

NOTE TO USERS

The original manuscript received by UMI contains pages with indistinct, light, broken, and/or slanted print. Pages were microfilmed as received.

This reproduction is the best copy available

UMI

ANDRÉ VO VAN

**MODÉLISATION NUMÉRIQUE ET EXPÉRIMENTALE DU PROCÉDÉ DE
FRITTAGE EN MÉTALLURGIE DES POUDRES**

Mémoire
présenté
à la Faculté des études supérieures
de l'Université Laval
pour l'obtention
du grade de maître ès sciences (M. Sc.)

Département de génie mécanique
FACULTÉ DES SCIENCES ET GÉNIE
UNIVERSITÉ LAVAL

JUIN 1998

© André Vo Van, 1998



**National Library
of Canada**

**Acquisitions and
Bibliographic Services**

**395 Wellington Street
Ottawa ON K1A 0N4
Canada**

**Bibliothèque nationale
du Canada**

**Acquisitions et
services bibliographiques**

**395, rue Wellington
Ottawa ON K1A 0N4
Canada**

Your file Votre référence

Our file Notre référence

The author has granted a non-exclusive licence allowing the National Library of Canada to reproduce, loan, distribute or sell copies of this thesis in microform, paper or electronic formats.

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

L'auteur a accordé une licence non exclusive permettant à la Bibliothèque nationale du Canada de reproduire, prêter, distribuer ou vendre des copies de cette thèse sous la forme de microfiche/film, de reproduction sur papier ou sur format électronique.

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

0-612-33777-4

Canada

Résumé

Des études du procédé de frittage en métallurgie des poudres ont été effectuées. Une analyse préliminaire du procédé de frittage avait tout d'abord pour but d'évaluer l'influence de certains paramètres sur les dimensions finales des pièces. Un module de simulation du procédé de frittage utilisant la méthode des éléments finis a ensuite été développé et implanté dans le code d'éléments finis ABAQUS. Une procédure d'étalonnage rapide a été mise en place et utilisée afin de calibrer l'acier inoxydable 316L, fritté à une température de 2350° F dans une atmosphère composée de 97% H₂ et 3% N₂. Une analyse de sensibilité des paramètres formant la loi de comportement simplifiée est aussi présentée. Il a été démontré que les résultats obtenus par simulation sont proches de ceux qu'il est possible d'obtenir expérimentalement en usine : la distribution de densité est prévisible à $\pm 2\%$ de densité relative, tandis que les déformations finales ont été mesurées avec une différence en deçà de 0.12%.

Avant-propos

J'aimerais tout d'abord remercier mon directeur de thèse, le professeur Augustin Gakwaya, ainsi que mon codirecteur, le professeur Michel Guillot, pour leur patience, dévouement et continuel soutien, et pour m'avoir donné la chance de réaliser ce projet dans un domaine à la fine pointe de la technologie.

Les plus sincères remerciements aussi à la compagnie Les matériaux de pointe Précitech Inc., sans laquelle ce mémoire n'aurait pu être. De par son soutien, autant au niveau des équipements que du personnel, Précitech a grandement simplifié l'exécution des travaux présentés dans ce mémoire.

Je dois aussi remercier le Conseil de Recherche en Sciences Naturelles et en Génie (CRSNG) pour avoir en partie subventionné les travaux pendant les deux années qu'ils ont duré.

Finalement, je remercie tous ceux qui, de proche ou de loin, ont contribué, par leur support technique ou moral, à l'avancement de cette recherche.

Table des matières

Résumé.....	i
Avant-propos	ii
Table des matières	iii
Liste des figures	vi
Liste des tableaux	viii
1.Introduction.....	1
1.1 La métallurgie des poudres	1
1.1.1 Généralités	1
1.1.2 Technologie.....	2
1.1.3 Avantages et limitations.....	4
1.2 La modélisation du procédé de frittage dans la littérature	5
1.2.1 Définition du problème de frittage.....	5
1.2.2 Différents modèles de comportement proposés	6
1.3 Problématique	7
1.4 Objectifs et méthodologie	8
2. Analyse préliminaire du procédé de frittage.....	10
2.1 Généralités	10
2.2 Paramètres expérimentaux	11
2.2.1 Orientation des pièces sur les plateaux	11
2.2.2 Position des pièces sur les plateaux	11
2.2.3 Type de plateau utilisé	12
2.3 Matériaux utilisés.....	12
2.4 Pièce type	12
2.5 Distributions de densité	13
2.6 Procédure expérimentale.....	14
2.7 Résultats des essais	15

2.7.1 Effet de l'orientation des pièces sur les plateaux	18
2.7.2 Effet de la distribution de densité à vert	19
2.8 Stabilisation du four	20
2.9 Conclusions	23
3. Modélisation du comportement des poudres métalliques au frittage	24
3.1 Généralités	24
3.2 Les mécanismes du frittage	25
3.2.1 Deux classes de frittage	25
3.2.2 Les trois stades du frittage	25
3.2.3 Les forces motrices du frittage	26
3.2.4 Les mécanismes de transport	26
3.3 Les facteurs influençant le frittage	27
3.3.1 Facteurs découlant du frittage	27
3.3.2 Facteurs découlant du pressage ou associés à la pièce	28
3.3.3 Hypothèses de base	29
3.4 Principes fondamentaux du comportement des poudres	31
3.4.1 Définitions cinématiques	31
3.4.2 Théorèmes mathématiques	33
3.4.3 Équations de conservation	34
3.4.4 Relations thermodynamiques	37
3.5 Modèles de comportement	39
3.5.1 Les modèles micromécaniques	40
3.5.2 Les modèles phénoménologiques	41
3.6 Choix d'un modèle de comportement	42
3.6.1 Description du modèle	42
3.6.2 Adaptation du modèle de comportement	45
4. Caractérisation expérimentale du modèle de comportement	48
4.1 Généralités	48
4.2 Définition mathématique du potentiel de frittage	48
4.3 Procédure de mesure du potentiel de frittage	50
4.4 Méthodes de mesures du potentiel de frittage	52
4.5 Comparaison des méthodes de mesure	54
4.6 Micromètre vs AMT	55
4.7 Résultats et caractérisation du modèle	59
5. Modélisation numérique par la méthode des éléments finis	63
5.1 Généralités	63
5.2 Loi de comportement	63
5.3 Principe des travaux virtuels	66
5.4 Formulation par éléments finis	68
5.5 Résolution numérique	70
5.5.1 Schéma général de résolution	71
6. Application et validation du modèle	74

6.1 Généralités	74
6.2 Analyse de sensibilité	74
6.2.1 Méthodologie	75
6.3 Applications industrielles	80
6.3.1 Pièce, outillage et séquence de compression	80
6.3.2 Modèle éléments finis et simulation	83
6.3.3 Résultats de simulation	84
7. Conclusions	88
8. Bibliographie.....	91
Annexe 1. Caractéristiques des matériaux	97
Annexe 2. Résultats de l'analyse préliminaire.....	101
Annexe 3. Résultats des tests de calibration.....	106

Liste des figures

Figure 1-1. Procédé de la métallurgie des poudres	2
Figure 1-2. Schéma du cycle de compression.....	3
Figure 2-1. Pièce utilisée pour les essais	13
Figure 2-2. Dessin détaillé de la pièce	13
Figure 2-3. Nomenclature utilisée.....	14
Figure 2-4. Résultats pour le FC-0208 (diamètres)	16
Figure 2-5. Résultats pour le laiton 8020 (diamètres).....	16
Figure 2-6. Résultats pour le 316L (diamètres)	17
Figure 2-7. Résultats pour toutes les poudres (hauteurs).....	17
Figure 2-8. Effet du changement d'orientation.....	19
Figure 2-9. Effet du changement de distribution de densité	20
Figure 2-10. Stabilisation du diamètre.....	20
Figure 2-11. Stabilisation de la hauteur	22
Figure 3-1. Les trois stades du frittage.....	25
Figure 4-1. Modules de simulation	50
Figure 4-2. Disque typique (non à l'échelle)	51
Figure 4-3. Plan d'expérience	53
Figure 4-4. Comparaison pour potentiel de frittage.....	54
Figure 4-5. Comparaison des diamètres à vert.....	56
Figure 4-6. Comparaison des densités calculées.....	57
Figure 4-7. Comparaison ATM/micromètre pour potentiel de frittage	58
Figure 4-8. Comparaison des densités finales calculées	59
Figure 4-9. Changement de masse au frittage.....	60

Figure 4-10. Déformation radiale au frittage	61
Figure 4-11. Potentiel de frittage vs densité à vert relative	62
Figure 5-1. Schéma général de résolution.....	73
Figure 6-1. Influence des paramètres sur la densité finale.....	76
Figure 6-2. Erreur sur la densité finale	79
Figure 6-3. Pièce axisymétrique à deux niveaux	80
Figure 6-4. Photo de la pièce servant à la validation	81
Figure 6-5. Position de remplissage.....	81
Figure 6-6. Cinématique complète de pressage	82
Figure 6-7. Distribution de la densité à vert	83
Figure 6-8. Maillage et conditions limites	84
Figure 6-9. Distribution de densité obtenue par simulation.....	85
Figure 6-10. Distribution de densité obtenue expérimentalement	86
Figure 6-11. Emplacements des mesures.....	86
Figure A2-1. Mesures de profil effectuées par AMT.....	102
Figure A2-2. Profils de pièces en Laiton 8020	103
Figure A2-3. Profils de pièces en Acier FC-0208.....	104
Figure A2-4. Profils de pièces en Acier Inoxydable 316L	105

Liste des tableaux

Tableau 2-1. Distributions de densité utilisées	14
Tableau 2-2. Conditions de frittage	15
Tableau 4-1. Conditions de frittage pour l'étalonnage	51
Tableau 4-2. Valeurs des paramètres selon la méthode de mesure.....	55
Tableau 4-3. Lissage des données.....	61
Tableau 6-1. Variation de la densité finale calculée pour une densité initiale de 0.70.....	78
Tableau 6-2. Variation de la densité finale calculée pour une densité initiale de 0.80.....	79
Tableau 6-3. Comparaison des mesures.....	87

Chapitre I

Introduction

1.1 La métallurgie des poudres

1.1.1 Généralités

La métallurgie des poudres est le procédé par lequel il est possible d'obtenir des pièces finies à partir de poudres métalliques. Cette technique de fabrication permet la réalisation de pièces difficiles à obtenir par d'autres procédés plus communs et ce sans encourir de perte de matériaux. Le procédé est très versatile, permettant la production de pièces couvrant une grande étendue de propriétés chimiques, physiques et mécaniques (Clapp, 1995).

Bien que l'utilisation du procédé de métallurgie des poudres soit un phénomène relativement récent, ses premières applications datent d'aussi loin que 1829. Il faudra toutefois attendre les années 1930 afin que ne soit utilisée la métallurgie des poudres pour concurrencer les procédés dits plus traditionnels, tels que le forgeage et l'usinage (Eudier, 1984).

Les nombreux avantages du procédé de fabrication par métallurgie des poudres ont entraîné un engouement certain pour cette technologie au cours des dernières années. De plus en plus de pièces issues de la métallurgie des poudres sont utilisées dans des objets courants, notamment dans l'industrie automobile. La compagnie Ford, par exemple, estime que le poids des pièces issues de la métallurgie des poudres dans ses véhicules est passée de 9.5 kg en 1989 à 17 kg en 1994 et prévoit atteindre les 23 kg par véhicule d'ici le prochain millénaire (White, 1995).

1.1.2 Technologie

Le procédé conventionnel de fabrication par métallurgie des poudres comprend généralement quatre étapes principales: la fabrication des poudres, le mélange des poudres, le pressage et le frittage. Certaines opérations secondaires, telles que l'infiltration et l'imprégnation, viennent parfois se greffer à ces étapes. La Figure 1-1 nous montre les principales étapes de façon schématique.

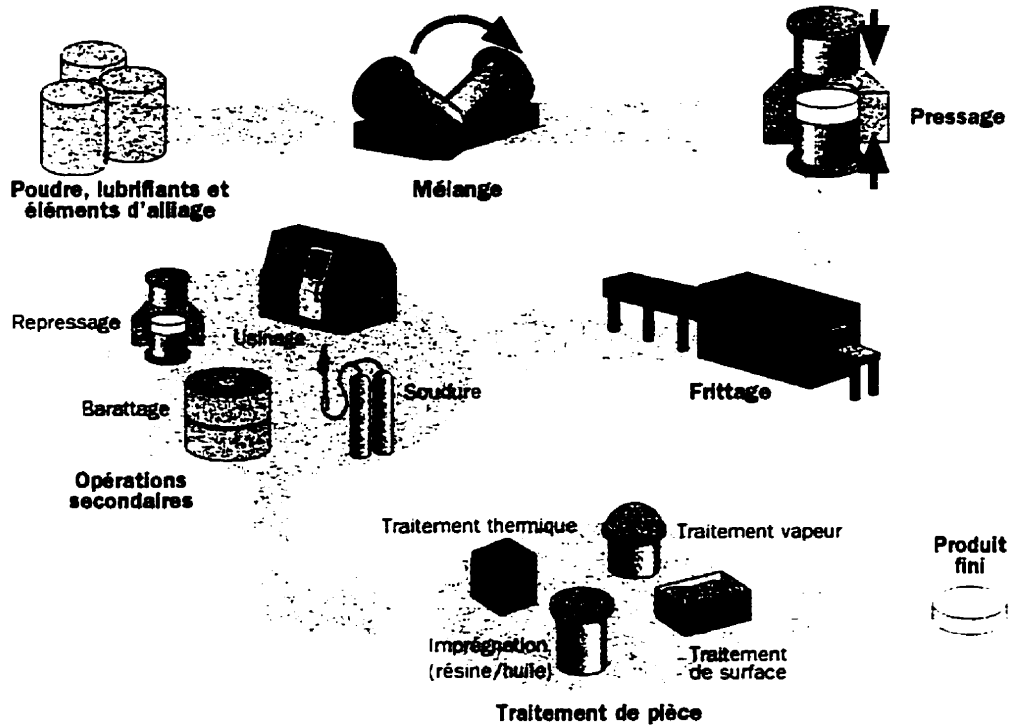


Figure 1-1. Procédé de la métallurgie des poudres

La fabrication de la poudre peut se faire selon diverses méthodes, qu'il est possible de classer en deux grandes catégories: les procédés indirects et les procédés directs, selon que le métal passe ou ne passe pas par une phase liquide. La réduction d'un solide, la réduction à partir d'une solution aqueuse et la réduction d'un gaz sont des exemples de procédés directs, alors que le broyage mécanique et l'atomisation sont des exemples de procédés indirects. Cette dernière technique de fabrication des poudres est de loin la plus utilisée: environ 60% des poudres produites le sont par atomisation (Angers, 1996). Par ce procédé, un métal ou un alliage liquide est pulvérisé en fines gouttelettes qui se solidifient pour ensuite donner la poudre désirée. Cette pulvérisation est effectuée par force centrifuge ou par le biais de l'action dynamique d'un fluide.

Suite à la fabrication de la poudre, on doit procéder au **mélange**. Lors de cette étape, des éléments d'alliages, tels que le graphite, le nickel ou le cuivre, sont ajoutés à la poudre de base (dans le cas de la poudre de fer). C'est aussi au cours de cette étape que le lubrifiant est ajouté. Le rôle de celui-ci est de faciliter le glissement de la poudre et de diminuer la friction entre les particules de poudre et les parois des outils de compression. Finalement, le mélange permet d'obtenir une certaine homogénéisation de la poudre, résultant en une répartition plus uniforme de celle-ci.

La **compression** (ou pressage) est l'étape qui suit le mélange de la poudre. Celle-ci a pour objectif de déformer la poudre, à l'aide d'une pression externe, de manière à obtenir un comprimé ayant la forme et les dimensions désirées. La méthode de compression la plus utilisée est la méthode dite uniaxe à froid. Le processus de compression d'une pièce peut être divisé en plusieurs étapes: la première consiste au remplissage de la matrice, la poudre étant apportée par le sabot d'alimentation. La compression en matrice est ensuite effectuée, à l'aide des différents poinçons. Finalement, le comprimé est éjecté. Ce comprimé, auquel on réfère comme "pièce à vert", possède la forme désirée, mais ses propriétés mécaniques sont très faibles. C'est suite au frittage seulement que les pièces auront les propriétés mécaniques nécessaires pour permettre une utilisation courante. La Figure 1-2 montre, de façon schématique, les différentes étapes du cycle de compression. Pour une description plus détaillée de la phénoménologie de la compression, voir (German, 1984).

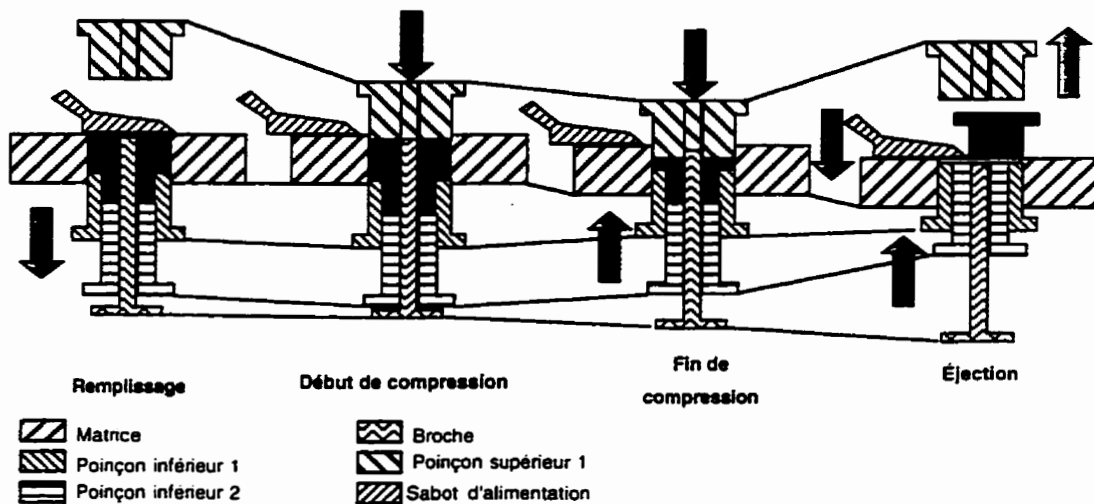


Figure 1-2. Schéma du cycle de compression (tiré de Pichet, 1996)

La dernière étape du procédé de la métallurgie des poudres est celle du **frittage**. Le frittage est le procédé par lequel les liens mécaniques qui se sont formés durant la compression sont transformés en liens métallurgiques, ce qui permet aux pièces à vert d'atteindre des propriétés mécaniques comparables à celles de produits issus de différents autres procédés. Durant le frittage, les pièces à vert circulent dans un four à atmosphère contrôlée et sont amenées à une température légèrement inférieure à la température de fusion du constituant principal. Le frittage peut se faire en phase liquide ou en phase solide. Nous ne considérons dans ce travail que le frittage en phase solide. La seconde section du Chapitre 2 traite plus en profondeur du procédé de frittage.

1.1.3 Avantages et limitations

Les avantages de la fabrication de pièces par le procédé de métallurgie des poudres sont nombreux (Chtourou, 1996): tout d'abord, le procédé implique une perte minime de matériaux, puisque la quantité de poudre introduite dans la matrice est précisément calculée. De plus, le procédé permet la fabrication de pièces aux formes complexes sans qu'il n'y ait un besoin de les machiner, ce qui représente de grandes économies de temps et d'argent. Les pièces issues du procédé de la métallurgie des poudres sont aussi particulièrement bien adaptées aux pièces dites "auto-lubrifiantes", de par leur porosité inhérente. Ces pièces, généralement des coussinets, sont imprégnées d'huile suite au frittage et sont ensuite constamment lubrifiées par cette même huile lors de leur utilisation. Finalement, le procédé de la métallurgie des poudres permet l'utilisation de matériaux spéciaux pouvant être développés pour des caractéristiques et applications très précises.

Il existe bien sûr certaines limitations associées au procédé (Chtourou, 1996). Parmi celles-ci, signalons certaines contraintes quant à la forme et à la géométrie des pièces. Il est impossible, par exemple, de faire des trous filetés, des ressorts ou des pièces avec des trous transversaux en utilisant le procédé de la métallurgie des poudres. De plus, dans le cas de certaines pièces à géométrie plus complexe, il est parfois difficile d'obtenir une densité distribuée de façon homogène dans la pièce. Cette non-uniformité de la distribution de la densité peut amener des problèmes de formes finales et de faiblesses dans certaines parties de la pièce. Finalement, il est à noter que la taille maximale des pièces qu'il est possible de faire par métallurgie des poudres est directement liée à la pression maximale que les presses sont capables d'appliquer.

1.2 La modélisation du procédé de frittage dans la littérature

1.2.1 Définition du problème de frittage

Pour répondre aux demandes des clients en termes de dimensions et de tolérances des pièces frittées, les manufacturiers désirent des outils de compression leur permettant d'atteindre précisément ces spécifications. Toutefois, il peut être difficile de déterminer la forme exacte de ces outils, ceux-ci devant prendre en compte les changements dimensionnels se produisant au frittage. Ce problème est amplifié lorsque les gradients de densité, induits lors de la compression, sont aussi pris en compte, ceux-ci pouvant être la source de gauchissements et de changements dimensionnels non-uniformes.

La procédure permettant de déterminer les dimensions que devraient avoir les outils de compression afin que les pièces finales aient les dimensions désirées devient à ce moment une procédure d'essais et erreurs: les changements dimensionnels au frittage sont estimés. un premier outillage est fabriqué et les premiers échantillons frittés permettent de constater si l'estimation a correctement été faite. Dans le cas où ces estimations s'avèrent erronées, soit l'outillage doit être refait, ce qui s'avère très coûteux, soit les conditions de frittage doivent être ajustées, au risque de changer les propriétés mécaniques des pièces. Dans un cas comme dans l'autre, cette procédure itérative est coûteuse, tant en temps qu'en argent et devrait être évitée.

Une procédure de modélisation et de simulation numérique des procédés de métallurgie des poudres apparaît donc nécessaire afin d'éviter les pertes de temps et d'argent telles que précédemment décrites. Ces simulations, en prédisant les changements dimensionnels se produisant au frittage, permettront donc de concevoir les outils correctement du premier coup.

De tels outils de simulation existent déjà en ce qui concerne le procédé de compression (Chtourou, 1996) et utilisent la méthode des éléments finis afin d'obtenir la distribution de densité dans les pièces suite à cette compression. Toutefois, peu d'outils sont présentement disponibles en ce qui concerne la simulation du procédé de frittage en métallurgie des poudres.

La méthode des éléments finis, déjà utilisée dans le cas de la compression, se prête aussi bien à la simulation du procédé de frittage. Utilisé conjointement avec le module de simulation du pressage, un module de simulation du frittage donnerait alors au manufacturier un outil rapide lui permettant de prédire les changements dimensionnels se produisant au frittage, en se basant sur la distribution de densité dans les pièces et ainsi de concevoir les outils de façon à obtenir les pièces aux dimensions finales désirées.

Dans le cadre du présent travail, il a été décidé de s'attarder au cas de la poudre d'acier inoxydable du type 316L (voir Annexe pour les caractéristiques de cette poudre). celle-ci représentant une portion importante des pièces produites chez Précitech.

1.2.2 Différents modèles de comportement proposés

Deux grands types de modèles de simulation du procédé de frittage sont généralement présents dans la littérature (Reid, 1990): les modèles dits phénoménologiques (macromécaniques) et les modèles micromécaniques.

Les modèles micromécaniques considèrent la pièce sous étude comme étant un milieu particulaire. Ces particules sont généralement représentées par des formes géométriques simples, le plus souvent par des sphères. En utilisant ce type de modèle, les chercheurs s'intéressent surtout aux interactions entre les particules: création des ponts entre les particules, phénomènes de diffusion, etc... Les approches micromécaniques sont donc beaucoup plus proches de la métallurgie que de la mécanique.

Certaines limitations des modèles micromécaniques les rendent toutefois difficilement utilisables dans le cadre de la simulation à grande échelle par éléments finis du procédé de frittage: l'utilisation de géométries simples, par exemple, pour représenter les particules de poudre et tout particulièrement l'hypothèse des particules sphériques, est tout à fait inappropriée dans le cas de la simulation de pièces faites en acier inoxydable 316L (Chtourou, 1996). De plus, en traitant le milieu comme étant particulaire, une force de calcul imposante doit être déployée afin de simuler une pièce complète, comprenant des centaines de milliers de particules (bien que ceci soit appelé à changer avec la venue de machines de calcul de plus en plus puissantes). D'un point de vue purement théorique, les modèles micromécaniques sont

d'une grande utilité, permettant d'obtenir une grande quantité d'informations, mais ils sont toutefois mal adaptés au travail qui est visé dans le cadre de la présente maîtrise (Reid, 1990).

Considérant les limitations de l'approche micromécanique, une approche phénoménologique semble donc préférable dans le contexte de la simulation d'un procédé industriel. Une approche phénoménologique permet de considérer une pièce dans son intégralité et d'obtenir les informations pertinentes (déformations, retraits dimensionnels) plus aisément, en utilisant des lois rhéologiques. Cette approche est donc plus proche de la mécanique que de la métallurgie.

La majorité des modèles proposés de ce type (Bordia et Scherer, 1988) font état d'un comportement visqueux et isotrope, comprenant une partie mécanique et une seconde partie associée au frittage proprement dit. Ces modèles ont originalement été développés pour les cas de frittage sous contraintes (*sinter-forging*), ne considérant le cas de frittage libre (*free sintering*, sans contraintes) que comme un cas spécial du problème général de frittage sous contraintes.

Étant donné que la totalité des pièces produites chez Précitech se fait en frittage libre et qu'il est possible d'utiliser à ce moment des hypothèses qu'il est impossible d'utiliser dans le cas du frittage sous contraintes, il sera nécessaire, pour obtenir un modèle adapté à nos besoins, d'effectuer des modifications par rapport aux modèles existants.

1.3 Problématique

Suite à ce bref survol de la littérature, il apparaît donc évident que les modèles phénoménologiques soient mieux adaptés au problème que nous tentons de résoudre par ce travail, soit la simulation du procédé de frittage en métallurgie des poudres.

Une des limitations concernant l'emploi généralisé d'une approche phénoménologique est la caractérisation du matériau utilisé. Cette caractérisation implique en effet la mesure de variables ou d'états, telles que les états de contraintes internes et les changements dimensionnels en cours de frittage. Ces mesures peuvent être délicates à obtenir, de par la nature même du procédé (four, environnement à haute température, etc...). Des montages

ont déjà été conçus pour l'obtention de ces données, tout particulièrement pour mesurer les pièces tout au long du frittage à l'aide d'un dilatomètre (Venkatachari et Raj, 1986). Toutefois, ces montages demeurent des instruments de laboratoire difficilement utilisables en milieu industriel.

Il est donc nécessaire de développer une technique ou approche qui permettrait de facilement effectuer la simulation du procédé de frittage en métallurgie des poudres, en contournant autant que possible les problèmes liés à la caractérisation du matériau. Une simplification du modèle de comportement utilisé, ainsi que de la procédure d'étalonnage du matériau, permettrait sans doute d'atteindre cet objectif.

1.4 Objectifs et méthodologie

L'objectif principal de cette recherche est donc le développement d'un module pour la simulation du procédé de frittage en métallurgie des poudres. Ce module, qui devra s'intégrer et compléter le module de simulation du procédé de compression existant, doit permettre aux ingénieurs de la métallurgie des poudres de prédire la forme et la distribution de densité des pièces suite au frittage et ce avant même d'effectuer la conception détaillée des outils de pressage. La réalisation de cet objectif implique celle des objectifs spécifiques suivants:

- l'adaptation d'un modèle de comportement pour les poudres métalliques soumises au procédé de frittage,
- le développement et l'application d'une procédure de caractérisation expérimentale de ce modèle,
- l'implantation du modèle dans un code éléments finis,
- l'automatisation du recueil des données issues de la simulation de la compression.
- la validation du modèle de comportement et de l'approche utilisée.

Afin de répondre à ces objectifs, une analyse préliminaire du procédé de frittage sera tout d'abord effectuée. Celle-ci permettra d'évaluer l'influence de certains paramètres, souvent négligés par les autres chercheurs, sur les dimensions finales des pièces après frittage.

Les deux grandes familles de modèles utilisés pour la simulation du procédé de frittage seront ensuite présentées. Une étude comparative de ces différents modèles nous permettra ensuite de faire un choix quant au type de modèle qui sera utilisé, ainsi que des ajustements qu'il sera nécessaire d'y apporter, pour finalement obtenir le modèle de comportement qui sera utilisé dans le cadre du présent travail.

Le quatrième chapitre montrera, quant à lui, la méthodologie utilisée en ce qui concerne la caractérisation du modèle de comportement. Les résultats de ces étalonnages, ainsi que l'analyse de ces résultats, seront aussi présentés.

Les aspects numériques de la méthode des éléments finis feront l'objet du cinquième chapitre. Suite à une brève introduction aux éléments finis et au principe des travaux virtuels, il sera question du programme qui a été développé afin de récupérer les données issues de la simulation du procédé de compression et de la procédure de simulation en général.

Dans le sixième chapitre, il sera question de la validation du modèle de comportement choisi. Cette validation a été effectuée à l'aide d'une application industrielle de forme axisymétrique. Les résultats en ce qui concerne la densité finale dans la pièce, les dimensions finales ainsi que la forme finale de la pièce seront comparés pour les cas numériques et expérimentaux.

Finalement, le septième et dernier chapitre de ce mémoire présentera une rétrospective générale du travail accompli, ainsi qu'un bref aperçu des travaux qu'il reste à faire en ce qui concerne la simulation par éléments finis du procédé de frittage en métallurgie des poudres.

Chapitre II

Analyse préliminaire du procédé de frittage

2.1 Généralités

Le frittage en métallurgie des poudres est un procédé relativement complexe, comportant un certain nombre de paramètres pouvant plus ou moins affecter les résultats tels que les changements dimensionnels et les changements de densité. Avant de choisir un modèle de comportement pouvant décrire adéquatement le procédé de frittage, il a été jugé utile de procéder à une analyse préliminaire du procédé. Plus particulièrement, l'objectif de cette première étape était d'évaluer l'importance de divers paramètres sur les caractéristiques finales des pièces. En connaissant ainsi le procédé de frittage de manière plus approfondie, il sera plus facile de choisir les paramètres du modèle de comportement correspondant le mieux aux résultats escomptés par cette simulation.

