

# Ingénierie des joints de grains dans les alliages à base de Nickel

H. Tezenas du Montcel<sup>a,c</sup>, L. Nazé<sup>a</sup>, V. Maurel<sup>a</sup>, N. Souai<sup>b</sup>, R. Logé<sup>b</sup>, J.Y. Guedou<sup>c</sup>

*a* Centre des Matériaux Pierre-Marie Fourt, Mines ParisTech, BP 87 - 91003 Evry Cedex - France

*b* CEMEF, Mines ParisTech, B.P. 207 - 06904 Sophia Antipolis Cedex – France

*c* SNECMA Villaroche – 77550 Moissy Cramayel – France

## Résumé :

*Cette étude porte sur l'ingénierie des joints de grains (IJG) appliquée à l'optimisation de la microstructure de superalliages à base Ni pour application industrielle (Udimet720). Dans les alliages à faible énergie de faute d'empilement, le maclage lors de recuits après déformation est identifié comme le phénomène principal agissant sur le réarrangement du réseau de joints de grain. Un mécanisme de création de joints de grains «spéciaux» par maclage multiple est proposé. Ce phénomène est mis en œuvre pour des essais de torsion multi-passes suivis de recuit. Des cartographies d'orientation sur ces échantillons sont réalisées par analyse EBSD. Ensuite, une simulation explicite de l'évolution de la microstructure 2D en recristallisation est proposée. Dans ce modèle, le maclage est introduit au cours de la croissance des grains recristallisés. La microstructure initiale utilisée pour les simulations est construite à partir d'une cartographie d'orientation de l'état initial du matériau. La distribution des joints de grains des microstructures résultantes est comparée avec les distributions expérimentales mesurées sur les échantillons après traitement. L'objectif est de prédire la microstructure finale en termes de taille des grains et de distribution du réseau de joints de grains est donnée en fonction de l'histoire thermique et mécanique du matériau.*

## Abstract :

*This study focus on Grain Boundary Engineering (GBE) applied to microstructure optimisation of a commercial Ni based superalloys -Udimet720 - for industrial application. For low stacking fault energy alloys, twinning produced by annealing after deformation has been indentified as the main phenomenon acting on grain boundaries rearrangement. A mechanism for the creation of new 'special' boundaries by multiple twinning is proposed. This assumption is first experimentally tested with U720 samples from multi-steps torsion and compression tests combined with annealing treatments. Tests are completed with numerous EBSD analysis. Then, a simulation gives an explicit evolution of 2D microstructure taking into account strain density energy available for recrystallisation. In this model, twinning is statistically introduced during the growth of recrystallised grains. Initial microstructures built on the basis of experimental orientation maps are used for the simulations. Grain boundary distribution of resulting microstructures is compared with experimental distributions from previous database. Hence a complete microstructure modelling including grain size and CSL probability distribution evolutions is given as a function of thermal and mechanical history applied on the material.*

**Mots clefs :** Ingénierie des joints de grains, Simulation de la recristallisation, Analyse EBSD, Superalliages à base Ni.

## 1 L'ingénierie des joints de grains

L'augmentation des performances des disques de turbine nécessite l'utilisation de matériaux aux propriétés mécaniques tels que les superalliages à base Nickel. Une voie d'amélioration de ce type d'alliage polycristallin consiste à optimiser la résistance des joints de grains. Cette optimisation peut être réalisée par un contrôle de la composition chimique locale, de la morphologie mais également de la cristallographie de ces joints. Ce dernier aspect, communément appelé «ingénierie des joints de grains », constitue l'objet principal de ces travaux.

