de la distribution de poudres céramiques à travers la pièce.

2.5.1 Mesure de micro-dureté

La deuxième méthode utilisée pour observer l'homogénéité consiste à mesurer la micro-dureté à travers l'épaisseur de la pièce. La poudre céramique est dure tandis que le polymère dans le mélange ne contribue pas à la dureté de la pièce. Il est alors possible d'évaluer la différence en contenu céramique de chaque partie de la pièce. L'avantage de cette méthode est de pouvoir mesurer l'hétérogénéité de façon plus fine, alors que la méthode précédente est à l'échelle macroscopique.

Les pièces moulées sont coupées en trois tranches de largeurs égales. Ces tranches sont montées dans l'époxy, avec la coupe sur la surface à observer, et sont ensuite polies. Des tests de micro-dureté sont exécutés avec la machine de micro-dureté Buehler Micromet II et le logiciel de Clemex CMT. Neuf points sur la coupe transversale sont identifiés et un essai de micro-dureté est effectué sur chacun de ces points. Les détails des essais sont présentés au Tableau 2.12.

Tableau 2.12 Particularités des essais de micro-dureté

Paramètre	Valeur et unité
Force appliquée	5 g
Durée de l'application	20 secondes
Unité	HV

2.5.3 Observation du fini de surface à l'aide du MEB

Le MEB (Microscope Électronique à Balayage) est utile pour caractériser la surface et la microstructure des pièces produites tout au long du procédé. Plus précisément, deux sortes d'observations sont exécutées.

En premier lieu, les surfaces des échantillons sont investiguées après le moulage et après le frittage. Les recherches sur le μ -PIM visent souvent à produire des pièces destinées aux applications qui demandent une qualité de surface impeccable. Il est alors important de comparer et de comprendre comment le frittage peut influencer la qualité de surface. Une couche d'Au-Pd est ajoutée afin de rendre l'échantillon conducteur et le microscope utilisé est un JEOL JSM-6100. Le voltage d'accélération pour cette observation est souvent de 15kV. Plusieurs photos à différents grossissements sont prises par échantillon et le logiciel Visilog 5.4 de Noesis est utilisé pour l'acquisition des images.

La deuxième observation faite sur les échantillons est celle sur les coupes transversales. Après le frittage, les échantillons sont coupés en tranches, montés dans l'époxy et polis

(comme décrit précédemment pour les tests de micro dureté). L'échantillon est ensuite observé dans les mêmes conditions que l'observation de surface.

2.5.4 Mesure de rugosité

La rugosité est une mesure plus quantitative pour représenter la qualité de surface. La rugosité est mesurée après le moulage et le frittage.

Le rugosimètre Surftest 211 de Mitutoyo est utilisé pour mesurer la rugosité. Cet appareil est muni d'une pointe de diamant qui trace une ligne de 2,5 mm sur la surface de l'échantillon et génère un résultat de R_a (rugosité moyenne – *average roughness*). La valeur de R_a est la valeur moyenne des distances entre une ligne tracée au milieu de ce profil et les dix points extrêmes (cinq points en haut et cinq points en bas).

2.5.5 Mesure de densité

Les mesures de densité sont effectuées en utilisant la méthode d'Archimède. Le principe de cette méthode est qu'un corps submergé dans un liquide subit une force de poussée égale au poids du liquide déplacé. Ce principe est utile pour trouver le volume d'un objet avec une forme irrégulière. Par conséquent, les densités des divers objets

peuvent être trouvées. La mesure de densité est surtout importante à la fin du procédé, quand il faut vérifier la densification de la pièce.

Afin d'obtenir la densité d'une pièce avec cette méthode, il faut les données énumérées dans le Tableau 2.13.

Tableau 2.13 Données requises pour calculer la densité

Donnée	Description	Unité
Masse de la pièce (M_1)	Masse de la pièce mesurée avec la balance	g
Masse de la pièce suspendue dans l'eau (M_2)	Masse de la pièce placée sur un support et suspendue dans un bain d'eau	g
Masse volumique de l'eau (ρ_{eau})	1,00* facteur de température	g/cm ³

Avec ces données et l'équation suivante, la densité de la pièce peut être calculée.

$$\rho_{pièce} = \frac{M_1}{(M_1 - M_2) * \rho_{eau}}$$

2.5.6 Profilométrie

Le système utilisé pour ce projet est un profilomètre par interférométrie opérant avec un faisceau laser. L'appareil utilisé est un montage fabriqué à l'Institut des matériaux industriels (IMI) et sert à examiner la surface des matériaux et générer des images (2D et 3D) avec l'aide d'un logiciel, aussi conçu à l'IMI. La Figure 2.17 est une photo du montage de profilométrie utilisé.



Figure 2.17 Profilomètre utilisé

Une source génère un point de laser qui passe à travers un collimateur de 4mm et une lentille de 25 mm. L'échantillon est placé au foyer qui est situé à 21 mm de la lentille. Avec ce réglage, la taille du faisceau arrivant sur l'échantillon est de 12,8 μm . Deux sortes de mesures sont complétées avec ce profilomètre, tout dépendant du programme donné par l'utilisateur. En premier, un balayage des axes x et y est programmé. Ce programme consiste à donner l'ordre au point de laser d'examiner la surface en traçant seulement les axes x et y. Ce test génère les résultats sous forme d'un graphique et est utile pour déterminer le gauchissement de l'échantillon. Le deuxième programme est plus complexe et donne plutôt de l'information sur les détails de surface et la qualité de celle-ci. L'utilisateur définit une aire spécifique et le point de laser balaye cette zone avec un intervalle de 12,5 μm entre chaque ligne de balayage.

CHAPITRE 3

RÉSULTATS ET DISCUSSIONS – MÉLANGE, MOULAGE ET DÉLIANTAGE À L'EAU

Dans les deux prochains chapitres, les résultats, les observations et les discussions sur les tests effectués durant ce projet sont présentés. La séquence de ces chapitres suit celle du chapitre des procédures expérimentales : la caractérisation du mélange de départ, le moulage, le déliantage et le frittage. Dans cette première partie, les résultats de la caractérisation du matériau de départ sont discutés. Les résultats des étapes de moulage et de déliantage sont aussi présentés. Dans le chapitre suivant, la discussion sera concentrée sur le frittage et l'influence de différentes surfaces de frittage sur les propriétés finales des pièces.

3.1 Caractérisation du mélange du départ

3.1.1 Courbes de TGA/DTA

Les premiers tests de caractérisation du mélange sont les tests de DTA/TGA. En premier lieu, le test d'analyse thermique différentielle (DTA) donne la relation entre la chaleur émise ou absorbée lors d'un balayage en température en fonction de la température de l'échantillon. Un gain ou une perte de chaleur est associé à un changement de phase ou à une décomposition thermique de l'échantillon analysé

(CROMPTON, 1993). Cette information indique tous les changements de l'état de l'échantillon et le résultat est donné à la Figure 3.1.

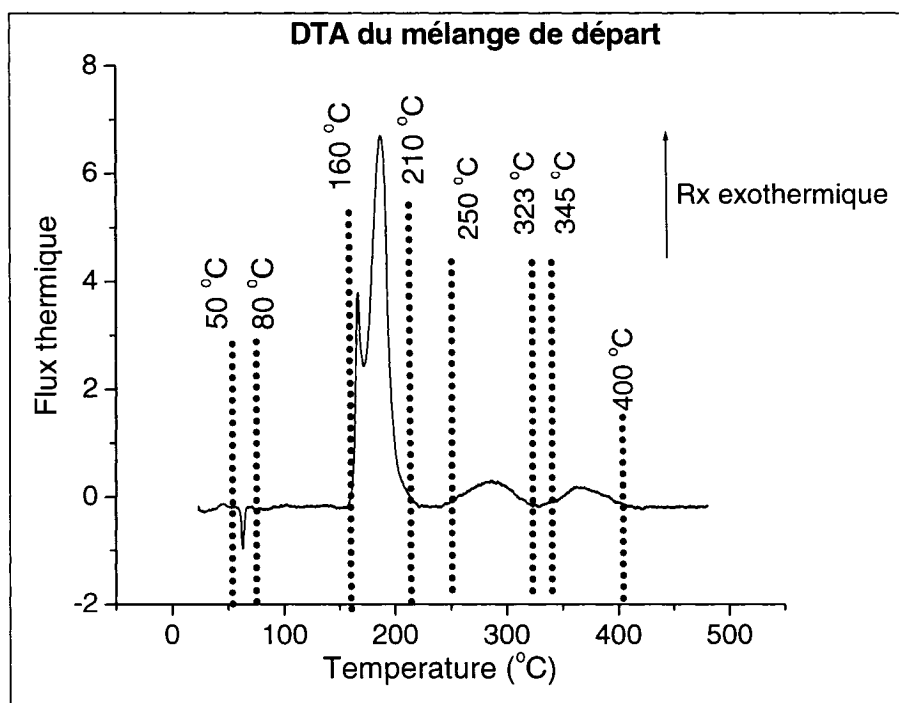


Figure 3.1 DTA du mélange de départ

Les résultats de DTA servent souvent comme une référence par les manufacturiers (de mélange ou de pièces) et des scientifiques afin de déterminer les paramètres d'opération à utiliser durant chaque étape. Dans le graphique présenté à la Figure 3.1, quatre changements de phase sont identifiés. Premièrement, une réaction endothermique a lieu à 63°C; il s'agit de la fusion du premier polymère. Ensuite, trois réactions exothermiques sont repérées à 160°C, 270°C et 360°C. Elles sont identifiées comme la fusion des trois composants du système de liant. L'information retirée de ce graphique permet de donner des limites de température durant le déliantage. Parfois, une

augmentation de température peut accélérer le procédé de déliantage. Cependant, si les températures de décomposition des différents polymères sont dépassées, il y a un risque d'éliminer les autres composants de liant. La pièce déliantée s'effondrerait alors car la quantité de liant restante pourrait être insuffisante pour maintenir les particules non-frittées ensemble. À partir du graphique de DTA, il est possible de déduire des gammes de températures acceptables pour le déliantage. Par exemple, le déliantage à l'eau ne peut pas être complété à une température supérieure à 80°C, car à partir de cette température, d'autres composants de liant sera éliminés. Au cours de l'analyse du déliantage, on se référera au graphique de DTA afin d'expliquer les résultats.

Deuxièmement, le résultat de l'analyse thermogravimétrique (TGA) est utilisé avec le premier graphique afin de connaître le pourcentage massique de liant dans le mélange de départ. La Figure 3.2 présente, en premier, le résultat TGA du mélange de départ.

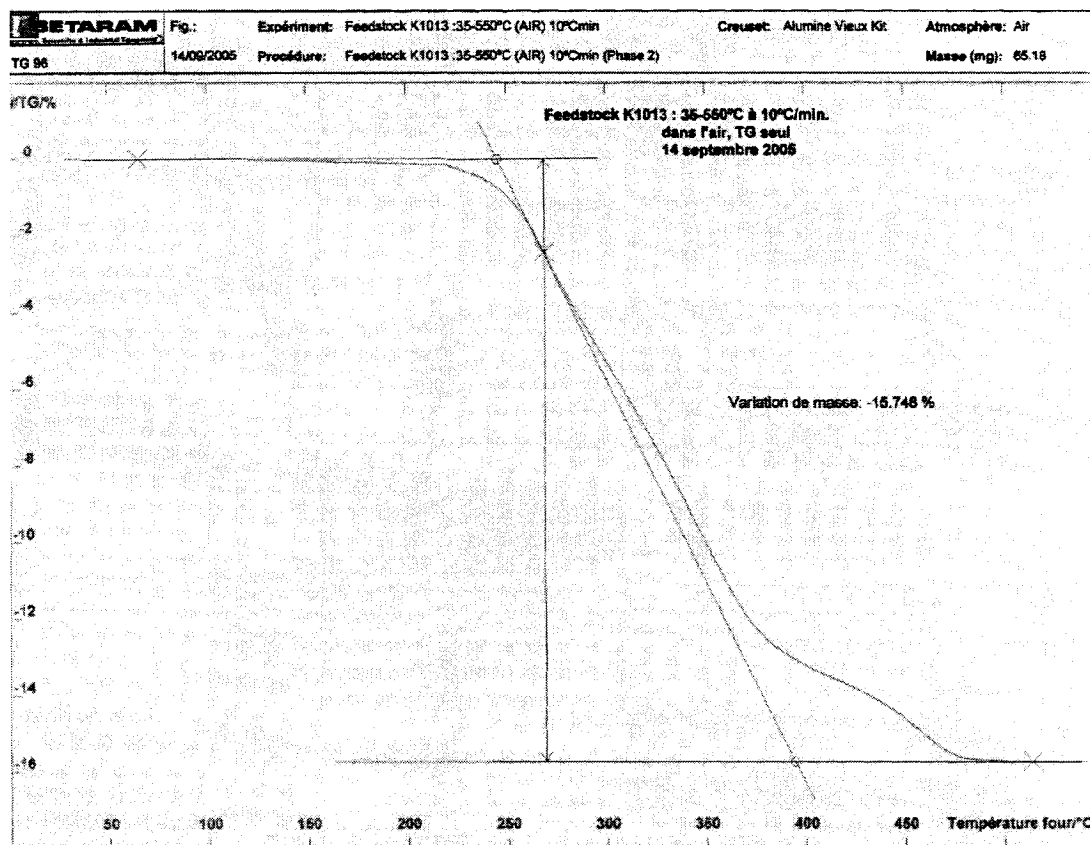


Figure 3.2 Graphique de TGA obtenu avec le mélange de départ

Dans un graphique de TGA, chaque inflexion dans la courbe représente la transition d'un composant d'un état à l'autre. Nous pouvons constater que la dégradation des polymères commence à environ 150°C et le tout est complètement délianté après 450°C. Il ne peut pas être confirmé quelle portion sur le graphique correspond à la dégradation d'un certain composant, mais le total de perte de masse est important et sera utile pour les étapes ultérieures. Avec ce graphique, la perte de masse totale est calculée à 15,75%.

Avec les résultats obtenus avec ces deux tests, le suivi du procédé est devenu possible. Lorsque les directives données indiquent que 50% du liant est éliminé après le déliantage à l'eau, la perte de masse associée à la pièce sera d'environ 7,9% (50% d'une masse totale de 15,75%)

3.1.2 Test de Soxhlet

Le test de Soxhlet est une simulation de déliantage à l'eau. La différence de masse des granules avant et après l'essai donne la masse maximale déliantable avec un solvant. Les masses des granules avant et après l'essai sont données au tableau 3.1.

Tableau 3.1 Masses des granules avant et après le test de Soxhlet

Masse des granules avant le test	Masse des granules après le test
53,62 g	50,39 g

L'échantillon a subi une perte de masse de 3,23 g. En obtenant un ratio entre cette différence et la masse de l'échantillon au départ, le pourcentage de masse éliminé est de 6,02% poids. Le résultat de TGA présenté à la section précédente nous indique que le système de liant occupe 15,39% poids du mélange. Le ratio entre ces deux valeurs donne 39,12% et ceci représente la proportion maximale de liant éliminée après le

déliantage à l'eau. Le résultat obtenu avec le test de Soxhlet concorde bien corrélé avec l'information fournie, qui indique qu'environ 40-50% du liant est éliminé après le déliantage à l'eau.

3.2 Moulage des pièces

3.2.1 Moulage des pièces avec la presse manuelle Ray-ran

Les pièces pressées par la presse manuelle ont principalement servi à tester les paramètres de moulage, de déliantage et de frittage fournis. Cinq pièces ont été moulées telle que celle montrée à la Figure 3.3.

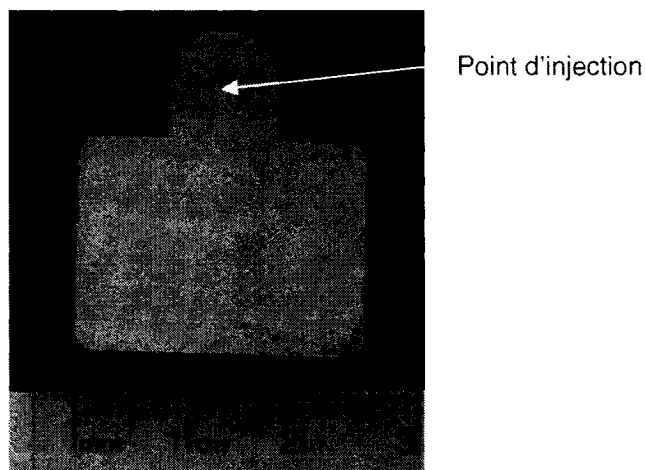


Figure 3.3 Pièce moulée avec la presse manuelle Ray-ran

Les pièces semblent être bien moulées, car aucune fissure et/ou défaut ne sont observés. Les côtés de la pièce sont aussi bien définis, ce qui signifie que le moule a été bien rempli lors de l'injection. Les traces noires observées près du coin inférieur droit dans la

photo correspondent généralement à la saleté présente dans le baril. Elles sont difficiles à prévenir même avec des nettoyages mais ne devraient pas nuire aux traitements thermiques subséquents.

Les valeurs de température des différentes parties du baril sont présentées dans le Tableau 3.2. La Figure 3.4 est une reproduction de l'image présentée dans la section des procédures expérimentales, qui indique les numéros des quatre thermocouples dans la presse.

Tableau 3.2 Températures des différentes parties du baril

Pièce	Températures enregistrées (°C)			
	# 1	# 2	# 3	# 4
Man – 1	58,4	170,8	206,0	198,7
Man – 2	66,1	174,6	211,1	204,6
Man – 3	64,1	161,5	211,2	205,5
Man – 4	58,6	173,5	208,7	201,5
Man – 5	64,7	169,1	208,9	203,2

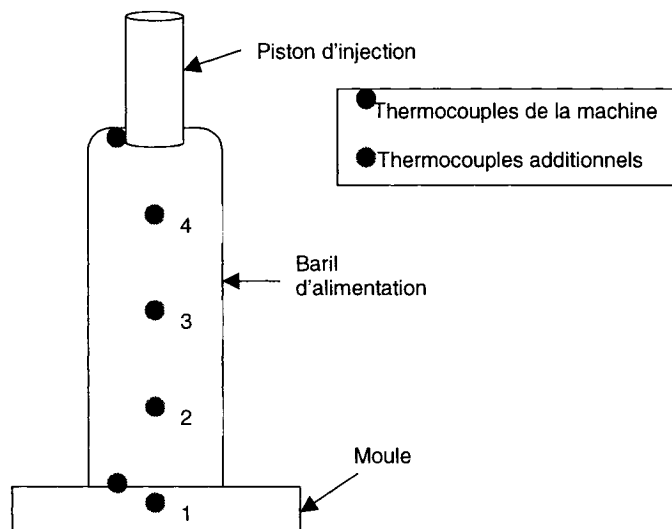


Figure 3.4 Identification des thermocouples dans la machine d'injection manuelle

Le thermocouple 1 est situé dans le moule. Il est légèrement chauffé pour assurer qu'il existe peu de gradient de température lorsque le mélange est envoyé dans le moule pour ainsi prévenir le gauchissement (GERMAN et al., 1997). Les trois thermocouples mesurent la température des différentes parties du baril. L'élément chauffant est situé près du piston, où le thermocouple 4 est situé.