Les paramètres considérés diffèrent dans le cadre du présent travail des paramètres généralement examinés par les autres chercheurs travaillant dans le domaine de la simulation du procédé de frittage. Ceci est justifiable en considérant le contexte dans lequel les présents travaux sont effectués: un contexte parfaitement industriel, beaucoup plus appliqué que celui de recherches pures. Il est connu, par exemple, que la température joue un rôle important dans le frittage. Dans un contexte industriel, toutefois, la température de frittage est souvent « fixée » par le besoin de répondre à diverses demandes en ce qui concerne les propriétés mécaniques ou métallurgiques des pièces. Le but de l'étude préliminaire n'était donc pas de vérifier l'influence de la température ou autres paramètres majeurs, mais plutôt de vérifier l'influence de paramètres qui, lors de recherches non-industrielles, auraient possiblement été

négligés. Même si le modèle choisi pour la simulation du procédé de frittage ne tiendra pas nécessairement compte de tous ces paramètres, leur influence sera à tout le moins mieux connue et évaluée.

2.2 Paramètres expérimentaux

Les différents paramètres ici étudiés dans un contexte industriel sont: la position des pièces sur le plateau de frittage, l'orientation des pièces sur ces mêmes plateaux et l'influence du type de plateau. De plus, afin d'évaluer l'influence de ces paramètres sur différents matériaux, trois matériaux ont été testés. Deux distributions de densité dans les pièces ont aussi été utilisées. Une description plus détaillée de ces différents paramètres sera faite dans les sous-sections qui suivent.

2.2.1 Orientation des pièces sur les plateaux

Les plateaux sur lesquels les pièces sont posées lors du frittage représentent une masse thermique importante dans le four. Étant donné cette masse, les plateaux ont tendance à se réchauffer et à refroidir moins rapidement que les pièces elle-mêmes. Ce test a pour but d'observer l'effet de cette différence, tout particulièrement sur les changements dimensionnels. Généralement, il est possible de placer les pièces soit à l'endroit, soit à l'envers. Ceci définit les deux « valeurs » étudiées pour ce paramètre.

2.2.2 Position des pièces sur les plateaux

Il est également important de connaître l'effet de la position des pièces sur un plateau pour les variations dimensionnelles. En effet, l'intérieur du four de frittage est rempli de gaz, dont les mouvements sont difficilement prévisibles. De plus, les éléments chauffants du four sont placés à des endroits précis. Ainsi, une pièce qui est située au centre d'un plateau de frittage ne « subira » pas les mêmes effets en ce qui a trait à la température et à l'exposition aux gaz qu'une pièce située sur les bords d'un plateau. Trois valeurs sont possibles pour ce paramètre: position de gauche sur le plateau, position centrale et position de droite.

2.2.3 Type de plateau utilisé

Plusieurs types de plateaux sont disponibles sur le marché, selon le type de four utilisé. Plus particulièrement, des plateaux de graphite et de céramique seront testés, tout comme la possibilité de fritter les pièces en utilisant un treillis de métal comme plateau, fritter sans utiliser de plateaux, ou encore celle de fritter des pièces sous une cloche relativement close. L'influence de ces plateaux sur les changements dimensionnels sera observée.

2.3 Matériaux utilisés

Tel que mentionné précédemment, trois types de matériaux différents seront utilisés afin de vérifier l'effet des paramètres:

- Acier inoxydable 316L
- Laiton (8020)
- Fer-Cuivre (FC-0208)

Les caractéristiques de ces matériaux sont disponibles en Annexe 1. Les pièces d'acier inoxydable sont frittées dans un four-poussoir à haute température C.I.Hayes, tandis que les deux autres matériaux sont frittés dans un four à courroie Sinterite.

2.4 Pièce type

Pour tous les tests effectués, une pièce type a été choisie. Cette pièce est montrée aux Figures 2-1 et 2-2. Celle-ci a été choisie parce que relativement simple géométriquement, tout en présentant d'intéressantes caractéristiques, telles que le changement de niveau et la faible épaisseur des murs. De par sa longueur totale, cette pièce permet également de tester un autre paramètre qui pourrait s'avérer intéressant: la distribution de densité.

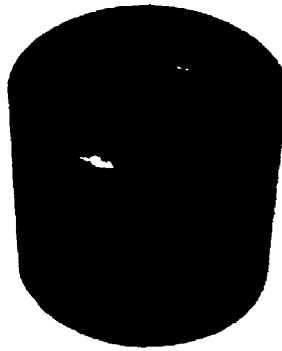


Figure 2-1 . Pièce utilisée pour les essais

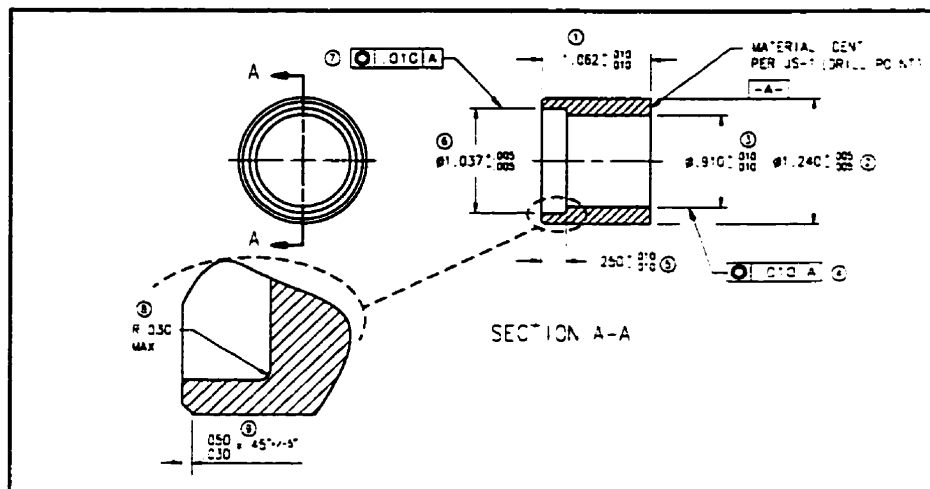


Figure 2-2 . Dessin détaillé de la pièce

2.5 Distributions de densité

Deux distributions de densité ont été utilisées, afin de vérifier si celle-ci a effectivement une influence sur les dimensions finales des pièces. Les distributions de densité dont il est question ici sont assez générales. La pièce est divisée en trois parties, soit le haut, le centre et le bas de la pièce. Le premier type de distribution de densité consiste en des densités inégales entre le haut et le bas de la pièce (fort gradient), alors que pour le second type de distribution de densité, il a été tenté d'égaliser ces densités du haut et du bas des pièces. La Figure 2-3 montre la nomenclature en ce qui concerne la pièce (vue en coupe), tandis que le Tableau 2-1 indique les valeurs de densité utilisées selon le matériau choisi.

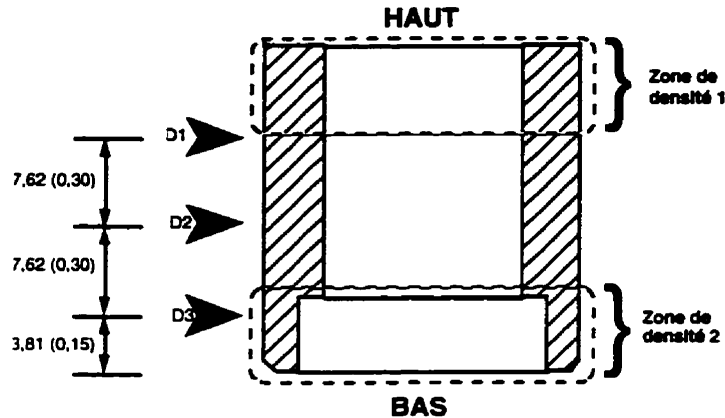


Figure 2-3 . Nomenclature utilisée

Matériau		Acier inoxydable 316L	Laiton 8020	FC-0208
Distribution de densité 1 (DD1)	ZONE 1	6,12 g/cm ³	7,00 g/cm ³	6.30 g/cm ³
	ZONE 2	6,40 g/cm ³	7,40 g/cm ³	6.60 g/cm ³
Distribution de densité 2 (DD2)	ZONE 1	6,20 g/cm ³	7,06 g/cm ³	6.38 g/cm ³
	ZONE 2	6,15 g/cm ³	7,07 g/cm ³	6.43 g/cm ³

Tableau 2-1 . Distributions de densité utilisées

2.6 Procédure expérimentale

Pour chacun des matériaux et chacune des distributions de densité, dix groupes, comprenant chacun dix pièces, ont été prélevés en production, à différents moments dans le temps. Chacune de ces pièces a été mesurée pour la hauteur et trois diamètres: le diamètre du haut, du centre et du bas (voir Figure 2-3). En tout et pour tout, donc, six cent pièces ont été mesurées, frittées et remesurées.

Les pièces de chacun des matériaux et de chacune des densités ont été distribuées sur quatre plateaux (soit vingt-cinq pièces par plateau). Chacun de ces quatre plateaux correspondait à un couple de paramètres à tester (orientation/type de plateau). Les frittages ont été effectués dans les conditions indiquées par le Tableau 2-2.

	Acier inoxydable 316L	Laiton 8020	FC-0208
Température (°C)	1288 (2350°F)	871 (1600°F)	1135 (2075°F)
Atmosphère (% H ₂)	97	70	5
Atmosphère (% N ₂)	3	30	95

Tableau 2-2 . Conditions de frittage

Le paramètre d'orientation comporte deux niveaux: à l'endroit ou à l'envers. Le paramètre du type de plateau comporte aussi deux niveaux, selon le matériau utilisé. Ainsi, pour l'acier inoxydable 316L, des plateaux de céramique et des treillis de métal ont été utilisés. Pour le Fer-Cuivre FC-0208, l'utilisation de plateaux de graphite a été comparée au cas où les pièces étaient directement sur la courroie du four, sans utiliser de plateau. Finalement, le laiton 8020 a été fritté en utilisant soit des plateaux de graphite, soit sous cloche.

2.7 Résultats des essais

Parmi les paramètres testés, il a rapidement été établi que les paramètres les plus influents étaient les suivants: le matériau utilisé, la distribution de densité et l'orientation des pièces sur les plateaux de frittage. Les différences apportées par un changement de type de plateau sont minimales, tandis qu'aucune différence répétitive n'a pu être observée entre les pièces placées sur le côté gauche, le centre ou le côté droit des plateaux. Les Figures 2-4 à 2-7 montrent les résultats des changements dimensionnels pour toutes les conditions de frittage et combinaisons de paramètres. Les changements indiqués ont été mesurés à l'aide d'un appareil de mesures tri-dimensionnelles (AMT) du département de Génie Mécanique de l'Université Laval. Un changement négatif dénote un rétrécissement de la pièce. DD1 représente la première distribution de densité et DD2 la seconde. Les trois diamètres sont ceux indiqués à la Figure 2-3.

Variation des diamètres pour le FC0208

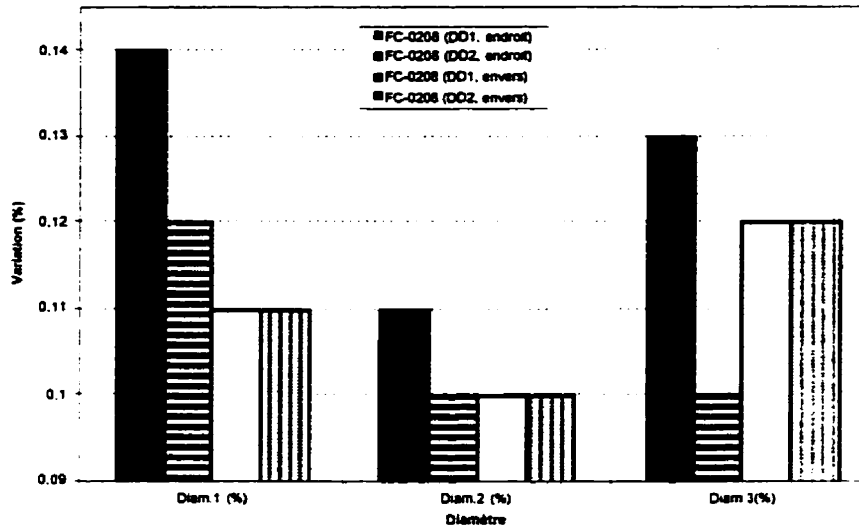


Figure 2-4 . Résultats pour le FC-0208 (diamètres)

Variation des diamètres pour le Laiton 8020

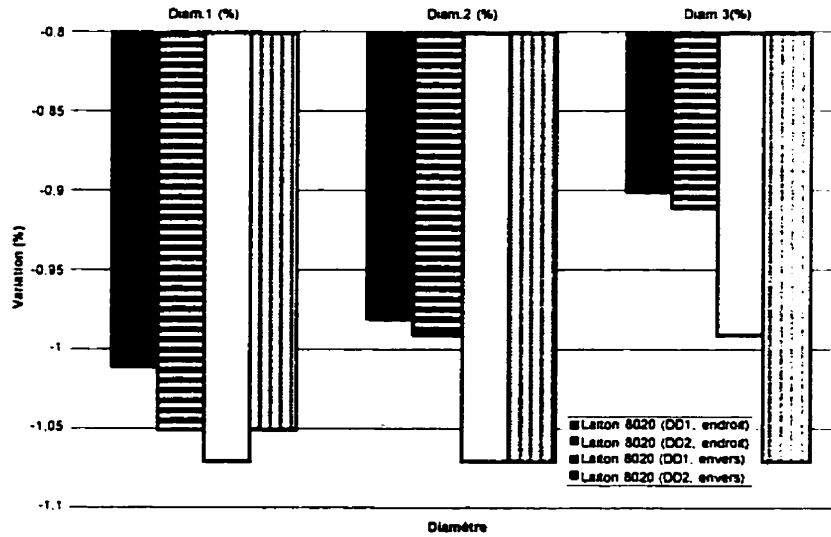


Figure 2-5 . Résultats pour le laiton 8020 (diamètres)

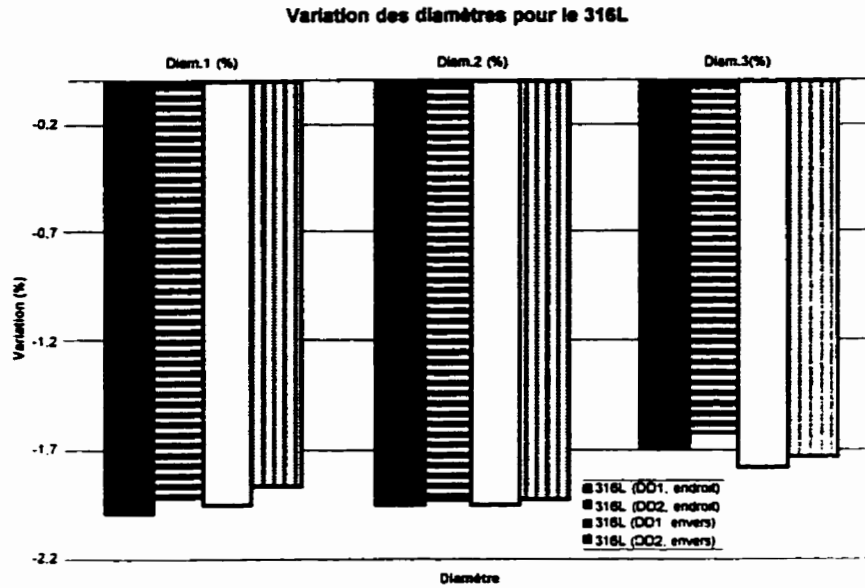


Figure 2-6. Résultats pour le 316L (diamètres)

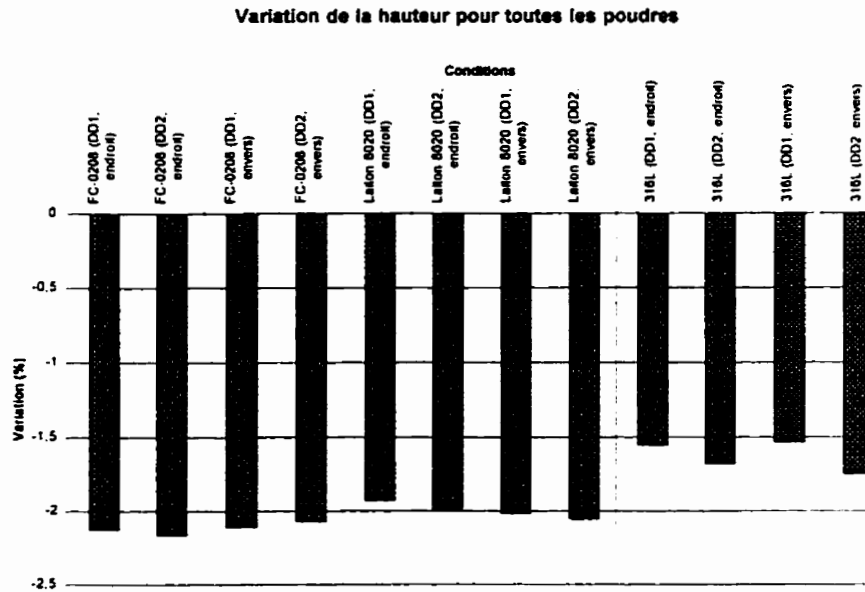


Figure 2-7. Résultats pour toutes les poudres (hauteurs)

En plus des mesures présentées aux Figures 2-4 à 2-7, le profil complet des pièces a été mesuré à l'aide de l'AMT. Ces profils permettent une meilleure visualisation des distortions pouvant se produire au frittage et sont présentés à l'Annexe 2. Pour chacune des pièces.

deux profils comportant chacun 26 points ont été mesurés. Les dessins montrent les profils des pièces frittées dans chacune des orientations (ligne continue pour les pièces frittées à l'endroit, et discontinue pour les pièces frittées à l'envers) sur le profil de la pièce à vert. Chacune des divisions représente 0,05 mm (0,002 pouce).

2.7.1 Effet de l'orientation des pièces sur les plateaux

L'orientation des pièces sur les plateaux a tendance à modifier le profil général de la pièce. Dans le cas de l'acier inoxydable 316L, par exemple, lorsque les pièces sont frittées à l'envers, le profil de la pièce a tendance à être plus droit que lorsque les pièces sont frittées à l'endroit. À notre avis, ceci est explicable par le fait que l'extrémité de la pièce touchant le plateau est moins apte à se déformer dimensionnellement, le plateau empêchant en quelque sorte les mouvements de la pièce. Dans la situation où les pièces sont frittées à l'endroit, une certaine conicité apparaît chez celles-ci. Le rétrécissement est situé dans le haut de la pièce dans les deux orientations, parce que cette section est plus épaisse que le bas de la pièce et est ainsi moins influencée par le plateau. Le même effet peut être observé pour le laiton 8020, alors que pour le cas du Fer-Cuivre FC-0208, les changements dimensionnels sont si minimes que la différence causée par un changement d'orientation est négligeable. Une seconde façon d'observer l'effet du changement d'orientation est de calculer la différence moyenne de rétrécissement, en allant d'une orientation à une autre. La Figures 2-8 montre ces différences (en pourcentage) en allant de l'orientation 1 (à l'endroit) à l'orientation 2 (à l'envers). Les nombres indiqués sont des moyennes des deux distributions de densité. Ainsi, par exemple, dans le cas de l'acier inoxydable 316L et pour le diamètre 1, le nombre 0,045 indique que lorsque l'on passe de l'orientation 1 à l'orientation 2, le rétrécissement passe, en moyenne, de -1,945% à -1,900%, soit un changement de +0,045.

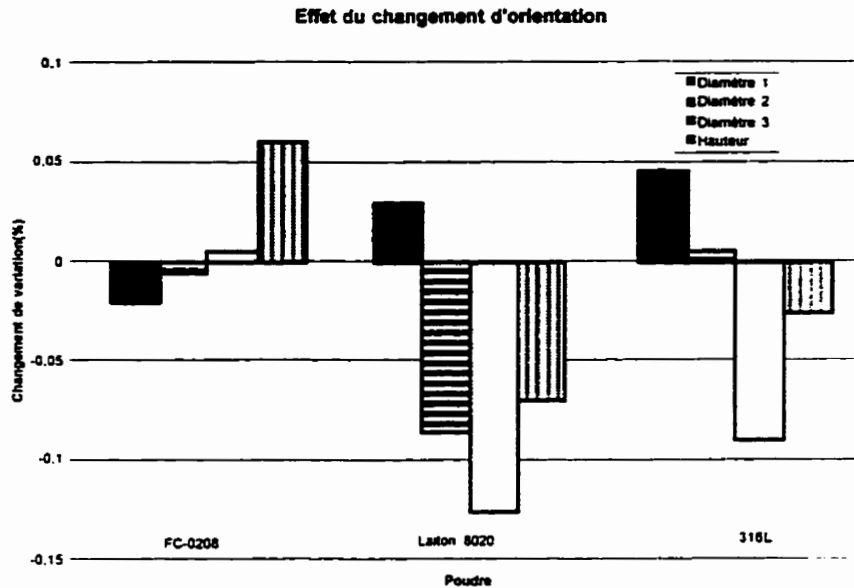


Figure 2-8 . Effet du changement d'orientation

2.7.2 Effet de la distribution de densité à vert

Par observation des résultats obtenus, il est possible de constater qu'un changement de distribution de densité de DD1 à DD2 a approximativement le même effet qu'un changement de l'orientation 1 à l'orientation 2. Pour le 316L, par exemple, l'effet du changement d'orientation tendant à rectifier les pièces est plus évident pour DD2 que pour DD1. Ceci est explicable par le fait que d'aller de l'orientation 1 à 2 permet au bas de la pièce un plus grand rétrécissement. Lorsque les pièces ont une distribution de densité DD2, la densité dans le bas de la pièce est plus faible que pour les DD1, permettant ainsi un rétrécissement plus important. Le même effet peut être observé pour les pièces de Laiton 8020, à un niveau moindre. Finalement, l'effet pour le Fer-Cuivre FC-0208 est difficilement mesurable. La Figure 2-9 résume l'influence d'un changement de densité, de DD1 à DD2. La procédure afin d'obtenir les résultats est la même que dans le cas de la Figure 2-8, en moyennant cette fois sur les deux orientations possibles.

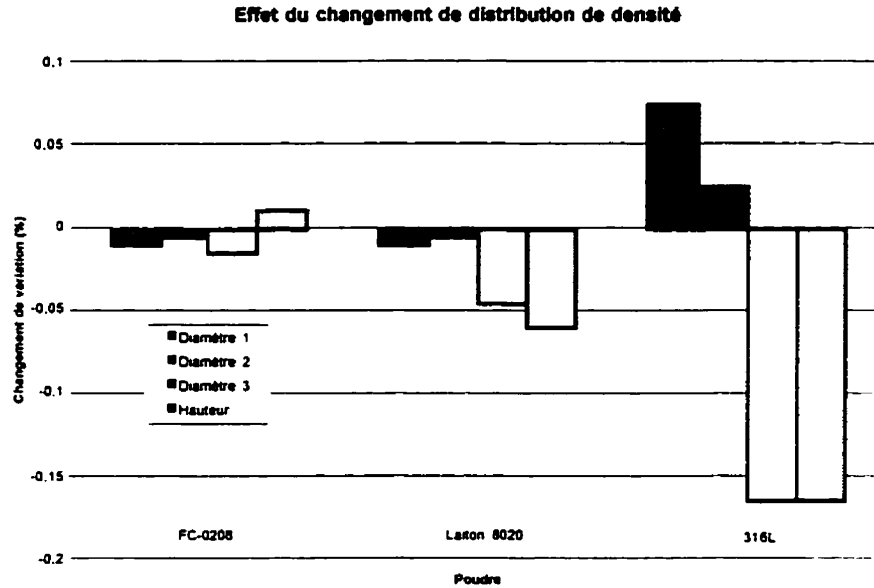


Figure 2-9 . Effet du changement de distribution de densité

La Figure 2-9 indique que la distribution de densité à vert a approximativement le même effet que l'orientation des pièces. Pour le 316L, aller de DD1 à DD2 réduit le rétrécissement pour le Diamètre 1, mais l'augmente pour le Diamètre 3. La même chose peut être observée pour le Laiton 8020, sauf dans le cas du Diamètre 1, où aller de DD1 à DD2 augmente le rétrécissement quelque peu. Les nombres en ce qui concerne le Fer-Cuivre FC-0208 sont toujours considérés comme négligeables.

Il est important de noter que, dans le cas du 316L, un changement de densité a beaucoup plus d'influence sur le rétrécissement qu'un changement d'orientation, alors que cet effet est renversé dans le cas du Laiton 8020. Lorsque vient le moment d'évaluer l'importance de ces deux paramètres, soit distribution de densité et orientation, il est donc très important de considérer le matériau.

2.8 Stabilisation du four

Un test complémentaire a été mené dans le but de vérifier le temps requis par le four pour atteindre un régime stable. Cette donnée peut être importante lorsque vient le temps d'effectuer l'étalonnage du modèle de comportement: afin d'obtenir des conditions de frittage

similaires aux conditions présentes lors d'une production normale, il faudra s'assurer d'effectuer cet étalonnage en régime stable du four. Ce test permettra donc de connaître cette période de stabilisation au-delà de laquelle il serait préférable d'effectuer l'étalonnage.

Pour effectuer le test, une série de dix plateaux, contenant chacun dix pièces d'acier inoxydable 316L (cinq de chaque distribution de densité) et quinze pièces servant à augmenter la masse thermique des plateaux, ont été frittées. Le frittage a été effectué dans le four-poussoir C.I.Hayes dans les mêmes conditions que celles utilisées précédemment pour fritter l'acier inoxydable 316L. Les pièces ont été mesurées sur un seul diamètre (Diamètre 1) et sur la hauteur.

La Figure 2-10 montre les résultats obtenus pour les changements dimensionnels des diamètres (en pourcent) pour les deux distributions de densité en fonction du numéro de plateau. Pour un plateau donné, le nombre indiqué est la moyenne des cinq pièces de ce plateau. Les barres d'erreur représentent ± 1 écart type pour ces cinq pièces. Il est à noter qu'une variation dimensionnelle de 1% correspond à un changement de 0,391 mm (0.01540 pouce) dans le cas qui nous concerne.

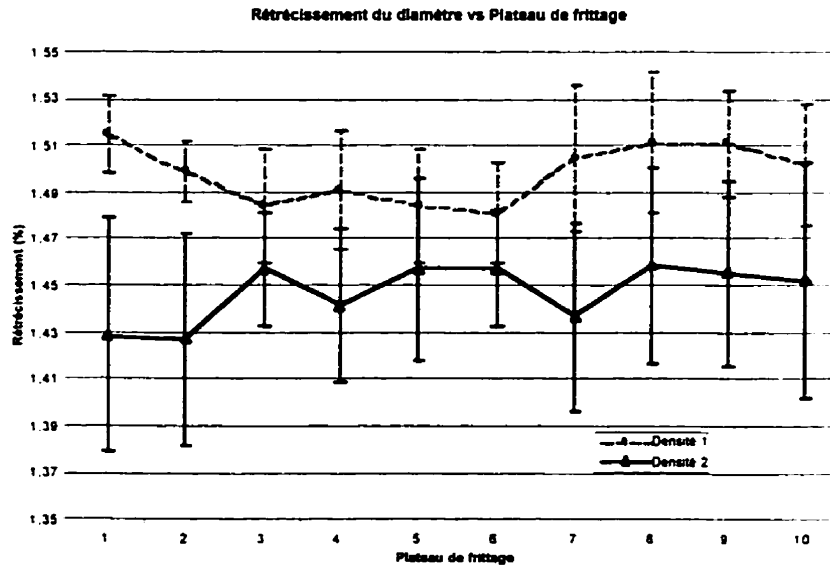


Figure 2-10. Stabilisation du diamètre (tiré de Vo Van, 1996)

La Figure 2-11 montre les changements dimensionnels, toujours en pourcentage, mais pour la hauteur cette fois. Les deux courbes représentent toujours les deux distributions de densité et les barres d'erreur ± 1 écart type. Une variation de dimensions de la hauteur de 1% correspond ici à un changement de 0,2865 mm (0,01128 pouce).

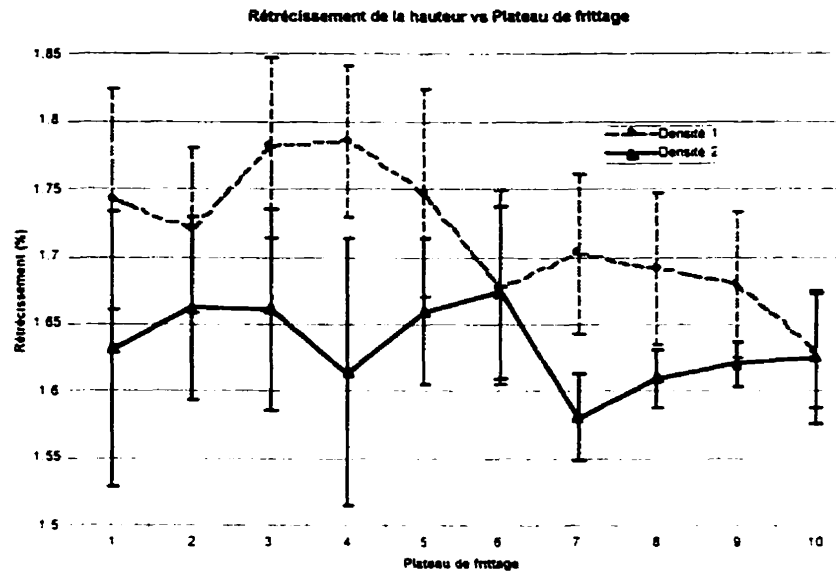


Figure 2-11. Stabilisation de la hauteur (tiré de Vo Van, 1996)

La Figure 2-10 montre que les changements dimensionnels du diamètre ne varient pas de façon significative pendant le processus de stabilisation du four de frittage. Pour les deux distributions de densité, les valeurs de ces changements sont comprises dans une fourchette de 0,04% (ou 0,1%, en tenant compte des barres d'erreur), soit 0,01575 mm (0,00062 pouce) (ou 0,0391 mm (0,00154 pouce)). Il est difficile d'établir clairement à quel moment la véritable stabilisation du four a lieu.

La Figure 2-11 montre que les changements dimensionnels sont plus importants pour les hauteurs que pour les diamètres. Pour les pièces DD1, les changements dimensionnels sont compris dans une fourchette de 0,15% (0,25% en tenant compte des barres d'erreur), ce qui représente un changement de 0,04293 mm (0,00169 pouce) (ou 0,07163 mm (0,00282 pouce)). Pour les pièces DD2, ces changements couvrent 0,09% (ou 0,27%), représentant un changement de 0,02591 mm (0,00102 pouce) (ou 0,07747 mm (0,00305 pouce)). De nouveau, le moment de stabilisation du four semble difficile à déterminer avec exactitude.