## 1.1 Les traitements d'ingénierie des joints de grains

« L'ingénierie des joints de grains » est une notion née de la volonté d'améliorer les différents types de comportement intergranulaire (corrosion, ségrégation, propagation de fissure, fluage...) par contrôle et manipulation des joints de grains d'un matériau. Dans cette optique, les joints de grains sont principalement décrits en termes de cristallographie et de morphologie. Sur la base de cette description, les distributions issues d'observations expérimentales sont analysées et corrélées avec les étapes de traitement du matériau. Les traitements communément employés en vue d'améliorer les distributions de joints de grains sont de deux types et consistent en une alternance de traitements de recuit et déformation mécanique. Suivant le taux de déformation, ces traitements sont qualifiés de recuits de restauration (« Strain-annealing ») ou de recristallisation (« Strain-recrystallisation ») [1].

Le traitement de « Strain-annealing » est caractérisé par de faible taux de déformation (entre 5 et 10%) suivis par un recuit de quelques heures. Les recuits sont réalisés à une température suffisamment basse pour éviter une recristallisation des grains, mais suffisamment haute pour permettre le réarrangement des joints de grains dans une configuration de plus faible énergie. Ce type de traitement présente deux inconvénients majeurs lorsqu'il s'agit de les utiliser dans un cadre industriel. En effet, ces longs maintiens en température entraînent une immobilisation prolongée des fours de recuit et provoquent une augmentation de la taille de grain souvent indésirable.

Les déformations ont deux effets sur la distribution des joints de grain. Le premier effet est indésirable dans l'optique de l'augmentation de la proportion de joints de grain spéciaux. En effet, un grain soumis à des déformations se subdivise en sous-grains séparés par des joints de faible désorientation. Le second effet est le stockage de l'énergie servant de force motrice pour la création de nouveaux joints lors du traitement thermique. Pour ces raisons, le taux de déformation doit être optimal pour assurer un équilibre pertinent entre ces deux effets. Le traitement de « Strain-recrystallisation » est caractérisé par des taux de déformation moyen (20 à 30%) suivi d'un recuit à une température suffisante pour permettre la recristallisation rapide des grains (quelques minutes). Une augmentation notable de la proportion de joints de grains spéciaux est obtenue en répétant le traitement entre 3 à 7 fois [2].

## 1.2 Le réseau de joints de grains

La cristallographie d'un joint de grain est décrite par la « désorientation » entre les réseaux cristallins des deux grains qu'il sépare. La théorie des réseaux de coïncidence (CSL : Coïncidence Site Lattice) permet d'attribuer un indice de coïncidence  $\Sigma$ , à un joint de grain connaissant sa désorientation [3]. Le réseau de coïncidence est défini comme le plus petit réseau inclus dans les réseaux de deux grains. Un réseau CSL est caractérisé par un indice de coïncidence  $\Sigma$  défini par :

$$\Sigma = \frac{\text{Volume de la maille de coïncidence}}{\text{Volume de la maille primaire du cristal}} \quad (1)$$

Dans un polycristal, il est rare qu'un joint de grains ait une désorientation correspondant exactement à un réseau de coïncidence. Pour déterminer quelle est la déviation de l'angle de coïncidence minimum admis, le critère le plus utilisé est celui de Brandon. Il donne la valeur maximale de déviation angulaire  $\Delta\theta_{\max}$  en fonction de l'indice de coïncidence considéré :

$$\Delta\theta_{\max} = 15^\circ \Sigma^{-1/2} \quad (2)$$

Le critère de Brandon donne pour  $\Sigma=1$  une tolérance de  $15^\circ$ , valeur en dessous de laquelle les joints de grains sont considérés comme de « faible angle ». Il s'agit par exemple des sous-joints de grains. Par opposition, les joints de « grand angle » sont les joints dont l'angle de désorientation est supérieur à  $15^\circ$ . Parmi les joints de « grand angle », on distingue les joints de coïncidence (ou de proche coïncidence) et les joints de grains dits « généraux » (Random) qui s'éloignent de toute relation de coïncidence d'indice  $\Sigma$  relativement faible (souvent  $\Sigma < 29$ ). Les joints de grains de coïncidence sont souvent qualifiés de « spéciaux » du fait de leurs propriétés se démarquant de celles des joints de grains généraux. Le joint de grains  $\Sigma 3 \{111\}$  cohérent (joint de macule), du fait de sa géométrie, présente les propriétés suivantes : pas de

défaut intrinsèque, diffusivité proche de celle du volume, impossibilité de ségrégation ou de corrosion intergranulaire. De plus, les joints de macles possèdent la particularité d'être à l'origine des joints spéciaux de type  $\Sigma 3^n$  par le biais du phénomène de maclage multiple.