Le fabricant recommande de chauffer le baril à 160°C (Annexe A). Cependant, après avoir suivi cette recommandation, la chaleur fournie aux granules n'est pas suffisante pour donner au mélange une viscosité adéquate pour l'injection. La température du baril a été ensuite augmentée à 200°C. La température a été montée très lentement pour ne pas dépasser 200°C car les résultats de DTA indiquent qu'un des polymères se dégrade à cette température. Les densités des pièces moulées ont été mesurées et les résultats sont présentés au Tableau 3.3.

Tableau 3.3 Comparaison de la densité du mélange et des pièces moulées

Densité des pièces moulées manuellement	
Man – 1	$2,71 \pm 0,03 \text{ g/cm}^3$
Man – 2	$2,77 \pm 0,02 \text{ g/cm}^3$
Man – 3	$2,72 \pm 0,05 \text{ g/cm}^3$
Man – 4	$2,73 \pm 0,03 \text{ g/cm}^3$
Man – 5	$2,76 \pm 0,06 \text{ g/cm}^3$

La densité théorique de l'alumine est de $3,94 \text{ g/cm}^3$. La densité du mélange n'est pas indiquée mais il est raisonnable qu'elle soit inférieure à celle de l' Al_2O_3 ($3,94 \text{ g/cm}^3$). Les polymères sont moins denses que la poudre céramique (GERMAN et al., 1997). Lorsque ces deux composants sont mélangés, la densité est diminuée par le polymère. Ces résultats sont utiles pour s'assurer qu'il n'y a pas de variabilité entre les pièces moulées.

3.2.2 Moulage des pièces avec la machine de μ -PIM Battenfeld

3.2.2.1 Problèmes rencontrés lors du premier essai et solutions utilisées

Le moulage par la presse manuelle a été bien réussi pour produire des pièces ayant des dimensions millimétriques sans détails. Afin de produire des pièces avec des micro-détails de l'ordre du micron, la machine Battenfeld Microsystem 50 a été utilisé pour

mouler de nombreuses pièces. Les premières pièces sont moulées sans problèmes majeurs car les pièces semblent bien intègres. Cependant, après quelques séries (environ 50 pièces), plusieurs problèmes de moulage sont survenus. La Figure 3.5 illustre une pièce rejetée, à cause de défauts identifiés au Tableau 3.4.

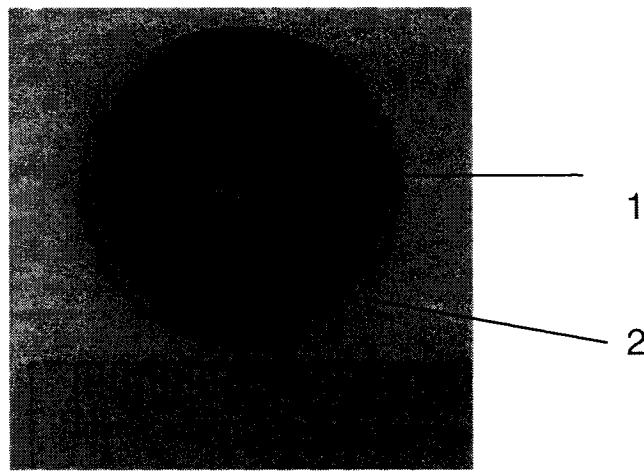


Figure 3.5 Exemple de pièce rejetée

Tableau 3.4 Description des défauts

Flèche	Défauts
1	La couleur des pièces est grise
2	Le bord d'échantillon n'est pas complètement rempli

Il est crucial de corriger ces défauts parce que les étapes ultérieures ont tendance à exagérer les défauts créés (TSENG et al., 1998). Afin de les rectifier, il est nécessaire de comprendre les causes de ces défauts et apporter des changements.

Le premier problème est la couleur grise présente dans les échantillons. La première cause probable est que le matériau soit contaminé par des métaux. Le mélange de départ

possède seulement une très petite quantité de métaux qui n'est pas suffisante pour changer la couleur des échantillons. Des tests de LIBS (*Laser Induced Breakdown Spectroscopy*) indiquent la présence d'environ 3000 ppm de fer tandis que les granules du mélange de départ ne contiennent que 100 ppm de fer. La première cause suspecte du problème de contamination est le frottement entre les particules céramiques abrasives et l'intérieur de la machine d'injection. Ceci est un problème qui a été mentionné dans quelques publications sur le moulage par injection de céramiques (GERMAN et al., 1997; MUTSUDDY et al., 1995; NISHIYABU et al., 2003). Même le fabricant recommande l'utilisation d'un baril et une vis d'injection faits avec de l'acier trempé. Depuis le début des essais, ces indices ont été respectés mais les pièces moulées restent grises. Il faut alors envisager d'autres alternatives. Parmi celles qui sont les plus évidents : modifier les paramètres de moulage. À l'inspection des paramètres, deux d'entre eux peuvent encourager la friction des deux médiums. En premier, le chauffage est peut-être insuffisant pour rendre le mélange moins visqueux et moins abrasif. De plus, durant l'envoi du mélange au moule, la vitesse de la vis peut être trop grande, ce qui augmente la sévérité du frottement entre le matériau et le baril. Conséquemment, deux solutions ont été proposées : augmenter la température du baril et diminuer les vitesses. Le Tableau 3.5 donne les détails de ces changements. Dans ce tableau, les températures de baril et du moule (T_{baril} et T_{moule}) sont exprimées en $^{\circ}\text{C}$; les vitesses d'injection et de dosage ($V_{\text{injection}}$ et V_{dosage}) sont en mm/s et les temps de refroidissement et d'éjection (t_{refroid} et $t_{\text{éjection}}$) sont exprimés en secondes.

Tableau 3.5 Changement des paramètres de moulage pour diminuer la contamination

Essais	Paramètres de moulage					
	T _{baril} (°C)	T _{moule} (°C)	V _{injection} (mm/s)	V _{dosage} (mm/s)	t _{refroid} (s)	t _{éjection} (s)
1	150, 152, 155	40 – 50	500 – 600	100 – 200	1 – 3	7 – 10
2	165, 162, 160	40 – 50	100 – 200	20 – 100	1 – 3	7 – 10

Dans le tableau précédent, les valeurs présentées, sauf pour la température du baril, sont en intervalles. Ceci représente l'instabilité de la machine Battenfeld. Lorsqu'une valeur est assignée à la machine, il y a souvent une marge d'erreur présente dans la machine. Par exemple, pour la vitesse d'injection du deuxième essai, lorsqu'une valeur de 150 mm/s est assignée, les pièces ont été moulées avec des valeurs entre 100 et 200 mm/s.

L'utilisation de ces nouveaux paramètres a permis de diminuer la quantité de fer dans les échantillons. La Figure 3.6 montre la différence entre les pièces moulées avant et après le changement des paramètres.



Figure 3.6 Comparaison des pièces avant et après le changement de paramètres

Les tests de LIBS indiquent que la pièce blanche contient seulement 1000 ppm de fer, comparé à 3000 ppm de fer au début des essais.

Le deuxième problème à corriger est le mauvais remplissage du moule. Le diamètre et l'épaisseur des disques sont respectivement de 25 mm et 1,5 mm pour un volume de 764 mm³. Cette valeur a été utilisée comme paramètre donné à la machine Battenfeld mais il ne semble pas être suffisant pour remplir le moule au complet. Ce problème est plus simple à corriger que le premier problème : il s'agit d'essayer d'autres volumes de dosage pour trouver la quantité de mélange nécessaire pour bien remplir le moule. Des incréments de 50 mm³ ont été essayés jusqu'au point où un excès de matériau a été noté, qui était à 900 mm³. Le compromis entre 800 et 900 mm³ serait un volume de 850 mm³.

Le dernier problème, qui n'est pas présenté dans la Figure 3.5, est la fissuration ou la rupture des pièces par le piston d'injection lors de l'éjection. Il est possible que la pièce ne soit pas encore complètement refroidie avant l'éjection et pas assez résistante pour

supporter la pression appliquée par le piston. Les changements apportés au procédé (présenté au Tableau 3.5) n'ont pas pu corriger le problème. Par contre, deux autres changements ont été essayés : la vitesse du piston a été diminuée et le temps de refroidissement a été augmenté afin de diminuer le nombre de pièces rejetées. Le Tableau 3.6 donne les valeurs comparatives de ces deux paramètres avant et après le changement.

Tableau 3.6 Deuxième changement (essais 3 à 6) des paramètres de moulage

Essais	Paramètres de moulage					
	T _{baril} (°C)	T _{moule} (°C)	V _{injection} (mm/s)	V _{dosage} (mm/s)	t _{refroid} (s)	t _{éjection} (s)
1	150, 152, 155	40 – 50	500 – 600	100 – 200	1 – 3	7 – 10
2	165, 162, 160	40 – 50	100 – 200	20 – 100	1 – 3	7 – 10
3	165, 162, 160	40 – 50	100 – 200	20 – 100	1 – 3	7 – 10
4	165, 162, 160	40 – 50	100 – 200	20 – 100	1 – 3	1 – 5
5	165, 162, 160	40 – 50	100 – 200	20 – 100	5 – 10	7 – 10
6	165, 162, 160	40 – 50	100 – 200	20 – 100	5 – 10	1 – 5

Pour chaque essai, 40 pièces ont été moulées. La quantité des pièces rejetées a été notée.

Les résultats sont présentés dans le Tableau 3.7.

Tableau 3.7 Nombre de pièces rejetées (essais 3 à 6)

Essais	Pièces rejetées
3	30
4	28
5	26
6	23

Comme le tableau l'indique, avant le changement des paramètres, 75% des pièces sont rejetés (30 sur 40). La diminution de la vitesse d'éjection ou l'augmentation du temps de refroidissement n'améliore que très peu les résultats (28 et 26 pièces rejetées). La combinaison de ces deux changements diminue le nombre de pièces rejetées, mais pas suffisamment pour rendre le moulage efficace (encore 65% de pièces rejetées).

La solution utilisée est d'éjecter les pièces manuellement. Puisque la chambre d'injection est fermée hermétiquement et ne fonctionne pas une fois ouverte, éjecter les pièces manuellement prolonge considérablement la durée de production des pièces. Le moulage n'a pas été optimisé dans cette recherche car ce n'était pas l'objectif principal de ce travail. C'est avec cette raison que le moulage n'a pas été investigué davantage.

Après toutes les corrections apportées aux paramètres de moulage, il faut regarder plus précisément les fenêtres de paramètres définies, pour identifier l'ensemble des paramètres qui donnera des pièces avec des meilleures propriétés pour le déliantage et le frittage.

3.2.3 Choix des pièces pour le déliantage et frittage

Plusieurs combinaisons de paramètres ont été testées. Cependant, seules quelques combinaisons donnent des pièces ayant des propriétés supérieures. Dans cette section, les critères utilisés pour choisir les pièces pour étudier les paramètres de déliantage et de frittage seront présentés.

3.2.3.1 Homogénéité de la poudre céramique à travers la pièce moulée

Un premier critère utilisé pour sélectionner les pièces est la distribution des particules céramiques à travers la pièce. L'hétérogénéité est souvent produite durant le moulage. Cette ségrégation entre le liant et la poudre céramique est causée soit par une vitesse de vis trop basse ou un chauffage hétérogène à travers le baril d'injection. La ségrégation est absolument à éviter car des parties plus riches en polymère s'effondreront lorsque le déliantage sera complété, quand aucun lien n'existera entre les particules. De plus, une pièce hétérogène peut causer un rétrécissement qui n'est pas uniforme lors du déliantage et du frittage (GERMAN et al., 1997). Une première façon de tester l'homogénéité des pièces est de délianter des sections tranchées et de mesurer le contenu céramique.

Les sections coupées décrites dans la section de procédures expérimentales sont déliantées thermiquement. Elles sont pesées avant et après le déliantage et la différence est utilisée pour calculer le pourcentage en poids de poudre céramique dans chaque section. Des pourcentages similaires signifient qu'aucune ségrégation n'est survenue

durant le moulage. Des lots avec des paramètres de moulage dans les extrêmes ont été sélectionnés et 10 échantillons de chaque lot sont testés. Des exemples de résultats des tests d'homogénéité sont présentés au Tableau 3.8, avec la masse (avant et après déliantage) et le contenu céramique de chaque section.

Tableau 3.8 Résultats des tests d'homogénéité

# de lot	Section	Avant déliantage (g)	Après déliantage (g)	Contenu céramique (% massique)
Batt M-6	1	0,111 ± 0,01	0,094 ± 0,01	84,69
	2	0,117 ± 0,02	0,099 ± 0,03	84,62
	3	0,122 ± 0,02	0,103 ± 0,02	84,43
	4	0,123 ± 0,01	0,104 ± 0,02	84,55
	5	0,104 ± 0,02	0,088 ± 0,02	84,62
Batt M-21	1	0,0849 ± 0,01	0,0716 ± 0,01	84,34
	2	0,0859 ± 0,02	0,0729 ± 0,01	84,87
	3	0,0919 ± 0,03	0,0778 ± 0,03	84,66
	4	0,0907 ± 0,02	0,0766 ± 0,02	84,46
	5	0,0870 ± 0,02	0,0740 ± 0,01	85,06
Batt M-24	1	0,1063 ± 0,02	0,0907 ± 0,02	85,33
	2	0,0932 ± 0,03	0,0793 ± 0,02	85,09
	3	0,1013 ± 0,02	0,0860 ± 0,03	84,90
	4	0,1088 ± 0,01	0,0926 ± 0,01	85,11
	5	0,1176 ± 0,01	0,1001 ± 0,03	85,12
Batt M-29	1	0,0995 ± 0,03	0,0845 ± 0,03	84,92
	2	0,1098 ± 0,04	0,0938 ± 0,02	85,43
	3	0,1158 ± 0,02	0,0985 ± 0,03	85,06
	4	0,1163 ± 0,01	0,0984 ± 0,04	84,61
	5	0,0986 ± 0,02	0,0842 ± 0,02	85,40

Comme les résultats l'indiquent, la quantité de liant éliminé de chaque section est très similaire, avec une moyenne de $15,14 \pm 0,3\%$ massique. Ces résultats confirment qu'aucune ségrégation entre le polymère et la céramique n'est survenue mais ce test donne l'homogénéité à l'échelle macroscopique seulement et n'aide pas à la sélection

des paramètres. Une autre méthode, la micro-dureté, a été alors utilisée afin d'aider à différencier les pièces moulées.

Lorsque les résultats des tests de micro-dureté avant le déliantage indiquent une grande différence entre les sections de la coupe transversale de l'échantillon, ceci indique que certaines parties de l'échantillon sont plus riches en liant. Des échantillons des mêmes lots que les tests de déliantage sont tranchés et montés dans l'époxy et des tests de micro-dureté sont complétés dans des coupes transversales. Les résultats sont résumés dans le Tableau 3.9.

Tableau 3.9 Résultats des tests de micro-dureté

Échantillon	Micro-dureté des positions 1 à 9 (en HV)
Batt M-6	13, 14, 15, 14, 14, 13, 14, 13, 13
Batt M-21	14, 14, 14, 15, 15, 13, 13, 14, 15
Batt M-24	15, 15, 13, 13, 14, 15, 13, 14, 14
Batt M-29	14, 14, 14, 13, 15, 14, 13, 13, 13

Encore une fois, comme les résultats de micro-dureté l'indiquent, la distribution des particules à travers les pièces est assez homogène. Après avoir étudié les deux critères, il est encore difficile de différencier les conditions de moulage. Le dernier recours est de regarder le remplissage des micro-détails et la rugosité de surface.

3.2.3.2 Qualité de surface et remplissage des micro-détails

Deux publications en particulier (GIETZELT et al., 2002; ROTA et al., 2002) indiquent que deux des critères les plus importants sont la précision de remplissage des micro-détails et la qualité de surface. Le mur entre la surface de l'échantillon et le micro-détail est idéalement droit et forme un angle de 90° avec la surface de l'échantillon. Cependant, à cause des détails très précis, cet aspect est difficile à réaliser. Des photos de MEB sont très utiles pour inspecter le remplissage des micro-détails mais aussi donnent un bon aperçu de la rugosité de surface.

Les pièces contaminées produites durant les premiers essais n'ont pas été inspectées au MEB, car elles ne seront pas déliantées et frittées. Pour tout autre condition de moulage, une pièce est choisie et deux photos de MEB sont prises à deux endroits différents. La première photo prise près de la circonférence de la pièce, où le micro-détail "65" est situé. La deuxième photo est prise au centre de la pièce, où le micro-détail "70" est situé. La Figure 3.7 est la photo de MEB avec une vue générale de la pièce, avec les parties agrandies encerclées. Les Figures 3.8 et 3.9 sont des photos avec des forts grossissements des deux parties décrites.