2.9 Conclusions

Ces tests préliminaires ont permis de mettre en évidence certains points qu'il sera important de considérer lors des travaux à suivre. Tout d'abord, il est important de noter que le temps de stabilisation du four semble difficile à déterminer (en termes de variations dimensionnelles). Il sera nécessaire, à ce moment, de s'assurer d'utiliser assez de plateaux avant et après les pièces à fritter lorsque des mesures auront à être prises, que ce soit pour l'étalonnage ou la validation du modèle de comportement qui sera choisi. Nous estimons, d'après les résultats obtenus, que huit plateaux sont suffisants. De plus, il a été vérifié que le type de plateau utilisé lors des frittages ainsi que la position des pièces sur ces plateaux n'avaient qu'une influence limitée sur les résultats finaux comparativement aux deux autres paramètres.

Les deux paramètres apparaissant comme étant importants sont donc la distribution de densité ainsi que l'orientation des pièces sur les plateaux de frittage. Cette importance varie grandement d'un matériau à l'autre. Ainsi, pour le 316L, la distribution de densité est beaucoup plus importante que l'orientation, alors que l'inverse est vrai pour le Laiton 8020.

Le point le plus important de ces tests préliminaires est le rôle que joue la distribution de densité sur les changements dimensionnels. Lors de ces tests préliminaires, cette distribution de densité n'a été mesurée qu'en divisant la pièce en trois zones. Or, il serait intéressant, à la lumière des résultats obtenus, d'utiliser un modèle de comportement tenant compte de la distribution de densité de façon plus précise.

Chapitre III

Modélisation du comportement des poudres métalliques au frittage

3.1 Généralités

Tel que mentionné précédemment, deux grandes classes de modèles sont généralement utilisés dans le cadre de la simulation par éléments finis du procédé de frittage en métallurgie des poudres: les modèles micromécaniques et les modèles phénoménologiques. Pour chacune de ces deux grandes classes de modèles, il existe différents modèles, basés sur des hypothèses variées.

Ce chapitre vise, par une étude plus approfondie des modèles existants, à faire le choix et à effectuer l'adaptation du modèle le plus approprié pour la simulation du frittage, en tenant compte du contexte dans lequel ce travail est effectué, à savoir: l'environnement industriel, le cas de frittage libre seulement, l'intégration au module de simulation du procédé de compression, etc...

Dans cette optique, il sera tout d'abord utile de procéder à une révision des aspects microscopiques et macroscopiques du frittage en considérant les différents stades du frittage, les mécanismes régissant le frittage, ainsi que les divers facteurs influençant le frittage. La révision de ces aspects, à la base des hypothèses utilisées par les différents auteurs, permettra de faire un choix plus éclairé quant aux hypothèses qui seront utilisées dans le cadre de nos travaux et aux différentes modifications qu'il sera nécessaire d'apporter au modèle choisi.

3.2 Les mécanismes du frittage

3.2.1 Deux classes de frittage

Il existe principalement deux classes de frittage: le frittage en phase solide et celui avec phase liquide. Dans le premier type de frittage, les liens métallurgiques se forment sans que les constituants du métal n'entrent en phase liquide, alors que dans le second type de frittage, un ou plusieurs de ces constituants se retrouve à un moment ou à un autre en phase liquide. Le frittage avec phase liquide est le plus souvent utilisé dans le cas des pièces de poudres alliées, où l'un des constituants possède une température de fusion plus basse que les autres constituants. Seul le cas du frittage en phase solide sera considéré dans le cadre du présent travail.

3.2.2 Les trois stades du frittage

Le procédé de frittage est généralement divisé en trois stades: le stade initial, le stade intermédiaire et le stade final. La Figure 3-1 montre de façon schématique ces différents stades du frittage dans le temps.

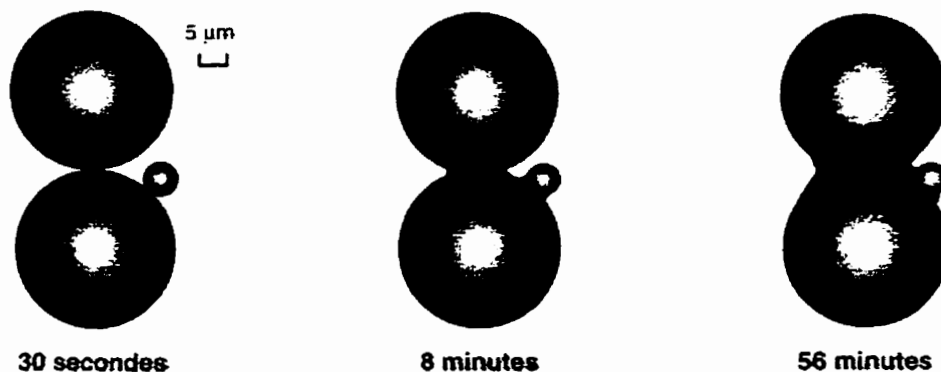


Figure 3-1. Les trois stades du frittage

Durant le stade **initial**, les ponts se forment entre les particules. Cette création de ponts est accompagnée d'une baisse importante de l'énergie de surface, ainsi que des surfaces libres. La structure des pores est, à ce moment, ouverte et complètement interconnectée. Le stade **intermédiaire** voit une consolidation et une croissance des grains et une importante croissance du diamètre des ponts. Il est à noter que pratiquement toute la densification de l'aggrégat se produit durant ce stade. La structure des pores est aussi à ce moment beaucoup

plus lisse. Les pores eux-mêmes sont interconnectés et possèdent une structure "cylindrique". Il devient à ce moment plus facile de considérer l'ensemble d'un point de vue "particules-pores" plutôt que d'un point de vue de ponts entre particules. Finalement, au moment où des pores fermés apparaissent en nombre important, s'amorce le stade **final** du frittage. La porosité est à ce moment entre 10% et 5% et les pores, auparavant de formes cylindriques, s'effondrent pour former des pores sphériques (German, 1984). La densification à ce moment peut être considérée comme étant négligeable.

3.2.3 Les forces motrices du frittage

De façon générale, les forces motrices du frittage sont constituées par l'énergie de surface des particules de poudre. Ces forces exercent des contraintes sur le matériau, ce qui a pour effet d'entraîner des phénomènes d'écoulement de masse et donc du procédé de frittage en général. La nature même de la force motrice du frittage change généralement selon le stade de frittage et il existe donc une relation entre le stade de frittage et la force motrice du frittage: c'est pourquoi il est important, d'un point de vue microscopique, de connaître celle-ci afin de pouvoir effectuer une modélisation adéquate du procédé de frittage. Il est généralement connu, par exemple (Angers, 1996), que le gradient de courbure des ponts entre les particules est ce qui gouverne l'écoulement de masse (et représente donc la force motrice du frittage) pendant le stade initial du frittage. Durant le stade intermédiaire, c'est plutôt l'énergie d'interface des particules qui forme la force motrice du frittage. Finalement, lors du stade final du frittage, la force motrice est constituée par l'élimination de l'aire interfaciale entre les pores et le matériau solide.

3.2.4 Les mécanismes de transport

Alors que les forces motrices du frittage provoquent un écoulement de masse lors du frittage, les différents mécanismes de transport déterminent quant à eux de quelle manière cet écoulement de masse prend place. Il existe environ cinq types de mécanismes de transport, qu'il est possible de classer en deux grandes catégories: les mécanismes de transport de surface et les mécanismes de transport en volume. Dans la première catégorie, nous pouvons inclure la diffusion en surface, ainsi que la vaporisation-condensation. La deuxième catégorie comprend, quant à elle, la diffusion en volume, la diffusion aux joints de grains, ainsi que l'écoulement plastique par glissement de dislocations (Angers, 1996).

La différence majeure entre les deux types de mécanismes provient de la nature même du mouvement de masse. Dans le cas de transport de surface, la masse provient et se dépose à la surface des particules, alors que dans le cas du transport de volume, la masse provient de l'intérieur des particules pour se déposer sur les ponts entre les particules. La conséquence la plus importante de cette différence est la suivante: alors qu'il ne se produit que peu ou pas de changements dimensionnels durant le transport de surface (seul un agrandissement des ponts a lieu), des changements dimensionnels beaucoup plus importants se produisent lors de transport en volume (Angers, 1996). De plus, la densification semble se produire uniquement lors du transport de masse en volume, ce qui indiquerait que ce dernier se produit surtout durant les stades plus avancés du frittage (Angers, 1996). Et, bien qu'il soit possible que plus d'un mécanisme de transport entre en jeu à un moment donné, il est bon de noter qu'il existera toujours un mécanisme de transport prépondérant. L'importance des divers mécanismes de transport dépend de certains facteurs, qui seront traités dans la section suivante.

3.3 Les facteurs influençant le frittage

Un certain nombre de facteurs influencent le frittage, que ce soit au niveau des changements dimensionnels ou des propriétés mécaniques des pièces. Il nous est possible de classer arbitrairement ces facteurs en deux grandes classes. Les facteurs découlant du procédé de frittage lui-même (temps, température et atmosphère de frittage, taux de refroidissement du four, etc...) forment un premier groupe. Le second groupe comprend les facteurs découlant du procédé de compression ou découlant de la pièce elle-même (matériau, grosseur des grains, quantité et type de lubrifiant, gaz dans la poudre, géométrie, distribution de densité dans les pièces à vert, etc...)

3.3.1 Facteurs découlant du frittage

Du point de vue des propriétés mécaniques, le temps de frittage a pour effet de modifier, à divers degrés, la limite élastique en traction, la résistance mécanique, ainsi que le pourcentage d'élongation des pièces frittées. Un temps de frittage plus long aura pour effet d'augmenter ces propriétés. De plus, plus le temps de frittage est long, plus les changements dimensionnels risquent d'être importants, jusqu'à une certaine limite, au-delà de laquelle les changements se produisent moins rapidement. Il est généralement recommandé d'augmenter la température de frittage, plutôt que le temps de frittage, pour obtenir des frittages plus complets (Angers, 1996).

La température de frittage joue un rôle important lors du frittage. En général, plus cette température est élevée, plus le frittage se produit rapidement. Si toutes les autres variables sont gardées constantes, il est ainsi possible d'obtenir de meilleures propriétés mécaniques (limite et résistance mécanique, élongation) en augmentant la température de frittage.

L'atmosphère de frittage a comme rôle principal de brûler le lubrifiant présent dans la poudre, de réduire les oxydes et d'aider la diffusion complète et uniforme d'éléments tels que le cuivre et le carbone (Pichet, 1996). Les effets de l'atmosphère de frittage ont largement été étudiés: il a par exemple été trouvé, dans un test comparatif de sept atmosphères, qu'une atmosphère contenant du monoxyde de carbone a pour effet de diminuer les changements dimensionnels dans le cas des aciers Fer-Cuivre FC0208 (Berlinger, 1992). Toujours pour ce même matériau, il a aussi été observé qu'en présence d'oxygène, les pièces avaient tendance à posséder une meilleure résistance à la rupture et présentaient une meilleure malléabilité suite au frittage (Chen, 1993). Finalement, il a été démontré que pour l'acier inoxydable 316L, l'utilisation d'une atmosphère d'azote (plutôt qu'une atmosphère d'argon) pouvait presque doubler la résistance mécanique des pièces (Industrial Heating 176).

En ce qui a trait au taux de refroidissement, le choix de ce dernier doit être fait en considération des propriétés mécaniques finales qui sont désirées et ce choix représente toujours un certain compromis entre la malléabilité et la résistance mécanique des pièces: un taux de refroidissement plus élevé aura pour effet d'abaisser la résistance, mais d'augmenter la malléabilité des pièces suite au frittage.

3.3.2 Facteurs découlant du pressage ou associés à la pièce

Outre la géométrie des pièces et le matériau utilisé, qui découlent directement des pièces à produire, divers facteurs non directement liés au procédé de frittage influencent tout de même celui-ci. Parmi ceux-ci, il est possible de compter la grosseur et la forme des particules utilisées. Il a été démontré pour l'acier inoxydable 316L que l'addition de particules plus fines dans un mélange de particules plus grossières avait tendance à augmenter les changements dimensionnels axial et radial et que le remplacement des particules sphériques par des particules de formes irrégulières avait comme effet de diminuer ces changements dimensionnels (Hirschhorn, 1971).

Le type de lubrifiant utilisé influence surtout les propriétés des pièces après frittage, tout particulièrement la résistance à la corrosion. Un dépôt de carbone dû à un lubrifiant mal enlevé lors de la délubrification, par exemple, peut être très néfaste pour le frittage de l'acier inoxydable, en abaissant de façon notable sa résistance à la corrosion (Thompson, 1984 Handbook).

La densité à vert des pièces influence tout particulièrement le taux de densification: pour des poudres d'oxyde de zinc, il a été démontré que le taux de densification à toute température augmente de façon significative avec une baisse de la densité à vert et que cette dépendance est surtout marquée pour des densités relatives à vert inférieures à 80% (Rahaman, 1981). Globalement, il est facilement observable que plus la densité à vert est faible, plus il y a de frittage et plus les changements dimensionnels sont importants. De plus, la distribution de densité dans une pièce est un facteur tout aussi important que la valeur de la densité à vert en ce qui concerne les dimensions finales des pièces soumises au frittage, une densité non-uniforme étant la cause de gauchissements des pièces et de retraits dimensionnels non-uniformes.

Finalement, la présence de certains gaz dans les pièces suite au compactage peut affecter les propriétés des pièces suite au frittage. Par exemple, la présence d'oxygène dans une poudre de Fer-Cuivre standard frittée dans une atmosphère d'azote affecte les changements dimensionnels, une plus grande quantité d'oxygène correspondant à de moins importants changements dimensionnels (Mashura 1991).

3.3.3 Hypothèses de base

Tel que mentionné auparavant, il est possible de modéliser le frittage selon deux approches: micromécanique (particulaire) ou phénoménologique (continuum). Une des hypothèses de base qu'il est nécessaire de poser concerne le choix du type de représentation du procédé de frittage.

Dans le cas des approches du type micromécanique, les grains de poudre sont généralement représentés comme des particules sphériques (ou autres géométries simples). L'étude porte alors sur les interactions entre ces particules géométriquement simples. De tels systèmes sont généralement limités à quelques milliers de particules, étant donné la complexité et les coûts

exorbitants de calcul requis dans des situations réelles impliquant des millions, sinon des milliards, de particules. De telles études correspondent à des situations idéales et sont utiles pour l'établissement des valeurs limites (bornes supérieures et inférieures des valeurs atteignables) de certains des paramètres de la loi de comportement utilisée.

L'hypothèse de sphéricité est peu réaliste pour des poudres de formes irrégulières telles que l'acier inoxydable 316L que nous utilisons dans le cadre de ce travail (Chtourou, 1996). Pour des poudres irrégulières, donc, l'étude des interactions entre les particules devient très complexe. De plus, le nombre de particules nécessaires pour représenter une pièce complète implique un temps de calcul énorme, que seuls les ordinateurs les plus récents et puissants sont capables de supporter.

À l'opposé, l'approche phénoménologique repose sur une représentation de la pièce à fritter comme un milieu continu. Des lois rhéologiques sont utilisées afin d'étudier le comportement macroscopique des pièces soumises au frittage et ce ne sont donc plus les interactions entre les particules qui sont étudiées, mais bien les comportements de la pièce dans son ensemble. L'approche phénoménologique, avec son hypothèse de milieu continu, devient alors relativement plus simple à traiter et est donc mieux adaptée au problème industriel qui nous intéresse. Cependant, la loi de comportement à utiliser doit adéquatement représenter les mécanismes microscopiques qui gouvernent le frittage. Cette approche sera celle utilisée dans le cadre du présent travail.

Outre l'hypothèse de milieu continu, la grande majorité des modèles de ce type utilisent les hypothèses suivantes:

- Le matériau est toujours considéré comme étant isotrope;
- Le procédé de frittage est considéré comme étant isotherme (et néglige les phases de réchauffement et de refroidissement);
- Les matériaux sont non-polaires (pour des matériaux non magnétiques);
- L'hypothèse des petites perturbations (translation, rotation et déformation) est acceptée;

- Les termes de convection et d'inertie, les forces volumiques, ainsi que les apports de chaleur interne sont négligés;

L'utilisation de ces hypothèses conduira à des équations de mouvement simples et à des lois de comportement que l'on peut relier à des modèles connus moyennant une définition adéquate des paramètres.

3.4 Principes fondamentaux du comportement des poudres

3.4.1 Définitions cinématiques

Soit un corps occupant au temps $t=t_0$ une configuration C_0 et considérons un point matériel $P_0(t_0)$ défini par un vecteur position \vec{X} . À l'instant actuel $t=t$, le corps a subi un mouvement de déformation et occupe une configuration C_t et le point matériel \vec{X} a subi un déplacement \vec{u} vers une position $P(t)$ définie par un vecteur. On décrit alors le mouvement de déformation du corps par la relation suivante:

$$\vec{x} = \vec{X} + \vec{u} \quad (\text{Eq. 3-1})$$

Pendant ce mouvement, le voisinage de la particule situé en \vec{X} se transforme en voisinage de la particule située en \vec{x} comme suit: un point $Q_0(t_0)$ défini par un vecteur $\vec{X} + d\vec{X}$ devient $Q(t)$ défini par $\vec{x} + d\vec{x}$ suite à un déplacement $\vec{u} + d\vec{u}$. On peut alors écrire la transformation de voisinage comme suit:

$$d\vec{x} = d\vec{X} + \nabla_{\vec{X}} \vec{u} \cdot d\vec{X} = \left(1 + \nabla_{\vec{X}} \vec{u}\right) \cdot d\vec{X} \quad (\text{Eq. 3-2})$$

où le gradient de déplacement est donné par:

$$\nabla_{,i} \vec{u} = \frac{\partial \vec{u}}{\partial \vec{X}} \quad (\text{Eq. 3-3})$$

et la quantité $\vec{F} = \vec{1} + \nabla_{,i} \vec{u}$ définit un tenseur gradient de transformation. Il est possible de constater que le gradient de déplacement est un tenseur de second ordre. À partir de la relation 3-2, il est possible de définir un tenseur de déformation \vec{E} dit de Green-Lagrange, en considérant la différence entre les longueurs d'élément matériel déformé $d\vec{x}$ et non déformé $d\vec{X}$:

$$dl^2 - dL^2 = 2d\vec{X}^T \cdot \vec{E} \cdot d\vec{X} \quad (\text{Eq. 3-4})$$

où $dl^2 = d\vec{x} \cdot d\vec{x}$ et $dL^2 = d\vec{X} \cdot d\vec{X}$.

On peut montrer que, dans ce cas (Gakwaya, 1994), le tenseur de Green-Lagrange est défini par rapport à la configuration non déformée C_0 par:

$$\vec{E} = \frac{1}{2} \left[\nabla_{,i} \vec{u} + \left(\nabla_{,i} \vec{u} \right)^T + \left(\nabla_{,i} \vec{u} \right) \bullet \nabla_{,i} \vec{u} \right] \quad (\text{Eq. 3-5})$$

Ce tenseur est non-linéaire. Sous l'hypothèse des petites perturbations, toutefois, les déplacements \vec{u} et leurs gradients seront petits par rapport à l'unité, de sorte que le terme quadratique du tenseur sera négligeable devant le gradient des déplacements. Seule la partie linéaire du tenseur sera donc conservée, que l'on dénotera par ε :

$$\vec{E} \equiv \varepsilon = \frac{1}{2} \left[\nabla_{,i} \vec{u} + \left(\nabla_{,i} \vec{u} \right)^T \right] \quad (\text{Eq. 3-6})$$

Notons aussi que sous l'hypothèse des petites déformations, d'autres simplifications sont possibles:

$$\begin{aligned} C_t &\equiv C_o \\ \vec{x} &\equiv \vec{X} \end{aligned} \quad (\text{Eq. 3-7})$$

Par ailleurs, si on dénote par \vec{v} la vitesse d'un point P, le tenseur taux de déformation \bar{D} en ce point correspond à la partie symétrique du tenseur gradient de vitesse $\bar{K} = \nabla_{\cdot} \vec{v}$, et ce tenseur taux de déformation est donc défini par:

$$\bar{D} = \frac{1}{2} \left[\nabla_{\cdot} \vec{v} + \left(\nabla_{\cdot} \vec{v} \right)^T \right] \quad (\text{Eq. 3-8})$$

Sous l'hypothèse des petites perturbations, toutefois, il est possible de simplifier ce dernier tenseur, qui devient tout simplement:

$$\bar{D} = \dot{\varepsilon} \quad (\text{Eq. 3-9})$$

3.4.2 Théorèmes mathématiques

Certains principes mathématiques sont nécessaires à la compréhension des sections qui suivent. Ces principes sont les suivants: la dérivée matérielle, le théorème de transport de Reynolds, ainsi que le théorème de la divergence. Un bref survol de ces théorèmes sera effectué. Plus de détails sont disponibles dans les notes du cours *Mécanique des milieux continus* (Gakwaya, 1994).

Dérivée matérielle

La dérivée matérielle est la dérivée par rapport au temps d'une certaine grandeur h que l'on suit dans son mouvement. Elle s'écrit simplement:

$$\frac{Dh}{Dt} = \dot{h} = \frac{\partial h}{\partial t} + \nabla h \cdot \vec{v} = \frac{\partial h}{\partial t} + \frac{\partial h}{\partial x_i} \cdot v_i, \quad (\text{Eq. 3-10})$$

Théorème de transport de Reynolds

Le théorème de transport de Reynolds est utilisé afin de calculer les dérivées matérielles d'une certaine propriété définie par une intégrale de volume et associée à une propriété h . Ce théorème s'écrit, dans le cas où l'équation de conservation de la masse est satisfaite, par (avec ρ étant la densité):

$$\frac{D}{Dt} \int_V \rho h dV = \int_V \rho \frac{Dh}{Dt} dV \quad (\text{Eq. 3-11})$$

Théorème de la divergence

Aussi appelé théorème de Green, ce théorème permet de transformer une intégrale de surface quelconque en intégrale de volume. S'il existe une surface S ayant un vecteur normal unitaire \vec{n} , ainsi qu'un vecteur \vec{h} pouvant représenter, par exemple, des contraintes à la surface, alors:

$$\int_S (\vec{h} \cdot \vec{n}) dS = \int_V \text{div}(\vec{h}) dV \quad (\text{Eq. 3-12})$$

3.4.3 Équations de conservation

Tel que mentionné précédemment, il existe des relations, appelées lois de conservation, qui sont universelles en physique des milieux continus. Ces relations mathématiques traduisent des faits en accord avec les expériences physiques courantes et sont définies dans les sous-sections qui suivent.

Conservation de la masse

Ce premier principe spécifie que la masse du système considéré ne varie pas au cours du mouvement de déformation. Mathématiquement, cette relation nous est donnée par:

$$\frac{Dm}{Dt} = \frac{D}{Dt} \int_V \rho dV = 0 = \frac{\partial}{\partial t} \int_V \rho dV + \int_S \rho \vec{v} \cdot \vec{n} dS \quad (\text{Eq. 3-13})$$

Sous forme locale, la relation précédente prend la forme suivante:

$$\frac{\partial \rho}{\partial t} + \text{div}(\rho \vec{v}) = 0 \quad (\text{Eq. 3-14})$$

Conservation de la quantité de mouvement

Selon ce principe, le taux de variation de la quantité de mouvement d'un corps est égal à la somme des efforts extérieurs exercés sur ce corps. Mathématiquement, ceci est traduit par:

$$\frac{D}{Dt} \int_V \rho \vec{v} dV = \int_V \vec{f} dV + \int_S \vec{t} dS \quad (\text{Eq. 3-15})$$

Où:

\vec{v} : vitesse

\vec{f} : forces volumiques

\vec{t} : forces de surface

Selon les relations de Cauchy (Gakwaya, 1994), nous rappelons que:

$$\vec{t} = \vec{\sigma} \cdot \vec{n} \quad (\text{Eq. 3-16})$$

En utilisant la relation (3-16) dans (3-15) et en appliquant le théorème de la divergence, il est possible d'obtenir, sous forme locale, la relation suivante:

$$\rho \frac{D\vec{v}}{Dt} - \text{div}(\vec{\sigma}) - \vec{f} = \rho \vec{a} - \text{div}(\vec{\sigma}) - \vec{f} = 0 \quad (\text{Eq. 3-17})$$

En négligeant les forces volumiques et l'inertie, on peut simplifier la relation précédente pour obtenir:

$$\text{div}(\vec{\sigma}) = \sigma_{\eta,j} = 0 \quad (\text{Eq. 3-18})$$

Conservation du moment cinétique

Selon ce principe, le taux de variation du moment cinétique d'un corps est égal à la somme des moments des efforts extérieurs exercés sur ce corps. Mathématiquement, en gardant l'hypothèse d'un corps non-polaire (i.e. non sujet à des couples internes), nous obtenons:

$$\frac{D}{Dt} \int_V (\vec{x} \times \rho \vec{v}) dV = \int_V (\vec{x} \times \vec{f}) dV + \int_S (\vec{x} \times \vec{t}) dS \quad (\text{Eq. 3-19})$$

Sous forme locale, le principe de la conservation du moment cinétique indique tout simplement la symétrie du tenseur des contraintes:

$$\sigma_{\eta} = \sigma_{\eta} \quad (\text{Eq. 3-20})$$

3.4.4 Relations thermodynamiques

Deux autres relations existantes sont basées quant à elles sur des principes thermodynamiques. Ces deux relations sont la conservation de l'énergie et l'inégalité fondamentale de l'entropie.

Conservation de la quantité d'énergie

Ce principe stipule que le taux de variation par rapport au temps de la somme de l'énergie interne et de l'énergie cinétique d'un corps est égal à la somme des puissances des efforts extérieurs exercés sur ce dernier et du taux d'énergie calorifique fournie au système:

$$\dot{K} + \dot{U} = P_{(e)} + Q^{\Delta} \quad (\text{Eq. 3-21})$$

Où:

$$K = \text{énergie cinétique} = \int_V \frac{1}{2} \rho \bar{v}^2 dV$$

$$U = \text{énergie interne} = \int_V \rho u dV$$

$$P_{(e)} = \text{puissance des efforts extérieurs} = \int_V \vec{f} \cdot \vec{v} dV + \int_S \vec{t} \cdot \vec{v} dS$$

$$Q^{\Delta} = \text{taux de chaleur fournie} = \int_S \vec{q} \cdot \vec{n} dS + \int_V \rho r dV$$

Sous une forme plus détaillée, il est aussi possible d'écrire la relation précédente sous la forme suivante:

$$\frac{D}{Dt} \int_V \rho \left(u + \frac{1}{2} \bar{v}^2 \right) dV = \int_V \left(\vec{f} \cdot \vec{v} + r \right) dV + \int_S \left(\vec{t} \cdot \vec{v} + \vec{q} \cdot \vec{n} \right) dS \quad (\text{Eq. 3-22})$$

Où:

u = énergie interne spécifique

r = taux d'énergie volumique reçue

\vec{q} = vecteur flux de chaleur

Sous forme locale et après avoir utilisé le théorème de l'énergie cinétique, nous obtenons, en notation indicielle:

$$\rho \dot{u} = \sigma_{ij} D_{ij} - q_{i,i} + r \quad (\text{Eq. 3-23})$$

Avec D_{ij} représentant le tenseur taux de déformation.

Inégalité fondamentale de l'entropie

L'inégalité fondamentale de l'entropie, qui est en fait la deuxième loi de la thermodynamique, stipule que le taux de production de l'entropie par rapport au temps est plus grand ou égal à la somme du taux d'entropie transféré au corps à travers sa frontière et du taux d'entropie généré à l'intérieur du corps. Mathématiquement, cela donne:

$$\dot{\theta}_s \geq Q^s \quad (\text{Eq. 3-24})$$

Où Q^s est le taux de chaleur reçue. De manière plus explicite:

$$\frac{Ds}{Dt} \geq - \int_s \left(\frac{\vec{q} \cdot \vec{n}}{\theta} \right) dS + \int_v \frac{r}{\theta} dV \quad (\text{Eq. 3-25})$$

Avec:

θ = température

s = entropie

En introduisant ici le concept d'énergie libre de Helmholtz ψ , qui est défini par:

$$\psi = u - \theta s \quad (\text{Eq. 3-26})$$

et dont la dérivée matérielle est donnée par:

$$\dot{\psi} = \dot{u} - \dot{\theta}s - s\dot{\theta} \quad (\text{Eq. 3-27})$$

l'inégalité fondamentale de l'entropie s'écrit alors, sous forme locale, comme:

$$\rho(\dot{\psi} + \dot{\theta}s) \leq \sigma_{ij}D_{ij} - \frac{1}{\theta}q_i\theta_{,i} \quad (\text{Eq. 3-28})$$

Cette dernière forme de l'inégalité de l'entropie est dite de Clausius-Duhem.

3.5 Modèles de comportement

Depuis nombre d'années déjà, un besoin de modéliser le procédé de frittage en métallurgie des poudres existe. Ce besoin a entraîné une multitude de modèles de simulation dont quelques-uns seront rapidement examinés ici.

Dès le milieu des années 40, des chercheurs se penchaient déjà sur la meilleure approche à utiliser afin de modéliser le procédé de frittage. En examinant les différents modèles proposés, il est possible de procéder à un classement de ces modèles en deux grandes catégories: les modèles dits micromécaniques, basés sur l'interaction des particules, la physique fondamentale et un matériau traité de façon corpusculaire et les modèles phénoménologiques, basés sur des observations expérimentales et où la matière est traitée à la manière d'un milieu continu.

3.5.1 Les modèles micromécaniques

Frenkel (1945) est probablement un des premiers à avoir proposé un modèle pouvant décrire le frittage. En se basant sur une géométrie simple (une paire de sphères), il en vint à la conclusion que la densification était causée par un écoulement visqueux, généré par un principe de capillarité. Cette approche micromécanique de Frenkel fut suivie de celle de MacKenzie et Shuttleworth (1948). Utilisant le même raisonnement que Frenkel, ils ont tenté de simuler une masse amorphe contenant des pores distribuées. Kuczynski (1949) développait presque au même moment un modèle basé sur des mécanismes de transport de matériau, couplés à une observation de systèmes géométriques simples.

Kingery et Berg (1955) tentaient, quant à eux, de simuler les premiers stades du frittage par un modèle d'écoulement visqueux, d'évaporation-condensation et de diffusion. Continuant dans la lignée des modèles micromécaniques, Coble (1961) a, pour sa part, tenté de simuler les stades intermédiaire et final du frittage par un modèle basé sur la diffusion. Hobbs et Mason (1955) continuèrent le travail de Kuczynski, utilisant toujours des modèles de transport de matériau couplés à une observations de modèles géométriques simples. Finalement, Scherer (1977), utilisant l'équilibre d'énergie, travailla sur la simulation du frittage en utilisant une matrice régulière cubique obtenue par l'intersection de liquides cylindriques.