### 1.3 Mécanisme de réarrangement du réseau de joints de grains par maclage multiple

Nous proposons d'expliquer la formation d'un domaine multimaclé à partir de la croissance d'un seul et même grain. Lors de sa croissance, un grain peut macler dans un des plans  $\{111\}$  par accident de croissance (figure 1a et 1b) [6]. Il existe donc 4 manières de créer une macle. Si le grain maclé une seconde fois, soit la macle se forme dans le même plan et crée des « macles parallèles complètes », soit une macle est créée dans un des 3 autres plans  $\{111\}$  (figure 1c). Dans ce dernier cas, il est géométriquement possible si la croissance du grain continue que les deux macles formées se rencontrent. Cette rencontre crée nécessairement une macle secondaire de type  $\Sigma 9$  (figure 1d). Ce nouveau joint ainsi créé peut lui-même rencontrer des macles se formant dans un des deux nouveaux « grains » qu'il sépare et former selon le cas un joint de type  $\Sigma 3$  non-cohérent soit un joint  $\Sigma 3^n$  d'ordre supérieur. Ainsi, le modèle proposé permet d'expliquer la création des domaines multimaclés observés expérimentalement dans les alliages à faible énergie de faute d'empilement. De plus il est applicable à la fois à la croissance normale d'un grain et à la croissance d'un germe lors d'une recristallisation. Ce mécanisme ne bénéficie cependant pas encore de vérification expérimentale et comme la plupart des cinétiques mises en jeu lors de la croissance de grain et de la recristallisation, une validation par observation in-situ reste difficile à envisager.

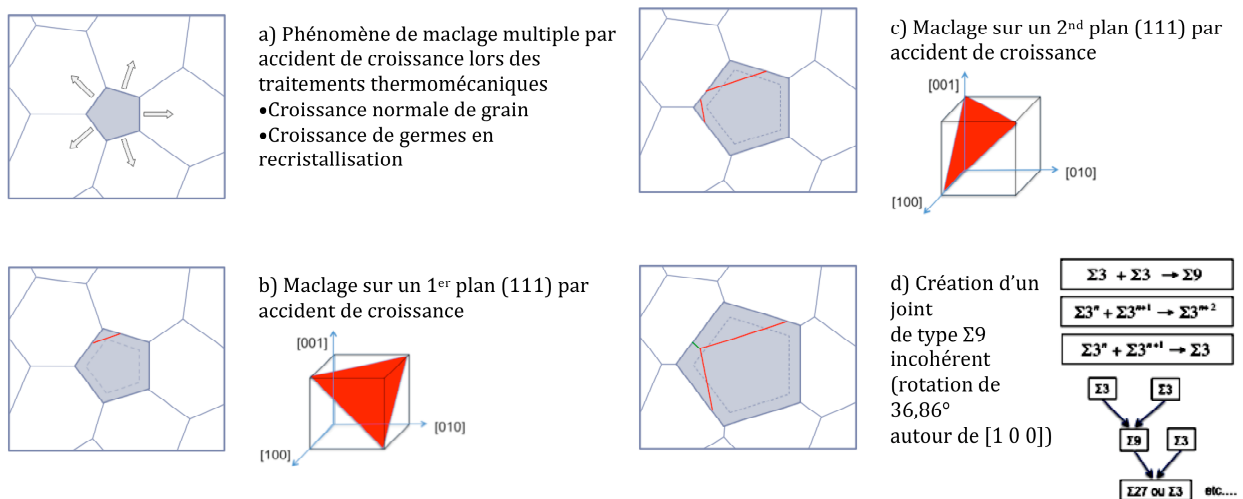


FIG. 1 – Phénomène de maclage multiple par accidents de croissance successifs.