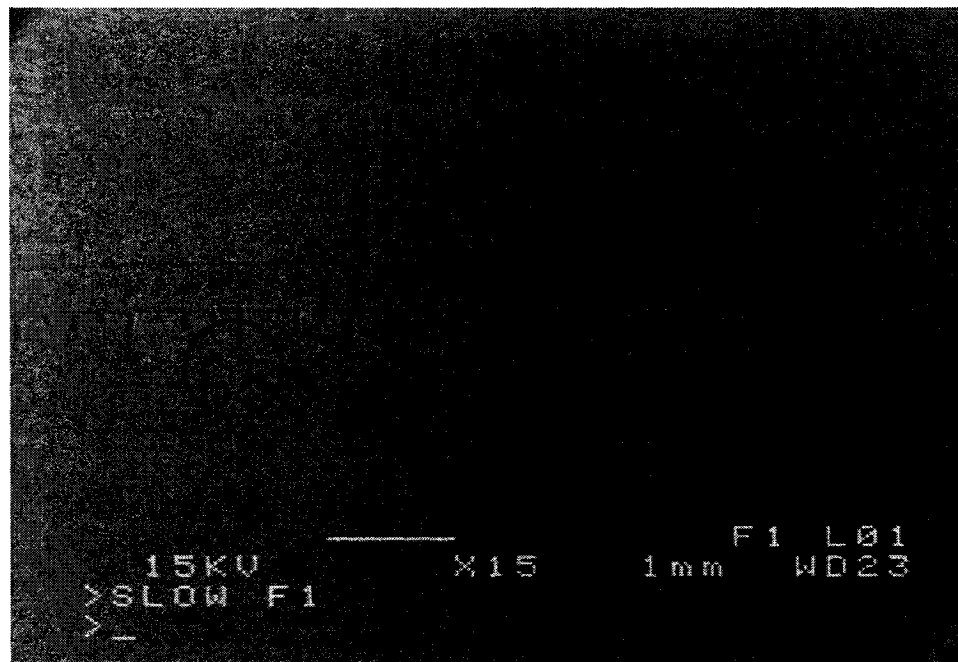


Figure 3.7 Photo MEB de l'ensemble de micro-détail

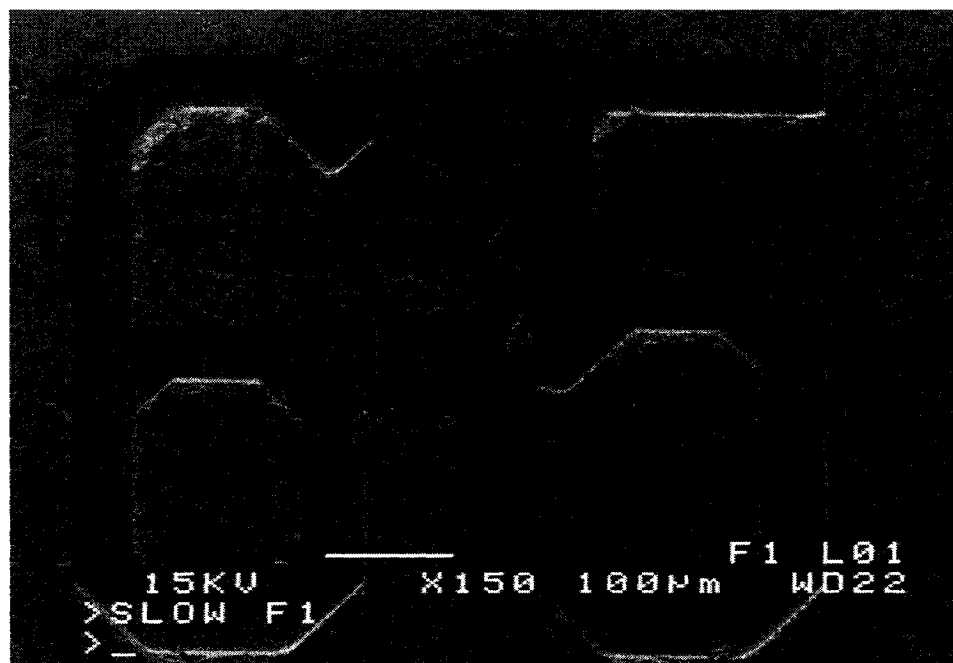


Figure 3.8 Photo MEB d'une première section agrandie

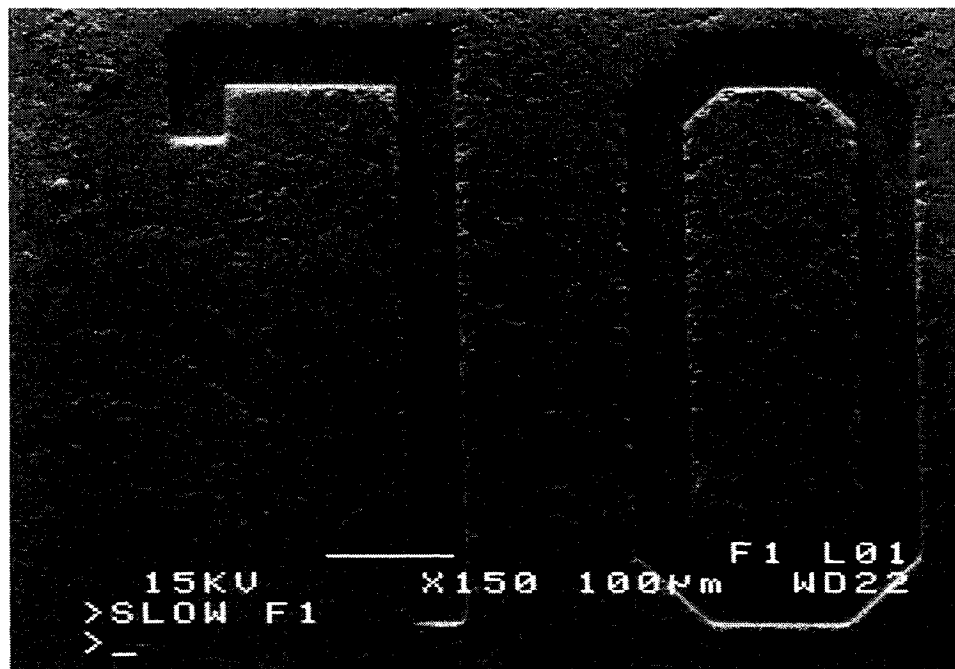


Figure 3.9 Photo MEB de la deuxième section agrandie

À partir des photos de MEB, il est évident que la qualité de surface n'est pas parfaite. En effet, les mesures montrent que les pièces ont des valeurs de rugosité allant de 15 μm à 25 μm . Les mêmes lots sélectionnés pour les mesures d'homogénéité sont inspectés pour la rugosité de surface et le Tableau 3.10 donne ces résultats.

Tableau 3.10 Rugosité de surface des pièces moulées

Identification d'échantillon (# de lot)	Rugosité de surface (μm)
Batt M-6	$19,6 \pm 0,2$
Batt M-21	$21,0 \pm 0,7$
Batt M-24	$24,9 \pm 0,5$
Batt M-29	$23,4 \pm 0,8$

À partir de ces mesures, il existe évidemment une différence de qualité de surface mais la différence n'est pas suffisante pour bien discriminer certains lots.

Un dernier aspect à regarder est la précision de remplissage des micro-détails. Des photos de MEB prises avec une inclinaison peuvent très bien démontrer cette propriété et la Figure 3.10 l'indique bien.

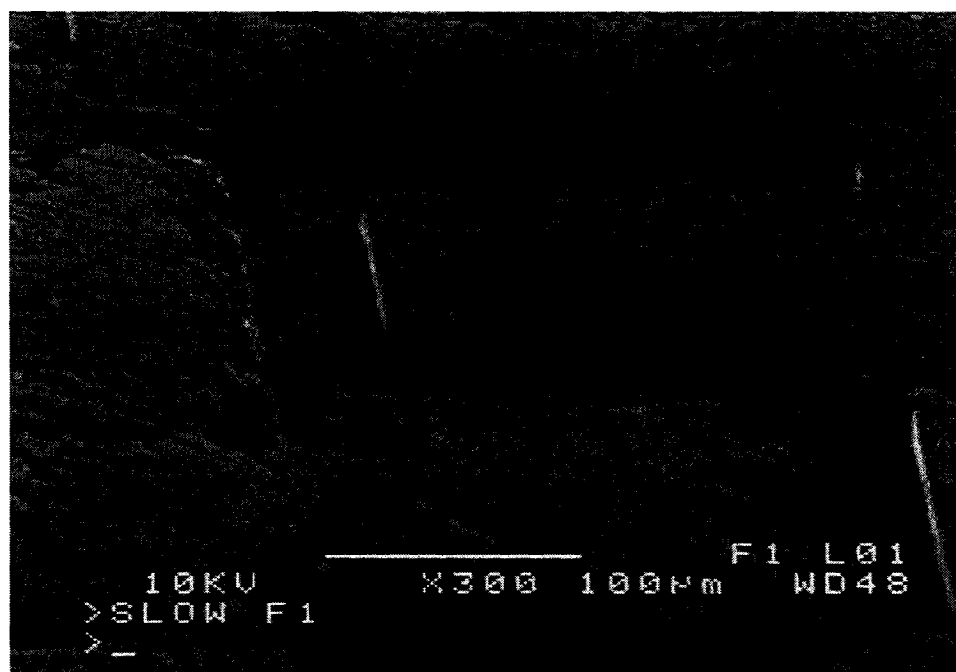


Figure 3.10 Photo MEB prise avec inclinaison

Ceci est un exemple d'une pièce bien moulée. Au contraire, la Figure 3.11 montre une pièce qui a été rejetée suite au déliantage et au frittage. Ces pièces sont rejetées car le remplissage des micro-détails n'est pas complet et une fois déliantées, la forme et la précision des détails seront perdues.

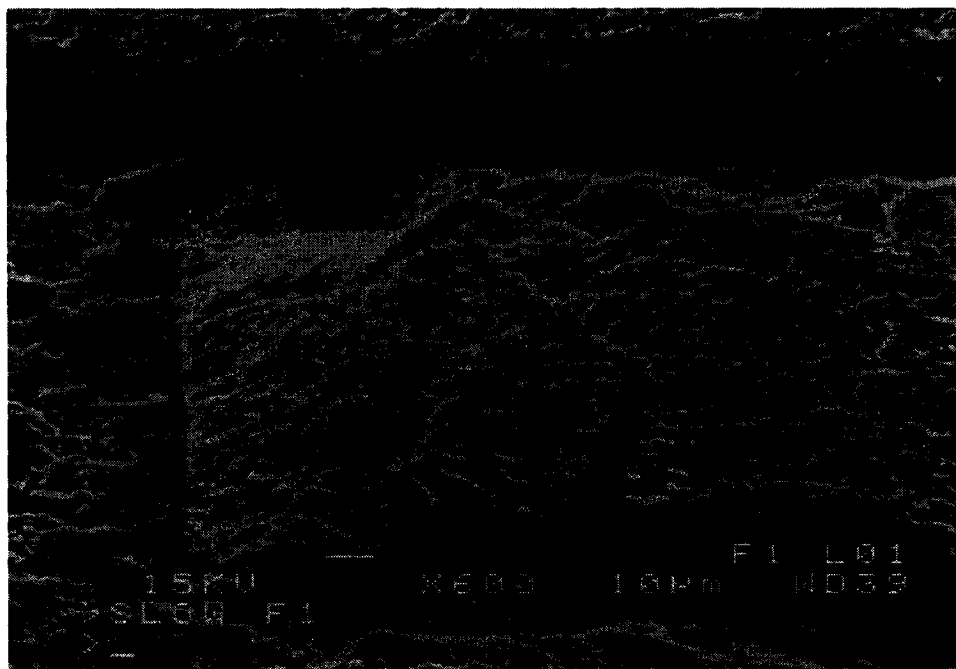


Figure 3.11 Photo MEB de détail d'une pièce rejetée

Après maintes observations, on constate que les lots Batt M-6 et M-21 ont permis d'observer des pièces plutôt acceptables, principalement parce qu'elles sont moulées sous les mêmes conditions. Plusieurs pièces de ces deux lots ont alors été sélectionnées afin de tester les conditions de déliantage et de frittage.

3.2.3.3 Gauchissement et rugosité des pièces après l'étape de moulage

Le gauchissement est une propriété importante observée dans le cadre de cette recherche. Pour fins de comparaison et suivi des traitements thermiques, les mesures de gauchissement sont faites après les opérations de moulage et de frittage. Durant l'étape

de moulage, plusieurs paramètres peuvent contribuer au gauchissement de la pièce. Par exemple, si la pression appliquée par la machine à la pièce n'était pas suffisante ou uniforme, les pièces ont tendance à gauchir car le bord refroidit en premier, ce qui crée un gradient de température. De plus, éjecter la pièce lorsqu'elle est encore fragile peut causer la rupture de la pièce, sinon un gauchissement considérable (MUTSUDDY et al., 1995). L'ampleur du gauchissement, au cours du déliantage et du frittage, évoluera et pourra autant diminuer qu'augmenter. Il faut prendre en considération le gauchissement de départ afin d'évaluer correctement l'influence des conditions sur cette propriété.

La méthode utilisée pour observer le gauchissement est la profilométrie. À cause du délai des mesures, qui peuvent durer environ 40 minutes, seuls 10 pièces des lots sélectionnés ont été testées. La Figure 3.12 est un exemple du résultat du test de profilométrie.

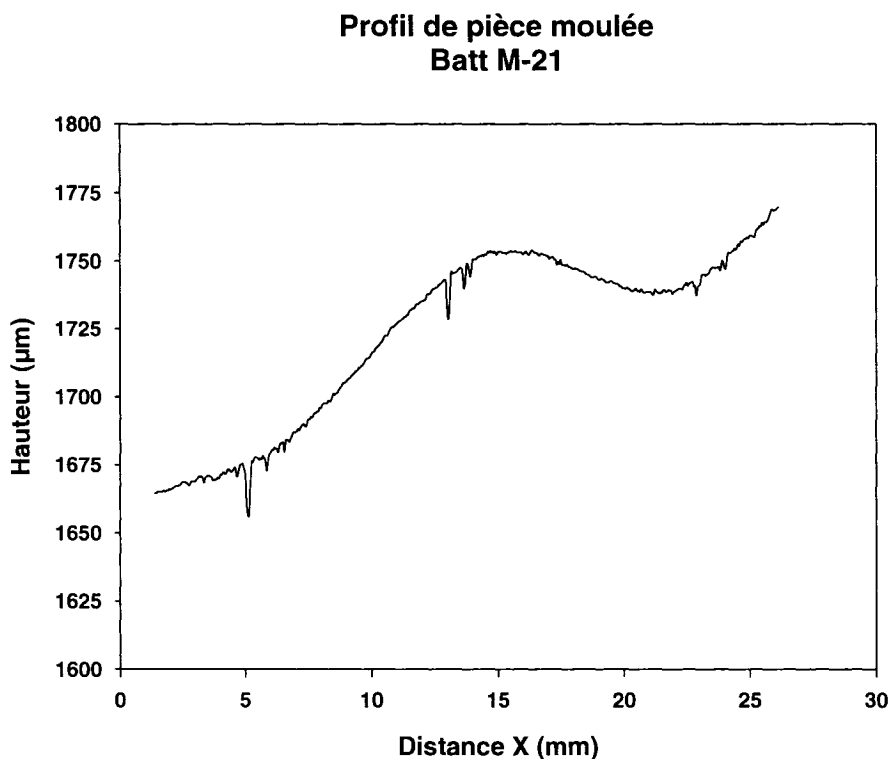


Figure 3.12 Exemple de résultat de profilométrie, Batt M-21

Ce profil a été obtenu en faisant un balayage sur le côté où les micro-détails sont situés (le côté opposé du piston d'injection). Le bruit observé dans le graphique peut provenir de deux facteurs principaux. Ces graphiques montrent la rugosité de surface mais c'est surtout des artéfacts de mesure créés par le laser. De plus, un autre défaut peut être observé : les minimums ne sont pas à la même hauteur. Les mesures d'épaisseur indiquent que la pièce est uniformément épaisse, mais c'est plutôt le support qui est très légèrement incliné (75 μm). Malheureusement, le logiciel utilisé ne permet pas la correction de ce défaut de balayage mais il peut être accommodé durant le calcul du gauchissement. La valeur de gauchissement est la différence entre les maximums et les minimums du profil. En prenant une moyenne des minimums et en considérant cette

moyenne comme le point minimum, le problème est résolu. La valeur du gauchissement dans cet exemple est d'environ 75 μm et les valeurs moyennes mesurées dans les deux autres lots sont données dans le Tableau 3.11.

Tableau 3.11 Valeurs de gauchissement des pièces après le moulage

Lots	Valeurs de gauchissement (μm)
Batt M-6	90 ± 20
Batt M-21	100 ± 25

À première vue, ces valeurs de l'ordre d'environ 100 μm , ne semblent pas très grandes. Cependant, lorsque les détails sont de très petites tailles (comme dans le cas du présent insert), un gauchissement initial de 90 μm peut être très dommageable comme résultat final du procédé.

Des pièces moulées avec différents paramètres sont testées mais des valeurs similaires de gauchissement sont observées. En fait, les pièces du lot Batt M-6, avec un gauchissement moyen de 90 μm , ont donné les plus petites valeurs de gauchissement. Les autres conditions de moulage semblent gauchir encore plus les pièces. Il est évident qu'une autre origine de gauchissement est présente durant le moulage. C'est à ce moment-ci que l'inspection des dimensions de l'insert est nécessaire.

Trois mesures de gauchissement ont été complétées sur la surface de l'insert afin de s'assurer de la reproductibilité des résultats. La moyenne obtenue de ces évaluations

montre que l'insert possède quand même un gauchissement de 15 μm . Cette valeur, quoique petite, doit être mis en considération lors de l'analyse du gauchissement après le frittage.

Après la sélection des pièces pour les traitements thermiques, la prochaine étape consistait à tester les conditions de déliantage à l'eau.

3.3 Déliantage à l'eau

3.3.1 Essais de déliantage avec les paramètres fournis par Inmatec

Comparé à l'étape de moulage, le déliantage est bien plus simple. Il est indiqué que la première portion du système de liant peut être éliminée en submergeant les pièces moulées dans de l'eau du robinet, à la température ambiante pour une période de 24 heures. Pour les premiers essais, ces conditions ont été utilisées mais les résultats n'ont pas été aussi satisfaisants que prévus. Afin de savoir si le déliantage à l'eau était complété, il ne faut que mesurer la perte de poids des pièces durant le traitement. Le test de TGA indique qu'il y a 15% poids de liant présent dans le mélange. La quantité (en g) de liant total peut être déterminée avec le poids initial de la pièce. Après le déliantage, la perte de poids de la pièce est mesurée. Le rapport entre ces valeurs (la perte de masse et la quantité de liant) représente la portion de liant éliminé. Par ailleurs, le test de Soxhlet et les données du fabricant donnent un taux de déliantage d'environ 40%.

Pourtant, les résultats présentés dans le Tableau 3.12 présentent un scénario complètement différent.

Tableau 3.12 Perte de poids des pièces après le déliantage à l'eau

Échantillon	Poids avant déliantage (g)	Poids après déliantage (g)	Quantité de liant dans la pièce (g)	Portion de liant éliminé (%)
Man – 3	4,8717	4,8090	0,7308	8,57
Man – 4	4,8955	4,8764	0,7343	2,60
Batt 1-1	1,9898	1,9807	0,2985	3,05
Batt 3-1	1,8644	1,8533	0,2797	3,97

La quantité maximale de liant éliminé est seulement de 8,57%, ce qui est très loin d'un taux de 40%, mentionné par le fabricant. Leurs conditions de déliantage ne sont pas aussi performantes qu'ils font croire. Il n'est pas acceptable de procéder à la prochaine étape sans bien avoir délianté les pièces. C'est pourquoi d'autres paramètres sont testés afin d'améliorer le taux de déliantage.

3.3.2 Changement des conditions de déliantage à l'eau

Afin d'améliorer les résultats de déliantage à l'eau, plusieurs pièces aléatoires (du même lot) sont choisies pour différentes conditions de déliantage. Les détails de ces conditions

ont été présentés dans la section des procédures expérimentales, plus précisément dans le Tableau 2.8.

Les résultats de déliantage, exprimés en pourcentages de perte de poids, sont présentés dans le Tableau 3.13.

Tableau 3.13 Résultats des essais de déliantage à l'eau

	Portion de liant éliminé (%)			
Durée (h)	Test 1	Test 2	Test 3	Test 4
24	13,98 ± 1,75	24,64 ± 2,28	35,66 ± 1,92	38,48 ± 2,25
48	28,99 ± 1,89	33,56 ± 3,13	36,94 ± 1,55	38,75 ± 1,02
72	30,82 ± 2,47	36,33 ± 2,75	38,00 ± 1,86	38,83 ± 1,13

L'influence de l'augmentation de température et de l'addition de l'agitation est présentée dans la Figure 3.13.