La plupart des modèles micromécaniques présentés utilisent l'hypothèse d'une séquence de géométries de particules spécifiées. Or, il est connu que la morphologie du système évolue pendant le frittage et il peut être préférable à ce moment de coupler l'écoulement visqueux à un problème avec conditions limites mobiles (Martinez-Herra, 1994). Plusieurs auteurs s'étaient déjà engagés dans cette voie, dont Cosgrove *et al.*(1976), qui proposèrent une solution analytique approximative pour les derniers stades du frittage. Ross *et al.* (1981) ont utilisé la méthode des éléments finis afin de décrire le frittage visqueux de cylindres. Jagota et Dawson (1988, 1990) utilisèrent eux aussi la méthode des éléments finis afin de décrire le frittage visqueux de deux particules sphériques. Finalement, dans les dernières années, Martinez-Herra et Derby (1994,1995) ont utilisé encore une fois la méthode des éléments finis afin de décrire le frittage par un écoulement visqueux bi-dimensionnel, se limitant toutefois à quelques paires de particules initialement sphériques. Dubois et German (1995) ont quant à eux utilisé l'ordinateur afin de simuler les stades initial et intermédiaire du frittage

en incorporant cinq mécanismes de diffusion dans leur modèle: la diffusion de surface, la diffusion volumique des surfaces, l'évaporation-condensation, la diffusion aux joints de grain et la diffusion volumique des surfaces de contact.

3.5.2 Les modèles phénoménologiques

Bien que les modèles micromécaniques soient fort intéressants d'un point de vue théorique, ils sont difficilement applicables à des géométries réelles et tridimensionnelles. C'est pourquoi certaines approches phénoménologiques, plus aptes à des simulations pratiques, ont été développées.

Les modèles phénoménologiques n'abandonnent pas nécessairement les propriétés microstructurales du matériau, mais utilisent plutôt celles-ci comme paramètres indépendants, tout en utilisant des lois rhéologiques afin de dicter le comportement du matériau, qui est cette fois considéré comme une pièce à part entière et continue et non comme un ensemble de particules.

Un excellent article de Bordia et Scherer (1988) compare un certain nombre de ces modèles, qui peuvent tous souvent être ramenés à une forme équivalente et similaire. Ces modèles sont ceux de Raj et Bordia (1984), Hsueh *et al.* (1986), Rahaman, De Jonghe et Brooks (1986), ainsi que Venkatachari et Raj (1986). Dans ce dernier article en particulier, il est démontré que plusieurs de ces auteurs, partant d'une analogie viscoélastique, se trompent en tentant de solutionner le problème de cette façon. Bordia et Scherer développent plutôt une loi de comportement décrivant tout matériau visqueux linéaire et isotropique. C'est cette loi qui sera utilisée comme base du présent travail et qui sera explicitée dans la section suivante.

Outre le modèle de Bordia et Scherer, sont aussi apparus ceux de Reid et Oakberg (1990), modèle basé sur la mécanique des milieux continus; ceux de Novakovic, Radic et Ristic (1990), de Pantic (1990), de Skorohod, Olevsky et Shtern (1991), ce dernier étant une généralisation du modèle rhéologique de la théorie de frittage et celui de Hansen, Resin, Teng et Johnson (1992), qui tente de combiner tous les stades du frittage en un seul modèle obtenu par observation expérimentale.

3.6 Choix d'un modèle de comportement

Le modèle de Bordia et Scherer (1988) a été choisi comme base pour notre modèle de comportement. Le raisonnement selon lequel un matériau soumis au procédé de frittage doit être modélisé par un comportement visqueux (plutôt que viscoélastique) est solide. De plus, contrairement à d'autres modèles similaires ou se rapprochant de celui de Bordia et Scherer, ce dernier ne demande pas de caractériser des paramètres microscopiques et n'utilise donc que des paramètres macroscopiques.

Le modèle de Bordia et Scherer sera ici brièvement décrit, tandis que la section suivante s'attardera à l'adaptation de ce modèle à nos besoins.

3.6.1 Description du modèle

Afin de bien comprendre le modèle de comportement utilisé par Bordia et Scherer, il faut tout d'abord retourner aux lois de comportement utilisées pour des matériaux élastiques et des matériaux visqueux incompressibles.

Le comportement élastique d'un matériau isotrope est décrit par deux variables élastiques indépendantes, communément désignées par G (module de cisaillement) et K (module volumétrique). La loi de comportement d'un matériau élastique peut être décrite en fonction des contraintes et déformations principales selon:

$$\varepsilon_i = \varepsilon_v + \frac{1}{E} [\sigma_i - \nu(\sigma_1 + \sigma_2)] \quad (\text{Eq. 3-29})$$

où E est le Module de Young et ν est le coefficient de Poisson. Ces deux paramètres sont une alternative aux deux coefficients K et G précédemment mentionnés et sont reliés à ces deux paramètres selon les relations suivantes:

$$G = \frac{E}{2(1+\nu)}$$

$$K = \frac{E}{3(1-2\nu)}$$
(Eq. 3-30)

En ce qui concerne un fluide incompressible, il est possible de relier les taux de déformations et les contraintes selon la relation suivante:

$$S_{ij} = 2\eta e_{ij}$$
(Eq. 3-31)

où S_{ij} représente les contraintes de cisaillement et e_{ij} sont les déformations de cisaillement. De plus, il est possible d'écrire que:

$$\varepsilon = 3\varepsilon_v$$
(Eq. 3-32)

où ε_v , appelé déformation de frittage, représente les déformations linéaires subies par le corps si aucune contrainte n'est présente. La relation 3-31 est la même que celle utilisée pour un corps élastique, mais où le module de cisaillement a été remplacé par la viscosité de cisaillement et où les déformations ont été remplacées par le taux de déformation. La relation 3-32 indique, quant à elle, l'hypothèse selon laquelle le fluide est incompressible (module de masse infini) et que les contraintes appliquées n'induisent pas de changements de volume. Alternativement, il est possible d'écrire la loi de comportement pour un fluide incompressible selon:

$$\dot{\varepsilon}_i = \dot{\varepsilon}_v + \frac{1}{3\eta} \left[\sigma_i - \frac{(\sigma_1 + \sigma_2)}{2} \right]$$
(Eq. 3-33)

Par analogie avec le cas présenté ci-dessus, Bordia et Scherer proposent les relations suivantes pour caractériser un matériau poreux et visqueux soumis au processus de frittage. Pour les contraintes déviatoriques, ils posent:

$$S_{ij} = 2G_v \dot{\epsilon}_{ij} \quad (\text{Eq. 3-34})$$

Et pour les contraintes volumétriques:

$$\sigma = K_v (\dot{\epsilon} - 3\dot{\epsilon}_v) \quad (\text{Eq. 3-35})$$

où G_v et K_v sont respectivement les viscosités de cisaillement et de déformations volumétriques. La relation 3-34 nous indique que le taux de déformation de cisaillement est proportionnel aux contraintes de cisaillement, tandis que la relation 3-35 indique quant à elle que le taux de déformation volumétrique est le résultat de la superposition linéaire des taux de déformation linéaire libre et de déformation causé par les contraintes de frittage.

À partir de ces deux dernières relations, il est possible d'obtenir les lois de comportement en fonction des contraintes et déformations principales:

$$\begin{aligned} \dot{\epsilon}_1 &= \dot{\epsilon}_v + E^{-1} [\sigma_1 - \nu(\sigma_1 + \sigma_2)] \\ \dot{\epsilon}_2 &= \dot{\epsilon}_v + E^{-1} [\sigma_2 - \nu(\sigma_1 + \sigma_2)] \\ \dot{\epsilon}_3 &= \dot{\epsilon}_v + E^{-1} [\sigma_3 - \nu(\sigma_2 + \sigma_1)] \end{aligned} \quad (\text{Eq. 3-36})$$

Ces relations, qui peuvent être appliquées pour tout corps isotrope et visqueux, nous donnent, après inversion, la loi finale de comportement d'un matériau soumis au processus de frittage:

$$\sigma_{ij} = K_v (\dot{\epsilon}_{kk} - 3\dot{\epsilon}_v) \delta_{ij} + 2G_v \dot{\epsilon}_{ij} \quad (\text{Eq. 3-37})$$

Avec:

K_v = viscosité de masse (ou volumétrique)

G_v = viscosité de cisaillement

$\dot{\epsilon}_{kk}$ = taux de déformation volumétrique

$\dot{\epsilon}_{ij}$ = taux de déformation déviatorique

$\dot{\epsilon}_f$ = taux de déformation linéaire dû au frittage

Où encore, sous une forme légèrement différente:

$$\sigma = K_v \dot{\epsilon} + 2G_v \dot{\epsilon} + \Sigma \quad (\text{Eq. 3-38})$$

Où Σ est généralement reconnu comme étant le potentiel de frittage et est donné, dans le cas du modèle de Bordia et Scherer, par:

$$\Sigma = -3K_v \dot{\epsilon}_f \quad (\text{Eq. 3-39})$$

Le potentiel de frittage est donc caractérisé par un taux de déformation dû au frittage qui, dans le cas d'un matériau isotrope, est en fait le taux de déformation volumétrique dû au frittage.

3.7 Adaptation du modèle de comportement

Le modèle de comportement, tel que présenté dans la section précédente, a été développé dans le cadre du frittage sous contraintes. Tel que mentionné précédemment, toutefois, l'outil de simulation qui doit être développé dans le cadre de ce travail doit plutôt s'attarder au cas du frittage libre (sans contraintes). Cette distinction entre les cas de frittage libre et de frittage sous contraintes est importante, notamment en ce qui concerne l'analyse des contraintes dans la pièce: celle-ci est beaucoup moins importante, voire inutile, dans le cas du frittage libre, alors que ce n'est pas le cas pour le frittage sous contraintes. Seules les déformations sont nécessaires pour ce qui est de l'approche du frittage qui nous intéresse.

Toutefois, étant donné que cette approche de la simulation du frittage est basée sur la méthode des éléments finis et que la formulation mathématique de cette méthode requiert l'utilisation des contraintes (voir Chapitre 5), il est nécessaire de caractériser le tenseur des contraintes.

Les autres points à considérer lors de l'adaptation du modèle de Bordia et Scherer à nos applications sont les suivants: tout d'abord, étant donné que les valeurs des contraintes dans la pièce durant le frittage ne sont pas requises, la relation entre ces contraintes et les déformations n'a pas besoin d'être exacte. En fait, il lui suffira d'être proportionnelle. Ceci peut être expliqué en se référant à la théorie des éléments finis: normalement, dans le cas d'une analyse classique par éléments finis, des forces ou des déplacements sont imposés au corps sous étude et les déplacements ou les forces sont calculés en fonction du champ imposé. Dans une formulation déplacement, on résout d'abord pour ces derniers et les contraintes sont ensuite calculées à partir des ceux-ci. Toutefois, dans notre cas, comme seules les déformations sont requises, il est seulement nécessaire d'imposer des forces qui seront proportionnelles aux déformations. Le potentiel de frittage sera donc proportionnel aux déformations:

$$\Sigma = C\varepsilon \quad (\text{Eq. 3-10})$$

Il est à noter que les déformations linéaires dues au frittage ont été confondues avec les déformations totales, les premières étant les seules présentes dans le cas du frittage libre. De plus, étant donné que seuls les résultats finaux suite au frittage sont attendus (et non les résultats en cours de frittage), il est possible de considérer le problème de frittage en un seul pas de temps et ainsi remplacer les taux de déformation par les déformations elles-mêmes.

De plus, il est fortement désirable, pour que les résultats obtenus s'avèrent corrects, de prendre en compte la distribution de densité dans la pièce. Ceci est effectué en admettant que les déformations volumétriques sont en fonction de la densité à vert du comprimé. Dans la procédure d'étalonnage, il suffira alors de mesurer les déformations volumétriques pour diverses densités à vert et d'obtenir une relation entre ces deux variables.

Les déformations de la pièce sont donc issues de l'intégration des déformations pour chacun des éléments du corps sur tout ce corps, avec des conditions limites volumétriques spécifiées à chaque noeud. Dans le cas du modèle de Bordia et Scherer, le potentiel de frittage est fonction des taux de déformation linéaire dus au frittage, tandis que pour le modèle que nous proposons dans le cadre du présent travail, le potentiel de frittage est fonction des déformations volumétriques, qui sont elles-mêmes fonction de la densité nodale. L'étalonnage de ce modèle de comportement est présentée dans le chapitre suivant.

Chapitre IV

Caractérisation expérimentale du modèle de comportement

4.1 Généralités

Lors de la simulation d'un procédé par la méthode des éléments finis, il est essentiel de bien connaître les différents paramètres de la loi de comportement utilisée. La simplification du modèle utilisé, effectuée dans le chapitre précédent, a permis de réduire le nombre de paramètres à un seul. Toutefois, étant donné que ce seul paramètre ne tient pas compte des différentes conditions de frittage (température, atmosphère) ou du matériau utilisé, la procédure d'étalonnage, expliquée en détail dans cette section, devra être répétée pour chaque changement de ces conditions. Étant donné la relative simplicité de la procédure d'étalonnage, ce compromis a été jugé plus productif et efficace que l'alternative, qui consiste à utiliser des paramètres tenant compte des différentes conditions de frittage, mais qui sont beaucoup plus complexes et difficiles à caractériser de façon précise.

4.2 Définition mathématique du potentiel de frittage

Le paramètre qu'il nous est nécessaire de calibrer est donc le potentiel de frittage en fonction de la densité à vert. Le potentiel de frittage représente une mesure de la densification à partir d'une densité à vert donnée pour des conditions de frittage précises. La forme mathématique de ce potentiel de frittage est donc la suivante:

$$-\Sigma = C \ln \frac{\rho_f}{\rho_i} \quad (\text{Eq. 4-1})$$

où ρ_f et ρ_i représentent respectivement les densités finales et initiales des échantillons, et la constante C est considérée égale à 1. Comme la densité est donnée par le rapport entre la masse et le volume, la relation précédente prend la forme suivante:

$$-\Sigma = \ln \left(\frac{m_f v_i}{m_i v_f} \right) \quad (\text{Eq. 4-2})$$

Dans le cadre de l'étalonnage du potentiel de frittage, des disques à densités constantes seront utilisées. Ces disques ont été choisis pour leur géométrie simple et la facilité avec laquelle il est possible d'obtenir des échantillons dont la densité est homogène. Le volume des échantillons est donc donné par $v = \pi r^2 h$, ce qui nous permet de réécrire la relation précédente comme suit:

$$-\Sigma = \ln \left(\frac{m_f \pi r_i^2 h_i}{m_i \pi r_f^2 h_f} \right) = \ln \left(\frac{m_f}{m_i} \right) + \ln \left(\frac{r_i^2 h_i}{r_f^2 h_f} \right) = \ln \left(\frac{m_f}{m_i} \right) + 2 \ln \left(\frac{r_i}{r_f} \right) + \ln \left(\frac{h_i}{h_f} \right) \quad (\text{Eq. 4-3})$$

Il est aussi possible de réécrire cette dernière relation en terme des déformations selon:

$$\Sigma = -\varepsilon_m + 2\varepsilon_r + \varepsilon_z \quad (\text{Eq. 4-4})$$

Avec:

ε_m = changement de masse

ε_r = d formations radiales

ε_z = d formations axiales

Habituellement, le terme de masse n'est pas pris en compte lors du calcul de changement volumétrique. Toutefois, dans le cas de la métallurgie des poudres, il est connu qu'une certaine masse est perdue au frittage, lors entre autre de la délubrification des pièces. Comme nous mesurons en fait un changement de densité, il est préférable de tenir compte du changement de masse, au risque de fausser les résultats en ce qui concerne le potentiel de frittage.

De plus, il est important de spécifier que les valeurs initiales mentionnées concernent les pièces alors qu'elles se trouvent encore dans la matrice, avant l'éjection. Ainsi, les rayons à vert ne sont pas les rayons des pièces après éjection, mais plutôt les rayons des matrices ayant servies à presser les pièces. Cette distinction est nécessaire étant donné que le module de simulation de la compression ne modélise pas l'éjection des pièces et que celle-ci doit, en quelque sorte, être prise en compte par la modélisation du frittage (Figure 4-1).

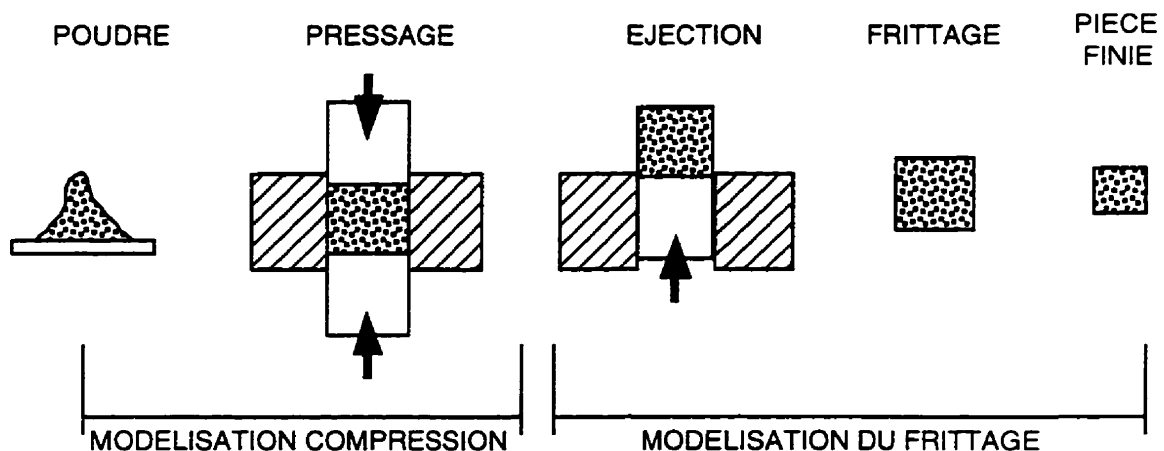


Figure 4-1 . Modules de simulation

4.3 Procédure de mesure du potentiel de frittage

La procédure générale d'étalonnage consiste à mesurer le potentiel de frittage de comprimés de densités constantes, à au moins quatre de ces densités et d'établir une relation entre ce potentiel de frittage et la densité à vert. Des disques d'environ 28 mm (1,11 pouce) de diamètre et d'environ 6,35 mm (0,25 pouce) de hauteur ont été utilisés pour l'étalonnage. De par leur géométrie simple, ces disques permettent d'obtenir des comprimés ayant une distribution de densité homogène. De plus, le rapport entre la hauteur et le diamètre des

pastilles a été choisi de façon à favoriser cette distribution de densité plus homogène. La Figure 4-2 nous montre un échantillon typique utilisé lors de la procédure d'étalonnage.

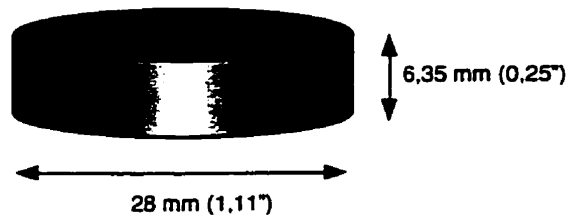


Figure 4-2 . Disque typique (non à l'échelle)

Un étalonnage est nécessaire pour chaque condition de frittage (température, atmosphère de frittage, etc...) et pour chaque matériau utilisé. Afin d'obtenir la relation entre le potentiel de frittage et la densité à vert des comprimés, cette relation étant supposée linéaire, il est nécessaire d'effectuer des mesures pour au moins deux densités à vert différentes. Il a été décidé dans le cadre des travaux présentés dans cette thèse d'effectuer des mesures pour quatre densités à vert différentes, avec 10 échantillons pour chacune de ces densités. Le matériau étudié était l'acier inoxydable 316L de la compagnie Alcan (voir les caractéristiques de cette poudre en Annexe 1). Les densités à vert, ainsi que les conditions de frittage utilisées pour cet étalonnage, sont indiquées au Tableau 4-1:

Matériau	Acier inoxydable 316L de la compagnie Alcan
Densités à vert	relative (%): 76.7 , 79.3 , 81.8 , 84.3 absolue (g/cm ³): 6.1 , 6.3 , 6.5 , 6.7
Température de frittage	1288°C (2350 °F)
Atmosphère de frittage	97% H ₂ / 3%N ₂

Tableau 4-1 . Conditions de frittage pour l'étalonnage

4.4 Méthodes de mesure du potentiel de frittage

De nombreuses méthodes peuvent servir à mesurer la densification d'échantillons suite au frittage. En tenant compte des moyens techniques disponibles chez Précitech et à l'Université Laval, trois de ces méthodes ont préliminairement été choisies: la méthode par mesure des densités selon le principe d'Archimèdes, la méthode par mesures dimensionnelles et de masse par micromètre et la méthode par mesures dimensionnelles et de masse à l'aide d'un appareil de mesures tri-dimensionnelles (AMT).

La méthode de mesure des densités selon le principe d'Archimèdes permet de mesurer la densité d'un échantillon en mesurant la masse de celui-ci à l'air libre, sa masse une fois enduit de silicone, ainsi que sa masse dans un liquide (généralement de l'eau). Le silicone est utilisé afin de fermer les pores en surface, de manière à ce que l'eau ne s'infilte pas dans la pièce. La densité d'un comprimé est donnée par:

$$\text{Densité } \rho = \frac{M_s \times \rho_{H_2O}}{M_s - M_{H_2O}} \quad (\text{Eq. 4-5})$$

où M_s est la masse du comprimé à sec, M_s est la masse du comprimé une fois enduit de silicone et M_{H_2O} est la masse du comprimé dans l'eau. Le terme ρ_{H_2O} représente la densité de l'eau à la température à laquelle a été effectué le test. La méthode de mesure de densité d'Archimède est une méthode dite « destructive ». En effet, après avoir effectué la mesure du comprimé à vert afin d'en connaître la densité, il est impossible d'utiliser cet échantillon dans un test de frittage, la pièce ayant été submergée dans l'eau et étant recouverte de silicone. Afin de connaître la densification se produisant pour un comprimé ayant une densité à vert donnée, il faudra avoir en sa possession deux échantillons ayant exactement la même densité à vert: le premier servant à mesurer la densité avant frittage et le second servant à la mesure de densité après frittage. Il est facile de constater que cette méthode, bien que très rapide, n'est pas très rigoureuse d'un point de vue scientifique: deux pièces différentes sont utilisées pour observer l'état d'un comprimé avant et après frittage et la probabilité d'obtenir deux pièces ayant une densité à vert identique est mince. Il est donc presque assuré qu'une erreur, difficilement caractérisable, peut être induite par cette méthode de mesure.

Les deux autres méthodes sont semblables, puisqu'elles utilisent toutes les deux les mesures axiale, radiale et de masse des comprimés afin d'évaluer la densification. En mesurant le volume et la masse des comprimés avant et après frittage, il est possible d'en connaître les densités et ainsi de connaître la valeur de densification. Ce type de méthode possède l'avantage d'utiliser les mêmes échantillons pour les mesures avant et après frittage, contrairement à la méthode d'Archimède. Toutefois, les mesures sont beaucoup plus laborieuses à prendre. En ce qui concerne les principales différences entre la méthode utilisant le micromètre et celle utilisant l'AMT, notons la précision, meilleure dans le second cas, tout particulièrement en ce qui a trait à la hauteur des pièces et le temps requis pour prendre les mesures, beaucoup plus élevé dans le second cas.

Afin de faire un choix éclairé parmi les différentes méthodes de mesure mentionnées, un plan d'expérience a été monté. La Figure 4-3 montre un schéma de l'expérience menée. Pour des conditions de frittage données, vingt pastilles pour chacune des densités testées seront utilisées. Elles seront tout d'abord mesurées à l'aide de l'AMT. Dix d'entre elles seront mesurées selon la méthode d'Archimède. Les dix autres seront d'abord mesurées à l'aide d'un micromètre, puis seront frittées et enfin seront re-mesurées au micromètre et à l'AMT, avant d'être mesurées selon la méthode d'Archimède.

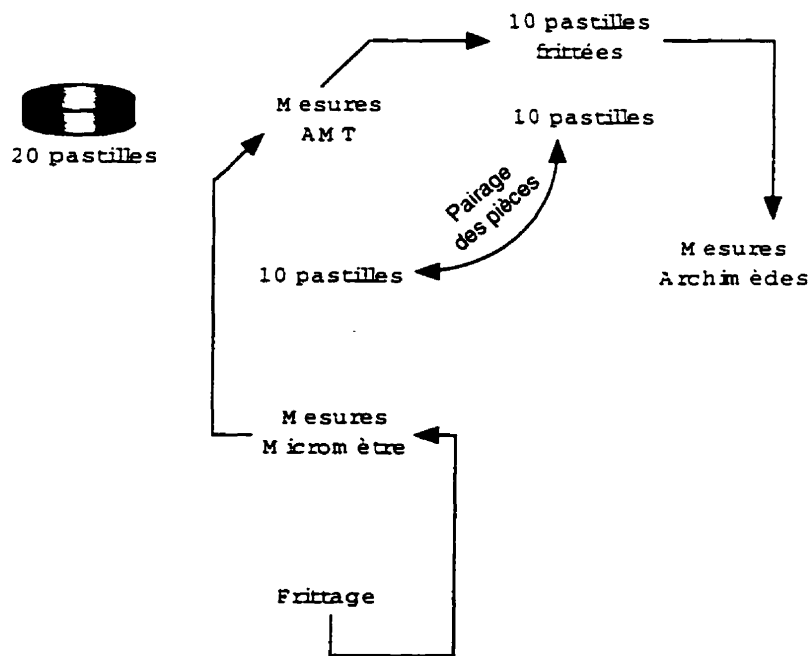


Figure 4-3 . Plan d'expérience

4.5 Comparaison des méthodes de mesure

Des résultats en ce qui concerne la densification des pièces suite au frittage ont été obtenus selon les trois méthodes précédemment mentionnées. Dans la section qui suit, ces résultats seront comparés entre eux et une méthode de mesure sera choisie. Le premier graphe de la Figure 4-4 nous montre les résultats pour le potentiel de frittage, en fonction de la densité des pastilles à vert, selon le plan d'expériences présenté dans la section précédente.

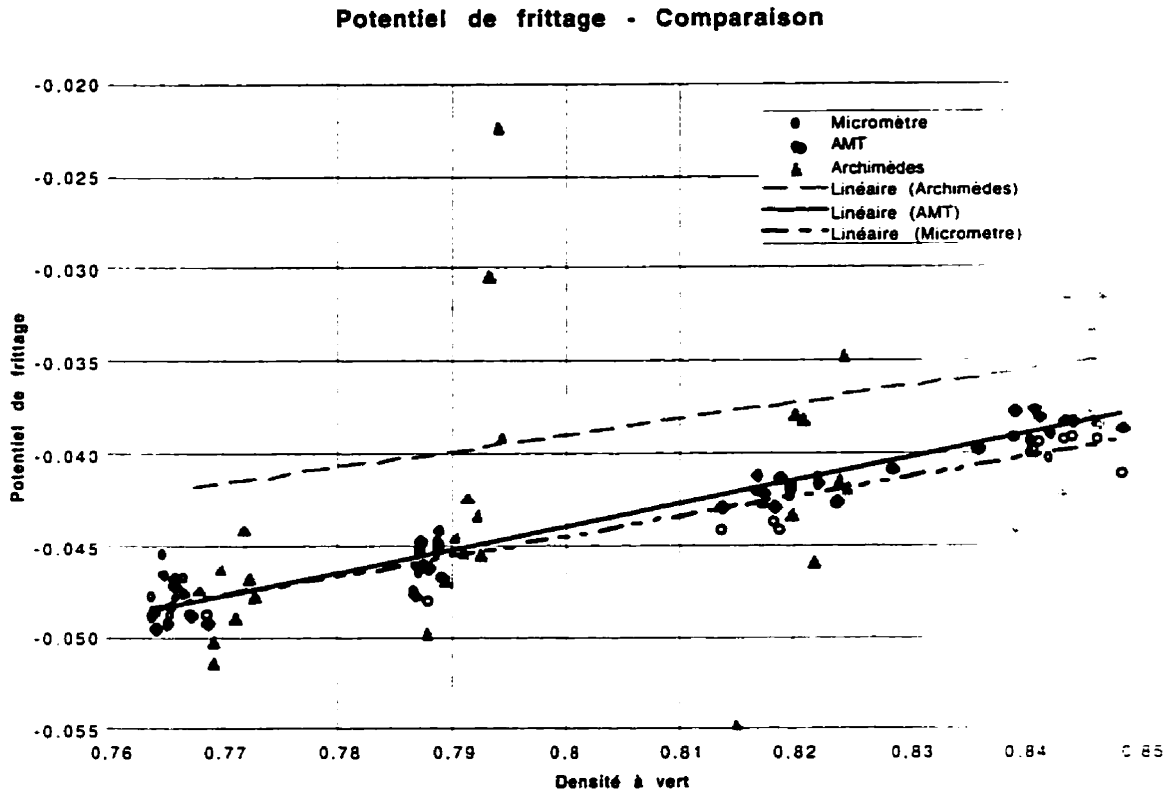


Figure 4-4. Comparaison pour potentiel de frittage

Comme il est possible de le constater, les valeurs obtenues par la méthode d'Archimède (triangles) sont beaucoup plus dispersées que les valeurs des deux autres méthodes. De plus, la courbe de tendance associée à cette méthode de mesure est relativement éloignée des deux autres. Les valeurs des paramètres A et B des courbes (selon une relation linéaire entre le potentiel de frittage et la densité à vert $\Sigma = Ap + B$), ainsi que les facteurs de corrélation R^2 sont les suivants:

	A	B	R²
Micromètre	0,1253	-0,1442	0.9458
AMT	0,1068	-0,1299	0.8986
Archimèdes	0,088	-0,1094	0.0333

Tableau 4-2 . Valeurs des paramètres selon méthode de mesure

Suite à ces premiers résultats, la méthode de mesure de densification selon le principe d'Archimèdes a été mise de côté. Cette première élimination laissait tout de même deux méthodes: mesures à l'aide de l'AMT, ou mesures à l'aide d'un micromètre. Bien que plus précise et moins sensible à l'opérateur, la première de ces méthodes est aussi beaucoup plus laborieuse à mettre en oeuvre que la seconde et requiert des équipements beaucoup plus coûteux et complexes à faire fonctionner. Une seconde analyse des résultats était donc nécessaire afin de déterminer si l'utilisation d'un micromètre était suffisante dans le cadre de nos travaux, ou s'il était absolument nécessaire d'utiliser l'AMT.

4.6 Micromètre vs AMT

Il est à noter tout d'abord qu'il a été observé que la mesure des hauteurs des disques était très difficile à prendre. Ceci est dû au fait que cette hauteur est faible et que la valeur que nous tentons de mesurer est en fait le changement de cette hauteur suite au frittage par rapport à la hauteur initiale, cette valeur étant encore plus faible. Toutes les hauteurs dont il est question ici ont donc été mesurées par AMT. Dans l'exemple de la Figure 4-4 par exemple, les résultats du potentiel de frittage calculés à l'aide des mesures prises au micromètre comportent en fait les hauteurs mesurées par AMT. Ainsi, lorsque les mesures obtenues par micromètre et AMT sont comparées, on ne compare en fait que les mesures du diamètre.

