

---

EIDGENÖSSISCHE TECHNISCHE HOCHSCHULE LAUSANNE  
 POLITECNICO FEDERALE DI LOSANNA  
 SWISS FEDERAL INSTITUTE OF TECHNOLOGY LAUSANNE

---



ÉCOLE POLYTECHNIQUE  
 FÉDÉRALE DE LAUSANNE

DEPARTEMENT DE MICROTECHNIQUE  
 INSTITUT DE PRODUCTION MICROTECHNIQUE  
 CH - 1015 LAUSANNE

Sonia VIONNET  
 tél. direct : ++41 21 693.77.79  
 tél. secrétariat : ++41 21 693.38.17 / 25  
 téléfax : ++  
 E-mail : [sonia.vionnet@epfl.ch](mailto:sonia.vionnet@epfl.ch)

## MESURES DE DILATOMETRIE SUR DEUX NUANCES D'ACIER INOX : 1.4542 ET 1.4057 le 04/01/00

*(mesures réalisées au département des matériaux par le Professeur KARADENIZ  
 T. MAEDER, S. VIONNET)*

### Plan

<b><u>I. Introduction</u></b>	2
<b><u>II. Etude expérimentale</u></b>	2
<u>II.1. Echantillons</u>	
<u>II.2. Principe et déroulement du cycle thermique</u>	3
II.2.1. Principe	3
II.2.2. Protocole expérimental	3
<b><u>III. Résultats</u></b>	3
<b><u>IV. Interprétation des résultats</u></b>	5
<u>IV.1. Interprétation du mécanisme général</u>	5
<u>IV.2. Commentaires sur l'ensemble des valeurs</u>	6
<b><u>V. Conclusions</u></b>	6
<u>V.1. Inconvénients dus à ces nuances d'acier</u>	6
<u>V.2. Solutions envisageables</u>	7
<u>V.3. Perspectives</u>	7

### Résumé

Des substrats en acier de structure martensitique ont été utilisés pour le dépôt de couches épaisses par sérigraphie. Or, des fissures ont été observées après les différents cycles de cuisson des pâtes.

Comme ce phénomène proviendrait de transformations métallurgiques causant de brusques variations de volume, des mesures de dilatométrie ont été réalisées sur des échantillons d'acier inox de nuance 1.4542 et 1.4057, durant un ou plusieurs cycles thermiques.

En fait, ces aciers de structure martensitique à température ambiante subissent un changement de phase à température plus élevée, et deviennent partiellement austénitiques. Lors du refroidissement, le phénomène inverse se produit, ce qui engendre une brusque variation de volume, d'où la création de fissures.

Par conséquent, étant donné ce phénomène présent pour chaque échantillon et la température à laquelle a lieu la transformation austénite → martensite (proche de la température ambiante), il est évident que ces deux nuances d'acier s'avèrent difficilement utilisables voire même inutilisables pour la sérigraphie des couches épaisses.

## **I. Introduction**

Dilatométrie : mesure du volume spécifique d'un échantillon ; détermination des températures de transition de phase ; étude de la cinétique de changement de phase.

Lors d'expériences précédentes, des fissures au niveau des couches déposées par sérigraphie ont pu être observées après les différents cycles de cuisson des pâtes. Les substrats utilisés étaient des substrats en acier inox de nuance 1.4542 et 1.4057.

Ce sont deux aciers fortement alliés, ce qui leur confère une mauvaise conductivité thermique. De plus, la présence de chrome évite l'oxydation du métal, d'où une meilleure adhérence des couches déposées. Aussi, ces aciers ont été choisis car ils possèdent des éléments d'alliage (le nickel et le chrome, entre autres), qui améliorent leurs propriétés mécaniques. En effet, le métal devient plus dur et sa résistance à la fatigue augmente.

Les fissures observées proviendraient d'une variation de volume (voire même une variation de surface) engendrée par une ou plusieurs transformations métallurgiques.

Il s'avère donc indispensable de connaître l'évolution de l'état métallurgique du substrat métallique au cours de la cuisson. C'est pourquoi il a été décidé de réaliser des mesures de dilatométrie.

Cette technique consiste à mesurer la variation de la longueur d'une éprouvette en fonction de la température. Un changement de volume indiquera un changement de phase puisque cela traduira une variation du coefficient de dilatation.