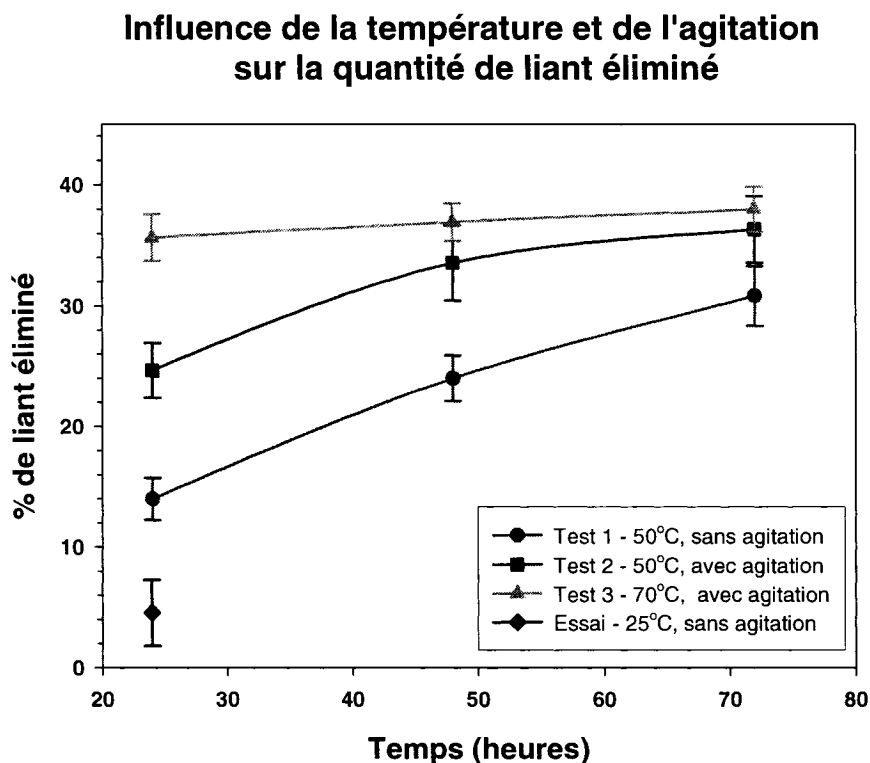


Figure 3.13 Comparaison des résultats de déliantage à l'eau

L'augmentation de température, même d'un petit écart de 25°C, améliore déjà le déliantage et élimine 10% de plus de liant dans la pièce. Le même comportement peut être confirmé en comparant les tests 2 et 3. Une augmentation de température d'un 20°C supplémentaire (50 à 70 °C) a aussi permis d'augmenter la quantité de liant éliminé par 10%. L'augmentation de la température permet au liant de se dissoudre davantage et de s'échapper à travers la porosité (GERMAN, 2003). Cependant, la température ne doit pas être trop élevée car ceci causerait l'élimination d'autres composants du système de liant. La température maximale de 70°C est choisie car le test de DTA indique que la fusion du premier constituant du liant a lieu entre 50 et 80°C. L'augmentation de température n'était pas suffisante pour éliminer tout le liant déliantable à l'eau.

Lorsqu'il n'existe pas de porosités suffisantes pour que le liant s'échappe, il est inutile d'augmenter la température (JI et al., 1998). C'est à ce moment que l'agitation a été introduite dans le bain. Les tests 1 et 2 sont complétés à la même température, mais la différence entre eux est une addition d'agitation, accomplie avec un agitateur magnétique. Les résultats indiquent qu'un ajout d'agitation permet l'élimination d'environ 10% de plus de liant, avec un délai de 24 heures. L'explication possible pour cette augmentation est que l'agitation libère plus de porosités, ce qui permet le liant de s'échapper plus facilement. La portion de liant éliminé est augmentée à 36%, ce qui s'approche de la quantité maximale de liant à éliminer de 40%.

L'effet d'utiliser l'eau déminéralisée sur la quantité de liant éliminé est présenté dans la Figure 3.14.

Influence de l'eau déminéralisée sur la quantité de liant éliminé

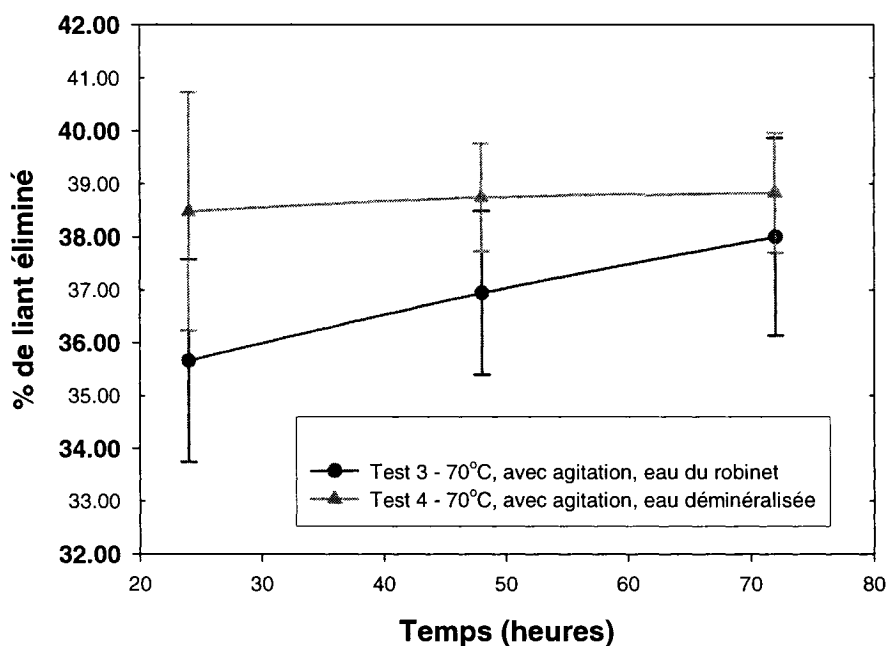


Figure 3.14 Influence de l'eau déminéralisée sur la quantité de liant éliminé

Comme le graphique l'indique, l'eau déminéralisée est plus performante que l'eau du robinet. En utilisant de l'eau déminéralisée, pour une période de 24 heures, 3% de plus de liant peut être éliminé. Il est possible qu'avec l'absence des impuretés dans l'eau du robinet, la solubilité du liant est augmentée dans le solvant, ce qui aide à l'éliminer plus efficacement.

Une dernière observation des résultats présentés dans les Figures 3.14 et 3.15 est que la prolongation de la durée de déliantage n'augmente pas considérablement le liant éliminé. Pour le déliantage à 70°C, le pourcentage de liant additionnel éliminé est très faible

(moins de 1%) et cette petite augmentation ne justifie pas une durée plus longue du procédé.

En conclusion de ces tests de déliantage à l'eau, les conditions déterminées pour les déliantages ultérieurs sont résumées dans le Tableau 3.14.

Tableau 3.14 Conditions optimales de déliantage à l'eau

Durée	24 heures
Température	70°C
Moyen de déliantage	Eau déminéralisée
Agitation	Oui

CHAPITRE 4

RÉSULTATS ET DISCUSSIONS – DÉLIANTAGE THERMIQUE ET FRITTAGE

Dans cette deuxième partie des résultats et discussions, l'analyse s'est concentrée sur les étapes de déliantage thermique et de frittage. Un des buts de cette recherche est de trouver des conditions favorables pour ce procédé qui permettent de produire des pièces précises de qualité. Le seul paramètre étudié durant le déliantage thermique et le frittage est le type de support utilisé pour soutenir la pièce dans le four. Afin de classer ces supports, les résultats de rétrécissement, d'imagerie MEB, de rugosité de surface et de profilométrie sont présentés.

4.1 Déliantage thermique – causes possibles des pièces brisées ou fissurées

Les pièces déliantées sont souvent très fragiles car seuls les liens faibles existent entre les particules. De plus, il est très difficile d'inspecter ces pièces et d'obtenir des mesures de rugosité et de gauchissement. Afin de minimiser les manipulations entre les deux dernières étapes, les pièces ont été déliantées et frittées sur le même support. C'est seulement à la fin du procédé complet que l'influence de ce paramètre peut être observée. Après l'étape de frittage, il est important d'inspecter les pièces afin de s'assurer qu'elles sont intactes et ne sont pas fissurées. La figure 4.1 est un exemple d'une pièce fissurée.

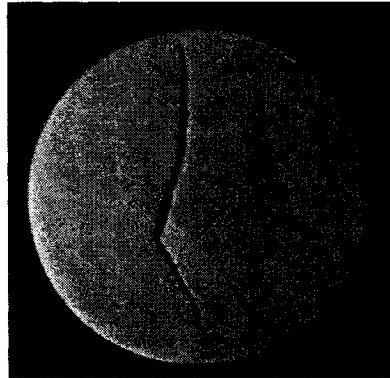


Figure 4.1 Pièce fissurée après frittage

Entre les étapes de déliantage thermique et de frittage, un polymère squelette doit demeurer présent afin de garder un lien entre les particules. Au début du frittage, ce polymère est éliminé avec un plateau à basse température (dans ce cas-ci, 600°C). Durant ce maintien en température, la porosité du support de frittage utilisé pour supporter la pièce dans le four de frittage peut influencer la quantité de liant éliminé. Un support avec une porosité adéquate peut laisser passer le reste du liant, tandis qu'un support dense ne laisse pas le liant s'échapper facilement de la pièce sur cette surface de contact. Le polymère maintenant transformé en forme gazeuse lors de sa décomposition, crée une grande pression dans la porosité de la pièce qui peut provoquer la fissuration de la pièce. C'est pour cette raison que différents supports de frittage sont essayés. Les taux de déliantage, comparés avec la proportion des pièces rejetées, sont présentés au Tableau 4.1. On peut faire référence au Tableau 2.11 pour les différents types de support utilisés. Pour chaque test, 6 essais ont été complétés afin d'obtenir une bonne représentation des résultats.

Tableau 4.1 Taux de déliantage et rejet des pièces

Test	Quantité de liant éliminé (%)	Pièces fissurées / brisées (%)
F1	87,65 ± 1,61	33,33
F2	92,64 ± 0,79	33,33
F3	91,76 ± 3,37	33,33
F4	88,34 ± 11,42	0
F5	90,86 ± 2,34	33,33
F6	91,61 ± 8,11	16,77
F7	96,95 ± 1,54	0
F8	97,63 ± 1,44	0
F9	99,32 ± 1,00	0
F10	94,84 ± 2,99	0

Les taux de déliantage sont assez hauts (entre 85 et 99%). Le test F9, dans lequel la pièce est entourée de poudre d'alumine, connaît le meilleur taux de déliantage parmi tous les autres tests (près de 100%). Ce type de support est plus poreux que de l'alumine dense, qui permet à plus de liant à passer à travers. Avec l'absence du liant, les ponts entre les particules se font plus facilement. Les supports de frittage fait avec des billes d'alumine (F5 et F6) semblent aussi être efficaces, mais le taux de déliantage n'est pas assez élevé et on observe encore des pièces fissurées. Il est possible que les points de

pression créés par les billes d'alumine soient trop concentrés. L'espace entre chaque bille est très grand, ce qui donne la chance à la pièce de s'effondrer. Pour cette première analyse, deux supports se sont avérés efficaces : les billes d'alumine et la poudre d'alumine (un ou deux côtés, F7 à F10). Après avoir éliminé les pièces brisées ou fissurées, il faut approfondir l'analyse des pièces avec d'autres critères, afin de bien classer l'efficacité des supports de frittage.

4.2 Frittage des pièces fabriquées par μ -PIM

4.2.1 Rétrécissement et densification des pièces

Au μ -PIM, le rétrécissement et la densification sont souvent comparés au même instant. Ces deux propriétés sont interdépendantes et en principe, directement proportionnelles. La plupart des procédés en métallurgie des poudres, dont le μ -PIM fait partie, sont capables de produire des pièces de haute densité (presque 100%). Cependant, un rétrécissement est toujours associé à une densification aussi élevée, ce qui peut grandement influencer les propriétés de la pièce. Ceci est d'autant plus vrai en moulage par injection de poudre où la densité à vert est faible avant frittage. Une très faible non uniformité de variation dimensionnelle peut changer l'aspect des pièces (gauchissement). Il est alors nécessaire de s'assurer que la densification est élevée, et que localement, chaque partie de la pièce démontre des valeurs de rétrécissement semblables. Dans cette section, le rétrécissement et la densité des pièces sont comparés afin de distinguer l'influence des supports de frittage utilisés.

4.2.2 Rétrécissement macroscopique et densité des pièces

Le premier aspect à examiner est le rétrécissement macroscopique, correspondant à la différence de diamètre entre les pièces moulées et frittées. La densification et le rétrécissement (exprimées en %) sont présentés au Tableau 4.2.

Tableau 4.2 Valeurs de rétrécissement des pièces frittées

Test	Rétrécissement linéaire macroscopique (%)	Densification (%)
F1	$16,87 \pm 0,80$	$97,69 \pm 0,57$
F2	$16,24 \pm 0,14$	$97,64 \pm 0,29$
F3	$16,67 \pm 0,89$	$98,96 \pm 0,54$
F4	$16,91 \pm 0,73$	$99,24 \pm 0,90$
F5	$16,34 \pm 0,65$	$98,89 \pm 0,42$
F6	$16,51 \pm 0,60$	$99,83 \pm 0,53$
F7	$17,20 \pm 0,51$	$99,60 \pm 0,36$
F8	$17,25 \pm 0,37$	$99,50 \pm 0,20$
F9	$16,51 \pm 0,79$	$99,63 \pm 0,66$
F10	$16,98 \pm 0,32$	$99,81 \pm 0,71$

Ces résultats, sous forme de graphique, sont présentés à la Figure 4.2.

Rétrécissement macroscopique et densification des pièces

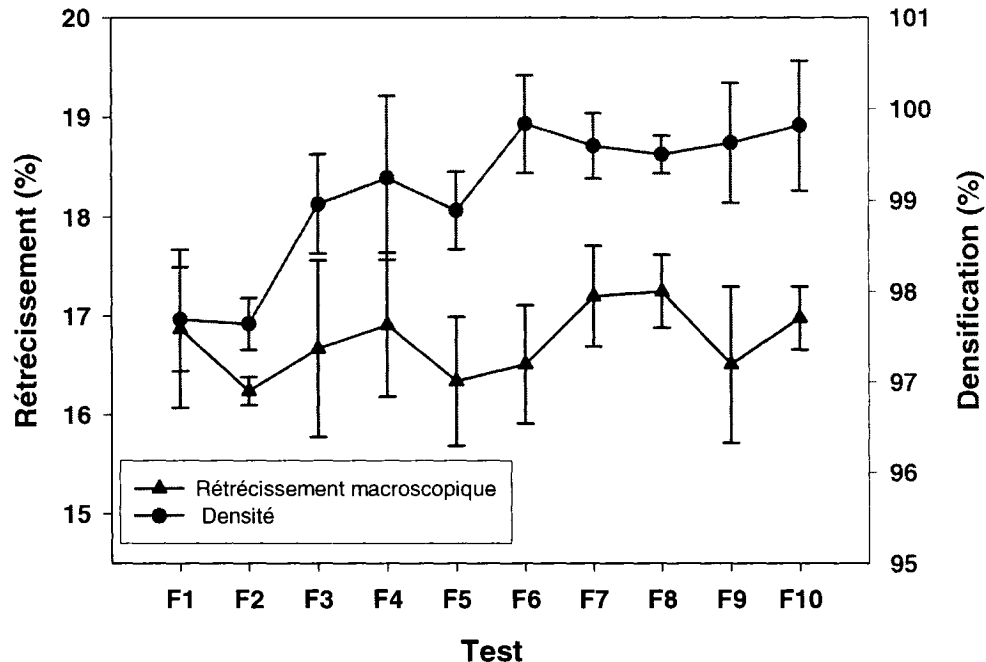


Figure 4.2 Rétrécissement et densification des pièces après frittage

La valeur de rétrécissement prédite par le manufacturier est d'environ 16,5%. Comme le graphique l'indique, les résultats de rétrécissement sont semblables à ceux du manufacturier et la tendance suit bien celle de la densification. Les billes d'alumine (test F2) semblent bien limiter le rétrécissement, mais ne donnent pas une haute densification comparée aux autres supports de frittage. Encore une fois, les supports faits avec un lit de poudres d'alumine semble être plus performantes (tests F9 et F10). Pourtant, il existe seulement une très petite différence entre les volumes de rétrécissement et de densification, il est difficile de conclure sur l'efficacité des supports de frittage à partir des mesures macroscopiques. C'est à ce moment que le rétrécissement mesuré à

l'échelle microscopique est utilisé afin de bien voir l'influence de différents supports de frittage.

4.2.3 Rétrécissement microscopique (observé à partir des micro-détails)

Afin d'observer le rétrécissement au niveau microscopique, les résultats de profilométrie après le frittage sont utilisés. Avec un balayage de précision sur une aire de 6 cm², une image des micro-détails est générée. Un exemple d'une pièce frittée est présenté à la Figure 4.3.

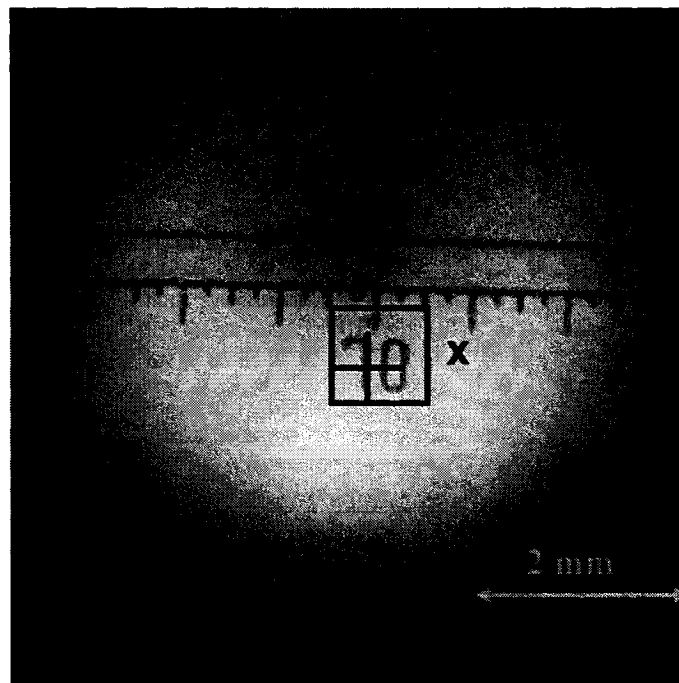


Figure 4.3 Exemple d'image de profilométrie d'une pièce frittée (Batt M-6-1)

Une fois que ce résultat est obtenu, une région (indiquée par le carré) et un point (indiqué par la croix) sont sélectionnés. À l'aide d'une fonction disponible dans le

logiciel, les profils de hauteur le long des lignes X et Y autour du point d'intersection peuvent être représentés sous forme de graphique. Le graphique de la ligne de X de cet exemple est présenté à la Figure 4.4.