Afin d'obtenir une idée juste des différences entre ces deux méthodes, il suffit à ce moment de comparer, par exemple, les mesures du diamètre à vert des pièces. La Figure 4-5 nous montre les résultats obtenus par micromètre et ceux obtenus par AMT. Comme il est possible de le constater, les résultats obtenus par AMT sont généralement plus élevés que ceux

obtenus à l'aide du micromètre. Les mesures par micromètre semblent aussi plus « regroupées » (moins de variations autour de la valeur moyenne pour une densité donnée) que les valeurs par AMT. L'écart moyen entre les résultats des deux instruments de mesure est d'environ 0,015 mm (0,0006 pouce).

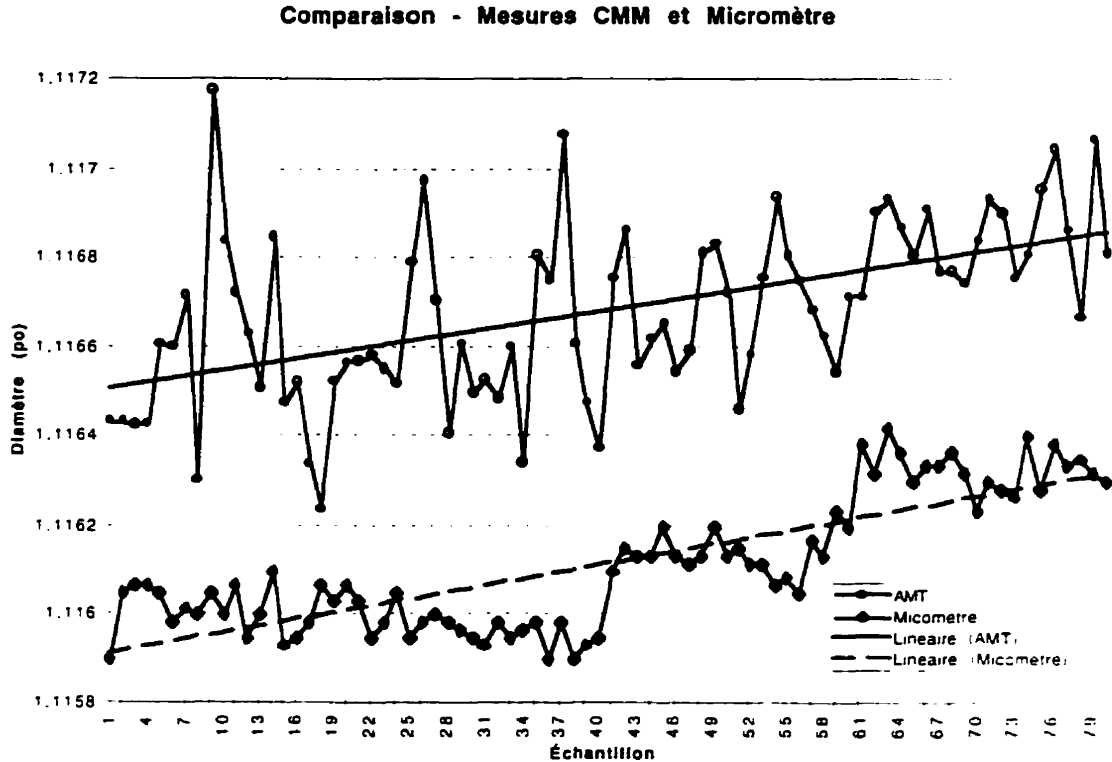


Figure 4-5. Comparaison des diamètres à vert

L'influence de la différence entre les mesures pour les diamètres obtenues par AMT et celles obtenues par CMM sur la densité calculée peut aisément être visualisée. Comme il est possible de le constater à la Figure 4-6, cette différence (qui était en moyenne de 0.0006 pouce) n'apporte pas de différences majeures de densité. Le graphique de la Figure 4-6 comporte trois courbes: les densités calculées en utilisant les diamètres mesurés par micromètre, celles calculées en utilisant les diamètres mesurés par AMT et la différence entre ces deux courbes (second axe des Y, avec la seconde courbe comme étant la référence). Les deux courbes de densité sont très semblables, au point qu'il devient difficile de les distinguer. La différence entre les deux courbes varie entre environ -0,04% et -0,2%, avec une moyenne tournant autour de -0,1%. Ce dernier graphique nous amène donc à la conclusion que

l'utilisation d'un micromètre pour mesurer les diamètres semble la meilleure solution. Les résultats sont très proches de ceux obtenus par l'AMT, tout en étant beaucoup plus rapides à obtenir.

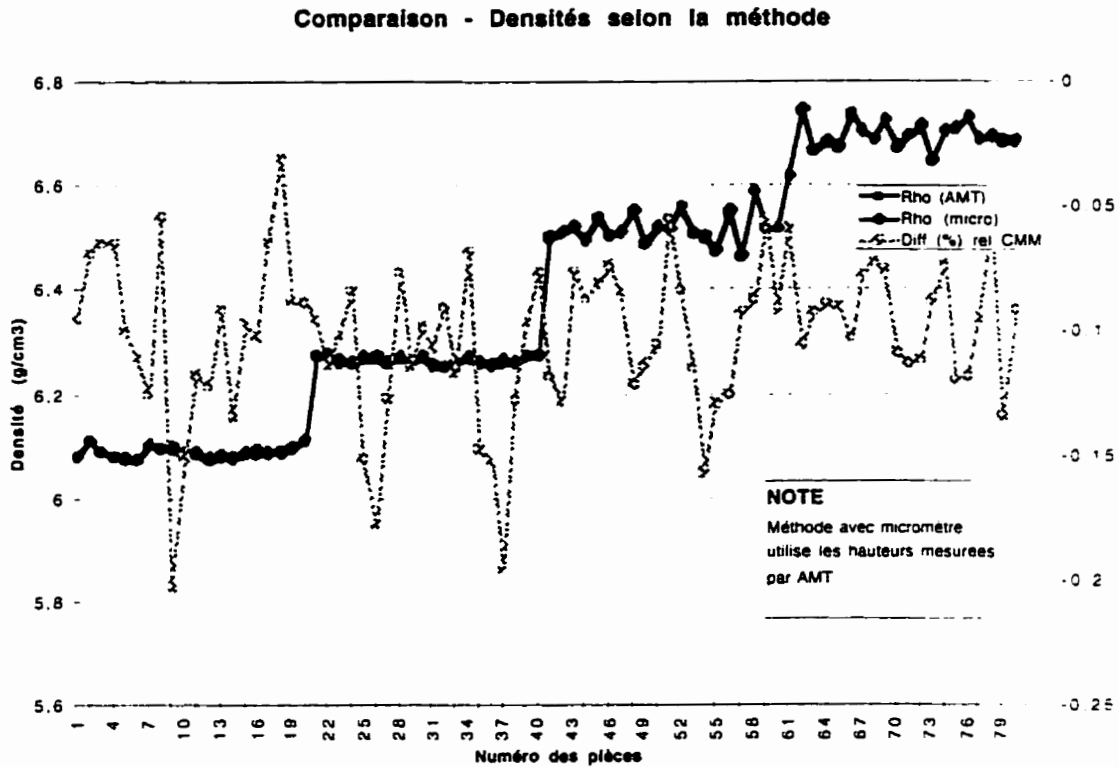


Figure 4-6. Comparaison des densités calculées

Une fois que fut prise la décision d'utiliser le micromètre pour mesurer les diamètres, il restait toujours la question des hauteurs. Tel que mentionné précédemment, il est très difficile d'obtenir les mesures désirées pour les hauteurs en utilisant un autre appareil que l'AMT. Étant donné qu'une des hypothèses généralement utilisée pour la simulation du frittage est que le matériau est isotrope, ne serait-il pas à ce moment possible de n'utiliser que les changements de diamètre, en supposant le changement dimensionnel axial comme étant égal au changement dimensionnel radial? Une autre étude a été effectuée à ce sujet, dont les résultats sont montrés aux Figures 4-7 et 4-8. Le premier graphique nous montre le potentiel de frittage, tel que calculé de façon conventionnelle selon la relation 4-4 (normale) et tel que calculé en remplaçant les déformations axiales par les déformations radiales (simplifiée). Les déformations utilisées sont celles mesurées à l'aide d'un micromètre. Il est possible de

constater que l'écart entre les deux façons de calculer le potentiel de frittage est bel et bien existant, mais que cet écart est pratiquement constant.

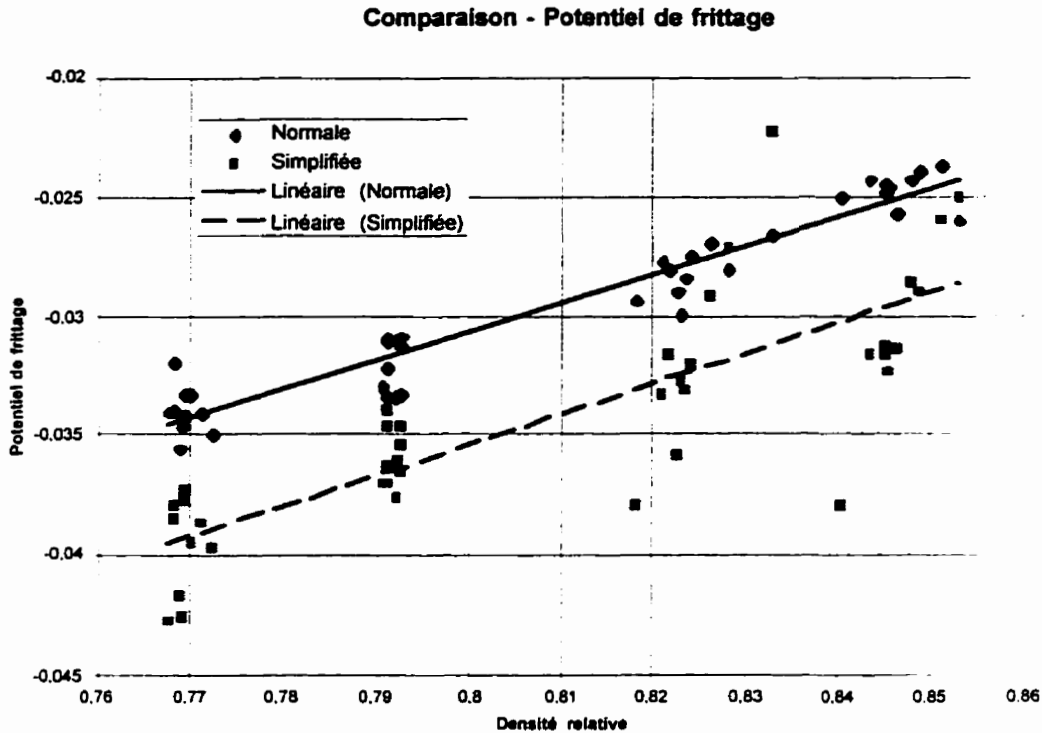


Figure 4-7 . Comparaison AMT/micromètre pour potentiel de frittage

L'influence la plus importante de cet écart pourra être observée par la densité finale calculée. Cette densité finale est calculée selon la relation 4-1:

$$\rho_f = \rho_i e^{-\Sigma} \quad (\text{Eq. 4-6})$$

Il est ainsi possible de calculer la densité finale en utilisant soit le potentiel de frittage calculé de façon « normale », soit en utilisant la version simplifiée. La Figure 4-8 nous montre une comparaison des densités finales calculées selon ces deux méthodes. Comme il est possible d'observer, la différence entre les densités calculées est de l'ordre de 0,004 (soit 0,4% de densité relative), ce qui est relativement limité et en deçà de l'erreur finale qu'il nous est « permis » d'obtenir selon les objectifs visés. Cette dernière étude permet donc de conclure que l'utilisation d'un micromètre seul, permettant de calculer le potentiel de frittage en

n'utilisant que les déformations radiales, était justifiable compte tenu de la perte de précision et du temps gagné en procédant de la sorte.

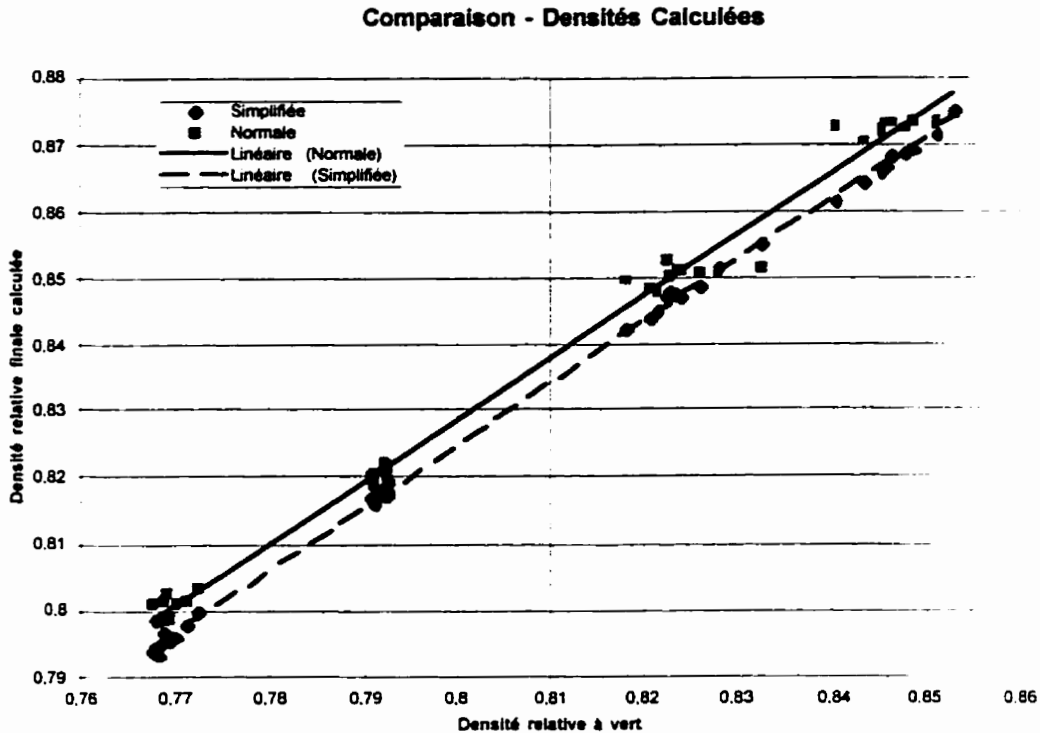


Figure 4-8 . Comparaison des densités finales calculées

4.7 Résultats et caractérisation du modèle

Les résultats des mesures des pièces servant à l'étalonnage avant et après frittage sont disponibles en Annexe 3. Les graphes des Figures 4-9 et 4-10 montrent respectivement le changement de masse observé lors du frittage ϵ_m , ainsi que la déformation radiale ϵ_r , en fonction de la densité à vert des pièces. Pour chacune des quatre densités à vert testées, dix échantillons ont été mesurés et ces quarante échantillons ont été utilisés afin de trouver une droite reliant le potentiel de frittage à la densité à vert.

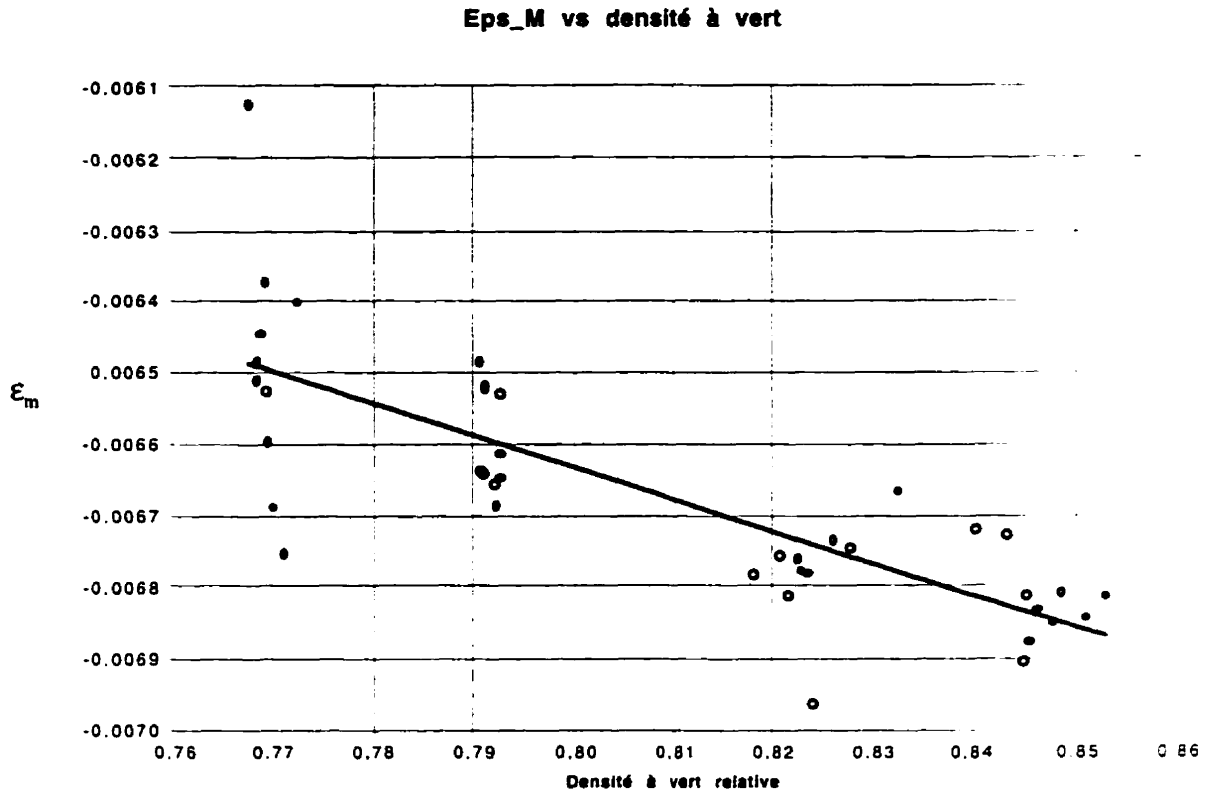


Figure 4-9. Changement de masse au frittage

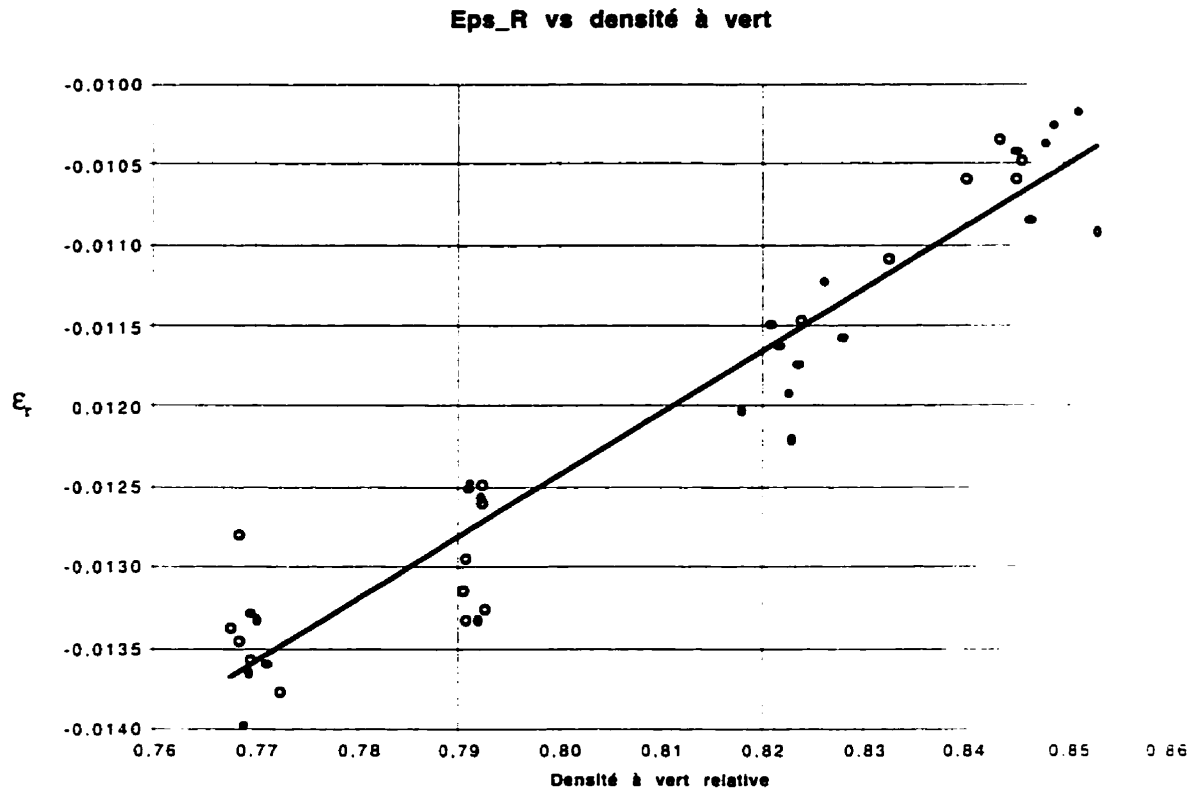


Figure 4-10 . Déformation radiale au frittage

Le Tableau 4-3 donne les valeurs calculées des coefficients de régression, ainsi que les facteurs de corrélation R^2 . Les valeurs A et B indiquées correspondent à l'équation de la droite de régression selon $\varepsilon = A\rho + B$.

	A	B	R^2
Changement de masse ε_m	-0,0045	-0,0031	0.6228
Déformation radiale ε_r	0,0385	-0,0432	0.9237

Tableau 4-3 . Lissage des données

La relation finale que nous cherchons, telle que donnée par l'équation 4-4 (où les déformations axiales ont été remplacées par les déformations radiales), est donc obtenue. Cette relation sera utilisée lors des calculs par éléments finis afin de déterminer la force qu'il

est nécessaire d'imposer à chacun des noeuds en fonction de la densité locale. La Figure 4-11 montre cette courbe, ainsi que les valeurs des paramètres et du facteur de corrélation.

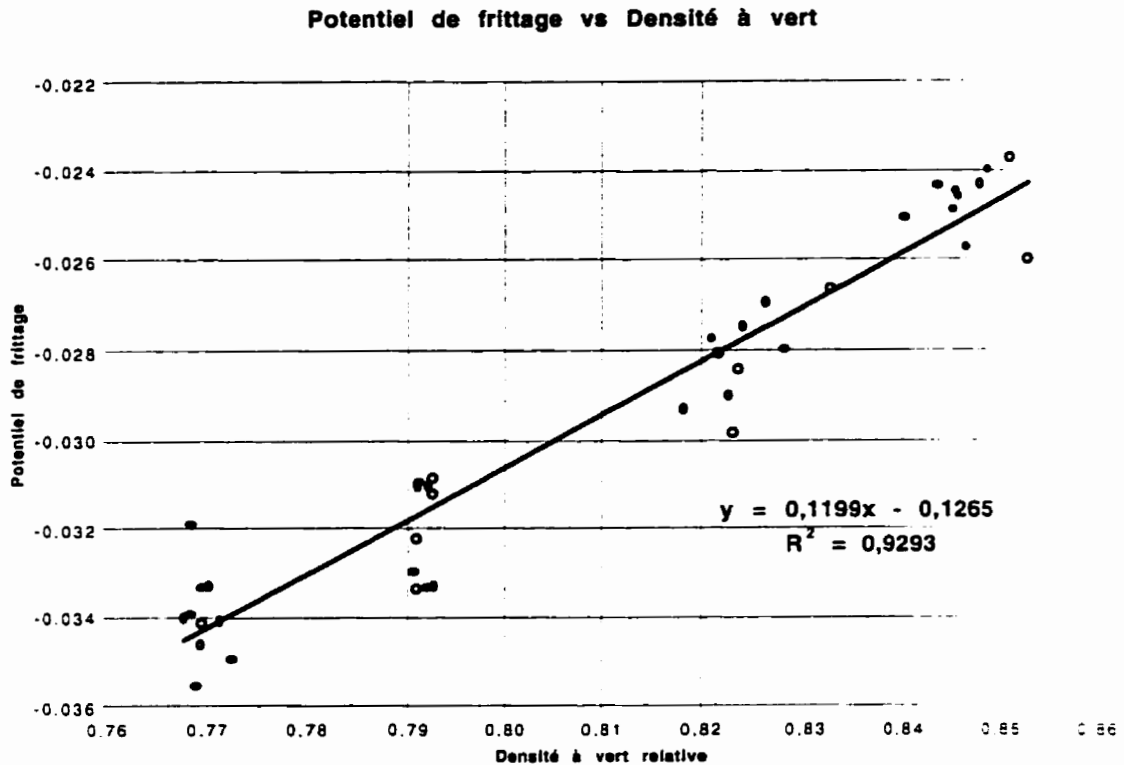


Figure 4-11 . Potentiel de frittage vs densité à vert relative

La relation $\Sigma = 0,1199\rho - 0,1265$ sera donc utilisée lors du calcul du potentiel de frittage à imposer aux noeuds lors de l'analyse par éléments finis, selon la densité calculée à ce noeud par le module de simulation du procédé de compression. De plus, ce potentiel de frittage permettra de directement calculer la densité finale à un noeud selon la densité initiale. Il est à noter que cette dernière relation n'est valide que pour l'acier inoxydable 316L et pour les conditions de frittage mentionnées.

Chapitre V

Modélisation numérique par la méthode des éléments finis

5.1 Généralités

La loi de comportement, telle que présentée au chapitre précédent, considère uniquement le problème au niveau local. Afin d'obtenir les résultats escomptés sur la totalité de la pièce, il faut recourir à une méthode numérique, telle que la méthode des éléments finis.

Étant donné que la méthode des éléments finis est maintenant une matière sur laquelle beaucoup de travaux ont été effectués, il ne sera pas question, dans ce mémoire, de présenter la théorie de base des éléments finis. Le lecteur intéressé par ce sujet est invité à consulter (Dhatt, Touzot, 1981). Le présent chapitre présentera plutôt les éléments finis tels qu'appliqués pour la simulation du procédé de frittage en métallurgie des poudres.

5.2 Loi de comportement

La loi de comportement générale, telle que présentée au Chapitre 3, peut être reformulée de façon à faciliter son intégration dans un code éléments finis. Tout d'abord, si celle-ci est réécrite en fonction des taux de déformation et déformations sphériques et déviatoriques, nous obtenons:

$$\sigma_{ij} = \lambda \dot{\epsilon}_{kk} \delta_{ij} + 2\mu \dot{\epsilon}_{ij} - (3\lambda + 2\mu) \dot{\epsilon}_f \delta_{ij} \quad (Eq. 5-1)$$

où λ et μ sont les paramètres de Lamé, pouvant être reliés aux paramètres K et G selon les relations suivantes:

$$K = \lambda + \frac{2\mu}{3} \quad (\text{Eq. 5-2})$$

$$G = \mu \quad (\text{Eq. 5-3})$$

Il est aussi possible d'obtenir le Module de Young ainsi que le coefficient de Poisson en fonction des paramètres de Lamé:

$$E = \frac{\mu(3\lambda + 2\mu)}{\lambda + \mu} \quad (\text{Eq. 5-4})$$

$$\nu = \frac{\lambda}{2(\lambda + \mu)} \quad (\text{Eq. 5-5})$$

Ces deux dernières relations, utilisées en conjonction avec la relation 5-1, permettent d'obtenir la loi générale de comportement sous une nouvelle forme:

$$\sigma_{ij} = H_{ijkl} \dot{\epsilon}_{kl} + (\Sigma_f)_{ij} \quad (\text{Eq. 5-6})$$

Ou encore, sous forme matricielle:

$$\{\sigma\} = [H] \left(\{\dot{\epsilon}\} - \{\dot{\epsilon}_f\} \right) \quad (\text{Eq. 5-7})$$

Dans le cas d'un matériau isotrope, et en utilisant un système de coordonnées cylindriques, les principaux termes de la relation 5-7 sont définis par:

$$\langle \sigma \rangle = \langle \sigma_{rr} \quad \sigma_{\theta\theta} \quad \sigma_z \quad \sigma_{r\theta} \rangle \quad (\text{Eq. 5-8})$$

$$\langle \dot{\epsilon} \rangle = \langle \dot{\epsilon}_{rr} \quad \dot{\epsilon}_{\theta\theta} \quad \dot{\epsilon}_z \quad \dot{\gamma}_{r\theta} \rangle \quad (\text{Eq. 5-9})$$

$$\langle \dot{\epsilon}_f \rangle = \frac{\Sigma}{3} \langle 1 \quad 1 \quad 1 \quad 0 \rangle \quad (\text{Eq. 5-10})$$

$$[H] = \frac{E}{(1-2\nu)(1+\nu)} \begin{bmatrix} 1-\nu & \nu & \nu & 0 \\ \nu & 1-\nu & \nu & 0 \\ \nu & \nu & 1-\nu & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \frac{1-2\nu}{2} \end{bmatrix} \quad (\text{Eq. 5-11})$$

C'est sous la forme de la relation 5-7 que la loi de comportement sera intégrée dans le code éléments finis. Comme mentionné précédemment (voir Chapitre 3), le potentiel de frittage est proportionnel aux déformations. La constante de proportionnalité n'a pas vraiment d'importance, puisqu'elle est successivement multipliée et divisée au cours des calculs. La plus simple de ces constantes est donc un nombre unitaire, dans lequel cas le Module de Young est égal à un, et le coefficient de Poisson à zéro, ce qui permet de réécrire la relation 5-11 selon:

$$[H] = \begin{bmatrix} 1 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \frac{1}{2} \end{bmatrix} \quad (\text{Eq. 5-12})$$

5.3 Principe des travaux virtuels

Le principe des travaux virtuels consiste à soumettre le système sous étude à un certain déplacement virtuel infinitésimal u^* cinématiquement admissible. En multipliant les termes de l'équation de conservation de la quantité de mouvement par ce déplacement virtuel et en l'intégrant par parties, on obtient l'équation des travaux virtuels, qui se prête alors à une formulation par éléments finis.