Cela nous permettra de savoir si ces deux nuances d'acier sont utilisables comme substrat pour la sérigraphie de couches épaisses.

## **II. Etude expérimentale**

Il s'agit d'étudier les transformations métallurgiques de l'acier, pendant un cycle thermique réalisé en sérigraphie, et l'influence du type d'alliage.

### II.1. Echantillons

Deux nuances d'acier inox (3 éprouvettes pour chaque nuance) :

Acier 1.4542 : X 5 Cr Ni 16 4 Cu Nb (éprouvettes 1, 2, 3)

Acier 1.4057 : X 17 Cr Ni 16 2 (éprouvettes 4, 5, 6)

L'acier de nuance 1.4542 est un acier martensitique à durcissement structural (maraging).

L'acier de nuance 1.4057 est un acier martensitique.

Chaque éprouvette se trouve sous la forme d'un cylindre plein de 50 mm de long et de 6 mm de diamètre.

## II.2. Principe et déroulement du cycle thermique

### II.2.1. Principe

Le cycle thermique nécessite une température maximale de 850°C pour la cuisson des différentes pâtes.

Nous allons, dans un premier temps, chauffer l'échantillon jusqu'à une température plus élevée que celle du cycle (supérieure à 850°C) pour connaître la température à laquelle la transformation est complète.

Dans un second temps, la température maximale sera fixée à 850°C (conditions expérimentales) pour déterminer l'état métallurgique de l'acier, et trouver la cause de la détérioration des couches déposées.

### II.2.2. Protocole expérimental

Le four est préchauffé à 925°C. L'éprouvette est ensuite introduite et est chauffée jusqu'à ce que sa température atteigne celle du four (cela nécessite environ 5 minutes).

L'échantillon est maintenu à cette température pendant 10 minutes.

Il est ensuite refroidi à l'air ambiant (en dehors du four). Afin d'atteindre plus rapidement la température ambiante (température initiale), l'étape du refroidissement est terminée par un jet d'argon, qui régularise la température.

Durant les différents essais, nous ferons varier la température maximale afin de se rapprocher des conditions expérimentales.

Remarque :

Pour suivre la température de l'échantillon en continu, il est nécessaire d'utiliser un thermocouple : type K (mesure de la ddp NiCr / Ni). Il sera soudé par décharge à égale distance des extrémités de l'éprouvette (où la mesure de la température sera la plus fiable).

*(puis ciment : 2 fois, séchage pendant une nuit à 90°C.)*

## **III. Résultats**

Les résultats obtenus sont rassemblés dans le tableau 1.

Tableau 1 : ensemble des résultats obtenus par dilatométrie sur deux nuances d'aciers inox : l'acier 1.4542 (éprouvette 1) et 1.4057 (éprouvettes 4 à 6).

éprouvettes	As (°C)	Af (°C)	Ms (°C)	Mf (°C)	D <sub>M</sub> (1/°C)	D <sub>γ</sub> (1/°C)	ΔL <sub>M</sub> /L	ΔL <sub>γ</sub> /L	ΔL <sub>M</sub> /ΔL <sub>γ</sub>
1: cycle 1	755	860	175	85	10,8.10 <sup>-6</sup>	18,0.10 <sup>-6</sup>	4,8.10 <sup>-3</sup>	2.10 <sup>-3</sup>	2,4
cycle 2	725	830	175	90					
4 : cycle 1	795	895	200	75	11,9.10 <sup>-6</sup>	18,7.10 <sup>-6</sup>	6,6.10 <sup>-3</sup>	1,8.10 <sup>-3</sup>	3,7
cycle 2	725	865	210	75					
5	785	>845	235	90	10,3.10 <sup>-6</sup>	19,2.10 <sup>-6</sup>	5,6.10 <sup>-3</sup>	1.10 <sup>-3</sup>	5,6
6 : cycle 1	755	>830	265	115	10,9.10 <sup>-6</sup>	18,2.10 <sup>-6</sup>	6.10 <sup>-3</sup>	1,4.10 <sup>-3</sup>	4,3
cycle 2	720	>830	265	115					