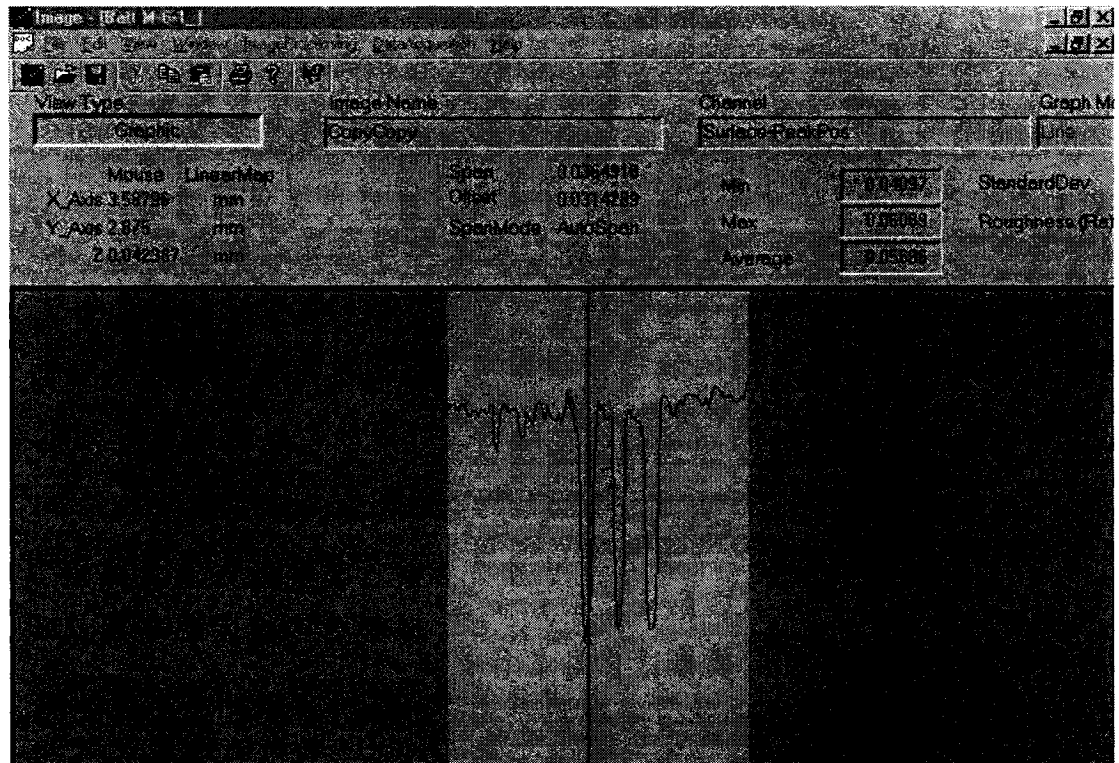


Figure 4.4 Profil des micro-détails suivant l'axe X

La section au centre, en gris plus pâle, représente la section sélectionnée et les trois points minimaux sont les canaux des micro-détails (le manche du chiffre "7" et les deux parties verticales du chiffre "0"). Avec ces tracés, il est possible de mesurer la largeur des micro-détails après le moulage et après le frittage afin de pouvoir déterminer le rétrécissement microscopique. Le rétrécissement est calculé à partir de la largeur du même micro-détail (le manche du chiffre "7") afin d'avoir la même base de comparaison.

Ces résultats, avec les valeurs de rétrécissement macroscopiques, sont présentés dans le Tableau 4.3.

Tableau 4.3 Rétrécissement microscopique

Test	Rétrécissement linéaire microscopique (%)	Rétrécissement linéaire macroscopique (%) (Valeurs présentées dans la section précédente)
F1	20,34 ± 0,62	16,87 ± 0,80
F2	20,55 ± 0,81	16,24 ± 0,14
F3	18,62 ± 0,52	16,67 ± 0,89
F4	19,88 ± 0,45	16,91 ± 0,73
F5	17,94 ± 0,87	16,34 ± 0,65
F6	16,52 ± 0,49	16,51 ± 0,60
F7	18,37 ± 0,16	17,20 ± 0,51
F8	19,29 ± 0,72	17,25 ± 0,37
F9	17,28 ± 0,45	16,51 ± 0,79
F10	16,97 ± 0,97	16,98 ± 0,32

Ces valeurs sont présentées sous forme de graphique à la Figure 4.5.

Rétrécissement microscopique et densification des pièces

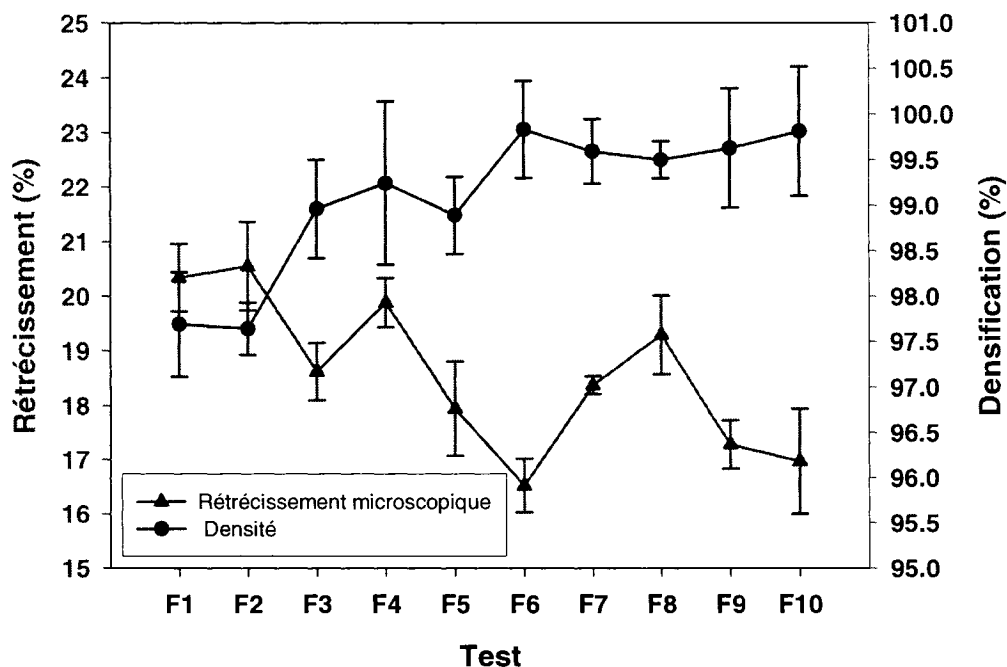


Figure 4.5 Rétrécissement microscopique des pièces après le frittage

Avec ces valeurs, il est possible de classer les surfaces de frittage. Parmi ces surfaces, celles utilisées dans les tests F6, F9 et F10 paraissent supérieures pour obtenir une densification plus élevée. Cette différence a aussi été observée dans une publication par Nishiyabu, qui a obtenu une différence de moins de 1% de rétrécissement observée en changeant les supports de frittage (NISHIYABU et al., 2003). Avec les résultats obtenus des sections précédentes, le support de frittage fait avec un lit de poudre semble donner les meilleurs résultats.

Avant de passer à l'analyse suivant, il est intéressant de comparer les valeurs de rétrécissement macroscopique et microscopique. La Figure 4.6 présente cette comparaison sous forme de graphique.

Comparaison entre le rétrécissement macroscopique et microscopique

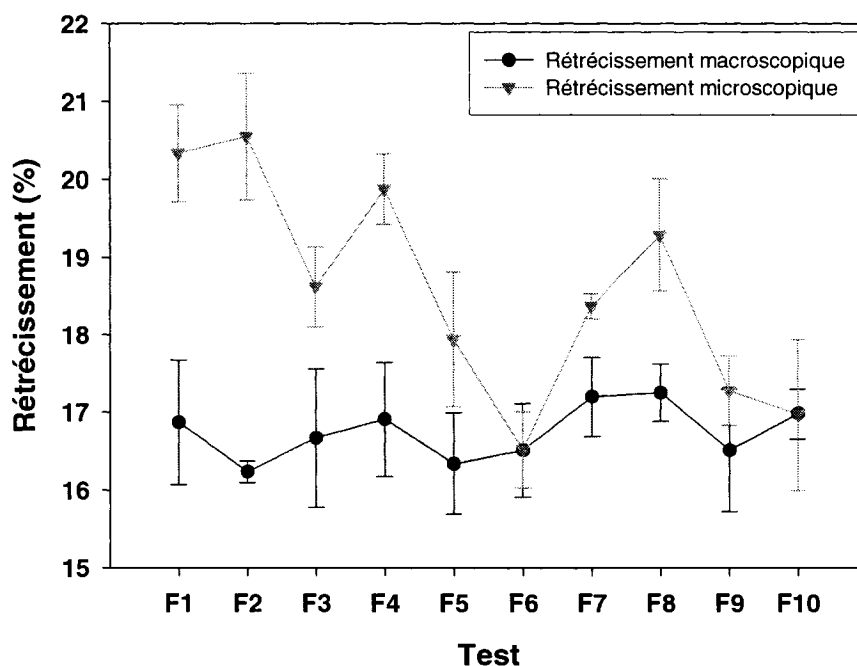


Figure 4.6 Comparaison entre le rétrécissement macroscopique et microscopique

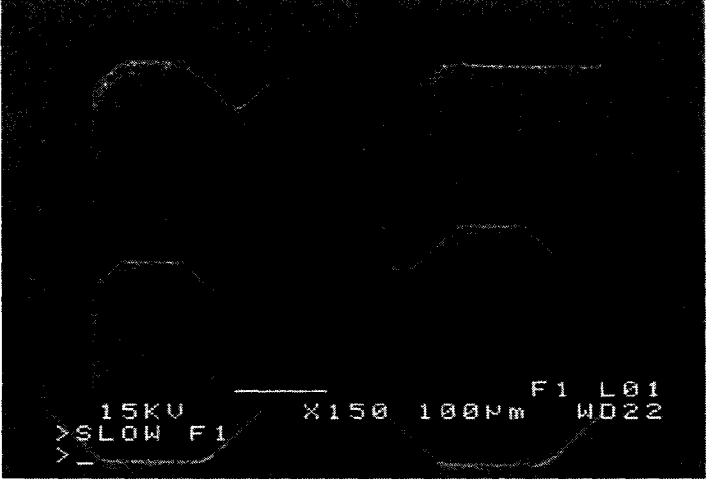
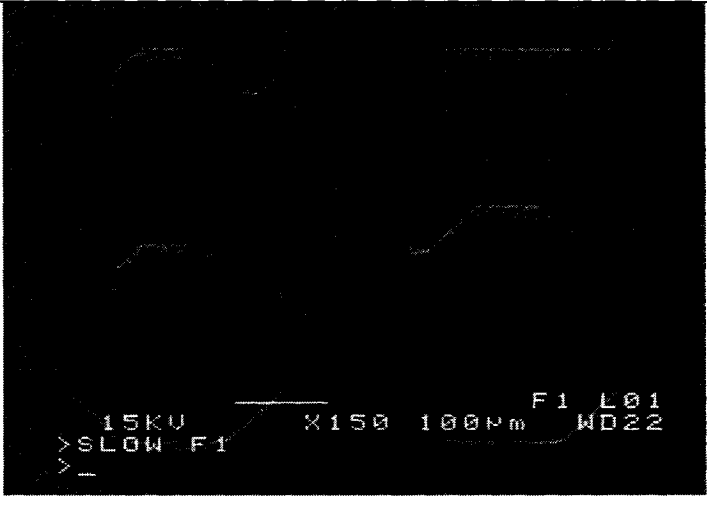
Comparé aux valeurs de rétrécissement macroscopique, les valeurs de rétrécissement microscopique sont bien plus élevées et elles sont toutes au dessus de la valeur fournie par le manufacturier. Comme mentionné auparavant, le rétrécissement est inévitable, mais l'idéal est de le contrôler afin de s'assurer qu'il est uniforme à travers la pièce. Lorsque les valeurs du rétrécissement macroscopique et microscopique sont semblables, ceci est une bonne indication de l'uniformité du rétrécissement à travers la pièce. La Figure 4.6 montre que les conditions F9 et F10 procurent un rétrécissement semblable au niveau macroscopique et microscopique, ce qui les classe dans les meilleures conditions de frittage.

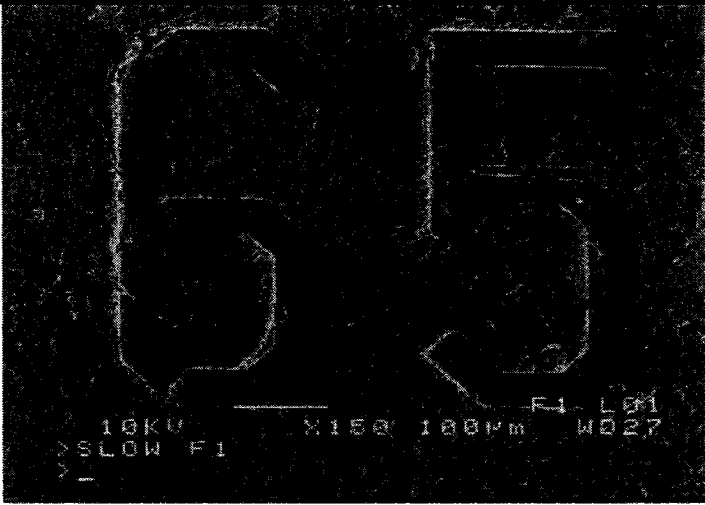
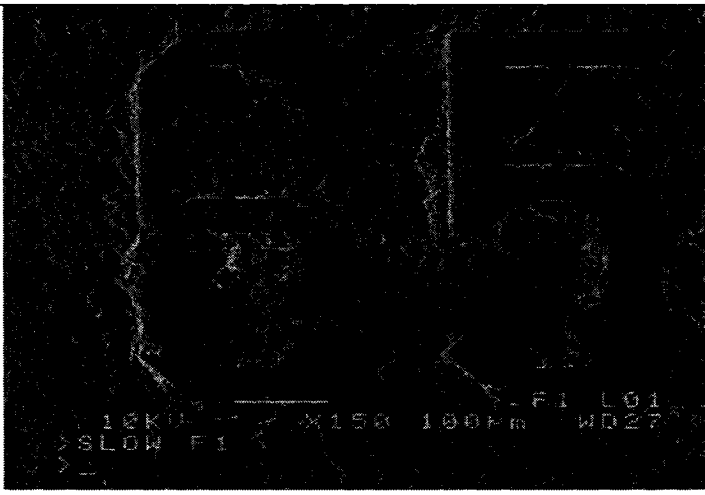
4.3 Imagerie par MEB et mesures de rugosité

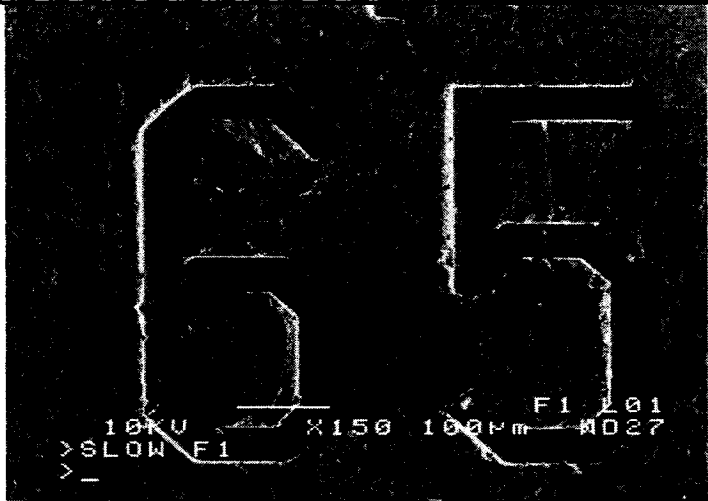
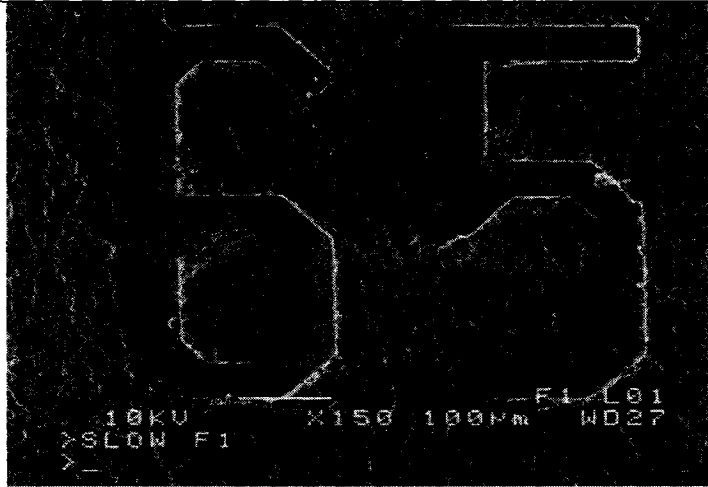
Les photos de MEB sont utiles pour observer les changements que le frittage apporte à la précision des micro-détails. Cependant, cette méthode donne des résultats qualitatifs et les nuances sont difficiles à constater. C'est pourquoi dans cette section, les photos de MEB sont associées avec les mesures de rugosité pour déterminer comment le frittage peut changer cette propriété, et si les différents supports de frittage peuvent avoir une influence sur ces propriétés.

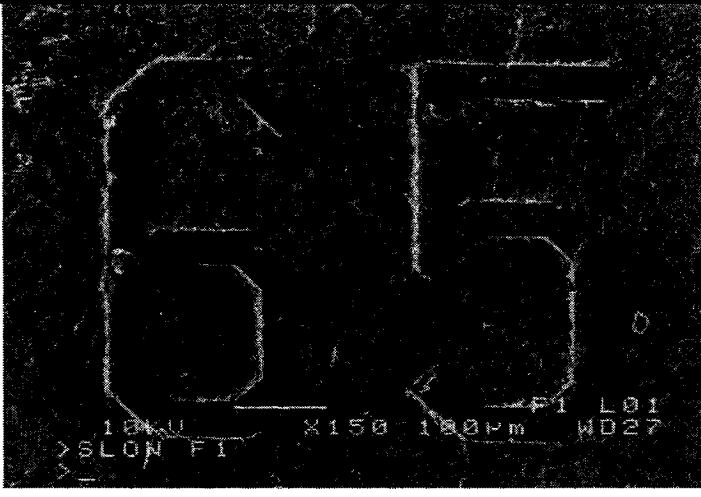
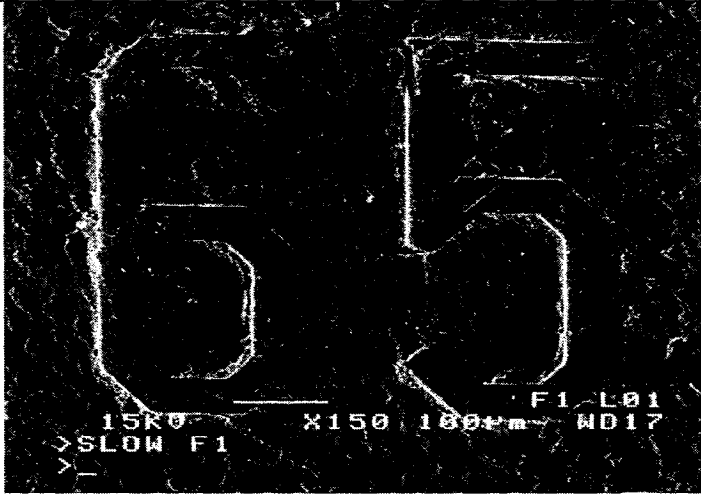
Des photos de MEB prises après le moulage ont été présentées dans le chapitre précédent, lors de la sélection des pièces pour le frittage. Les photos de MEB après le frittage sont légèrement différentes de celles après le moulage. Dans le Tableau 4.4, les photos de MEB d'une pièce des lots Batt M-6 et Batt M-21 à l'état moulé sont présentées. Ensuite, les photos des pièces frittées sur des supports différents et leurs valeurs de rugosité sont comparées. Ces mesures sont effectuées dans une région sur la pièce qui est en dehors des micro-détails, perpendiculaire à ceux-ci.