## 2 Simulation explicite de la microstructure lors de la recristallisation

Il existe plusieurs modèles de recristallisation permettant la description explicite de la microstructure. Le plus souvent, la microstructure est représentée par un assemblage 2D de grains. Les méthodes de simulation les plus courantes sont : la méthode de Monte-Carlo [6] basée sur la minimisation globale de l'énergie du polycristal ainsi que les approches « Level Set » et « Champs de Phase ». K. Pieskos et al. [7] proposent un modèle appelé « Vertex Model » dans lequel le mouvement des joints de grains est estimé à partir des forces agissant sur les points triples du réseau de joints. On se propose ici d'adapter ce dernier au cadre de notre étude en introduisant la description cristallographique des joints de grains.

## 2.1 Principe de la simulation

La microstructure du polycristal est décrite par un réseau bidimensionnel de grains. La structure de grains est représentée par un réseau de points triples interconnectés. L'originalité de cette étude est d'obtenir ce réseau sur la base d'une cartographie EBSD des orientations mesurée sur l'état initial du matériau. La méthode consiste au repérage des points triples dans la cartographie. A chaque point triple sont associés les orientations moyennes des trois grains qui l'entourent. Le réseau de joints de grains est ensuite reconstitué en reliant par des segments les points triples possédant deux grains en commun (figure 2a). Cette méthode permet de reconstituer le réseau de joints à l'exception des grains n'étant défini que par deux points triples (ex : Précipités intergranulaires, macles non-débouchantes). Le réseau reconstitué est donc un squelette idéalisé par un ensemble de segments. A chaque segment sont associés les deux grains qu'il sépare et leurs orientations respectives. Ainsi chaque joint peut être caractérisé par un type de joints (spéciaux, faibles angles, généraux) par calcul de la désorientation et application du critère de Brandon.