As : température de début de la phase austénitique

Af : température de fin de la phase austénitique

Ms : température de début de la phase martensitique

Mf : température de fin de la phase martensitique

D<sub>M</sub> : coefficient de dilatation thermique de la phase martensitique

D<sub>γ</sub> : coefficient de dilatation thermique de la phase austénitique

ΔL<sub>M</sub> : variation de la longueur de l'éprouvette au cours de la transformation martensitique

ΔL<sub>γ</sub> : variation de la longueur de l'éprouvette au cours de la transformation austénitique

ΔL<sub>M</sub> /ΔL<sub>γ</sub> : rapport traduisant la sévérité de la variation de longueur des éprouvettes

Rappels :

1. L'expression donnant accès au coefficient de dilatation thermique est :

$$D = \Delta L / (L * \Delta T)$$

Dans notre cas :

L = 50 mm

ΔT = 600°C pour D<sub>M</sub>

= 400°C pour D<sub>γ</sub> (arbitraire)

2. Les mesures graphiques de ΔL<sub>M</sub> et de ΔL<sub>γ</sub> ont été réalisées comme suit :

les tangentes au niveau des transformations de phases ont été tracées, puis on s'est placé au milieu de l'intervalle de température (par exemple, 132.5°C pour l'éprouvette 1 au niveau de la transformation martensitique). La variation de la longueur est ensuite déterminée par l'intervalle entre les deux tangentes à cette même température.

Toutes les valeurs obtenues sont approximatives étant donné qu'elles ont été déterminées graphiquement. De plus, certains aléas peuvent être dus à l'étalonnage du four ; aléas qui se sont manifestés par le fait que, d'une part, la température de l'échantillon était parfois supérieure à celle du four, et d'autre part, la répartition de la chaleur dans le four n'était pas homogène.

Remarque :

Ces mesures de dilatométrie nous donnent aussi accès à la vitesse de refroidissement des éprouvettes qui est proche (un peu plus rapide) de celle d'un four à bande.

Dans ce cas, la vitesse de refroidissement dans l'air à 700°C est :

$\log V_{R700^\circ} = 4.42$  (référence), avec  $V_{R700^\circ}$  en °C/h.

Vérifions si nous obtenons le même ordre de grandeur : Pour cela, il suffit de tracer la tangente à 700°C sur la courbe de refroidissement, puis de calculer le coefficient directeur, soit :

$$\begin{aligned} V_{R700^\circ} &= 409^\circ\text{C}/\text{min} \\ &= 24569^\circ\text{C}/\text{h} \end{aligned}$$

d'où  $\log V_{R700^\circ} = 4.39$ , valeur qui est très proche de la valeur de référence ci-dessus.

Notons, néanmoins, que les transformations subies sont peu dépendantes de la vitesse de refroidissement.

## **IV. Interprétation des résultats**

### IV.1. Interprétation du mécanisme général

- Pour quelques échantillons, deux cycles successifs sont réalisés afin d'étudier la reproductibilité de la technique, ce qui est vérifié. (Notons, cependant, qu'une phase de réorganisation structurale est remarquable durant les premières minutes du cycle 1 de l'éprouvette 1).

De plus, cette transformation est réversible, puisque l'échantillon en fin de cycle est à nouveau dans le même état métallurgique initial (parallélisme entre les droites).

- Deux changements de phases apparaissent : l'un pendant la montée en température, et l'autre lors du refroidissement.

A partir d'une certaine température,  $A_s$ , la droite change de pente, d'où une transformation métallurgique : le métal devient plus dense. Après une température,  $A_f$ , la pente de la droite devient à nouveau positive. Cependant, on observe un coefficient de dilatation thermique plus élevé ( $D\gamma$ ).

Au cours du refroidissement, on observe le processus inverse entre les températures  $M_s$  et  $M_f$  : le métal se dilate.

En fait, durant ce cycle thermique, la structure martensitique de l'acier se transforme en austénite, à température plus élevée : d'où l'augmentation de la densité du métal. En effet, on part d'un réseau cubique centré (avec distorsions, car martensitique) pour évoluer vers un réseau cubique face centré. En outre, ce phénomène est vérifié par la perte de magnétisme lors de la transformation martensite → austénite.