Soit l'équation de conservation de la quantité de mouvement (sous forme locale, voir Chapitre 3):

$$\rho \frac{D\bar{v}}{Dt} - \text{div}(\bar{\sigma}) - \bar{f} = \rho \bar{a} - \text{div}(\bar{\sigma}) - \bar{f} \quad (\text{Eq. 5-13})$$

qu'il est aussi possible d'écrire sous la forme suivante:

$$\rho a_i - \frac{\partial \sigma_{ij}}{\partial x_j} - f_i = 0 \quad (\text{Eq. 5-14})$$

En multipliant cette relation par le déplacement virtuel sur tout le domaine, il est possible d'obtenir la relation suivante:

$$\int_V \left(\rho a_i - \frac{\partial \sigma_{ij}}{\partial x_j} - f_i \right) u_i^* dV = 0 \quad (\text{Eq. 5-15})$$

Cette forme est dite formulation forte du principe des travaux virtuels. Afin d'être en mesure d'exécuter une approximation par éléments finis, il est nécessaire de transformer la relation 5-3 en une forme dite faible. Ceci est réalisé en intégrant l'équation 5-15 par parties, ce qui donne le résultat suivant:

$$\int_V (\rho a_i - f_i) u_i^* dV + \int_V \sigma_{ij} \frac{\partial u_i^*}{\partial x_j} dV - \int_S \sigma_{ij} n_j u_i^* dS = 0 \quad (\text{Eq. 5-16})$$

En utilisant la relation de Cauchy (Chapitre 3), l'intégrale de surface peut être exprimée en termes des tractions de surface. De plus, il est possible d'écrire, en utilisant la symétrie du tenseur des contraintes et des déformations, que:

$$\varepsilon_{ij}^* = \frac{\partial u_i^*}{\partial x_j} \quad (\text{Eq. 5-17})$$

Ce qui nous donne finalement la relation suivante:

$$\int_V (\rho a_i - f_i) u_i^* dV + \int_V \sigma_{ij} \varepsilon_{ij}^* dV - \int_S t_j u_j^* dS = 0 \quad (\text{Eq. 5-18})$$

En négligeant les effets d'inertie ainsi que les forces de volume, et en utilisant un système de coordonnées cylindriques, la forme variationnelle est donnée selon:

$$W = \int_V \langle u^* \rangle \text{div}[\sigma] dV = 0 \quad \forall u^* \text{ admissible} \quad (\text{Eq. 5-19})$$

À partir d'ici, seul le cas axisymétrique sera traité. Cette limitation provient du fait que le modèle de simulation du procédé de frittage est, pour le moment, limité au cas axisymétrique. Comme le module du procédé de frittage utilise les données de la simulation du pressage, il est soumis aux mêmes limitations que ce dernier. Notons toutefois que l'hypothèse d'axisymétrie n'est pas une réelle limitation du module de simulation du frittage. Dès que la simulation du pressage pour des pièces en trois dimensions sera possible, la simulation du frittage le sera aussi en n'apportant que de très légères modifications. Pour le cas axisymétrique, donc, l'élément de volume dV peut être réécrit comme suit:

$$dV = 2\pi r dr dz = 2\pi r dA \quad (\text{Eq. 5-20})$$

La forme variationnelle faible, en coordonnées cylindriques et pour un cas axisymétrique, est donc donnée par:

$$w = 2\pi \int_A \langle \varepsilon^* \rangle [H] \{ \dot{\varepsilon} \} r dA - 2\pi \int_A \langle \varepsilon^* \rangle \{ \Sigma \} r dA - 2\pi \int_{S_r} \langle u^* \rangle \{ f_s \} r dS = 0 \quad (\text{Eq. 5-21})$$

où les différents termes sont définis comme suit:

$$\langle u^* \rangle = \langle u^* \quad w^* \rangle \quad (\text{Eq. 5-22})$$

$$\langle \varepsilon^* \rangle = \langle u_{,r}^* \rangle = \langle u_{,r}^* \quad \frac{1}{r} u^* \quad w_{,z}^* \quad u_{,z}^* + w_{,r}^* \rangle \quad (\text{Eq. 5-23})$$

$$\langle f_s \rangle = [\sigma] \{ n \} \quad (\text{Eq. 5-24})$$

5.4 Formulation par éléments finis

La discrétisation de la forme variationnelle donnée par la relation 5-21 en une somme sur les éléments se fait de la façon suivante:

$$W = \sum_e w^e = 0 \quad \forall \{ u^* \} \quad (\text{Eq. 5-25})$$

En utilisant une représentation isoparamétrique par rapport à un élément de référence, une discrétisation de la géométrie, du champ de vitesse et de la densité est effectuée (voir Batoz et Dhatt, 1990):

$$\{r\} = [N(\xi)]\{r_n\} \quad ; \quad \{r_n\}^T = \langle r_{1,z_1} \quad r_{2,z_2} \quad r_{3,z_3} \rangle \quad (\text{Eq. 5-26})$$

$$\{\dot{u}\} = [N(\xi)]\{\dot{u}_n\} \quad ; \quad \{\dot{u}_n\}^T = \langle u_{1,w_1} \quad u_{2,w_2} \quad u_{3,w_3} \rangle \quad (\text{Eq. 5-27})$$

$$\{u^*\} = [N(\xi)]\{u_n^*\} \quad (\text{Eq. 5-28})$$

$$\rho = \langle N(\xi) \rangle \{\rho_n\} \quad (\text{Eq. 5-29})$$

À partir des relations 5-28 et 5-29, et sachant que:

$$\left\{ \frac{\partial}{\partial r} \right\} = [j] \left\{ \frac{\partial}{\partial \xi} \right\} \quad (\text{Eq. 5-30})$$

Il est possible d'obtenir les relations entre les taux de déformations et les vitesses:

$$\{\dot{\epsilon}\} = [B]\{\dot{u}_n\} \quad (\text{Eq. 5-31})$$

$$\{\epsilon^*\} = [B]\{u_n^*\} \quad (\text{Eq. 5-32})$$

La matrice $[B]$ dépend du type d'élément utilisé (voir Batoz et Dhatt, 1990). Les dernières relations obtenues nous permettent de réécrire la relation 5-21 pour chacun des éléments sous une forme matricielle:

$$w^e = \langle u^* \rangle ([k]\{\dot{u}_n\} - \{f_{\Sigma}\} - \{f_n\}) \quad (\text{Eq. 5-33})$$

Avec:

$$[k] = 2\pi \int_{A^e} [B]^T [H][B] r dA \quad (\text{Eq. 5-34})$$

$$\{f_\Sigma\} = 2\pi \int_{A^e} [B]^T \{\Sigma\} r dA \quad (\text{Eq. 5-35})$$

$$\{f_n\} = 2\pi \int_{S_j} [N]^T \{f_s\} r dS \quad (\text{Eq. 5-36})$$

La matrice $[k]$ est la matrice de rigidité élémentaire. Le vecteur défini par la relation 5-35 représente les forces volumiques dues au frittage. Finalement, la relation 5-36 donne les contraintes extérieures appliquées sur le corps sous étude. Notons que dans le cas du frittage libre, ces contraintes sont nulles. Après assemblage, le système à résoudre est le suivant:

$$[K]\{\dot{u}_n\} = \{F_\Sigma\} + \{F_n\} = \{F\} \quad (\text{Eq. 5-37})$$

5.5 Résolution numérique

Le code éléments finis utilisé afin d'effectuer la simulation du procédé de frittage est ABAQUS. Ce logiciel a été choisi pour sa grande flexibilité, tout particulièrement pour la possibilité qu'il offre à l'utilisateur de définir son propre modèle de comportement à l'aide des sous-routines UMAT (User Material).

La loi de comportement d'un matériau soumis au procédé de frittage, tel que définie au Chapitre 3, est très similaire à une loi thermoélastique, et il existe déjà des éléments ayant les propriétés appropriées. Toutefois, aucun de ces éléments ne possède comme variable la densité. Or, celle-ci est à la base même de la loi de comportement utilisée; c'est pour cette raison que l'utilisation d'une sous-routine UMAT s'est avérée nécessaire, permettant ainsi la définition d'une variable dépendant de l'état courant du matériau (*State Dependent Variable* ou SDV) représentant la densité. De plus, tel que mentionné auparavant, les états des pièces entre le début et la fin du frittage ne sont pas requis, et c'est pourquoi les taux utilisés ont été

remplacés par les valeurs elles-mêmes dans la loi de comportement (pour les déformations, par exemple). Du point de vue de la résolution numérique du problème, ceci signifie que le problème est résolu de façon linéaire, en un seul pas de temps.

5.5.1 Schéma général de résolution

La Figure 5-1 montre le schéma général suivi lors de la simulation du procédé de frittage en métallurgie des poudres. Cette procédure suppose que le procédé de compression a été simulé à l'aide du module approprié. Bien qu'il soit possible d'utiliser le module de simulation du frittage seul, c'est-à-dire sans effectuer la simulation de la compression d'abord, il sera nécessaire à ce moment d'entrer la géométrie de la pièce, les coordonnées des noeuds, la connectivité des éléments et les densités aux noeuds manuellement. L'emphase sera ici placée sur le cas où le procédé de compression est effectivement simulé préalablement.

La première étape nécessaire à la résolution du problème de simulation du frittage est la récupération des données issues de la simulation de la compression. Les valeurs et variables qu'il est nécessaire de récupérer sont les suivantes: la géométrie de la pièce (coordonnées des noeuds), la connectivité des éléments, ainsi que la densité à chacun de ces noeuds. De plus, la courbe d'étalonnage, reliant le potentiel de frittage à la densité à vert, doit être incorporée. Cette première étape de récupération des données est automatisée par un programme usager, écrit en langage C.

Outre le transfert de la géométrie et des densités nodales, ce programme a aussi pour fonction de calculer automatiquement les forces nodales à appliquer à chacun des noeuds, selon les paramètres de la courbe d'étalonnage entrés par l'utilisateur. Dans le cas d'un problème à deux dimensions axisymétrique, le programme se chargera aussi d'assigner les restrictions en mouvement appropriées. Après avoir effectué tous les calculs appropriés, le fichier entrée de la simulation du procédé de frittage sera généré.

Ce fichier sera ensuite introduit dans le code éléments finis ABAQUS. La résolution du problème se fait en utilisant la sous-routine UMAT (voir Abaqus User Manual). La sous-routine calcule tout d'abord la pseudo matrice élastique (voir relation 5-12). Celle-ci est qualifiée de pseudo matrice étant donné que la valeur du Module de Young y a été

arbitrairement imposée à un, et celle du coefficient de Poisson à zéro. Les déformations sont ensuite mises à jour, en ajoutant le changement de déformations aux déformations existantes (généralement nulles, puisque le problème est résolu en un seul pas de temps). Le vecteur des contraintes est ensuite obtenu en multipliant les déformations et la pseudo-matrice élastique. Les densités initiales des noeuds sont récupérées, et les densités finales calculées. Les densités initiales doivent être récupérées étant donné qu'il est impossible de transférer directement les densités. Celles-ci sont transférées par le biais du potentiel de frittage et il suffit d'inverser la relation linéaire entre le potentiel de frittage et la densité initiale pour retrouver la densité initiale à partir du potentiel de frittage.

L'analyse proprement dite du procédé de frittage est alors terminée. Le post-traitement des résultats peut se faire soit dans ABAQUS /Post directement, soit dans I-Deas, par le biais d'un autre programme de transfert appelé ABADEAS.

La procédure d'analyse est complète pour le cas d'analyse en deux dimensions axisymétrique. Une autre UMAT existe aussi déjà pour les cas tri-dimensionnels. Toutefois, bien que le programme usager reconnaisse automatiquement s'il s'agit d'une analyse en deux ou trois dimensions, il n'est pas en mesure d'appliquer les restrictions en mouvement dans ce dernier cas.

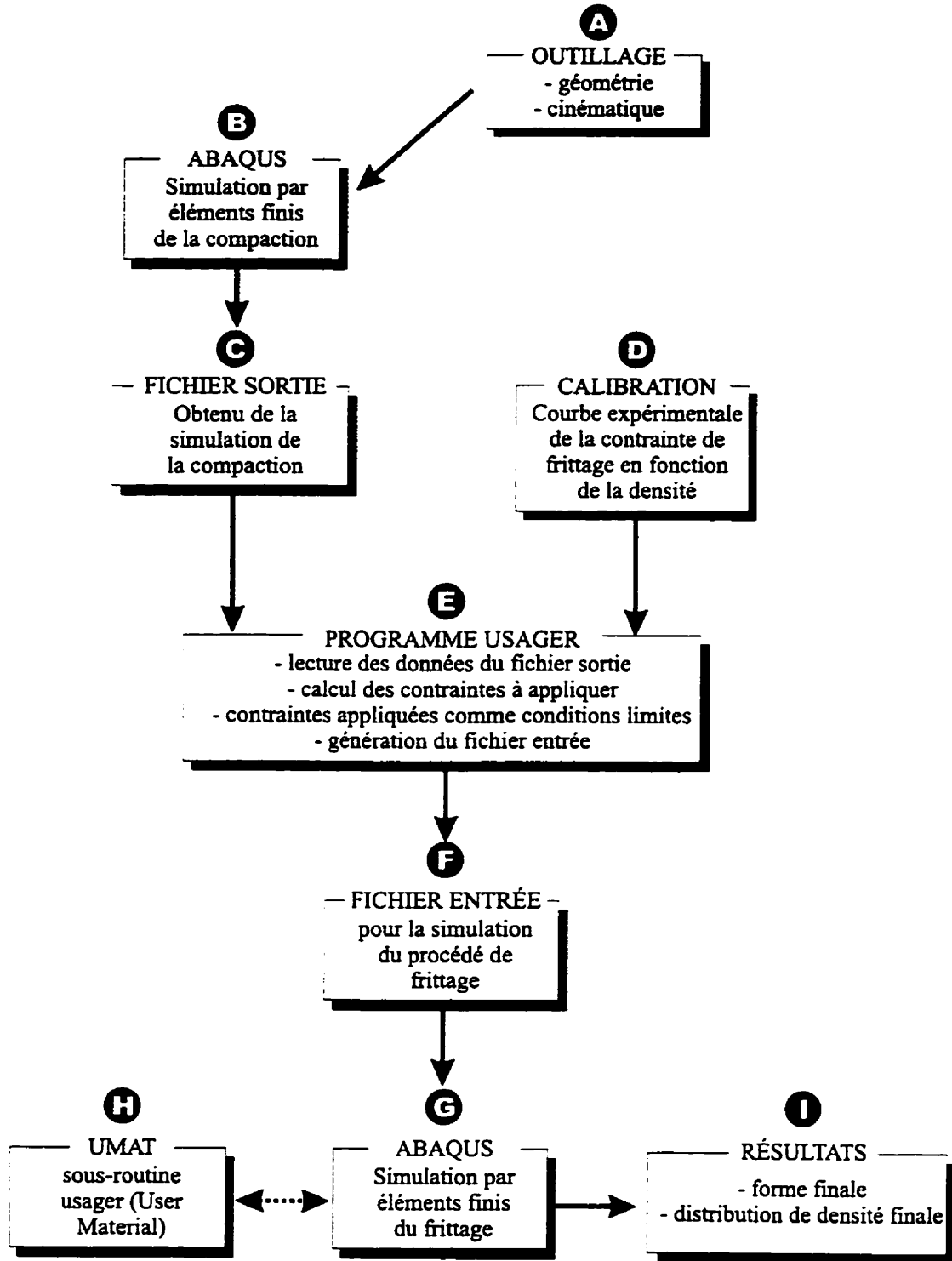


Figure 5-1 . Schéma général de résolution

Chapitre VI

Application et validation du modèle

6.1 Généralités

Dans ce sixième chapitre, le modèle de comportement (présenté au Chapitre 3), ainsi que l'étalonnage de celui-ci (Chapitre 4) seront validés. Pour ce faire, une brève analyse de sensibilité des paramètres de la loi de comportement sera tout d'abord présentée. La loi de comportement comporte en effet deux paramètres, formant la relation linéaire reliant le potentiel de frittage à la densité initiale. Par une analyse de sensibilité, nous visons à quantifier l'effet de chacun de ces deux paramètres sur les valeurs calculées et plus particulièrement sur la densité finale calculée.

D'un point de vue plus pratique, la simulation d'une application industrielle sera aussi présentée. L'application en question est une pièce quasi-axisymétrique, qui sera considérée comme étant effectivement symétrique et comportant 2 niveaux. La distribution de densité locale suite au frittage, ainsi que les dimensions finales de la pièce obtenues par simulation seront comparées aux résultats obtenus expérimentalement.

6.2 Analyse de sensibilité

Une analyse de sensibilité a pour but de déterminer l'importance relative des divers paramètres de la loi de comportement sur les résultats calculés. Dans le cadre des présents travaux, il sera question plus particulièrement de l'influence des paramètres A et B de la

relation linéaire reliant le potentiel de frittage à la densité initiale sur la densité finale calculée par simulation.

Rappelons tout d'abord que la relation entre le potentiel et la densité initiale est donnée selon:

$$\Sigma = A\rho_i + B \quad (\text{Eq. 6-1})$$

où Σ est le potentiel de frittage, ρ_i la densité initiale et A , B les deux constantes dont nous désirons observer l'influence. De plus, rappelons aussi que la densité finale est obtenue selon la relation suivante:

$$\rho_f = \rho_i e^{-\Sigma} \quad (\text{Eq. 6-2})$$

L'analyse de sensibilité des paramètres consiste donc à étudier l'influence des paramètres A et B dans la relation globale suivante, provenant d'une combinaison des relations 6-1 et 6-2:

$$\rho_f = \rho_i e^{-(A\rho_i - B)} \quad (\text{Eq. 6-3})$$

6.2.1 Méthodologie

L'étalonnage du modèle de comportement (Chapitre 3) nous indique que, pour un frittage à 2350 °F, dans une atmosphère composée à 97% de H₂ et à 3% de N₂ et pour l'acier inoxydable 316L de la compagnie Alcan, les valeurs obtenues pour les paramètres A et B sont les suivantes: $A = 0,1199$ et $B = -0,1265$. Pour connaître l'influence directe de ces deux paramètres, il a été décidé d'étudier le cas d'une pièce possédant une densité relative initiale de 0,70 (ou 70%) qui, selon la relation 6-3, devrait donner une densité finale de 0.7304 lorsque des conditions de frittage telles que celles mentionnées plus haut sont utilisées. La méthodologie consiste alors à faire varier les paramètres A et B autour des valeurs connues et d'observer le résultat de ces variations sur la densité finale calculée.

La valeur obtenue lors de l'étalonnage pour A est de 0,1199. Arbitrairement, il a été choisi de faire varier ce paramètre entre 0,06 et 0,18. Le paramètre B a été calibré à -0,1265 et sera donc testé pour des valeurs comprises entre -0,18 et -0,06. La Figure 6-1 montre l'influence de ces changements sur les paramètres A et B sur la densité finale calculée.

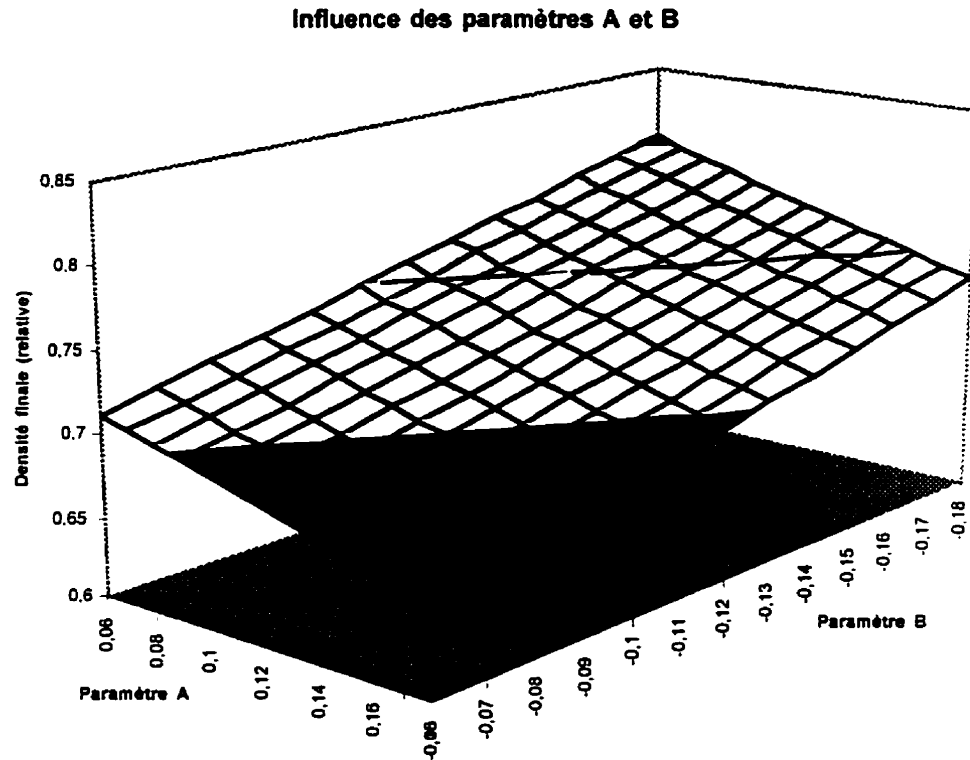


Figure 6-1 . Influence des paramètres sur la densité finale

En utilisant un programme de lissage de surface, il est possible d'obtenir l'équation de cette surface. Celle-ci est sans conteste linéaire et une interpolation du premier ordre sera donc utilisée pour les paramètres. Le lissage donne l'équation suivante pour la surface:

$$\rho_f = 0,692962 - 0,787204B - 0,447428A + 0,508277AB \quad (\text{Eq. 6-4})$$

En introduisant les valeurs pour A et B obtenues lors de l'étalonnage dans la relation 6-4, nous obtenons une valeur pour la densité finale de 0,7312, ce qui représente une erreur de

0.11% en ce qui concerne le lissage de la surface par rapport à la valeur de densité finale effectivement calculée.

Il est maintenant nécessaire d'introduire un certain bruit autour des valeurs des paramètres. Tout d'abord, si la valeur de B est gardée constante et que la valeur de A est arbitrairement changée de $\pm 25\%$ (soit $A = 0,0899$ et $A = 0,1499$), les valeurs suivantes sont obtenues pour la densité finale:

$$A = 0,0899 \text{ Densité Finale} = 0,74594$$

$$A = 0,1499 \text{ Densité Finale} = 0,71526 \quad (\text{Eq. 6-5})$$

Un changement de 25% sur la valeur de A uniquement correspond donc à une erreur sur la densité finale d'environ -2,1%. Dans un second cas, si la valeur de A est gardée constante, mais que la valeur de B est variée de $\pm 25\%$ (soit $B = -0,1581$ et $B = -0,0949$), nous obtenons comme densité finale calculée:

$$B = -0,0949 \text{ Densité Finale} = 0,70772$$

$$B = -0,1581 \text{ Densité Finale} = 0,75389 \quad (\text{Eq. 6-6})$$

Un changement de 25% sur la valeur de B uniquement correspond donc à une erreur d'environ +3.2%. Dans un dernier cas, si les valeurs de A et de B sont modifiées simultanément de $\pm 25\%$, il est possible d'obtenir le tableau de résultats suivant:

Valeur de A	Valeur de B	Densité calculée (rel.)	Erreur (%)
A - 25% = 0,0899	B - 25% = -0,0949	0,72274	-1.05
A - 25% = 0,0899	B + 25% = -0,1581	0,76989	+5.41
A + 25% = 0,1499	B - 25% = -0,0949	0,69301	-5.12
A + 25% = 0,1499	B + 25% = -0,1581	0,73823	+1.07

Tableau 6-1 . Variation de la densité finale calculée pour une densité initiale de 0,70

Comme il est possible de le constater à l'aide du Tableau 6-1, les cas où les erreurs sur la densité finale calculée sont les plus grandes sont les cas où l'erreur sur A n'est pas dans la même « direction »¹ que l'erreur sur B (2e et 3e lignes du Tableau 6-1). Dans le cas où les deux erreurs sont dans la même direction, l'erreur sur la densité finale tend à diminuer de beaucoup.

Les résultats présentés jusqu'à maintenant correspondent à une densité initiale de 0.70. En reprenant la même procédure de calcul, mais pour une densité initiale de 0.80 cette fois. il est possible d'obtenir une nouvelle forme de la relation 6-4:

$$\rho_f = 0,791252 - 0,89886B - 0,57746A + 0,655994AB \quad (\text{Eq. 0-7})$$

En introduisant les mêmes valeurs originales de A et B, mais en partant cette fois-ci d'une densité initiale de 0,80, une densité finale de 0,8248 est obtenue, ce qui correspond à une erreur d'environ 0.12% pour le lissage de la surface obtenue.

Reprenant la même procédure que pour le cas de la densité initiale de 0,70. nous obtenons un second tableau pour une densité initiale de 0,80:

¹ Le terme direction signifie que l'augmentation ou la diminution de la valeur du paramètre. Ainsi, une direction correspond à +25%, l'autre direction correspond à -25%.

Valeur de A	Valeur de B	Densité calculée (rel.)	Erreur (%)
A - 25% = 0,0899	B - 25% = -0,0949	0,81860	-0,75
A - 25% = 0,0899	B + 25% = -0,1581	0,87200	+5,72
A + 25% = 0,1499	B - 25% = -0,0949	0,78023	-5,40
A + 25% = 0,1499	B + 25% = -0,1581	0,83113	+0,77

Tableau 6-2 . Variation de la densité finale calculée pour une densité initiale de 0,80

Les résultats extrêmes sont donc sensiblement les mêmes que la densité initiale soit de 0.70 ou de 0.80. Ces cas extrêmes correspondent toujours au cas où la valeur de A est abaissée de 25% et la valeur de B est augmentée de 25% (2e ligne des tableaux). En choisissant ce cas et en faisant varier les changements que l'on apporte aux paramètres, il est possible d'obtenir un graphe de l'erreur sur la densité finale calculée en fonction de l'erreur sur les paramètres (Figure 6-2). L'axe des X correspond à l'erreur appliquée négativement sur le paramètre A et positivement sur le paramètre B, tandis que l'axe des Y correspond à la valeur de l'erreur sur la densité finale calculée.

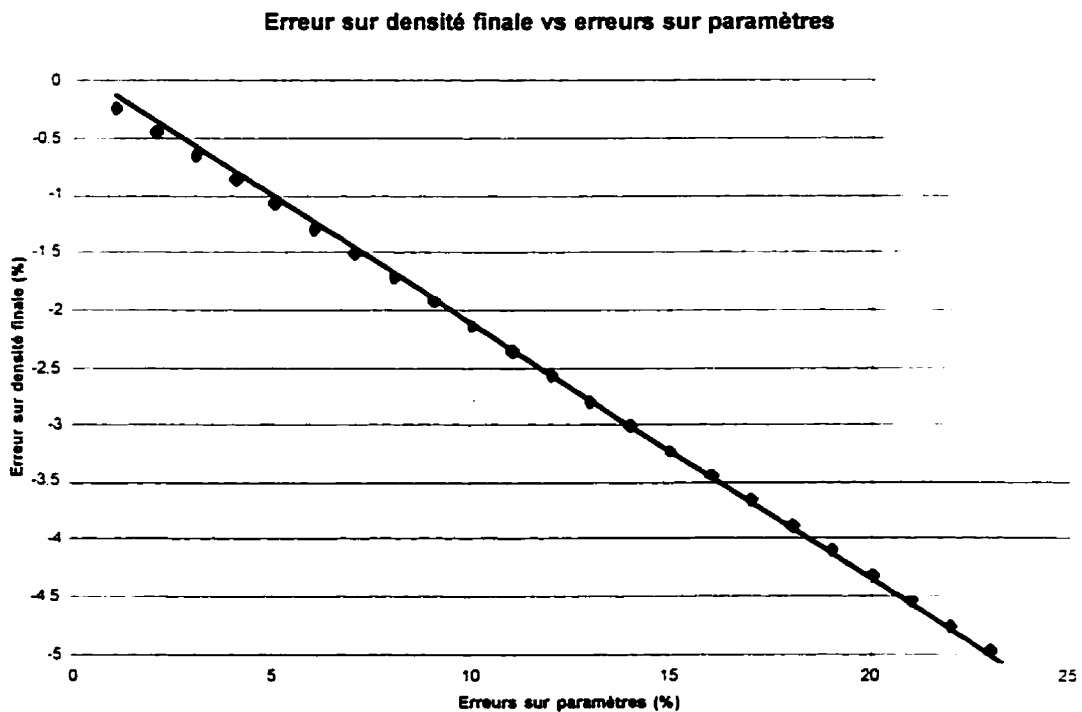


Figure 6-2 . Erreur sur la densité finale

Pour une erreur de -5% sur le paramètre *A* et de +5% sur le paramètre *B*, nous obtenons donc une erreur d'environ 1% sur la densité finale calculée. Cette erreur de 1% représente la limite qui a été fixée quant à l'erreur sur la densité finale obtenue. Ainsi, ce que tous ces nombres démontrent, c'est qu'il est possible d'évaluer les paramètres *A* et *B* de la relation linéaire reliant le potentiel de frittage à la densité initiale à $\pm 5\%$ sans que cela ne modifie la densité finale calculée à plus de $\pm 1\%$ de la densité mesurée expérimentalement.

6.3 Applications industrielles

6.3.1 Pièce, outillage et séquence de compression

La pièce qui a été choisie pour fin de validation du modèle de comportement et de son implantation est une pièce fabriquée en acier inoxydable 316L de la compagnie Alcan. Cette pièce est quasi-axisymétrique: un chemin de clé vient en effet briser l'axisymétrie. Toutefois, considérant les résultats que nous désirons observer, il est possible de négliger ce chemin de clé sans changer outre mesure les valeurs calculées, rendant ainsi la pièce axisymétrique. Un dessin technique de la pièce simplifiée, ainsi qu'une photo, sont présentés aux Figures 6-3 et 6-4.

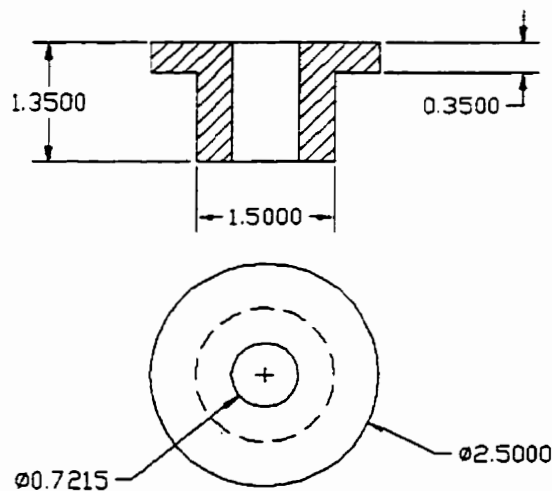


Figure 6-3 . Pièce axisymétrique à deux niveaux

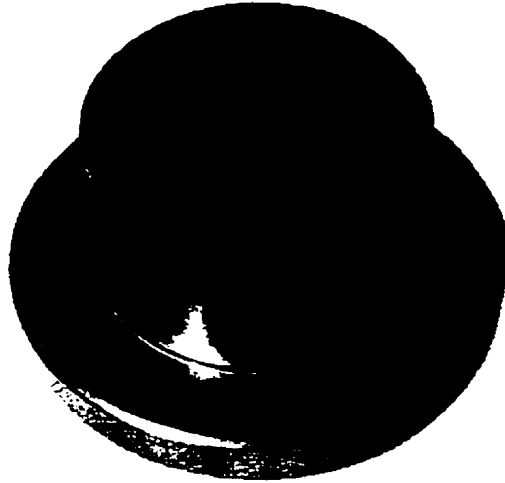


Figure 6-4 . Photo de la pièce servant à la validation

Cette pièce a été fabriquée, en quantité industrielle, à l'usine de Précitech, sur une presse hydraulique de 250T de la compagnie Dorst. Pour concevoir cette pièce, une matrice et trois poinçons sont nécessaires (un poinçon supérieur, deux inférieurs), en plus d'une broche permettant de faire le chemin central. Toutes ces composantes sont faites d'acier outil (Tool Steel). La Figure 6-5 montre la position de remplissage, après tout transfert de poudre, de la pièce.