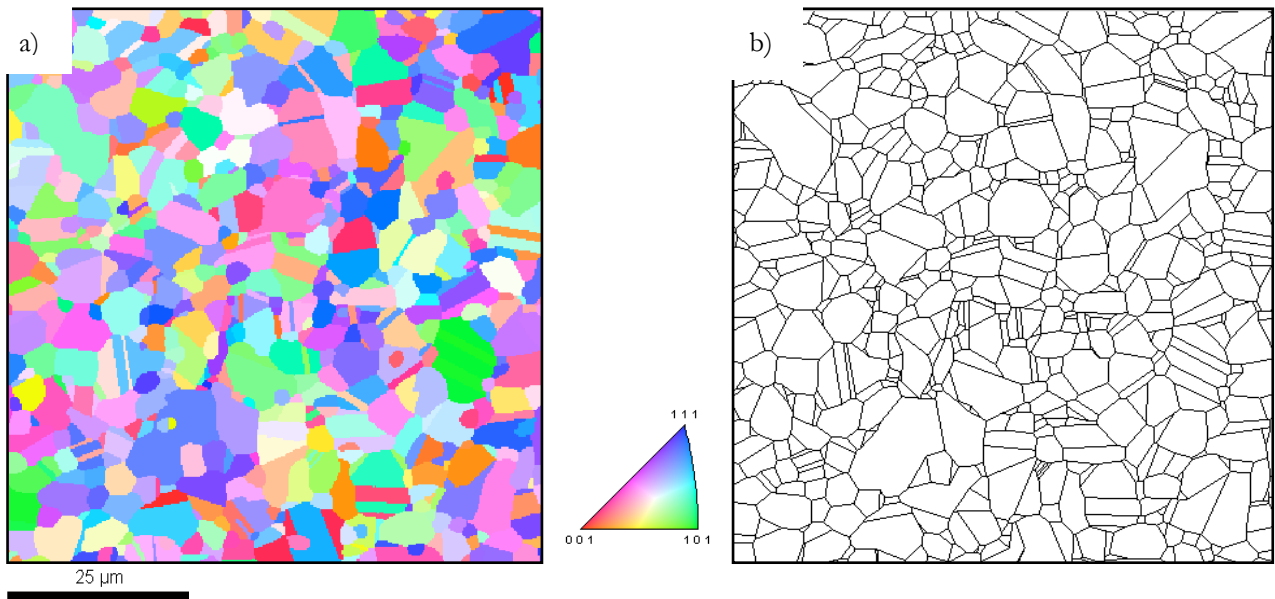


FIG. 2 – a) Cartographie d'orientation en figure de pôle inverse de l'état initial du matériau,  
b) Réseau de points triples interconnectés

L'évolution de la microstructure initiale est réalisée par le mouvement des points triples. Chaque point triple, noté  $i$ , est repéré dans le réseau par un vecteur position  $\vec{r}_i(x_i, y_i)$ . L'équation régissant le mouvement des points triples  $i$  prend en compte l'énergie stockée dans les grains, l'énergie  $\gamma_{ij}$  et la mobilités  $m_{ij}$  des joints de grains qui le relie à ses 3 premiers voisins notés  $j$ . Cette mobilité est calculée en fonction de la désorientation expérimentalement mesurée pour chaque joint de grains. Une énergie stockée  $E$  est initialement attribuée à tous les grains.

$$D_i \vec{v}_i = \vec{f}_i - \frac{1}{2} \sum_j^{(i)} D_{ij} \vec{v}_j, \quad i = 1, \dots, N, \quad (3)$$

$\vec{v}_i$  est la vitesse associée au points triple  $i$  et  $j$  correspond à l'indice des points triples connectés au point triple  $i$ . Les termes  $D_i$ ,  $D_{ij}$  et la force  $\vec{f}_i$  sont donnés par :

$$D_i = \sum_j^{(i)} D_{ij}. \quad (4)$$

$$D_{ij} = \frac{1}{3m_{ij}\|\vec{r}_{ij}\|} \begin{pmatrix} y_{ij}^2 & -x_{ij}y_{ij} \\ -x_{ij}y_{ij} & x_{ij}^2 \end{pmatrix}, \quad (5)$$

$$\vec{f}_i = -\sum_j^{(i)} \gamma_{ij} \frac{\vec{r}_{ij}}{\|\vec{r}_{ij}\|} + \sum_j^{(i)} \delta E_{ij} \vec{n}_{ij} \quad (6)$$

on note  $\delta E_{ij}$  la différence d'énergie stockée entre les deux grains que sépare le joint ( $i$ - $j$ ).  $\vec{r}_{ij}(x_{ij}, y_{ij}) = \vec{r}_i - \vec{r}_j$  définit la direction du joints ( $i$ - $j$ ) et  $\vec{n}_{ij}$ , sa normale unitaire. Ces notations sont tirées du schéma figure 3.

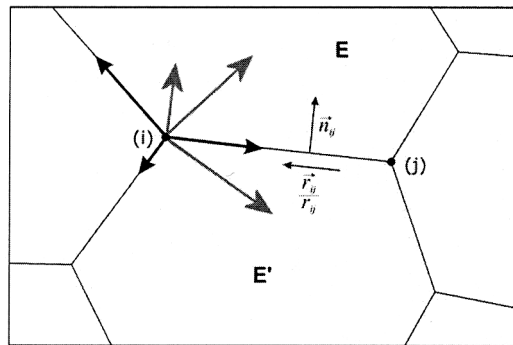


FIG. 3 – Vertex Model, notation aux points triples [7].