## IV.2. Commentaires sur l'ensemble des valeurs

- Les valeurs mesurées pour chacun des domaines sont assez proches, selon la nuance de l'acier. Ainsi les coefficients de dilatation thermique sont homogènes, malgré l'incertitude liée à la détermination graphique de chacun (il s'agit de coefficients moyens).

Néanmoins, la différence entre les variations de volume et le fait que ces transformations ont lieu dans le domaine de températures utilisé laissent supposer des problèmes de contraintes pendant le cycle pouvant alors provoquer des fissures au niveau des couches déposées.

- Cette dernière affirmation est confortée par les résultats mentionnés dans la dernière colonne du tableau 1. En effet, ils traduisent la sévérité de la variation de longueur lors des changements de phase.

La nuance 1.4057 a les valeurs les plus critiques, d'autant plus que, pour les éprouvettes 5 et 6, la variation de la longueur pendant la transformation austénitique n'est pas complète, puisque la transformation n'est pas terminée.

De plus, il est incontestable que la transformation martensitique engendre beaucoup plus de contraintes que la transformation austénitique, étant donné les valeurs nettement plus importantes pour  $\Delta L_M/L$  (par rapport à  $\Delta L_\gamma/L$ ).

- Les valeurs des températures de transformation de phase pour la nuance 1.4057 (éprouvettes 4 à 6) sont légèrement supérieures à celles de l'acier 1.4542.

Ce phénomène peut s'expliquer par la présence de nickel en proportion plus importante dans l'acier 1.4542. En effet, cet élément étant  $\gamma$ -gène, il va donc retarder la formation de la martensite. (Mais, cet effet est modéré étant donné la présence d'autres éléments, quant à eux,  $\alpha$ -gène, comme le chrome).

De plus, la présence plus importante de carbone pour la nuance 1.4057 (0,17% contre 0,05%) favorise la formation de la martensite.

- Il est incontestable que la transformation martensite  $\rightarrow$  austénite est incomplète pour l'acier 1.4057, pour le cycle thermique programmé.

Ainsi, la structure obtenue à la température maximale (850°C) ne sera pas homogène (austénite + restes de martensite), ce qui n'est pas favorable pour réaliser une trempe.

## V. Conclusions

### V.1. Inconvénients dus à ces nuances d'acier

- Ces deux nuances d'acier subissent des changements de phases, dont les variations de volume sont trop importantes, durant le cycle thermique, ce qui peut provoquer des contraintes au niveau des couches déposées, ainsi qu'un voilage du substrat pour le cas d'utilisation de tôle.

- La transformation incomplète pour la nuance 1.4057, lorsque la température maximale du cycle est atteinte, est cause d'inhomogénéité du métal.

- La transformation de phase, pendant le refroidissement, trop proche de la température ambiante contribue à créer des contraintes au niveau des couches déposées.

## V.2. Solutions envisageables

- Il faudrait utiliser une nuance dont la transformation austénite → martensite a lieu pour une basse température ( $M_s$  inférieure à la température ambiante). Il suffirait de faire des essais sur un acier maraging austénitique.
- Il faudrait effectuer un cycle thermique dont la température maximale serait inférieure à  $A_s$ , pour éviter le changement de phase. La température maximale de  $850^\circ\text{C}$  serait alors atteinte lors du dernier cycle. Puis, suivrait une trempe qui serait interrompue avant  $M_s$ , pour éviter un brusque changement. Et la martensite se formerait alors progressivement pendant la phase de vieillissement.
- Remarquons qu'il est utile d'avoir un acier qui subisse un changement de phase car ce phénomène permet de durcir le métal. En effet, dans le cas contraire, il aura un domaine élastique beaucoup plus restreint.

Parmi ces deux nuances, l'acier 1.4542 serait le plus approprié mais il présente encore beaucoup trop d'inconvénients.

**Ces deux nuances d'aciers paraissent inutilisables comme substrats pour la sérigraphie de couches épaisses.**

## V.3. Perspectives

Pour compléter cette étude, il serait utile de :

- faire d'autres essais sur différentes nuances d'aciers (maraging austénitique, ...),
- adapter le cycle thermique pour la sérigraphie,
- compléter les études structurales (étude au microscope électronique, ...).