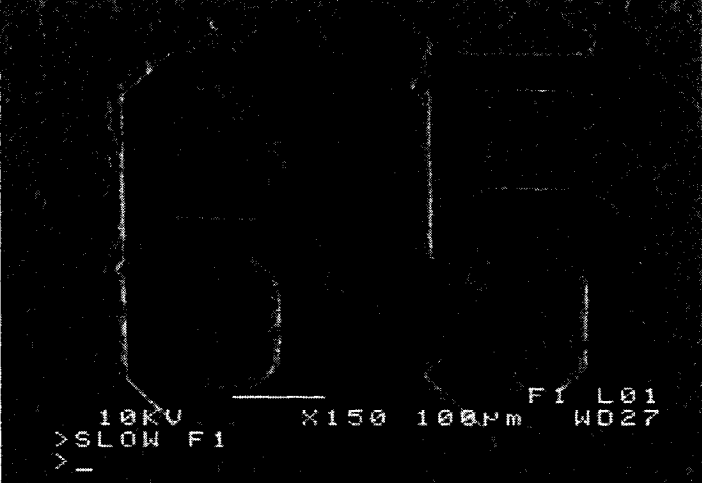
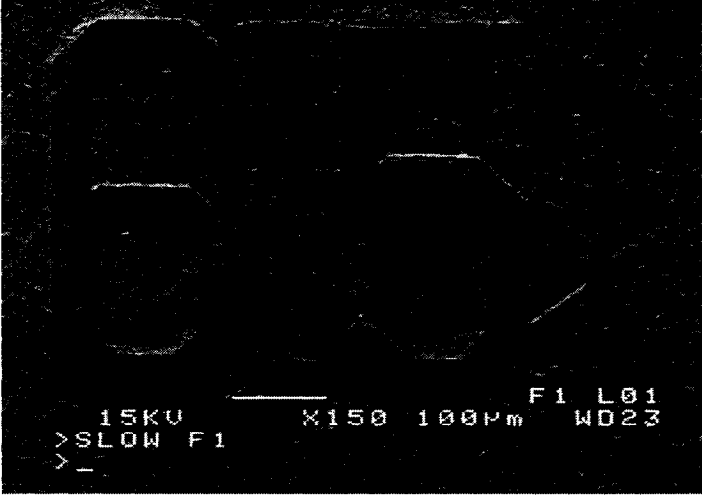
Tableau 4.4 Photo MEB et valeurs de rugosité des pièces du lot Batt M-6

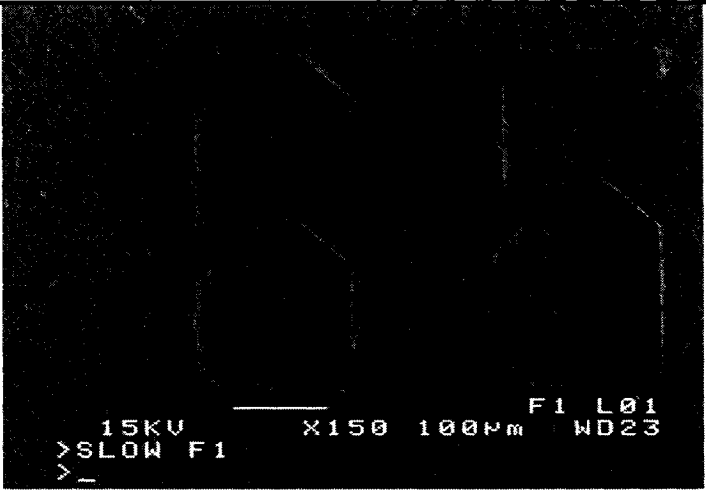
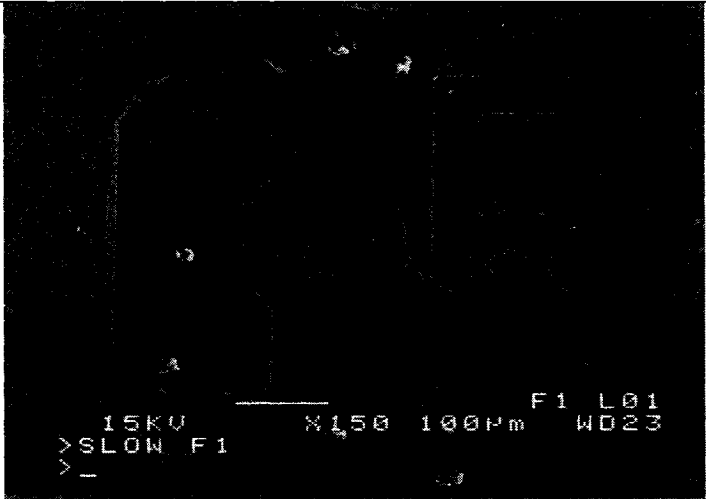
État / Test	Photo MEB	Rugosité
Moulé (Lot M-6)		19,6 µm
Moulé (Lot M-21)		21,0 µm

État / Test	Photo MEB	Rugosité
F1 (Billes d'alumine)	 Scanning electron micrograph (SEM) showing the surface morphology of alumina beads (F1). The image displays a granular texture with some larger, irregular features. Technical data at the bottom reads: 10KV X150 100µm WD27. F1 L01 SLOW F1.	17,5 µm
F2 (Billes d'alumine)	 Scanning electron micrograph (SEM) showing the surface morphology of alumina beads (F2). The image displays a granular texture with some larger, irregular features. Technical data at the bottom reads: 10KV X150 100µm WD27. F1 L01 SLOW F1.	18,6 µm

État / Test	Photo MEB	Rugosité
F3 (Feuille d'alumine) (provenant du lot M-21)		12,5 µm
F4 (Feuille d'alumine) (provenant du lot M-21)		14,8 µm

État / Test	Photo MEB	Rugosité
F5 (Alumine dense) (provenant du lot M-21)		10,5 μm
F6 (Alumine dense) (provenant du lot M-21)		13,8 μm

État / Test	Photo MEB	Rugosité
F7 (Poudre d'alumine, 1 côté) (provenant du lot M-21)	 10KV X150 100µm F1 L01 >SLOW F1 W027 >_	11,5 µm
F8 (Poudre d'alumine, 1 côté) (provenant du lot M-21)	 15KV X150 100µm F1 L01 >SLOW F1 W023 >_	11,8 µm

État / Test	Photo MEB	Rugosité
F9 (Poudre d'alumine, 2 côtés) (provenant du lot M-21)		11,2 µm
F10 (Poudre d'alumine, 2 côtés) (provenant du lot M-21)		10,9 µm

Toutes les pièces frittées possèdent des valeurs de rugosité qui sont inférieures à celles de l'état moulé. La rugosité provient souvent de la porosité qui existe durant le déliantage pour l'élimination des liants. Durant le frittage, des liens entre les particules sont consolidés et les porosités se referment, ce qui explique l'amélioration de la qualité de surface. Avec l'échelle fournie par l'image, les plus grandes fissures sont mesurées à 20-30 µm, ce qui est légèrement supérieur aux mesures complétées par le rugosimètre.

Cependant, le rugosimètre fournit plutôt une mesure moyenne des défauts d'une surface donnée, ce qui donne un meilleur aperçu de l'ensemble.

Pour ce qui est la comparaison de l'influence des supports de frittage, une grande différence peut être observée avec ces photos. En commençant avec le support de billes d'alumine, la surface des pièces frittées est assez rugueuse (avec des valeurs de rugosité assez hautes d'environ $18\text{ }\mu\text{m}$). De plus, dans les photos des pièces frittées sur des billes d'alumine (F1 et F2), des traces assez profondes sont observées dans les micro-détails, Ces traces sont très possiblement créées par les billes entre le déliantage et le frittage, lorsque les pièces ne sont pas assez résistantes. Ces défauts sont identifiables dans d'autres images (F2, F5 et F6, par exemple). Ces supports ne sont pas des candidats idéaux.

Par ailleurs, d'autres supports démontrent de meilleures performances à produire des pièces avec peu de défauts de surface. Ces pièces possèdent aussi des valeurs de rugosité qui sont acceptables. Tous ces supports sont faits avec de la poudre d'alumine. Le support avec deux couches de poudre d'alumine est le meilleur, avec peu de défauts dans le micro-détail, et donne aussi une valeur de rugosité qui est acceptable ($10,9\text{ }\mu\text{m}$). Cette valeur est légèrement supérieure à celles publiées dans la littérature, qui peuvent être aussi basses que $8\text{ }\mu\text{m}$, pour une taille de particules d'environ $12\text{ }\mu\text{m}$ (ROTA et al., 2002). Cependant, une large gamme de valeurs est rapportée dans la littérature (jusqu'à $21\text{ }\mu\text{m}$ pour des pièces frittées) (ROTA et al., 2002), et une rugosité de $10,9\text{ }\mu\text{m}$ correspond à une valeur située dans la moyenne.

Après cette analyse, il est évident qu'un support de poudre d'alumine procure des résultats supérieurs aux autres. Il faut toutefois confirmer ce choix par une dernière observation, la mesure du gauchissement des pièces frittées.

4.4 Gauchissement macroscopique et microscopique des pièces frittées

Le gauchissement est un autre aspect important dans le procédé de μ -PIM. Comme le rétrécissement, même un faible gauchissement peut amener des conséquences néfastes à la pièce finale. Aussi, comme pour l'analyse du rétrécissement, une observation des gauchissements macroscopique et microscopique a été complétée. Pour compléter l'analyse, ces résultats seront combinés avec ceux obtenus dans les sections précédentes.

Avant de présenter les résultats, il est important d'expliquer comment les données sont obtenues. Le gauchissement macroscopique est la distorsion générale de la pièce frittée, tandis que le gauchissement microscopique est la distorsion d'une partie des micro-détails. Ces deux mesures sont effectuées avec la profilométrie laser. La méthode utilisée pour obtenir du gauchissement macroscopique est expliquée dans le chapitre précédent. Pour ce qui est du gauchissement au niveau microscopique, un profil agrandi est utilisé. Le profil de hauteur est tracé le long du canal de la manche du chiffre "7". Le gauchissement microscopique correspond à la différence entre les points maximum et minimum de ce profil détaillé. Les Figures 4.7 à 4.9 présentent un exemple de ce calcul (à partir de la pièce Batt M-21-15). La Figure 4.7 est une image obtenue par le logiciel

de profilométrie et la Figure 4.8 est le profil général d'une pièce frittée. La Figure 4.9 est un profil du micro-détail (Z vs Y), avec la différence de hauteur présentée comme le gauchissement microscopique.

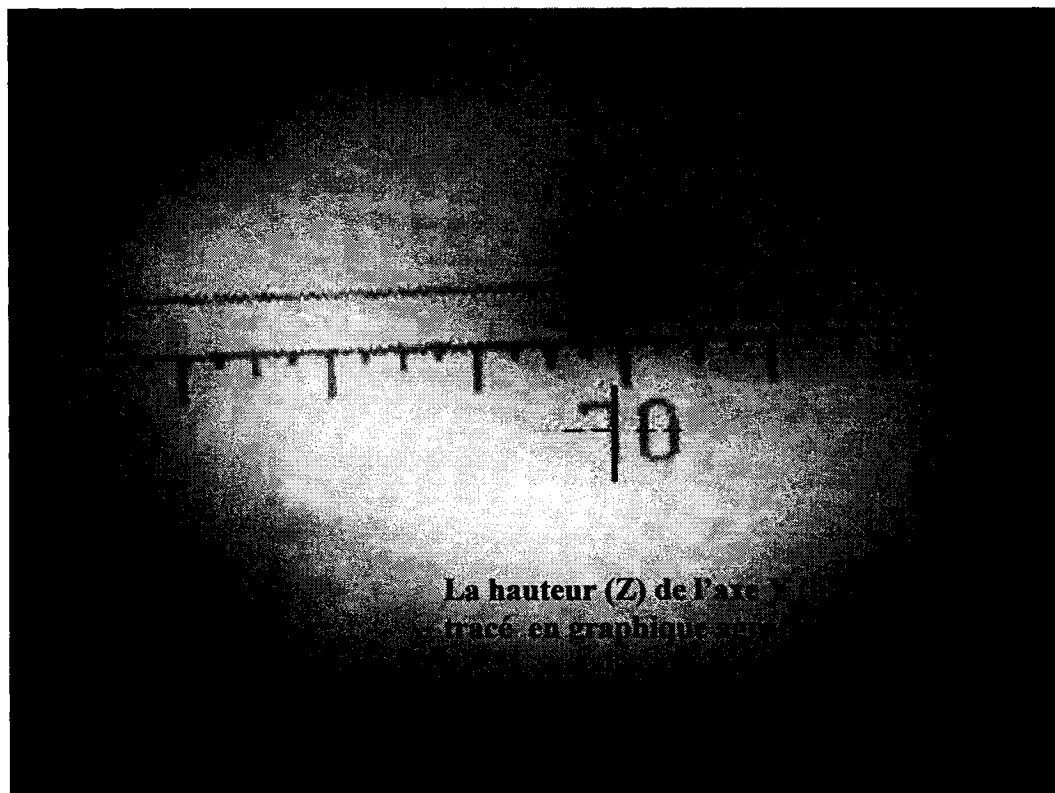


Figure 4.7 Image obtenue par le logiciel qui montre la ligne utilisée

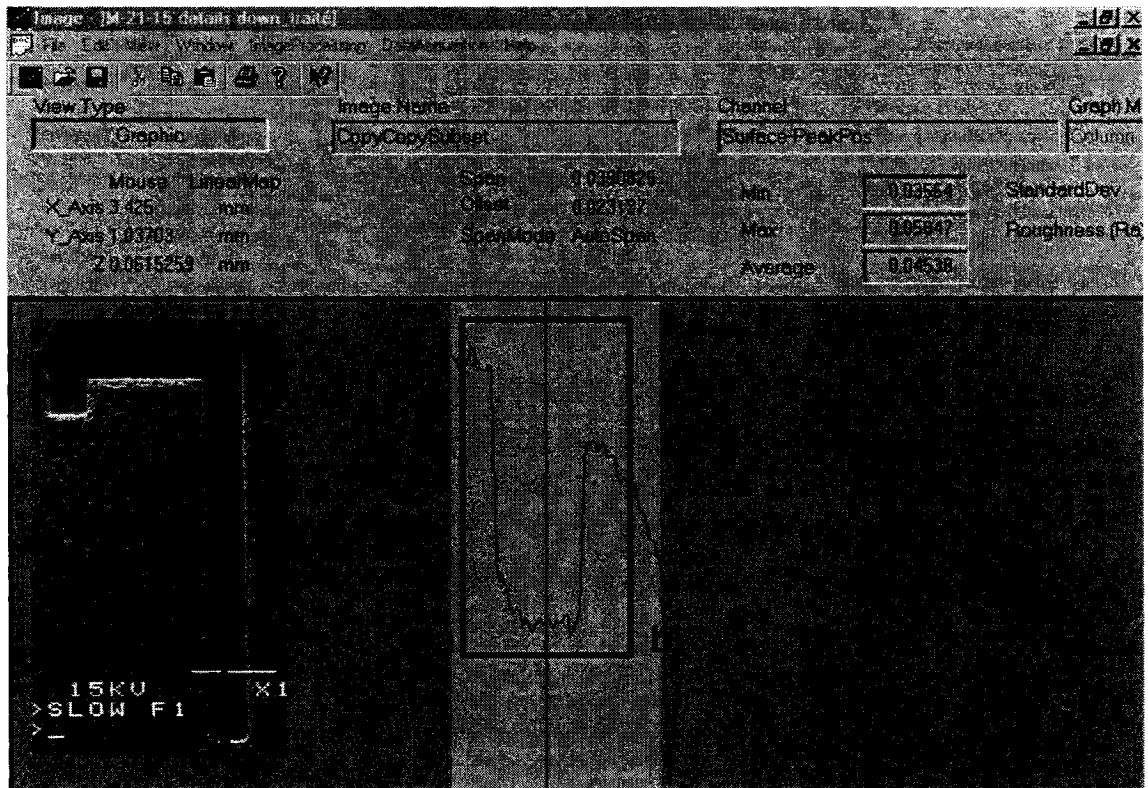


Figure 4.8 Le profil de hauteur (le long de l'axe Y) de la portion sélectionnée (marqué par le rectangle) est choisi pour mesurer le gauchissement microscopique

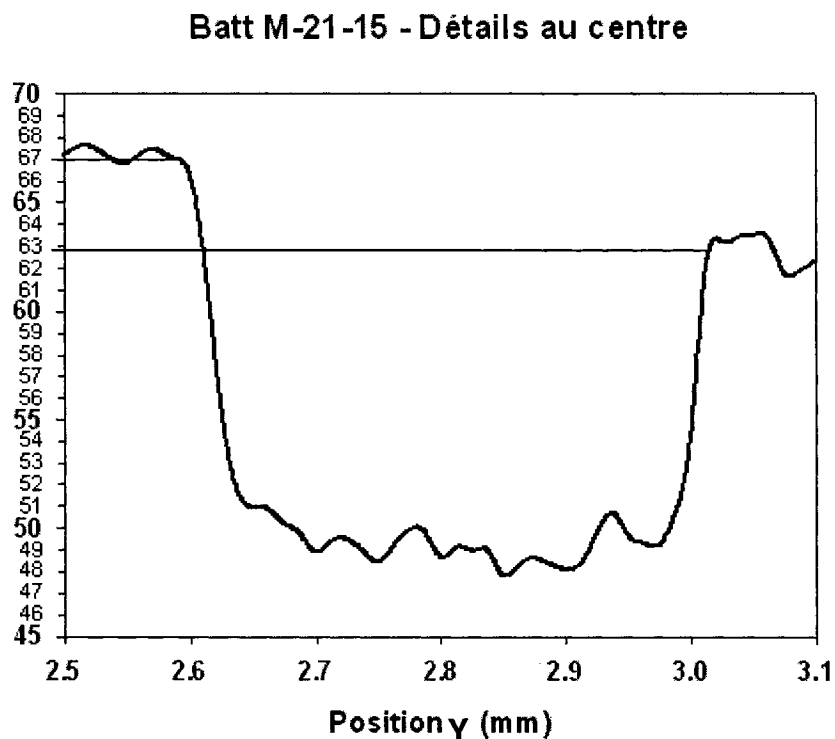


Figure 4.9 Graphique de la section centrale, utilisé pour mesurer le gauchissement microscopique

Dans ce graphique, le gauchissement microscopique est évalué à 4,0 μm . Comme d'autres mesures, il n'existe pas de standard de valeur de gauchissement dans l'industrie. Les gauchissements macroscopique et microscopique des pièces frittées sous différentes conditions sont présentés dans le Tableau 4.5.

Tableau 4.5 Gauchissements macroscopique et microscopique des pièces frittées

Essai	Gauchissement macroscopique (μm)	Gauchissement microscopique (μm)
F1	258 ± 20	$6,5 \pm 1,7$
F2	232 ± 12	$7,2 \pm 2,4$
F3	219 ± 26	$5,9 \pm 1,0$
F4	221 ± 28	$6,3 \pm 2,7$
F5	134 ± 18	$6,7 \pm 2,2$
F6	142 ± 32	$3,9 \pm 2,0$
F7	129 ± 24	$4,6 \pm 1,1$
F8	134 ± 22	$5,2 \pm 1,8$
F9	120 ± 18	$5,5 \pm 2,4$
F10	128 ± 20	$3,5 \pm 1,2$

Ces résultats, sous la forme d'un graphique, sont présentés à la Figure 4.10.