Lors de l'évolution de la microstructure, certains changements topologiques doivent être possibles. Les deux premiers changements de topologie proposés initialement par K. Pieskos et al. [7] sont décrits figure 4a et 4b. Afin d'adapter ce model à l'étude du réseau de joints de grains, deux changements de topologie supplémentaires sont introduits, la germination et le maclage par accident de croissance (figure 4c et 4d). Ces changements sont introduits dans la simulation par le biais d'une probabilité d'apparition. Dans le cas du maclage, le nouveau joint de macle créé est orienté selon la trace d'un des 4 plans  $\{111\}$  du grain d'origine. Une énergie nulle est alors attribuée au joints de macle.

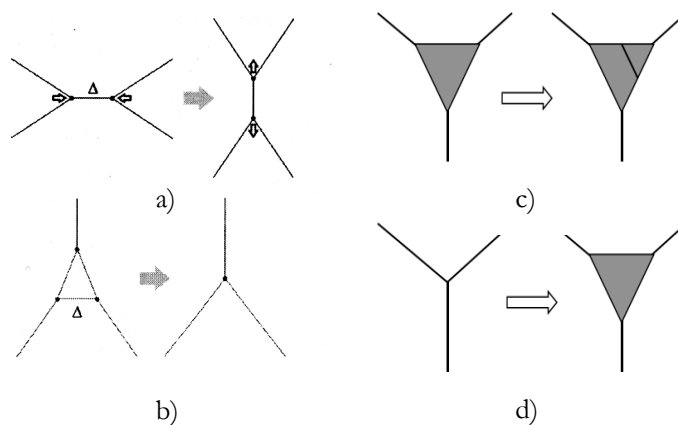


FIG. 4 – Changement de topologie au cours de la simulation,  
a) Rencontre de deux grains, b) Disparition d'un grain [7],  
c) Maclage, d) Germination

### 3 Etude expérimentale

L'étude expérimentale proposée consiste à observer l'effet des paramètres d'écroutissage sur les microstructures issues des traitements d'ingénierie des joints de grains. Dans ce but, des cartographies d'orientation sont réalisées sur des échantillons issus d'essais de torsion réalisés à des taux et vitesses de déformation plastique variables suivi d'un recuit. Les cartographies sont analysées en termes de taille de grain et de distribution du type de joints de grains.

### 4 Conclusion et perspectives

Par l'introduction du maillage dans la simulation de la recristallisation, il est possible de reproduire le phénomène de maillage multiple et la génération de nouveaux joints de grains spéciaux qui en résulte. Sur cette base, l'évolution de la distribution statistique des joints de grains en fonction de l'énergie stockée initialement introduite peut être étudiée et comparée avec les tendances expérimentalement obtenues. La corrélation entre simulation et résultats expérimentaux permet de confirmer la pertinence du modèle de maillage multiple lors de la croissance des germes recristallisés et son influence dans les traitements d'ingénierie des joints de grains classiquement utilisés.

Une seconde étape consiste à prendre en compte la présence de la précipitation dans ce type d'alliage et son influence sur la cinétique d'évolution de la microstructure en recristallisation.

### References

- [1] J.A. Zelinski, B.S., Mechanical Engineering, University of Michigan (2005)
- [2] V. Randle, Acta Mat. 54, 1777-1783 (2006)
- [3] L. Priester, Les joints de grains, de la théorie à la pratique, EDP Sciences (2006)
- [4] M.A. Meyers, Acta Mater., 49 (2001), 4025-4039
- [5] L. Priester, Les joints de grains, de la théorie à la pratique, EDP Sciences (2006)
- [6] Y.T. Lyu et al., Acta Metall. Sin. (Engl. Lett.) , Vol21, No. 4, 282-288 (2008)
- [7] K. Piekos et al., Computational Material Science 42 (2008), 584-594