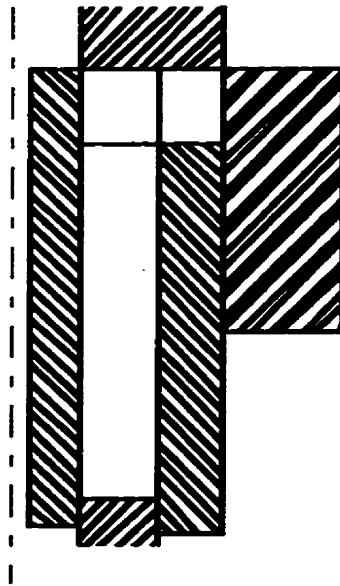


Figure 6-5 . Position de remplissage (moitié des outils représentés)

La compression de la pièce se fait selon la cinématique indiquée à la Figure 6-6. Comme il est possible de le constater à l'examen de cette figure, la compression se déroule tout d'abord par le bas pour un court moment, puis elle se fait ensuite par le haut. Lorsque les deux poinçons descendent en même temps mais que la matrice ne bouge pas, il se produit une compression similaire à celle qui serait occasionnée par le poinçon inférieur extérieur qui monterait. Il est à noter qu'il n'y pas de courbe pour le poinçon inférieur intérieur, puisque celui-ci ne bouge pas.

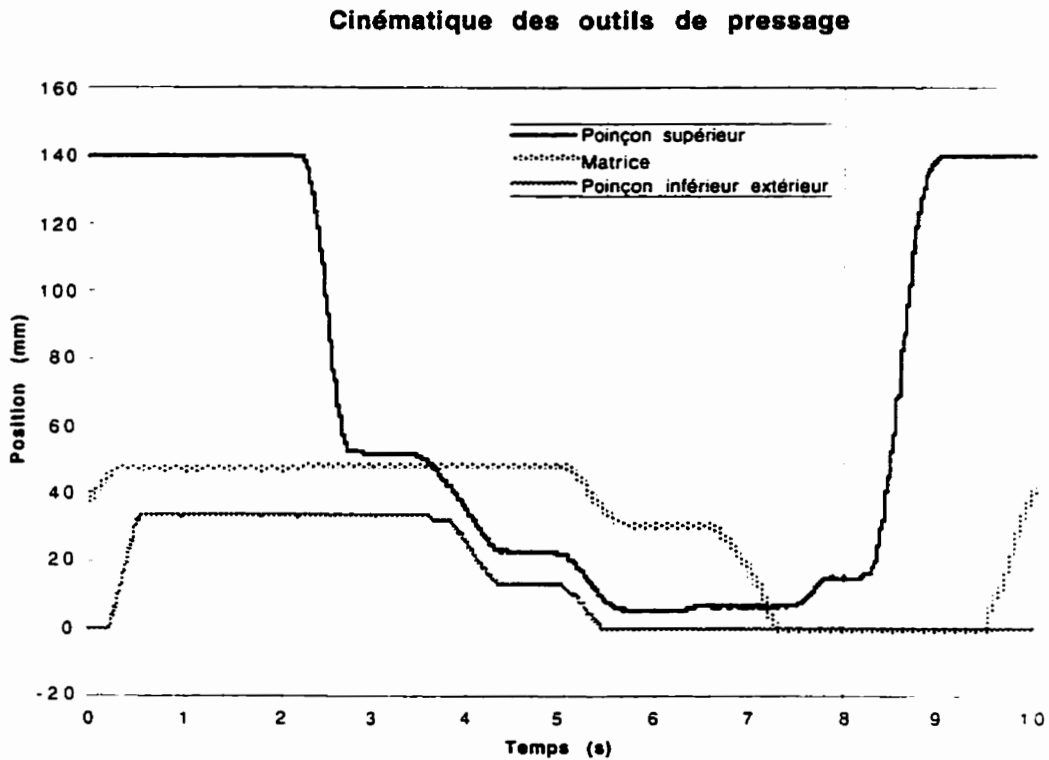


Figure 6-6. Cinématique complète de pressage

La géométrie de la pièce, ainsi que la cinématique des outils, ont été introduits dans le module de simulation par éléments finis de la compression (Chtourou, 1996). Cette première analyse a permis d'obtenir une distribution de densité après compression dans la pièce, présentée à la Figure 6-7 (la pièce étant traitée en deux dimensions axisymétrique).

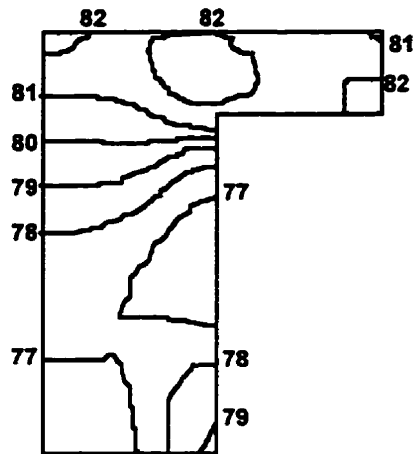


Figure 6-7 . Distribution de la densité à vert

La distribution de densité à vert (en densité relative) nous indique qu'il existe des zones de haute densité dans le haut de la pièce, ainsi que dans les coins du haut de la pièce. Le centre, ainsi que le bas du côté gauche de la pièce sont moins denses. Cette distribution de densité est précise à environ 1% de densité relative (Guillot, 1995).

6.3.2 Modèle éléments finis et simulation

Tel qu'expliqué au Chapitre 5, les résultats de la simulation par éléments finis de la compression sont transférés et interprétés de manière à pouvoir effectuer la modélisation du procédé de frittage. Le maillage de la pièce avant frittage correspond à l'état de la pièce alors qu'elle se trouve encore dans la matrice, c'est-à-dire avant l'éjection de celle-ci, puisque que le module de simulation de la compression ne modélise pas cette éjection. Les éléments utilisés sont les mêmes que ceux utilisés pour la simulation de la compression, soit des éléments axisymétriques à quatre noeuds CAX4 (Chtourou, 1996). Outre les forces nodales calculées à partir des densités nodales, les seules autres conditions aux limites nécessaires à l'analyse sont celles empêchant les mouvements de corps rigide de la pièce modélisée. Dans un cas de modélisation simple, il suffit à ce moment de fixer un noeud dans les directions axiale et radiale. Toutefois, dans le cas de la simulation du procédé de frittage, il peut s'avérer difficile de choisir quel noeud il faut précisément fixer. De nombreux essais nous ont permis de conclure que la meilleure approche était la suivante: ajouter au maillage de la pièce une base, fixe et sur laquelle cette pièce repose et appliquer une condition limite de contact avec frottement entre cette base et la partie de la pièce en contact avec celle-ci. Ainsi.

il n'est plus nécessaire de choisir quel noeud il faut fixer, tout en éliminant les mouvements de corps rigide de la pièce. La Figure 6-8 montre le maillage initial utilisé lors de la simulation par éléments finis du procédé de frittage.

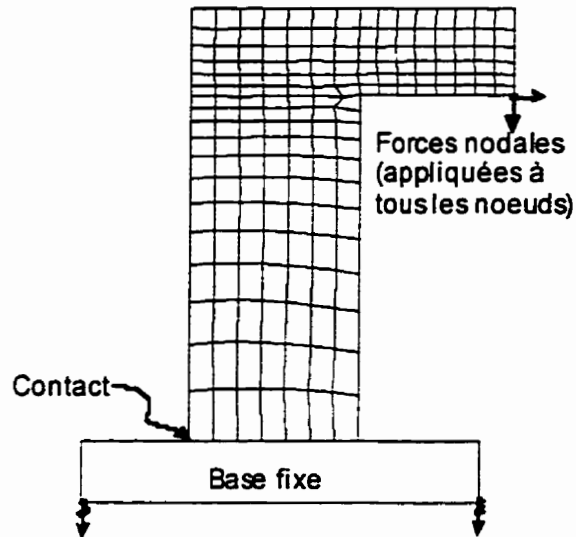


Figure 6-8 . Maillage et conditions limites

6.3.3 Résultats de simulation

La Figure 6-9 montre les résultats obtenus lors de la simulation du procédé de frittage en ce qui concerne la distribution de densité. En comparant ces résultats avec ceux de la pièce à vert, il est possible de constater qu'une certaine densification a eu lieu. Toutefois, cette densification est relativement faible et la distribution de densité reste à peu près semblable à celle d'avant frittage. Seules les valeurs des densités ont augmenté.

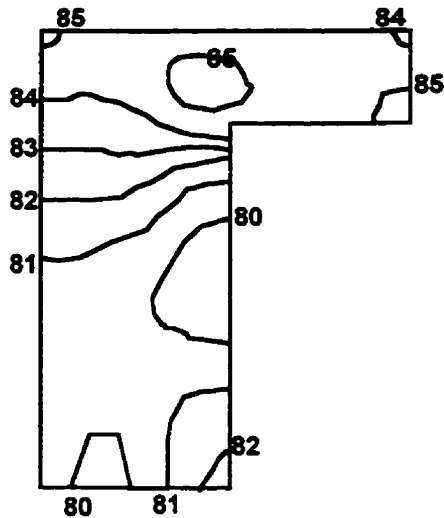


Figure 6-9 . Distribution de densité obtenue par simulation

Afin de valider les résultats obtenus par la simulation du procédé de frittage, il est important de comparer ces résultats avec ceux qu'il est possible d'obtenir expérimentalement en usine. Pour ce faire, une méthode permettant de mesurer la densité de pièces de métallurgie des poudres a été développée. Cette méthode, qui utilise des mesures de dureté Vickers, est expliquée plus en détails dans un article (Guillot, 1995). La Figure 6-10 montre les résultats obtenus expérimentalement en utilisant cette méthode. Ceux-ci sont très semblables à ceux obtenus par simulation: les zones de haute et de basse densité sont les mêmes dans les deux cas, avec des densités relatives comprises entre 80 et 85 pourcents dans les deux cas. Dans les cas extrêmes, la différence entre la densité calculée et celle obtenue expérimentalement est d'au plus 2% (en densité relative). Considérant que la simulation du procédé de frittage contribue déjà à l'erreur possible, les résultats de la simulation du procédé de frittage peuvent être considérés comme étant très satisfaisants en ce qui concerne la distribution de densité.

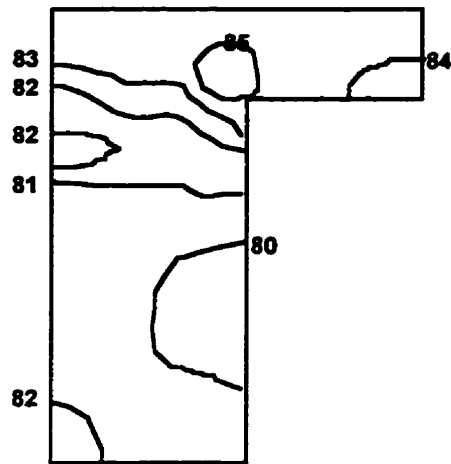


Figure 6-10 . Distribution de densité obtenue expérimentalement

Un autre aspect important de la simulation du procédé de frittage est la prédiction des dimensions finales des pièces. Afin de vérifier l'exactitude des calculs en ce qui concerne ces dimensions finales, un ensemble de pièces ont été mesurées pour le rayon à certains endroits spécifiques, ces mesures étant ensuite moyennées et comparées aux mesures calculées. La Figure 6-11 montre à quels endroits les mesures ont été prises, tandis que le Tableau 6-3 présente une comparaison de ces résultats.

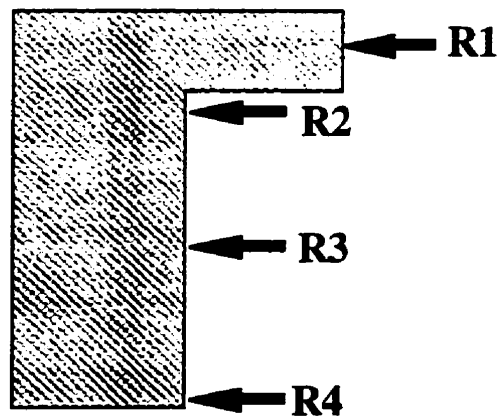


Figure 6-11 . Emplacements des mesures

		Vert (mm)	Fritté (mm)	Déplacement (mm)	Déformation (%)
R1	Expérimental	31,691	31,318	0,372	1,18
	Simulation	32,510	32,133	0,377	1,17
R2	Expérimental	20,659	20,409	0,250	1,22
	Simulation	20,720	20,472	0,248	1,20
R3	Expérimental	20,450	20,154	0,300	1,46
	Simulation	20,720	20,443	0,277	1,35
R4	Expérimental	20,209	19,914	0,295	1,47
	Simulation	20,720	20,443	0,277	1,35

Tableau 6-3 . Comparaison des mesures

La première colonne donne les mesures des rayons en millimètres avant le frittage. la deuxième les mêmes mesures mais après le frittage, la troisième le déplacement ainsi obtenu et la dernière colonne donne les déformations. Pour chacun des quatre rayons, la première ligne indique les résultats obtenus de façon expérimentale en usine, tandis que la seconde présente les résultats obtenus en utilisant le module de simulation du frittage. Il est intéressant de noter la précision avec laquelle les deux types de résultats concordent, surtout en ce qui concerne les deux premiers rayons.

Chapitre VII

Conclusions

La conception de l'outillage en métallurgie des poudres a toujours posé un grand problème aux manufacturiers et ingénieurs spécialistes. Suite au procédé de compression de la poudre, les pièces à vert possèdent une densité souvent non-homogène, celle-ci étant la source de gauchissements et de variations dimensionnelles non-uniformes des pièces au frittage. La conception des outils doit prendre en compte ces changements se produisant tout au cours du procédé de fabrication d'une pièce en métallurgie des poudres afin d'arriver aux pièces finales désirées. Étant donné la demande croissante pour des pièces possédant des dimensions finales précises et respectant des tolérances serrées, il est devenu important de posséder un outil de simulation permettant d'aider au processus de conception de l'outillage. Un tel outil existe déjà en ce qui concerne le procédé de pressage en métallurgie des poudres, mais un deuxième module, permettant la simulation du procédé de frittage, n'était pas encore disponible. Le but du présent travail était donc la mise au point et l'implémentation d'un module permettant la simulation du procédé de frittage.

Suite à une brève introduction de la métallurgie des poudres, une analyse préliminaire du procédé de frittage est présentée. Cette analyse avait pour but l'identification des paramètres plus importants en ce qui concerne la modélisation du procédé de frittage. Elle a permis de constater l'importance de la distribution de densité dans la pièce, un paramètre souvent laissé de côté par les modèles existants.

La théorie du frittage est ensuite présentée plus en détails: les mécanismes du frittage, les différents facteurs pouvant influencer le frittage, les principales lois de la mécanique des milieux continus. Cette présentation nous amène à une revue de littérature des différents modèles de comportement existant pour décrire le frittage, soit les modèles micromécaniques et les modèles phénoménologiques. Cette comparaison des divers modèles permet ensuite de présenter plus en détail le modèle choisi, ainsi que les modifications qui lui ont été apportées afin de l'adapter à nos besoins.

Une fois le modèle choisi, la caractérisation expérimentale du modèle peut avoir lieu. Étant donné que le modèle de comportement a été simplifié, la procédure d'étalonnage l'a également été. Toutefois, celle-ci doit être répétée pour tout nouveau matériau ou toute nouvelle condition de frittage utilisée. La procédure ayant mené au choix de la méthode d'étalonnage est présentée ainsi que les résultats d'étalonnage pour l'acier inoxydable 316L.

Le chapitre suivant propose une brève introduction à la méthode des éléments finis et plus particulièrement en ce qui concerne la modélisation du procédé de frittage. L'implémentation numérique du modèle y est également présentée.

Finalement, une application industrielle quasi-axisymétrique à deux niveaux est utilisée afin de valider le modèle de comportement et son implémentation. Les résultats obtenus par simulation sont comparés aux résultats obtenus expérimentalement (en usine), et montrent des différences relativement minimes. La distribution de densité, par exemple, est estimée à $\pm 2\%$ de densité relative (ce qui comprend l'erreur induite par la simulation de la compression), tandis que les déformations radiales montrent une erreur en deçà de 0.12% de déformation.

En conclusion, le module de simulation du procédé de frittage en métallurgie des poudres est donc finalisé et implémenté. Une validation plus complète du module, utilisant des matériaux et géométries différents, permettra à ce dernier d'être utilisé en conjonction avec le module de simulation du procédé de pressage afin de modéliser la grande partie du procédé de fabrication de pièces par la métallurgie des poudres. De plus, une étude de sensibilité plus approfondie des divers paramètres serait souhaitable. Cette étude donnerait à l'utilisateur un meilleur niveau de confiance quant aux résultats qu'il est possible d'obtenir par le biais du module de simulation par éléments finis du frittage.

Les travaux à venir concernant le module de simulation du frittage comprennent entre autres:

- Validation pour d'autres matériaux et géométries
- Meilleure intégration avec le module de compression
- Automatisation des conditions limites dans les cas tri-dimensionnels
- Simplification du module pour utilisation comme outil d'aide aux calculs de changements dimensionnels (sans le module de compression)
- Étendre l'étalonnage du modèle à de nouveaux matériaux (travaux en cours. étape de l'analyse finale des résultats)
- Implémentation de nouveaux paramètres pouvant rendre le module plus précis

Bibliographie

Angers, R., « Notes de cours - Métallurgie des poudres ». Université Laval. Québec. Canada. 1996.

Batoz J.L., Dhatt G., « Modélisation des structures par éléments finis ». Les Presses de l'Université Laval. Québec. 1990.

Berlinger, M., Wasizko, H.N., Kiefer, R., Chen, Y.T., « A study of dimensional changes in Fe-Cu-C parts in different furnace zones and different sintering atmospheres ». *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials - 1992 Vol.3*. Compiled by J.M. Capus and R.M. German, Metal Powder Industries Federation, Princeton. NJ. 1992. pp.285-300.

Bordia R.K., Scherer, G.W., « On Constrained Sintering - I. Constitutive Model for a Sintering Body ». *Acta metall.*, Vol.36. No.9. 1988. pp.2393-2397.

Chen Y.T., Kiefer R., Berlinger M., Wasizko B., Nayar H., « Atmosphere effects on dimensional control of Fe-Cu-C powder metal compacts », *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials - 1993 Vol.2*. Compiled by A. Lawlay and A. Swanson. Metal Powder Industries Federation, Princeton. NJ. 1993, pp.103-117.

Chtourou, H., « Modélisation par éléments finis du procédé de compression des poudres métalliques de l'acier inoxydable 316-L ». Thèse de Doctorat, Université Laval. Québec. 1996.

Coble R.L., « Sintering crystalline solids I. Intermediate and final stage diffusion models ». *J. Appl. Phys.*, Vol.32, 1961, pp.787-793.

Cosgrove G.J., Strozier J.A.J., Seigle L.L., « An approximate analytical model for the late-stage sintering of an array of rods by viscous flow ». *J. Appl. Phys.*, Vol.47. No.4. 1976. pp.1258-1264.

Dhatt, G., Touzot, G., « Une présentation de la méthode des éléments finis ». Les Presses de l'Université Laval. Québec. 1981.

Dubois S.G., German R.M., « Simulation for sintering real powders ». *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials 1995 - Vol. 1, Part 4*, Compiled by M. Phillips and J. Porter, Metal Powder Industries Federation, Princeton, NJ. 1995. pp.3.

Eudier, M., « Généralités sur la métallurgie des poudres », *Matériaux et Techniques*. Octobre-Novembre 1984. pp.365-373.

Frenkel, J., « Viscous flow of crystalline bodies under the action of surface tension ». *J. Phys.*, Vol.9, No.5, 1945. pp.385-391.

Guillot, M., Chtourou, H., Parent, S., « Local Density Measurements in Green and Sintered 316L Stainless Steel Powder Compacts », *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials 1995 - Vol. 3, Part 9*, Compiled by M. Phillips and J. Porterm Metal Powder Industries Federation, Princeton, NJ, p.31.

Gakwaya, A., « Notes de cours - Mécanique des milieux continus ». Université Laval. Québec, Canada, 1994.

German, R.M., « Powder Metallurgy Science ». Metal Powder Industries Federation. 1984. Princeton, NJ.

Hansen J.D., Rusin R.P., Teng M-H., Johnson D.L., « Combined-stage sintering model ». *Journal of the American Ceramic Society*, Vol.75, No.5, 1992, pp.1129-1135.

Hirschhorn J.S., Maxwell G.M., Nadkarni A.V., « Effects of particle shape and size on the shrinkage of stainless steel compacts ». *Powder Technology*, Vol.3, No.5, Feb. 1972, pp.147-154.

Hobbs P.V., Mason B.J., « The sintering and adhesion of ice ». *Phil. Mag.*, Vol.9, p.181.

Hsueh C.H., Evans A.G., Cannon R.M., Brook R.J., « Viscoelastic stresses and sintering damage in heterogeneous powder compacts ». *Acta Metall.*, Vol.34, 1986, p.927.

Inconnu, « How sintering furnace temperature and atmosphere affect specific P/M stainless steels ». *Industrial Heating*, Vol.43, No.8, August 1976, pp.10-14.

Jagota A., Dawson P.R., « Micromechanical modelling of powder compacts I - Unit problems for sintering and traction induced deformation », *Acta Metall.*, Vol.36. No.9. 1988, pp.2551-2561.

Jagota A., Dawson P.R., « Simulation of the viscous sintering of two particles ». *J. Am. Ceram. Soc.*, Vol.73, No.1. 1990, pp.173-177.

Kingery W.D., Berg M., « Study of the initial stages of sintering solids by viscous flow, evaporation-condensation, and self-diffusion ». *J. Appl. Phys.*, Vol.26. No.10. 1955. pp.1205-1212.

Kuczynski G.C., « Self-diffusion in sintering of metallic particles ». *Trans. AIME.* Vol.185. 1949, pp.169-178.

Mackenzie J.K., Shuttleworth R., « A phenomenological theory of sintering ». *Proc. Phys. Soc.*, Vol.62. No.12-B. 1979. pp.833-852.

Martinez-Herrera J.I., Derby J.J., « Analysis of capillary-driven viscous flows during the sintering of ceramic powders », *AIChE Journal*, Vol.40. No.11. November 1994. pp.1794-1803.

Mashura S., Kawai S., « Effect of oxygen in powder on dimensional change », *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials - 1991 Vol.4*, Compiled by L.F. Pease III and R.J. Sansoucy, Metal Powder Industries Federation, Princeton, NJ, 1991, pp.37-50.

Novakovic R., Radic S.M., Ristic M.M., « Sintering kinetics regarded from the point of view of phenomenological theories », *Science of Sintering*, Vol.22, No.3, 1990, p.141-145.

Pantic D., « Contribution toward a general macroscopic equation of sintering kinetics », *Science of Sintering*, Vol.22, No.3, 1990, pp.147-150.

Pichet, G., « Caractérisation et optimisation de l'atmosphère de frittage pour le système Fer-Cuivre-Carbone », Mémoire de maîtrise, Université Laval, Québec, 1996.

Raj R., Bordia R.K., « Sintering behavior of bi-modal powder compacts », *J. Am. Ceram. Soc.*, Vol.69, No.6, 1986, pp.499-506.

Rahaman M.N., DeJonghe L.C., Brooks R.J., « Effect of shear stress on sintering », *J. Am. Ceram. Soc.*, Vol.63, 1986, p.53.

Rahaman M.N., DeJonghe L.C., Chu M.Y., « Effect of green density on densification and creep during sintering », *J. Am. Ceram. Soc.*, Vol.74, No.3, 1991, pp.514-519.

Reid C.R., Oakberg R.G., « A continuum theory for the mechanical response of materials to the thermodynamic stress of sintering », *Mechanics of Materials*, Vol.10, 1990, pp.203-213.

Ross J.W., Miller W.A., Weatherly G.C., « Dynamic computer simulation of viscous flow sintering kinetics », *J. Appl. Phys.*, Vol.52, No.6, 1981, pp.3884-3888.

Scherer G.W., « Sintering of low-density glasses: I, Theory », *J. Am. Ceram. Soc.*, Vol.60, No.5-6, 1977, pp.236-239.

Skorohod V.V., Olevsky E.A., Shtern M.B., « Continuum theory for sintering of the porous bodies: model and application », *Science of Sintering*, Vol.23, No.2, 1991, pp.79-91.

Thompson, C.B., « Production Sintering Practices for P/M Materials », *Metals Handbook Ninth Edition, Vol.7 - Powder Metallurgy*, American Society for Metals, Metals Park, OHIO, 1984.

Venkatachari, K.R., Raj, R., « Shear Deformation and Densification of Powder Compacts », *J. Am. Ceram. Soc.*, Vol.69, No.6, 1986, pp.499-506.

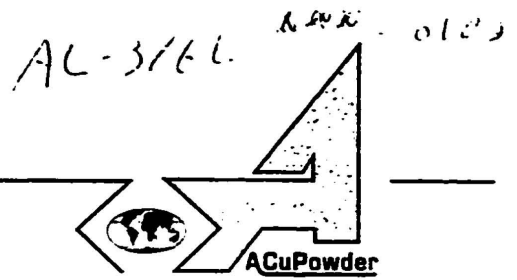
Vo Van, A., Guillot, M., Hraïri, M., Chtourou, H., « The Effect of Sintering on Dimensional Variation », *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials-1995 Vol. 3, Part 12*, Compiled by T.M. Caddle and K.S. Narasimhan, Metal Powder Industries Federation, Princeton, NJ, 1996, pp.11-26.

White, D.G., « State-of-the North American P/M Industry - P/M's Promise Realized », *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials-1995 Vol. 1, Part 1*, Compiled by M. Phillips and J. Porter, Metal Powder Industries Federation, Princeton, NJ, 1995, pp.3-13.

Annexe 1

Caractéristiques des matériaux

ACuPowder International, LLC



Certificate of Compliance and Analysis

CUSTOMER: PRECITECH ADVANCED PRODUCT: 316-9 STAINLESS STEEL
 WEIGHT (LBS): 5000 LOT NO.: 6445
 P.O. #: 2111 DATE SHIPPED: 02/26/96

Characteristic	Results:	Specification		Test Method
		Minimum	Maximum	
CHEMICAL TESTS				
CARBON %	0.025		0.03	SPECTRO
SILICON %	0.76		1.0	
NICKEL %	11.6	10	14	
CHROMIUM %	17.0	16	18	
MOLYBDENUM %	2.32	2	3	
IRON %	---	BAL		
ACRAWAX %	1.00	0.9	1.1	
PHYSICAL PROPERTIES				
APPARENT DENSITY (G/CC)	2.55	2.60	2.85	MPIF STD 04
FLOW RATE (SEC/50G)	38.8		40	MPIF STD 03
SIEVE ANALYSIS (%)				
+80 MESH	0.00			MPIF STD 05
-80/+100 MESH	0.50		3.0	
-100/+150 MESH	5.8		10.0	
-150/+200 MESH	16.9			
-200/+325 MESH	32.3			
-325 MESH	44.5		50.0	
PRESSING PROPERTIES				
GR DENS @ 30 TSI	6.24			MPIF STD 15
GR STRENGTH @ 30TSI	641			
SINTERED TESTS 1121 C, 30 MINS, 1A				
DIM CHANGE % (LOT)	-0.52			MPIF STD 44

MATERIAL OK'D BY SPEC. REC. ANAL. P. C.

Remarks:
 The above data are provided for the convenience of the customer and do not relieve the purchaser of responsibility for the inspection of material upon delivery or prior to use.

Certified By: _____
Title: Q.A. Manager
Date: 2/26/96

AL-8020-00A-0103

ACuPowder International, LLC



Certificate of Compliance and Analysis

CUSTOMER: PRECITECH PRODUCT: 8020-1 BRASS
 WEIGHT (LBS): 1500 LOT NO.: 6700
 P.O. #: 2372 / 2121 DATE SHIPPED: 03/20/96

Characteristic	Results:	Specification		Test Method
		Minimum	Maximum	
CHEMICAL TESTS				
% ZINC	18.61	18	22	SPECTRO
% LITHIUM STEARATE	0.375	.35	.40	
% ACRAWAX	0.375	.35	.40	
% COPPER	---	BAL		
PHYSICAL PROPERTIES				
APPARENT DENSITY (G/CC)	2.90	2.8	3.0	MPIF STD 04
FLOW RATE (SEC/50G)	32.9		40	MPIF STD 03
SIEVE ANALYSIS (% WGT)				
+60 MESH	0.00		5	MPIF STD 05
-60/+80 MESH	0.00			
-80/+100 MESH	3.9			
-100/+150 MESH	21.7			
-150/+200 MESH	23.3			
-200/+325 MESH	27.8			
-325 MESH	23.3	15	40	
PRESSING PROPERTIES				
GR. STRENGTH @ 7.6G/CC	3151			MPIF STD 15
SINTERED TESTS				
SHRINKAGE %	-1.38	-0.8	-1.5	MPIF STD 44

marks:
 The above data are provided for the convenience of the customer and
 do not relieve the purchaser of responsibility for the inspection of
 material upon delivery or prior to use.

Certified By:
 Title: Q.A. Manager
 Date: 18 March 1996

DO-37HD-0308

LABORATORY REPORT

SAINT-LEU DE POINTE PRECITECH INC.	CUSTOMER ORDER NO. 2291	DOMFER ORDER NO. 96-264-2
------------------------------------	----------------------------	------------------------------

DELIVERY NOTE NO. MP 21424-2	LOT NO. 8526
SHIPPING DATE: 03/22/96	PRODUCT CODE: DO-37HD-0308
QUANTITY: 3,060 LBS.	MP 37HD 97.25%
PACKAGING: 500 LB. BARIL	LUBRICANT 0.37% ACRAWAX
	GRAPHITE 0.75%
	COPPER 2.00%
	NICKEL %
	0.37% LITHIUM ST.