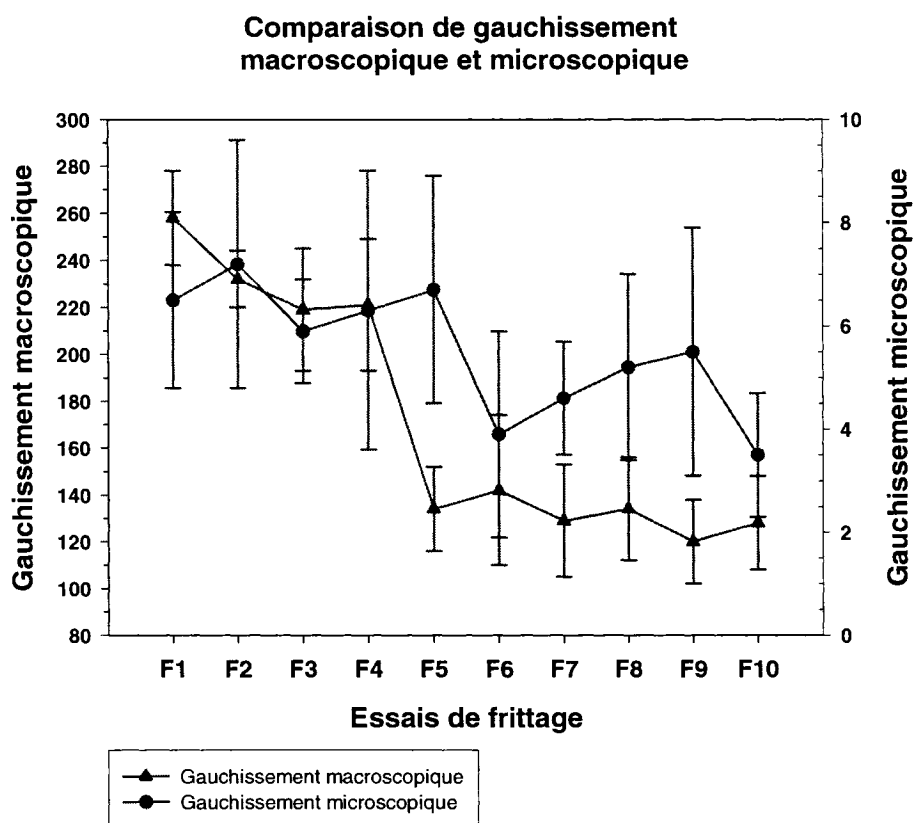


Figure 4.10 Résultats de gauchissement selon les essais de frittage

Les deux mesures démontrent la même tendance pour différents essais de frittage. Comme mentionné dans la section précédente, les billes d'alumine ne sont pas aptes à être utilisées comme support de frittage, car elles ne donnent pas des valeurs de gauchissement très satisfaisantes. Par contre, d'autres supports démontrent de bonnes performances. En effet, au niveau macroscopique, les pièces frittées avec un support de poudre d'alumine ont des valeurs de gauchissement deux fois inférieures aux échantillons frittés sur d'autres supports.

Au début du procédé, un certain gauchissement existe déjà sur l'insert de fabrication, qui est transféré à la pièce moulée. C'est pourquoi il est important de comparer les mesures de gauchissement de l'insert, des pièces moulées et frittées. Ces valeurs sont listées dans le Tableau 4.6.

Tableau 4.6 Gauchissement de l'insert, des pièces moulées et des pièces frittées

Gauchissement de l'insert (μm)	Numéro de lot	Gauchissement à l'état moulé (μm)	Essai de frittage	Gauchissement à l'état fritté (μm)
15	Batt M-6	90 ± 20	F1	258 ± 20
			F2	232 ± 12
			F3	219 ± 26
			F4	221 ± 28
			F5	134 ± 18
	Batt M-21	100 ± 25	F6	142 ± 32
			F7	129 ± 24
			F8	134 ± 22
			F9	120 ± 18
			F10	128 ± 20

Le 10% du gauchissement qui provient de l'insert est presque inévitable, car $15 \mu\text{m}$ est une valeur extrêmement faible qu'il est difficile d'éviter même avec d'extrêmes précautions. Ensuite, le gauchissement de la pièce à l'état moulé est surtout causé par la déformation du moule en réponse à la pression exercée par la vis d'injection. Enfin,

pour les pièces après le frittage, il faut déterminer quel support de frittage procure les plus faibles valeurs de gauchissement. Encore une fois, les supports de poudres d'alumine n'augmentent que d'environ 20% de la valeur de gauchissement comparé aux valeurs de l'état moulé, tandis que les autres surfaces gauchissent les pièces de plus que 200%.

CONCLUSION

Les principaux objectifs de ce projet de recherche ont été atteints. En premier, un ensemble de procédures a été établi pour produire des pièces avec le procédé de micro moulage par injection. En se référant aux paramètres de micro moulage par injection de plastique et aux indices donnés par le manufacturier du mélange de départ, les paramètres de moulage pour le μ -PIM ont été précisés. De plus, de nombreux problèmes (contamination, défauts de remplissage) ont été corrigés en adaptant ces paramètres à la poudre céramique, un matériau plus abrasif que le plastique. Les vitesses d'injection (de 300 à 600 mm/s) et de dosage (de 100 à 200 mm/s) sont présentées comme les deux paramètres qui affectent le plus le résultat de moulage. La contamination en fer est diminuée de 3000 ppm à 1000 ppm lorsque ces deux paramètres sont réduits (de 100 à 200mm/s pour la vitesse d'injection et de 20 à 100 mm/s pour la vitesse de dosage). Les autres paramètres de moulage (le temps de refroidissement et la température du moule, par exemple) n'influencent pas énormément la qualité des pièces moulées.

Le deuxième objectif se rapporte plus au déliantage et au frittage. Lors du déliantage, à l'aide du résultat obtenu par le test de DTA, la température de déliantage à l'eau a été augmentée à 70°C. D'autres changements majeurs ont été apportés, dont l'ajout de l'agitation et l'utilisation de l'eau déminéralisée. La combinaison de ces changements a permis d'améliorer le taux de déliantage de 2% à 40%. Quelques supports de frittage ont été testés, ceux faits avec la poudre d'alumine ayant donné les résultats les plus satisfaisants. Les valeurs de gauchissement des pièces frittées sur ces supports sont

environ 50% plus faibles comparés aux pièces frittées sur les autres supports. Ces surfaces de frittage donnent aussi des qualités de surface supérieures.

Afin d'atteindre le dernier objectif, les méthodes de caractérisation de PIM ont été utilisées en premier. Dans le contexte de cette recherche, ces méthodes ont suffi à des mesures globales des pièces produites, vu qu'elles ont des dimensions macroscopiques (25 mm de diamètre). Les mesures de diamètre, d'épaisseur, de densité et de gauchissement macroscopique, par exemple, sont applicables au PIM et au μ -PIM. Du point de vue microscopique, les photos de MEB donnent des résultats satisfaisants et permettent de classer les surfaces de frittage. Cependant, cette méthode est qualitative et très dépendante de l'évaluateur. Pour ce qui est de la profilométrie, il était difficile d'observer les nuances dans chaque pièce, ce qui fait que la classification a été plus difficile. Il était devenu évident que le montage de profilométrie, même avec un faisceau assez petit, n'était pas suffisant pour bien détecter avec précision les détails microscopiques.

Plusieurs recommandations peuvent être données. Comme mentionné dans l'introduction, le domaine du μ -PIM est encore en phase exploratoire et beaucoup d'autres recherches sont nécessaires afin de comprendre davantage les différentes étapes du procédé. Dans cette recherche, il est devenu évident que le moulage était l'étape critique du procédé. Les défauts créés durant cette étape peuvent nuire à la réussite des étapes ultérieures car ils sont difficiles à corriger. De plus, beaucoup de procédures ont été développées afin d'obtenir des pièces de bonne qualité mais les résultats démontrent encore qu'il y a place à l'amélioration. Par exemple, les pièces moulées à partir de la

machine Battenfeld possèdent parfois des fissures et des imperfections dont la cause n'est pas encore connue. L'installation des capteurs de pression et de température dans le baril et dans le moule pourraient aider à comprendre l'évolution de la viscosité et de l'homogénéité du mélange, ainsi que la distribution de température durant le moulage. Un des travaux possibles pour le futur serait d'essayer un autre mélange (commercial ou sur mesure) afin de savoir si la machine Battenfeld se comporte de la même façon avec d'autres matériaux. De plus, un autre aspect à approfondir consiste à comprendre les mécanismes de déliantage et de frittage afin de bien adapter des paramètres comme les montées de température et les surfaces de frittage. Une autre amélioration serait de développer des méthodes de caractérisation plus précises pour les détails microscopiques. Certaines méthodes explorées dans cette recherche sont convenables pour le μ -PIM mais les méthodes comme le AFM (Microscope à force atomique – *Atomic Force Microscopy*) peuvent être très utile pour inspecter les pièces frittées.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

1. CHEN, Ren-Haw, HO, Chi-Hung et FAN, Hong-Chang. 2004. <Shrinkage properties of ceramic injection moulding part with a step-contracted cross-section in the filling direction>. *Ceramics International*. 30: 991-996.
2. CHUNG, C. I., RHEE, B. O., CAO, M. Y. et LIU, C. X. 1989. <Requirements of Binder for Powder Injection Molding>. *Powder Metallurgy Conference and Exhibition*. San Diego, NJ, USA: 67-78.
3. CROMPTON, T.R. 1993. *Practical Polymer Analysis*. New York, N.Y., U.S.A.:
4. ENGEL, U. et ECKSTEIN, R. 2002. <Microforming - from basic research to its realization>. *Journal of Materials Processing Technology*. 125: Special Iss. SI. 35-44.
5. GARINO, Terry J., MORALES, Alfredo, BUCHHEIT, Thomas et BOYCE, Brad. 2002. <The Fabrication of Stainless Steel Parts for MEMs>. *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.*: 687, B5.19.1-B5.19.6.
6. GRIFFITHS, S. K., NILSON, R. H., TING, A., BRADSHAW, R. W., BONIVERT, W. D. et HRUBY, J. M. 1998. <Modeling electrodeposition for LIGA microdevice fabrication>. *Microsystem Technologies*. 4:2. 98-101.
7. GERMAN, Randall M. 1993. <Importance of Particle Characteristics in Powder Injection Molding>. *Reviews in Particulate Materials*. 1: 109-160.
8. GERMAN, Randall M. et BOSE, Animesh. 1997. *Injection molding of metals and ceramics*. Princeton, N.J., U.S.A.: 413.
9. GERMAN, Randall M. 2003. *Powder Injection Molding - Design and Applications*. 1. State College, PA: 260.
10. HEANEY, Don. 2002. <Spoilt for choice - commercially available feedstocks for PIM>. *Metal Powder Report*. 57: 6. 32-33.

11. Institute Bolton. 2003. MEMS and MCM Technologies. In *Online Postgraduate Courses for the Electronics Industries*. [En ligne].
http://www.ami.ac.uk/modules/ami4225_mmt/u01/index.asp#1.1 (Page consultée le 29 mai 2004).
12. JI, Chun Hai, LOH, Ngiap Hiang, KHOR, Khiam Aik et TOR, Shu Beng. 1998. <Effects of Debinding Parameters on Metal Injection Molding Parts>. *Proceedings and Fabrication of Advanced Materials VI*. UK: 2, 1409-1420.
13. KIRKLAND, Carl. 2002. <Macro growth opportunities in micro CIM>. *IMM Magazine*.
14. KNIGHTS, Mikell. 2001. <Micromolding Sizing Up the Challenges>. *Plastics Technology Online*.
15. KUPKA, R. K., BOUAMRANE, F., CREMERS, C. et MEGTERT, S. 2000. Microfabrication: LIGA-X and applications. In [En ligne].
<http://www.sciencedirect.com/science/article/B6THY-40WMSKC-J/2/da65c85cc7ec65fe13e3ff1ea46d03c0> (Page consultée le 1 juin 2004).
16. LIU, Z. Y., LOH, N. H., TOR, S. B., KHOR, K. A., MURAKOSHI, Y., MAEDA, R. et SHIMIZU, T. 2001. <Production of micro components by micro powder injection molding>. *Journal Of Materials Science Letters*. 20: 4. 307-309.
17. LIU, Z. Y., LOH, N. H., TOR, S. B., KHOR, K. A., MURAKOSHI, Y., MAEDA, R. et SHIMIZU, T. 2002. <Micro-powder injection molding>. *Journal of Materials Processing Technology*. 127: 2. 165-168.
18. MEMS and Nanotechnology Clearinghouse. 2003. What is MEMS Technology? et MEMS Applications. In *About MEMS Technology*. [En ligne].
<http://www.memsnet.org/mems/> (Page consultée le 31 mai 2004).
19. MEMSCAP Inc. 2002. MEMS Applications. In *All About MEMS Technology*. [En ligne]. <http://www.allaboutmems.com/memsapplications.html> (Page consultée le 29 mai 2004).

20. MUTSUDDY, Beebhas C. et FORD, Renée G. 1995. *Ceramic Injection Molding*. 1st. London, UK: 368.
21. NISHIYABU, Kazuaki, MATSUZAKI, Satoru, TANAKA, Shigeo et PIOTTER, Volker. 2003. <Micro evaluation methodology for micro metal injection molding>. *PM2TEC*. Las Vegas. Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials, Proceedings of the 2003 International Conference on Powder Metallurgy & Particulate Materials.
22. OSADA, Toshiko, NISHIYABU, Kazuaki, TANAKA, Shigeo et MIURA, Hideshi. 2003. <Effects of Mixing Condition on the Feedstock Properties for Micro Size Parts by MIM>. *PM2TECH*. Las Vegas. Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials, Proceedings of the 2003 International Conference on Powder Metallurgy & Particulate Materials.
23. PIOTTER, Volker, GIETZELT, Thomas et MERZ, Lothar. 2003. <Micro powder-injection moulding of metals and ceramics>. *Sadhana*. 28: 1-2. 299-306.
24. RATH, Steffen, MERZ, Lothar, PIOTTER, Volker, RUPRECHT, Robert et HAUSSELT, Juergen. 2003. <Feedstocks for and Microparts Made by Powder Injection Molding>. *PM2TECH*. Las Vegas. Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials, Proceedings of the 2003 International Conference on Powder Metallurgy & Particulate Materials.
25. ROTA, A., DUONG, T. V. et HARTWIG, T. 2002. <Micro powder metallurgy for the replicative production of metallic microstructures>. *Microsystem Technologies*. 8: 4-5. 323-325.
26. STADEL, M., FREIMUTH, H., HESSEL, V. et LACHER, M. 1996. <Casting Ceramic Microstructures Using LIGA Technology>. *Keram.Z.* 48:12. 1112-1117.
27. TSENG, Wenjea J. et LIU, Z. Y. 1998. <Effect of Processing Variables on Warping Behaviours of Injection-Moulded Ceramics>. *Ceramics International*. 24: 125-133.

28. YANG, Wei-Wen, YANG, Kai-Yuan, WNAG, Moo-Chin et HON, Min-Hsiung. 2003. <Solvent debinding mechanism for alumina injection molded compacts with water-soluble binders>. *Ceramics International*. 29: 745-756.
29. ZHANG, T. et EVANS, J. R. G. 1992. <The Heterogeneity of Injection Moulded Ceramics>. *The processing, Properties and Application of Metallic and Ceramic Materials*. Birmingham, U.K.: 1, 79-84.

ANNEXE A

DOCUMENTS FOURNIS PAR INMATEC:

- 1. Fiche signalétique**
- 2. Directives pour la mise en forme**
- 3. Directives pour les traitements thermiques**

EU – Material Safety Data Sheet



Material Safety Data Sheet acc. to 91/155/EU

Product Name: **Alumina Injection Molding Feedstock**
 Product – No.: Version: 1 Date: 01.10.2003
 Material Code: Page: 1

1. Product and Company Identification

Product Description
 Product Name

INMAFEED K1008, K1010, K1013
Alumina Injection Molding Feedstock

Company Identification

INMATEC Technologies GmbH
 Heerstrassenbenden 10
 D-53359 Rheinbach
 Telephone-No. +49-2226-9087 0
 Information Department
 INMATEC Technologies GmbH

Emergency – Telephone:
 Dr. M. v. Witzleben Tel.-No.: +49-172-2094555

2. Composition, Information on Ingredients

This product does not contain any ingredients classified as hazardous.
 Ingredients:

Alumina 96-99,9%	CAS – Nr.: 1344-28-1
Inorganic Fluxadditives	CAS – Nr.: 12055-23-1
Combination based	CAS – Nr.: 25322-68-3 +
on Polyolefinewaxes	CAS – Nr.: 68441-17-8

3. Hazards Identification

No harmful effects are known

4. First – Aid – Measures

Inhalation: If any vapors are inhaled, remove individual(s) to fresh air. Get medical attention immediately.

Eye contact: Wash immediately eyes thoroughly with plenty of water.
 If problems will stay please contact a doctor.

Swallowing: If swallowed by accident don't cause vomiting, contact a doctor.

Skin Contact: If molten product contacts the skin, cool rapidly with water or ice.
 See a doctor for removal of any adhering material and for treatment of the burn.

INMATEC Technologies GmbH
 Heerstrassenbenden 10 D – 53359 Rheinbach
www.inmatec-technik.com info@inmatec-technik.com
 Geschäftsführer: Dr. Martin von Witzleben
 Amtsgericht Rheinbach HRB 12562
 USt-IdNr. SJN: 22257081896



Greschner Bank
 Konto: 2 135 842 ULZ: 370 850
 IBAN DE58 3708 0040 0213
 SWIFT/BIC Code: DRES DE 330
 Kreis Sparkasse
 Konto: 45 832 BLZ: 380 500

EU – Material Safety Data Sheet



Material Safety Data Sheet acc. to 91/155/EU

Product Name: **Alumina Injection Molding Feedstock**

Product – No.: Version: 1 Date: 01.10.2003

Material Code: Page: 2

5. Fire Fighting Measures

Extinguishing Media

Water Steam
Carbon Dioxide Foam
Extinguishant Powder
Extinguishant Foam

For safety reasons not recommend:

Sharp jet of water

Special risks caused by the product, it's incineration products or occurring gases:

Upon burning carbon monoxide (CO) can be emitted
Gases of burning from organic materials are classified as breathing poisons

Special protective equipment for fire fighting:

Wear suitable breathing apparatus
Do not inhale gases of burning

6. Accidental Release Measures

Environmental Protection

Avoid penetration into ground, water and sewerage systems.

Clean-up techniques

Sweep up carefully and place into container for re-use or disposal. Avoid dust. Treat material according to chapter 13 „Disposal considerations“.

7. Handling and Storage

Handling

Advices for safety handling:

Only operate under well-ventilated conditions emitting fumes and vapors.

Advise for burning – explosion protection

Consider general rules of preventive operational fire protection

Product is inflammable, under certain conditions dust explodable Fire-class B

Storage

Only in original packaging up to a max. temperature of 30°C.

Further information for storage conditions:

Protect for high humidity and water
Storage class 11 inflammable solids

INMATEC Technologies GmbH
Heerstrasse 10 D - 53359 Rheinbach
www.inmatec-gmbh.com info@inmatec-gmbh.com
Geschäftsführer: Dr. Kerstin von Witzleben
Anlagenstr. 1 Rheinbach HRB 12582
USt-Ident.Nr. 22257881896



Dresdener Bank
Konto: 2 135 942 BLZ: 370 000
IBAN DE56 3700 0010 0213
SWIFT/BIC Code: DRESDE33
Kreissparkasse
Konto: 45 812 BLZ: 386 500

EU – Material Safety Data Sheet



Material Safety Data Sheet acc. to 91/155/EU

Product Name: **Alumina Injection Molding Feedstock**

Product – No.: Version: 1 Date: 01.10.2003

Material Code: Page: 3

8. Personal Protection

General personal protection
 General precautions
 Avoid skin contact with the melt
 Protect skin from any kind of contact

Hygiene Measure
 Follow normal precautions for handling with chemicals

9. Physical and Chemical Properties

Appearance
 Form: Granules (Solid)
 Color: White to greyish
 Odor: Faint

10. Stability and Reactivity

Thermal Decomposition > 150 °C
 Exothermal Decomposition between 150-170 °C.