PHYSICAL		CHEMICAL	
SCREEN ANALYSIS % BY WEIGHT U.S. STANDARD SIEVE APPARENT DENSITY (g/cm ³) 3.13		CHEMICAL ANALYSIS OF UNMIXED POWDER % BY WEIGHT	
+ NO. 4	%	CARBON	0.013 %
+ NO. 8	%	OXYGEN	0.260 %
+ NO. 14	%	SULPHUR	0.252 %
+ NO. 20	%	PHOSPHORUS	< 0.030 %
+ NO. 30	%	MANGANESE	0.670 %
+ NO. 40	%	SILICON	< 0.150 %
+ NO. 50	%	ACID INSOL	< 0.400 %
+ NO. 60	TRACE %	MOLYBDENUM	%
+ NO. 80	4.1 %	NICKEL	%
+ NO. 100	7.2 %	TOTAL IRON	%
+ NO. 140	25.6 %	VANADIUM	%
+ NO. 200	26.5 %	TOTAL CARBON OF PREMIX	1.270 %
+ NO. 325	28.3 %		
PAN	11.3 %		
FLOW (SECONDS) HALL 30 OTHER			

BRIQUETTING	SINTERING
TYPE OF TEST SPECIMEN: CAPTURE BAR	ATMOSPHERE: DISSOC. AMMONIA
	TIME: 30 MINUTES at 2050°F TEMP.

GREEN PROPERTIES			SINTERED PROPERTIES			
COMPACTING PRESSURE TSI	GREEN DENSITY g/cm ³	GREEN STRENGTH P.S.I.	STANDARD	T.R.S. OR "K" FACTOR P.S.I.	HARDNESS	DIMENSIONAL CHANGE "/" (FROM DIE SIZE)
30.0	6.80			110,000	FB 70	0.0030
29.7	6.80	1,000				
----	6.80	----	# 6060	111,000	RB 70	0.0030

COMPOSITION OF POWDER MIX FOR TESTS:
SAIL

1-(White) Customer's Copy; 2-(Pink) Head Office Copy; 3-(Green) Plant Copy

APPROVED BY.

Annexe 2

Résultats de l'analyse préliminaire: profils des pièces

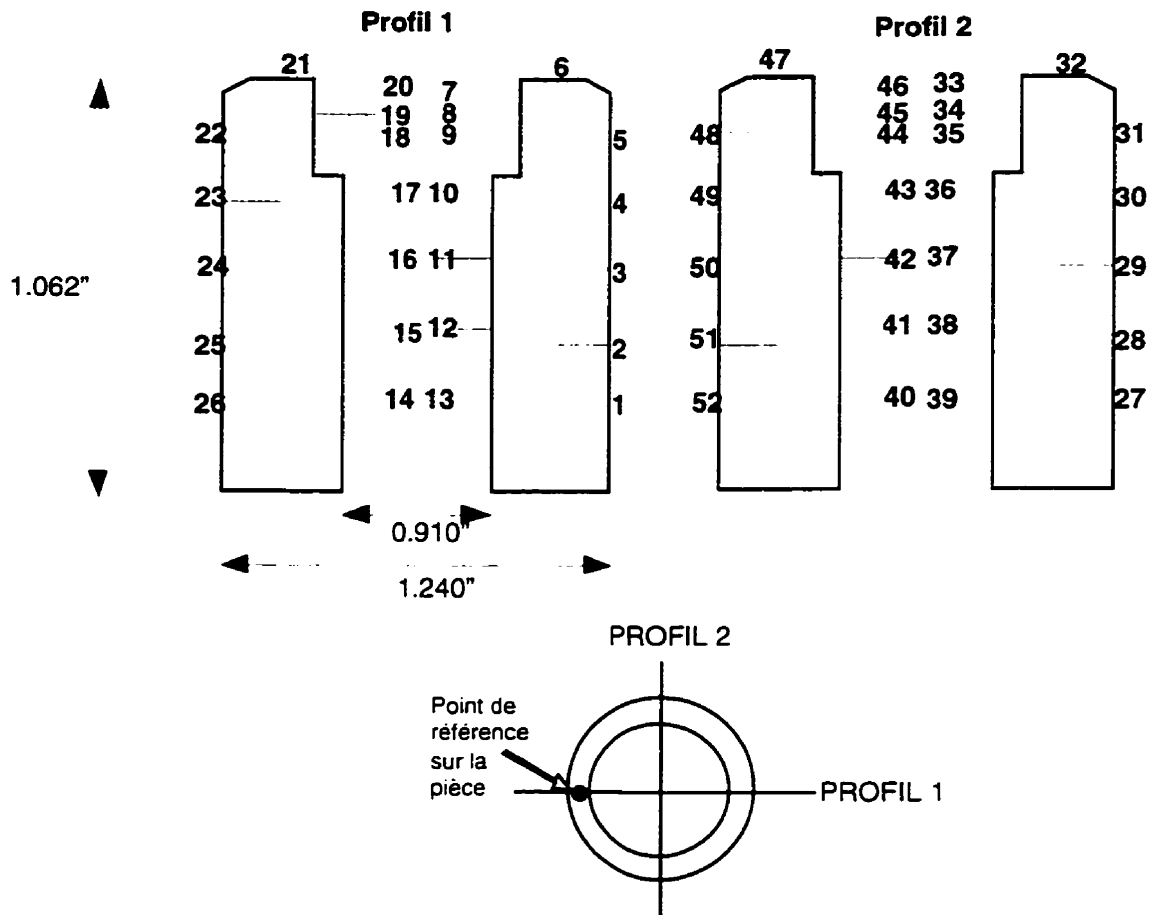


Figure A2-1 . Mesures de profil effectuées par AMT

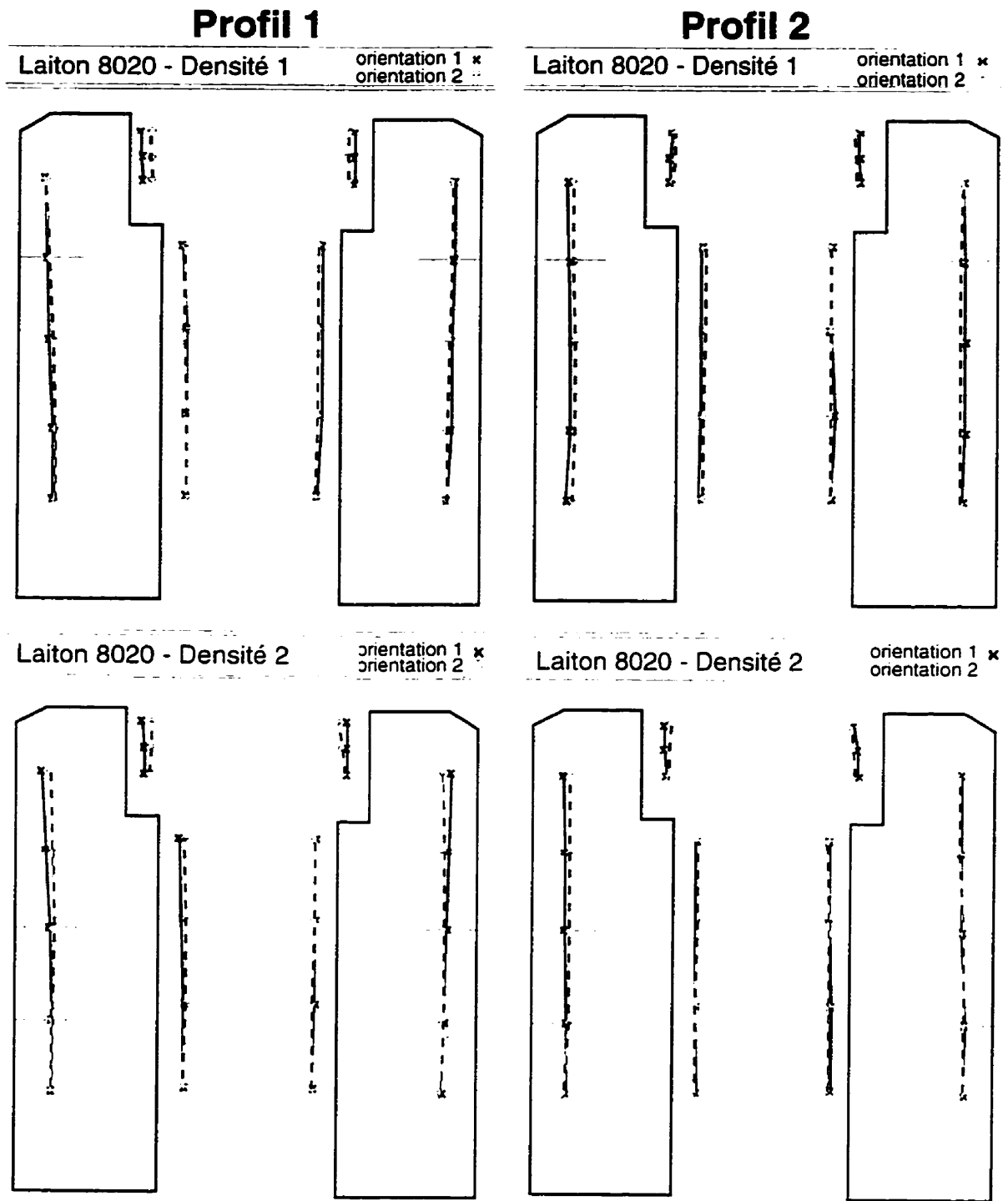


Figure A2-2. Profils de pièces en Laiton 8020

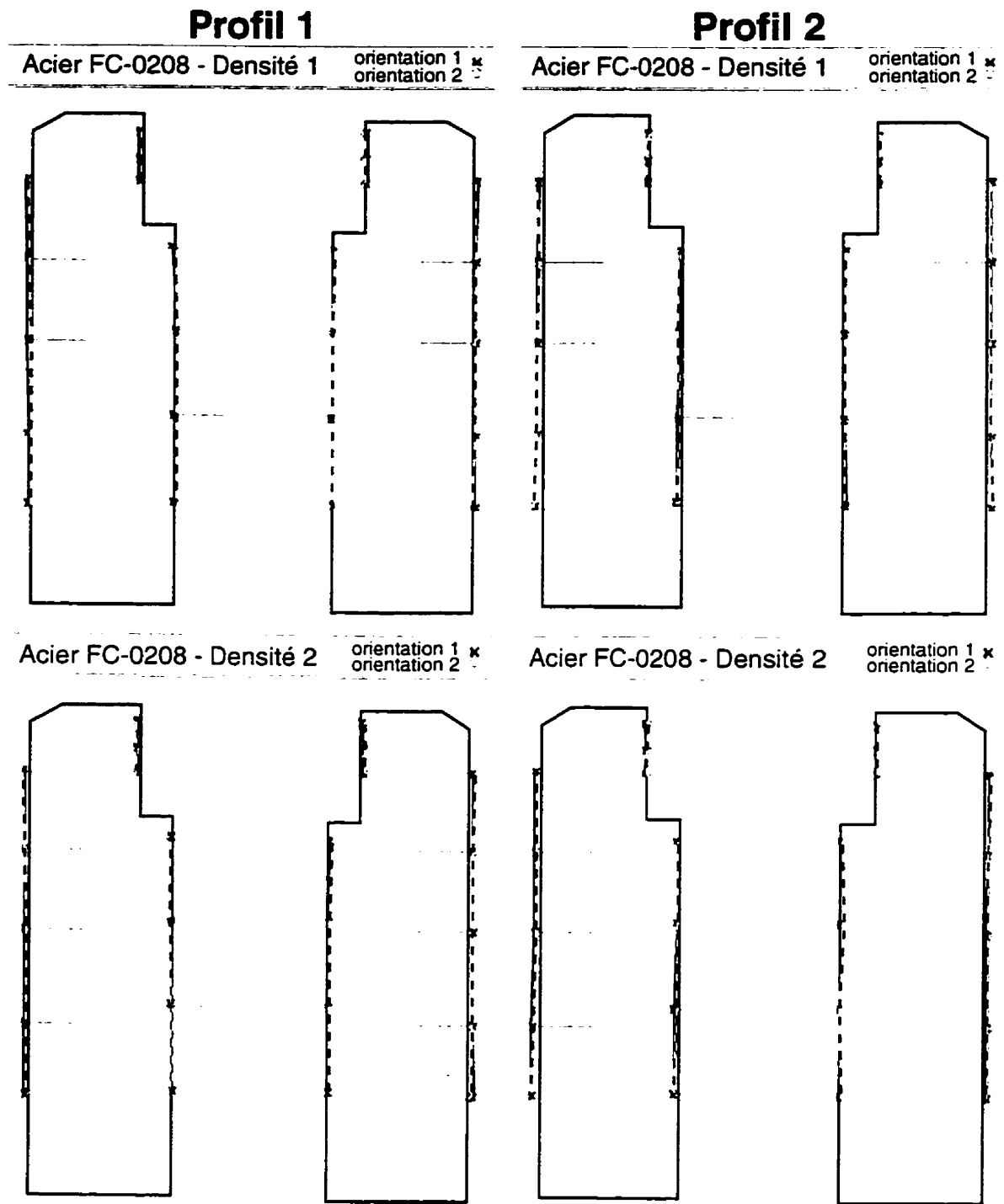


Figure A2-3 . Profils de pièces en Acier FC-0208

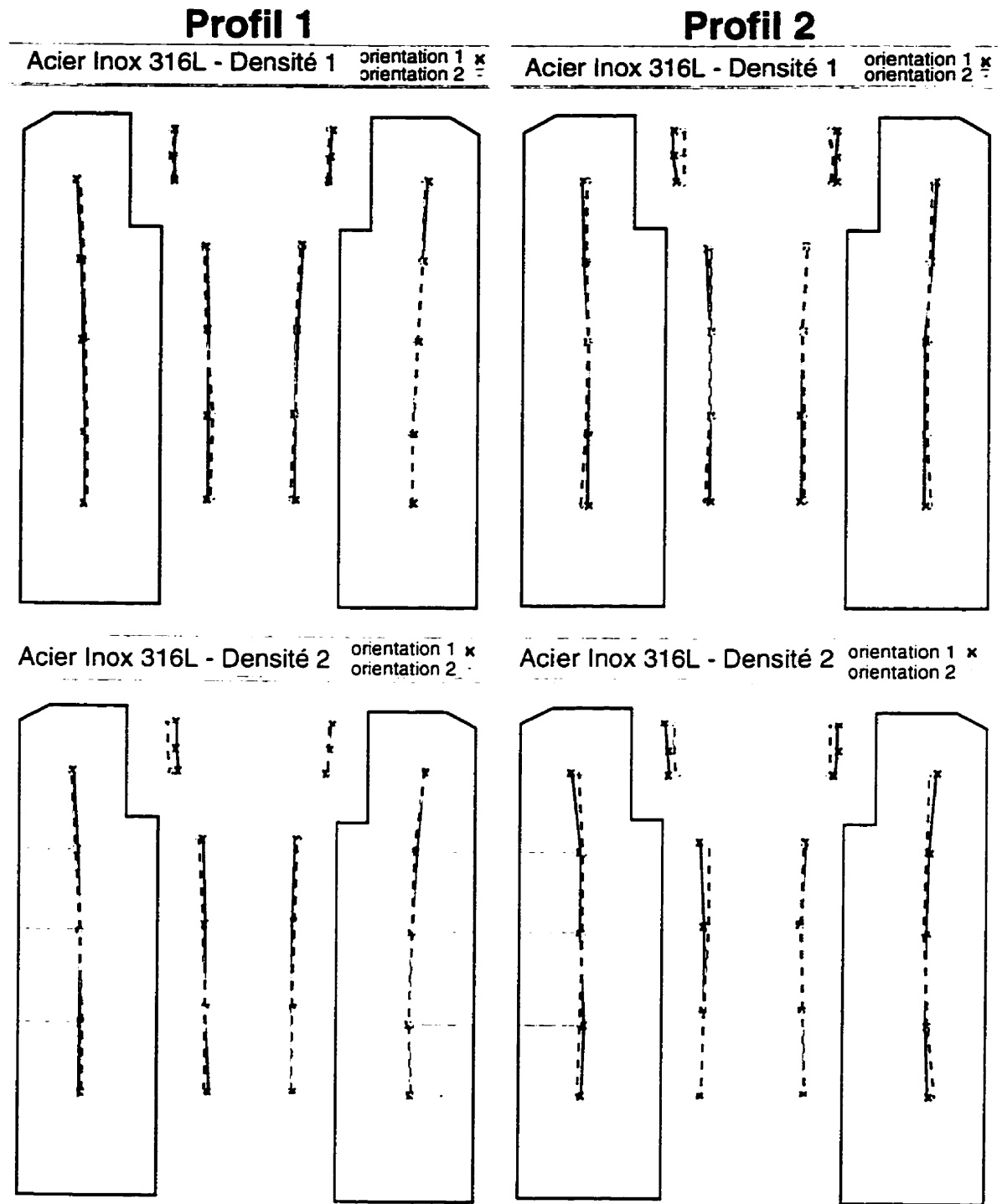


Figure A2-4 . Profils de pièces en Acier Inoxydable 316L

Annexe 3

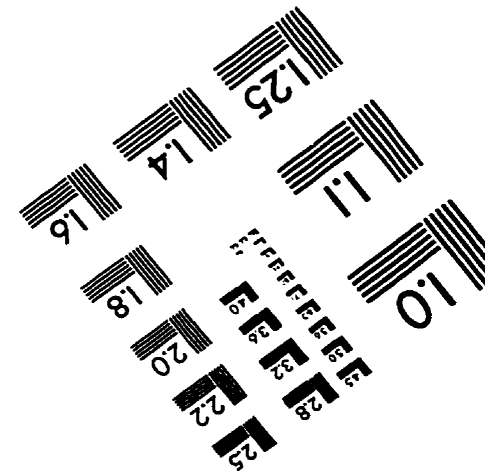
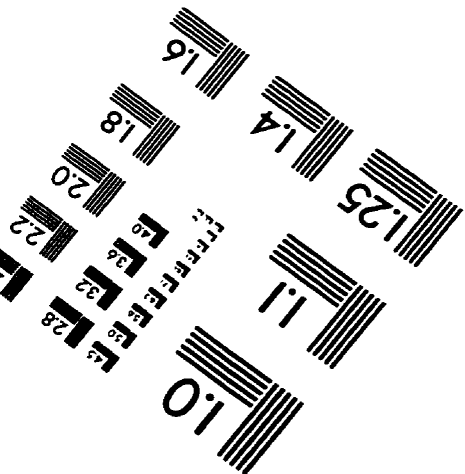
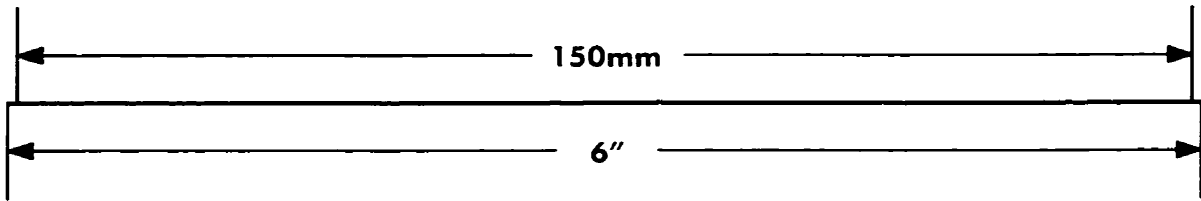
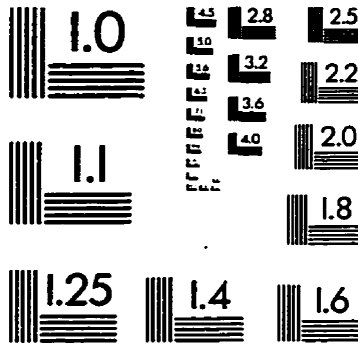
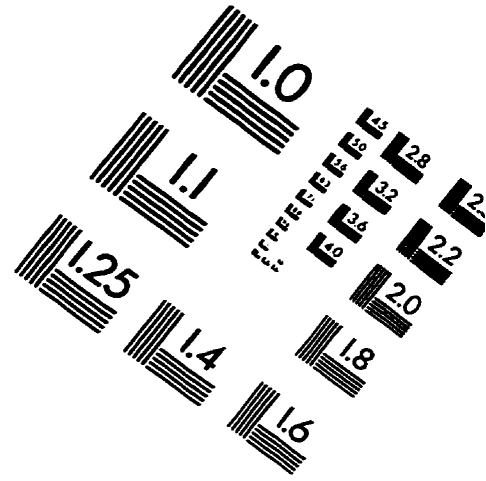
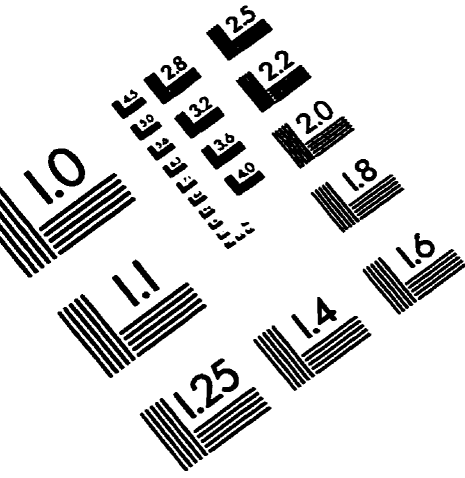
Résultats des tests de calibration

Données des pastilles à vert					
Diamètre (mm)	Hauteur (mm)	Masse (g)	Volume (cm ³)	Densité (g/cm ³)	Densité relative
28,29052	6,0633	23,256	3,8114	6,102	0,768
28,29052	6,0056	23,056	3,7751	6,107	0,768
28,29052	6,0209	23,116	3,7847	6,108	0,768
28,29052	6,0623	23,303	3,8107	6,115	0,769
28,29052	6,0351	23,186	3,7936	6,112	0,769
28,29052	6,0376	23,213	3,7952	6,116	0,769
28,29052	6,013	23,119	3,7798	6,117	0,769
28,29052	6,0434	23,255	3,7989	6,122	0,770
28,29052	6,0549	23,332	3,8061	6,130	0,771
28,29052	6,0503	23,352	3,8032	6,140	0,772
28,29052	6,3052	24,911	3,9634	6,285	0,791
28,29052	6,3109	24,942	3,9670	6,287	0,791
28,29052	6,308	24,931	3,9652	6,287	0,791
28,29052	6,3078	24,935	3,9651	6,289	0,791
28,29052	6,3029	24,92	3,9620	6,290	0,791
28,29052	6,3224	25,026	3,9742	6,297	0,792
28,29052	6,3299	25,062	3,9790	6,299	0,792
28,29052	6,3206	25,035	3,9731	6,301	0,793
28,29052	6,3272	25,058	3,9773	6,300	0,792
28,29052	6,3228	25,045	3,9745	6,301	0,793
28,29052	6,403	26,178	4,0249	6,504	0,818
28,29052	6,3718	26,136	4,0053	6,525	0,821
28,29052	6,3858	26,219	4,0141	6,532	0,822
28,29052	6,4262	26,417	4,0395	6,540	0,823
28,29052	6,4099	26,359	4,0292	6,542	0,823
28,29052	6,4004	26,341	4,0233	6,547	0,824
28,29052	6,4031	26,366	4,0250	6,551	0,824
28,29052	6,4246	26,524	4,0385	6,568	0,826
28,29052	6,3986	26,474	4,0221	6,582	0,828
28,29052	6,3688	26,498	4,0034	6,619	0,833
28,29052	6,4027	26,884	4,0247	6,680	0,840
28,29052	6,3707	26,85	4,0046	6,705	0,843
28,29052	6,3812	26,95	4,0112	6,719	0,845
28,29052	6,3677	26,892	4,0027	6,718	0,845
28,29052	6,3884	26,992	4,0157	6,722	0,845
28,29052	6,3898	27,023	4,0166	6,728	0,846
28,29052	6,3608	26,949	3,9984	6,740	0,848
28,29052	6,3946	27,118	4,0196	6,746	0,849
28,29052	6,3787	27,128	4,0096	6,766	0,851
28,29052	6,3556	27,09	3,9951	6,781	0,853

Données des pastilles frittées					
Diamètre	Hauteur	Masse	Volume	Densité	Densité
(mm)	(mm)	(g)	(cm³)	(g/cm³)	relative
27,91460	5,9307	23,114	3,6296	6,368	0,801
27,91206	5,9014	22,907	3,6110	6,344	0,798
27,93069	5,9050	22,966	3,6180	6,348	0,798
27,90656	5,9328	23,155	3,6288	6,381	0,803
27,89767	5,9144	23,037	3,6152	6,372	0,802
27,91714	5,9343	23,062	3,6325	6,349	0,799
27,90910	5,9107	22,967	3,6159	6,352	0,799
27,91587	5,9266	23,100	3,6274	6,368	0,801
27,90825	5,9457	23,175	3,6371	6,372	0,801
27,90359	5,9391	23,203	3,6319	6,389	0,804
27,92095	6,1979	24,750	3,7949	6,522	0,820
27,91587	6,2049	24,777	3,7978	6,524	0,821
27,92645	6,2021	24,766	3,7989	6,519	0,820
27,93873	6,2070	24,773	3,8053	6,510	0,819
27,93958	6,2061	24,758	3,8050	6,507	0,818
27,91587	6,2120	24,860	3,8021	6,538	0,822
27,93704	6,2198	24,895	3,8127	6,530	0,821
27,93619	6,2152	24,870	3,8096	6,528	0,821
27,93915	6,2254	24,892	3,8167	6,522	0,820
27,91756	6,2193	24,882	3,8070	6,536	0,822
27,95228	6,2719	26,001	3,8488	6,756	0,850
27,96709	6,2646	25,960	3,8484	6,746	0,849
27,96371	6,2893	26,041	3,8626	6,742	0,848
27,95524	6,3072	26,239	3,8713	6,778	0,853
27,94720	6,3144	26,181	3,8735	6,759	0,850
27,96032	6,2963	26,163	3,8660	6,767	0,851
27,96794	6,3010	26,183	3,8710	6,764	0,851
27,97471	6,3386	26,346	3,8960	6,762	0,851
27,96498	6,3303	26,296	3,8882	6,763	0,851
27,97852	6,3257	26,322	3,8891	6,768	0,851
27,99249	6,2543	26,704	3,8490	6,938	0,873
27,99927	6,2592	26,670	3,8539	6,920	0,870
27,99715	6,2697	26,767	3,8598	6,935	0,872
27,99249	6,2606	26,707	3,8529	6,932	0,872
27,99546	6,2729	26,807	3,8613	6,942	0,873
27,98530	6,2852	26,839	3,8661	6,942	0,873
27,99842	6,2678	26,765	3,8590	6,936	0,872
28,00181	6,2978	26,934	3,8784	6,945	0,874
28,00392	6,2998	26,943	3,8802	6,944	0,873
27,98318	6,2924	26,906	3,8699	6,953	0,875

Calculs de calibration					
Densité (relative)	Eps_R (rf/ri)	Eps_M (mf/mi)	Eps_Z (hf/hi)	Eps_V (-m+3r)	Densité (calculée)
0,7675139	-0,01337692	-0,00612467	-0,02211196	-0,03400608	0,7940629
0,76822545	-0,01346791	-0,0064835	-0,01750276	-0,03392024	0,79473083
0,76826739	-0,01280068	-0,00651016	-0,0194373	-0,03189189	0,79316377
0,76919338	-0,01366498	-0,00637137	-0,02159299	-0,03462357	0,79629202
0,76878073	-0,01398359	-0,00644703	-0,02020237	-0,03550375	0,79656565
0,76935727	-0,01328593	-0,00652623	-0,01725751	-0,03333156	0,79543331
0,7693766	-0,01357397	-0,00659639	-0,01715952	-0,03412551	0,7960851
0,77000959	-0,01333142	-0,00668755	-0,01951607	-0,03330672	0,79608797
0,77109187	-0,01360442	-0,0067517	-0,01819959	-0,03406157	0,7978089
0,7723396	-0,01377141	-0,00640105	-0,01855025	-0,03491318	0,79978067
0,79059384	-0,01314946	-0,00648398	-0,01716416	-0,03296441	0,81708961
0,79086272	-0,01333142	-0,00663733	-0,01693899	-0,03335694	0,8176884
0,79087736	-0,0129525	-0,00664026	-0,01693072	-0,03221723	0,81677213
0,79102933	-0,01251287	-0,00651809	-0,01610928	-0,03102052	0,81595203
0,79116807	-0,01248244	-0,00652202	-0,01547717	-0,03092531	0,81601744
0,79208238	-0,01333142	-0,0066552	-0,01761598	-0,03333907	0,8189348
0,7922824	-0,01257336	-0,00668577	-0,01754669	-0,0310343	0,81725584
0,79259334	-0,01260379	-0,00661259	-0,01681624	-0,03119877	0,81771106
0,79249398	-0,01249784	-0,00664667	-0,0162201	-0,03084683	0,81732086
0,79263404	-0,01327088	-0,00652956	-0,01650479	-0,0332831	0,81945929
0,8181145	-0,012028	-0,00678436	-0,02068729	-0,02929962	0,84243956
0,82080145	-0,0114983	-0,00675678	-0,01696726	-0,02773813	0,84388765
0,82160286	-0,01161917	-0,00681212	-0,015227	-0,02804538	0,84497118
0,82260319	-0,01192211	-0,00676089	-0,01869155	-0,02900543	0,84681255
0,82288436	-0,01220975	-0,00677582	-0,01501093	-0,02985344	0,84782065
0,82354298	-0,0117404	-0,00678046	-0,01639833	-0,02844075	0,84730141
0,82397701	-0,01146791	-0,00696496	-0,0160739	-0,02743878	0,84689897
0,82614077	-0,01122588	-0,00673352	-0,01347645	-0,02694411	0,84870299
0,82793403	-0,01157375	-0,00674628	-0,01073159	-0,02797498	0,85142248
0,83256206	-0,01108969	-0,00666417	-0,00679037	-0,02660491	0,85500958
0,84021777	-0,01059051	-0,00671795	-0,02345055	-0,02505357	0,86153414
0,84337023	-0,01034833	-0,00672648	-0,01765697	-0,0243185	0,86413114
0,84511837	-0,01042405	-0,00681351	-0,01762766	-0,02445863	0,86604367
0,84508742	-0,01059051	-0,00690314	-0,01696231	-0,02486838	0,86636687
0,84548147	-0,01048441	-0,00687748	-0,01824508	-0,02457576	0,86651724
0,84626704	-0,01084739	-0,0068323	-0,01650531	-0,02570988	0,86830657
0,84779733	-0,01037869	-0,00685113	-0,01472874	-0,02428493	0,86863806
0,84860464	-0,01025762	-0,00680829	-0,01525352	-0,02396456	0,86918671
0,85103364	-0,01018227	-0,00684288	-0,01244643	-0,02370392	0,87144746
0,85293037	-0,01092315	-0,00681535	-0,00999376	-0,02595411	0,87535719

IMAGE EVALUATION TEST TARGET (QA-3)



APPLIED IMAGE, Inc.
1653 East Main Street
Rochester, NY 14609 USA
Phone: 716/482-0300
Fax: 716/288-5989

© 1993, Applied Image, Inc., All Rights Reserved