11. Toxicological Information

Acute oral toxicity (LD50) >15000 mg/kg (Species Rat)
 No irritation at skin
 No irritation in eyes

12. Ecological Information

Biological decomposibility
 Hard decomposition
 Method: Zahn-Wellens-Test

Ecological effects
 Fishtoxicity: (LC50) >10g/l
 Bacteriatotoxicity (EC0) > 1.000 mg/l
 Method: OECD 209

Further ecological information
 Elimination will happen basically through mechanical separation or ultrafiltration

INMATEC Technologies GmbH
 Heerstrassenbenden 10 D – 53359 Rheinbach
www.inmatec-gmbh.com info@inmatec-gmbh.com
 Geschäftsführer: Dr. Alwin von Witzleben
 AnlagestraÙe Rheinbach 146B 12542
 USt-Ident.Nr. St.Nr. 22257081996



Dresdner Bank
 Konto: 2 135 942 BLZ: 370 800
 IBAN DE56 3708 0040 0213
 SWIFT/BIC Code: DRESDE33
 Kreditsperre
 Konto: 45 832 BLZ: 386 900

EU – Material Safety Data Sheet



Material Safety Data Sheet acc. to 91/155/EU

Product Name: **Alumina Injection Molding Feedstock**

Product – No.: Version: 1 Date: 01.10.2003

Material Code: Page: 4

13. Disposal Considerations

Product

Material has to be disposed as hazardous waste at incineration plant acc. to the respective federal, state and local regulations.

Waste classification (Germany) 55303

Waste Metal oxide

Uncleaned packaging

Non-cleanable packaging has to be disposed same way as the material.

Complete empty packaging can be disposed as garbage.

14. Transportation Information

Transport by road

ARD

No hazardous good

RID

No hazardous good

Inland navigation

ADNR

No hazardous good

Ocean Shipping

IMDG/UN

No hazardous good

Transport by air

ICAO/IATA_DGR

No hazardous good

National regulation: (Germany)

Inland navigation

GGVS

No hazardous good

Binnenschifftransport

GGVB

No hazardous good

15. Regulatory Information

No marking needed acc. to the regulations for hazardous goods / GefStoffV/EG

German national regulation: Vorschriften „TA Luft“: Class: 3.1.7 III

Water risk classification: 1 (KBwS-Grading) KBwS-Nr.: 279

Other regulations: VbF N/A

MAK N/A

16. Other Informations

Not known

Information contained herein is based on our actual knowledge and believed to be true and accurate but all statements or suggestions are made without warranty. These information should only work as description of our products regarding safety aspects and do not guarantee any characteristics of the material. Compliance with all applicable federal, state and local laws and regulations remains the responsibility of the user.
Printed: July 1, 2000

INMATEC Technologies GmbH
Heerskrassenbenden 10 D – 53359 Rheinbach
www.inmatec-gmbh.com info@inmatec-gmbh.com
Geschäftsführer: Dr. Moritz von Witzleben
Anlagenstr. Rheinbach HF&B 12582
USt-Identif. Nr. 2325708/1896



Dresdner Bank
Konto: 2 130 942 012 370 800
IBAN DE 58 3700 0040 0213
SWIFT/BIC Code: DRESDE 3300
Kreissparkasse
Konto: 45 632 012 386 500

Company:

Date:

Questionnaire Injection Moulding



Feedstock used:

1. Injection Moulding Machine	
Machine type	:
Screw-diameter	: 20 – 30 mm
Temperature controlling device	:
2. Temperatures	
Forward run temperature injector side	: 55 – 65 °C
Forward run temperature ejector side	: 55 – 65 °C
Temperature material feed zone	: 30 – 40 °C
Cylinder heating zone 1	: 140 – 150 °C
Cylinder heating zone 2	: 145 – 152 °C
Cylinder heating zone 3	: 148 – 155 °C (160 °C)
Cylinder heating zone 4	: 160 – 158 °C (165 °C)
Nozzle heating	: 150 – 158 °C (165 °C)
<i>Please use same temperatures for zone 4 and nozzle heater!</i>	
3. Injection	
Dosage volume	:
Rotation speed of screw	: 2 – 3.6 m/min (as slow as possible/ref. to cooling time)
Back pressure, specific	: 20 – 40 bar
Decompression: volume/speed	: 0.25 – 0.4 ccm/ 0.2 – 0.5 ccm/s
Dosage time	:
the following: dependent on mold!	
Injection speed in ccm/s, 1. step	: for filling the runner ca. 2,5 – 4 ccm/s
Switch over point to 2. Injection speed	:
Injection speed in ccm/s, 2. step	: for filling the cavities ca. 5.0 – 10 ccm/s
Switch over point to 3. Injection speed	:
Injection speed in ccm/s, 3. step	: for slow down after 96 – 99 % filling degree ca. 2 – 5 ccm/s
Specific, effective switch over pressure	: dep. on injection speed up to 1,600 bar and more
Switch over point to holding pressure	: when reached ca. 98 % filling degree
Holding pressure, 1. step, specific pressure in bar	: ca. 50 – 80 % from sw.o. pressure
Holding pressure, 1. step, time	: 0.2 – 1.0 s, depending from wall thickness and binder concentration
Holding pressure, 2. step, specific pressure in bar	: max. 50 % from sw. over pressure
Holding pressure, 2. step, time	: 0.2 – 1.0 s
Holding pressure, 3. step, specific pressure in bar	: max. 25 % from sw. over pressure
Holding pressure, 3. step, time	:
Material cushion	: min. 1.2 ccm
Cooling time	:
Cycle time	:
4. Injection moulded part	
Part weight	:
Wall thickness	:
Injection type	:

INMAFEED K1013

Data Sheet	
Product	Aluminium Oxide Al_2O_3 plus processing additives
Ceramic powder	Al_2O_3 99.8 %
Appearance	White to grayish granulate material
Product description	Injection molding feedstock for production of sintered ceramic components
Theoretical density	3.94 g/cm ³
Shrinkage approx.	~~18.5 %~~ corresponding
Mold factor approx.	1.19
Processing temperature	From feeding zone 150°C to nozzle tip 160°C
Mold temperature	56 °C - 62 °C
Debinding	2 step water & thermal Particular conditions are depending on part dimension and design
Sintering temperature	1,600 °C - 1,620 °C in air
Storage and Lifetime	Product can be used for approx. 6 months after opening if stored dry at room temperature. Vessel has to be closed airtight <u>thoroughly</u> after feedstock withdrawal.
Manufacturer	INMATEC GmbH Heerstrassenbenden 10 D- 53359 Rheinbach

July 2002

Advice: Due to the abrasive behaviour of ceramic powder we strongly recommend production with cylinder, screw and mold made from hard metal only.

27/08/2003 16:17

00492226900710

INMATEC GMBH

S. 05

**General Guidelines
INMAFEED K1013***

Al₂O₃ 99.8 %

Water-	Debinding-	Cycle
First step is to debind approx. 40 – 50 % of the binder out of the green part by laying them on a grid into a water bath with enough tap water at room temperature for about 24 hours.		

Thermal-	Debinding-	Cycle
From °C	To °C	With °C / hour
Drying	4 hours	at 80 °C
80	145	20
145	155	5
155	160	2
Holding	4 hours	at 160 °C
160	170	2 – 5
170	220	10
220	300	20
Holding	2 hours	at 300 °C

Thermal-	Sintering-	Cycle
From °C	To °C	With °C / hour
Room temperature	300	130
Holding	for	1 hour
300	1,480	130
1,480	1,600	40
Holding	for	2 hour
1,600	100	Cooling down

* = These general guidelines are based on a wall thickness of approx. 5 mm

Note: These recommendations are considered to work as a standard guideline and have to be adapted to individual wall-thickness and part-design. For more details please contact us.

ANNEXE B**LISTE DÉTAILLÉE DES PARAMÈTRES UTILISÉS DURANT LE
 μ -PIM AVEC LA MACHINE BATTENFELD**

Date	Nom de l'expérience	Température			
		moule	Zone 0	Zone 1	Zone 2
16/03/2004	Batt-1	45	155	152	150
16/03/2004	Batt-2	45	155	152	150
16/03/2004	Batt-3	50	155	152	150
16/03/2004	Batt-4	50	155	152	150
16/03/2004	Batt-5	50	155	152	150
16/03/2004	Batt-6	50	155	152	150
16/03/2004	Batt-7	50	155	152	150
16/03/2004	Batt-8	50	155	152	150
16/03/2004	Batt-9	50	155	152	150
16/03/2004	Batt-10	50	155	152	150
16/03/2004	Batt-11	50	150	148	140
22/06/2004	Batt-12	50	150	148	140
22/06/2004	Batt-13	50	150	148	140
22/06/2004	Batt-14	50	150	148	140
22/06/2004	Batt-15	50	150	148	140
22/06/2004	Batt-16	50	165	162	160
22/06/2004	Batt-17	50	165	162	160
22/06/2004	Batt-18	50	165	162	160
22/06/2004	Batt-19	50	165	162	160
22/06/2004	Batt-20	50	165	162	160
22/06/2004	Batt-21	50	165	162	160
22/06/2004	Batt-22	50	165	162	160
22/06/2004	Batt-23	50	165	162	160
22/06/2004	Batt-24	même condition que Batt-22			
22/06/2004	Batt-M-1	40	165	162	160
22/06/2004	Batt-M-2	40	165	162	160
22/06/2004	Batt-M-3	40	165	162	160
22/06/2004	Batt-M-4	40	165	162	160
23/06/2004	Batt-M-5	40	165	162	160
23/06/2004	Batt-M-6	40	165	162	160
23/06/2004	Batt-M-7	40	165	162	160
23/06/2004	Batt-M-8	40	165	162	160
23/06/2004	Batt-M-9	40	165	162	160
23/06/2004	Batt-M-10	40	165	162	160
23/06/2004	Batt-M-11	40	165	162	160
23/06/2004	Batt-M-12	40	165	162	160
23/06/2004	Batt-M-13	50	165	162	160
23/06/2004	Batt-M-14	50	165	162	160
28/07/2004	Batt-M-15	40	165	162	160
28/07/2004	Batt-M-16	40	165	162	160
28/07/2004	Batt-M-17	40	165	165	165
28/07/2004	Batt-M-18	40	165	165	165
28/07/2004	Batt-M-19	40	165	165	165
28/07/2004	Batt-M-20	40	165	162	160
29/07/2004	Batt-M-21	40	165	165	165
29/07/2004	Batt-M-22	40	165	165	165
29/07/2004	Batt-M-23	40	165	165	165
29/07/2004	Batt-M-24	40	165	165	165
29/07/2004	Batt-M-25	40	165	165	165
30/07/2004	Batt-M-26	40	155	155	155
30/07/2004	Batt-M-27	40	165	165	165
30/07/2004	Batt-M-28	40	165	165	165
30/07/2004	Batt-M-29	40	165	165	165

Date	Nom de l'expérience	Vitesse			Pression
		dosage	injection	éjecteur	back pressure
16/03/2004	Batt-1	200 mm/s	250 mm/s	-	-
16/03/2004	Batt-2	200 mm/s	250 mm/s	-	-
16/03/2004	Batt-3	200 mm/s	250 mm/s	-	-
16/03/2004	Batt-4	200 mm/s	250 mm/s	-	-
16/03/2004	Batt-5	200 mm/s	150 mm/s	-	-
16/03/2004	Batt-6	200 mm/s	200 mm/s	-	-
16/03/2004	Batt-7	200 mm/s	200 mm/s	-	20 bars
16/03/2004	Batt-8	200 mm/s	350 mm/s	-	20 bars
16/03/2004	Batt-9	200 mm/s	600 mm/s	-	20 bars
16/03/2004	Batt-10	100 mm/s	200 mm/s	-	20 bars
16/03/2004	Batt-11	100 mm/s	200 mm/s	-	20 bars
22/06/2004	Batt-12	20 mm/s	200 mm/s	-	20 bars
22/06/2004	Batt-13	20 mm/s	200 mm/s	-	20 bars
22/06/2004	Batt-14	20 mm/s	200 mm/s	-	20 bars
22/06/2004	Batt-15	20 mm/s	200 mm/s	-	20 bars
22/06/2004	Batt-16	20 mm/s	200 mm/s	-	20 bars
22/06/2004	Batt-17	20 mm/s	200 mm/s	-	20 bars
22/06/2004	Batt-18	20 mm/s	200 mm/s	7 mm/s	20 bars
22/06/2004	Batt-19	20 mm/s	200 mm/s	10 mm/s	20 bars
22/06/2004	Batt-20	20 mm/s	200 mm/s	10 mm/s	20 bars
22/06/2004	Batt-21	20 mm/s	200 mm/s	10 mm/s	20 bars
22/06/2004	Batt-22	20 mm/s	200 mm/s	10 mm/s	20 bars
22/06/2004	Batt-23	20 mm/s	200 mm/s	10 mm/s	20 bars
22/06/2004	Batt-24	même condition que Batt-22			
22/06/2004	Batt-M-1	20 mm/s	200 mm/s	10 mm/s	20 bars
22/06/2004	Batt-M-2	20 mm/s	200 mm/s	10 mm/s	20 bars
22/06/2004	Batt-M-3	20 mm/s	300 mm/s	10 mm/s	20 bars
22/06/2004	Batt-M-4	20 mm/s	100 mm/s	10 mm/s	20 bars
23/06/2004	Batt-M-5	20 mm/s	200 mm/s	5 mm/s	10 bars
23/06/2004	Batt-M-6	20 mm/s	200 mm/s	5 mm/s	10 bars
23/06/2004	Batt-M-7	20 mm/s	150 mm/s	5 mm/s	10 bars
23/06/2004	Batt-M-8	20 mm/s	200 mm/s	5 mm/s	10 bars
23/06/2004	Batt-M-9	20 mm/s	120 mm/s	5 mm/s	10 bars
23/06/2004	Batt-M-10	20 mm/s	150 mm/s	5 mm/s	10 bars
23/06/2004	Batt-M-11	20 mm/s	250 mm/s	5 mm/s	10 bars
23/06/2004	Batt-M-12	100 mm/s	200 mm/s	5 mm/s	10 bars
23/06/2004	Batt-M-13	100 mm/s	200 mm/s	5 mm/s	10 bars
23/06/2004	Batt-M-14	20 mm/s	200 mm/s	5 mm/s	10 bars
28/07/2004	Batt-M-15	100 mm/s	200 mm/s	Aucun éjecteur utilisé - les pièces sont enlevées une par une	10 bars
28/07/2004	Batt-M-16	100 mm/s	200 mm/s		10 bars
28/07/2004	Batt-M-17	100 mm/s	150 mm/s		10 bars
28/07/2004	Batt-M-18	100 mm/s	200 mm/s		10 bars
28/07/2004	Batt-M-19	100 mm/s	200 mm/s		10 bars
28/07/2004	Batt-M-20	100 mm/s	200 mm/s		10 bars
29/07/2004	Batt-M-21	20 mm/s	200 mm/s		10 bars
29/07/2004	Batt-M-22	20 mm/s	100 mm/s		10 bars
29/07/2004	Batt-M-23	20 mm/s	150 mm/s		10 bars
29/07/2004	Batt-M-24	20 mm/s	250 mm/s		10 bars
29/07/2004	Batt-M-25	20 mm/s	200 mm/s		20 bars
30/07/2004	Batt-M-26	20 mm/s	200 mm/s		10 bars
30/07/2004	Batt-M-27	20 mm/s	200 mm/s		10 bars
30/07/2004	Batt-M-28	25 mm/s	200 mm/s		10 bars
30/07/2004	Batt-M-29	35 mm/s	200 mm/s		10 bars

Date	Nom de l'expérience	Temps		Dosage
		cooling time	délai d'éjection	
16/03/2004	Batt-1	1 sec	-	825
16/03/2004	Batt-2	1 sec	-	800
16/03/2004	Batt-3	1 sec	-	800
16/03/2004	Batt-4	1 sec	-	800
16/03/2004	Batt-5	1 sec	-	800
16/03/2004	Batt-6	1 sec	-	800
16/03/2004	Batt-7	1 sec	-	800
16/03/2004	Batt-8	1 sec	-	800
16/03/2004	Batt-9	1 sec	-	800
16/03/2004	Batt-10	1 sec	-	800
16/03/2004	Batt-11	1 sec	-	800
22/06/2004	Batt-12	1 sec	-	800
22/06/2004	Batt-13	1 sec	-	700
22/06/2004	Batt-14	1 sec	-	750
22/06/2004	Batt-15	1 sec	-	800
22/06/2004	Batt-16	1 sec	-	800
22/06/2004	Batt-17	2 sec	-	800
22/06/2004	Batt-18	2 sec	-	800
22/06/2004	Batt-19	3 sec	-	800
22/06/2004	Batt-20	3 sec	1 sec	800
22/06/2004	Batt-21	3 sec	3 sec	800
22/06/2004	Batt-22	3 sec	5 sec	800
22/06/2004	Batt-23	3 sec	10 sec	800
22/06/2004	Batt-24	même condition que Batt-22		
22/06/2004	Batt-M-1	3 sec	5 sec	800
22/06/2004	Batt-M-2	3 sec	5 sec	850
22/06/2004	Batt-M-3	3 sec	5 sec	850
22/06/2004	Batt-M-4	3 sec	5 sec	850
23/06/2004	Batt-M-5	3 sec	5 sec	900
23/06/2004	Batt-M-6	3 sec	5 sec	850
23/06/2004	Batt-M-7	3 sec	5 sec	850
23/06/2004	Batt-M-8	3 sec	5 sec	850
23/06/2004	Batt-M-9	3 sec	5 sec	850
23/06/2004	Batt-M-10	3 sec	5 sec	850
23/06/2004	Batt-M-11	3 sec	5 sec	850
23/06/2004	Batt-M-12	3 sec	5 sec	850
23/06/2004	Batt-M-13	3 sec	5 sec	850
23/06/2004	Batt-M-14	3 sec	5 sec	850
28/07/2004	Batt-M-15	3 sec	Aucun éjecteur utilisé - les pièces sont enlevées une par une	850
28/07/2004	Batt-M-16	3 sec		850
28/07/2004	Batt-M-17	3 sec		850
28/07/2004	Batt-M-18	3 sec		850
28/07/2004	Batt-M-19	3 sec		850
28/07/2004	Batt-M-20	3 sec		850
29/07/2004	Batt-M-21	3 sec		850
29/07/2004	Batt-M-22	3 sec		850
29/07/2004	Batt-M-23	3 sec		850
29/07/2004	Batt-M-24	3 sec		850
29/07/2004	Batt-M-25	3 sec		850
30/07/2004	Batt-M-26	3 sec		850
30/07/2004	Batt-M-27	3 sec		850
30/07/2004	Batt-M-28	3 sec		850
30/07/2004	Batt-M-29	3 sec		850