

## Methods for quantitative characterization of three-dimensional grain boundary networks in polycrystalline materials

**Krzysztof Głowiński**

### Streszczenie

Obecność granic ziaren ma wpływ na szereg właściwości materiałów polikrystalicznych. Najbardziej podstawowym aspektem analizy granic ziaren jest ich geometria. Geometria granicy opisana jest za pomocą pięciu tzw. makroskopowych parametrów granicy, najczęściej jest to różnica orientacji pomiędzy sąsiadującymi ziarnami i nachylenie płaszczyzny granicy. Rozwój technik eksperymentalnych przeznaczonych do trójwymiarowego obrazowania mikrostruktur pozwala na pomiar wszystkich pięciu parametrów dla dużych zestawów granic. Znaczne rozmiary uzyskiwanych zbiorów danych umożliwiają przeprowadzenie pewnych analiz statystycznych. Okazuje się jednak, że analizy biorące pod uwagę pięć parametrów granic są zdecydowanie bardziej skomplikowane niż te uwzględniające tylko różnice orientacji pomiędzy ziarnami. Niniejsza rozprawa doktorska poświęcona jest rozwijaniu wydajnych i wiarygodnych metod do geometrycznego opisu zarówno pojedynczych granic ziaren, jak siatek złożonych z wielu granic.

Wyróżnia się kilka typów granic o charakterystycznej geometrii. W oparciu o pięć makroskopowych parametrów granice mogą być klasyfikowane jako skręcone, nachylone, symetryczne, bądź quasi-symetryczne. Rozważane są dwa zagadnienia powiązane z tą klasyfikacją:

1. Czy granica o danych parametrach należy - ustaliwszy pewną tolerancję - do którejś z tych grup?
2. Jaki jest udział granic charakterystycznych w danej siatce granic?

Aby odpowiedzieć na te pytania, zbadano użyteczność różnych metod do rozpoznawania typu granicy. Wykazano, że szeroko znany rozkład granicy na składowe skręconą i nachyloną nie

jest odpowiedni do analizy danych eksperymentalnych tj. obarczonych błędem. Pozostałe znane dotychczas rozwiązania są albo mało wydajne albo nie dostarczają pełnej informacji. Dlatego zdefiniowane zostały nowe efektywne parametry opisujące geometrię granic. Następnie, przy wykorzystaniu tych parametrów, po raz pierwszy oszacowano częstości występowania granic charakterystycznych w materiałach rzeczywistych (w stali ferrytycznej i nadstopie IN100 na bazie niklu).

Podstawową charakterystyką siatki granic ziaren w danym materiale jest rozkład (tj. częstość występowania) granic w dziedzinie makroskopowych parametrów. Aby uniknąć artefaktów pojawiających się w rozkładach wyznaczonych przy użyciu dotychczas stosowanej metody, zaproponowano wykorzystanie jądrowego estymatora gęstości i obliczanie rozkładów w oparciu o funkcje odległości zdefiniowane w pięciowymiarowej przestrzeni granic. W oparciu o przykładowe rozkłady uzyskane dla metali o strukturach regularnych ściennie i przestrzennie centrowanych (czysty nikiel, stop na bazie Ni, ferryt) pokazano, że nowa metoda obliczeniowa prowadzi do uzyskania bardziej precyzyjnych rozkładów granic. Zasugerowany został także schemat interpretacji takich rozkładów. Składają się na niego ocena statystycznej wiarygodności rozkładów oraz identyfikacja ich symetrii. Ponadto, korzystając z dwóch uzupełniających się metod: analitycznej i numerycznej, otrzymane zostały diagramy pozwalające na weryfikację czy ekstrema w rozkładach odpowiadają granicom o charakterystycznej geometrii. Nowa metoda obliczeniowa zaadaptowana została także do wyznaczania rozkładów płaszczyzn granic niezależnie od ich różnicy orientacji. Takie rozkłady rozważane są w układzie odniesienia krystalitu oraz w układzie laboratoryjnym. Funkcje rozkładu dane w układzie krystalitu zastosowano do analizy płaszczyzn granic w czystym niklu i nadstopie IN100. Funkcje wyrażone w układzie laboratoryjnym nie były wcześniej rozważane. Funkcje tego rodzaju otrzymano dla wspomnianych powyżej metali, jak również dla tlenku itru.

Równoległe do opracowania nowych metod, stworzony został program komputerowy zawierający implementacje wszystkich nowych algorytmów. Jego możliwości także zostały opisane w niniejszej pracy.

### **Abstract**

It is well known that grain boundaries have an impact on properties of polycrystalline materials. The most basic aspect of boundary analysis is boundary geometry. Geometry of a boundary is

described by five so-called macroscopic boundary parameters, i.e., by relative orientation between abutting grains and inclination of the boundary plane. Recent progress in development of experimental techniques for three-dimensional orientation mapping (e.g., electron backscatter diffraction combined with precise serial sectioning) has made it possible to determine all five geometric parameters for significant numbers of boundaries. The resulting data sets are sufficiently large for carrying out statistical studies of boundaries. It turns out that boundary characterization with all five boundary parameters taken into account is far more complex compared to that limited solely to grain misorientations. This dissertation is devoted to development of effective tools for geometric characterization of individual boundaries and quantitative analyses of entire boundary networks.

Several types of geometrically characteristic grain boundaries are distinguished. Based on all five parameters, boundaries can be classified, e.g., as tilt, twist, symmetric, or  $180^\circ$ -tilt. Two questions related to this classification are addressed: 1. Does a boundary having given parameters belong - within an assumed tolerance - to any of these groups? 2. What are the area-fractions of characteristic boundaries in a boundary network? To answer them, applicability of various approaches to recognizing the boundary types are considered. E.g., it is shown that the widespread idea of decomposition of a boundary into its tilt and twist components is not suitable for analysis of experimental (error-affected) data. Other solutions are either inefficient or provide incomplete information. Therefore, new reliable and fast-to-calculate parameters describing geometry of boundaries are defined. Then, using these parameters, the frequencies of occurrence of characteristic boundaries are estimated for the first time for real materials (ferritic steel and nickel-based superalloy IN100).

A basic characteristic of a boundary network in a given polycrystal is a distribution of boundaries with respect to their macroscopic parameters. To avoid artifacts caused by the currently used computation method, it is proposed to utilize the kernel density estimation technique and to determine boundary distributions based on distance functions defined in the five-dimensional space of boundary parameters. Based on diverse example distributions obtained for several metals with both face-centered and body-centered structures (pure Ni, the Ni-based alloy, and ferrite), it is shown that with new computational approach, the resulting distributions are clearly more accurate. A scheme of interpretation of the distributions is also proposed. It includes evaluation of their statistical reliability and identification of their symmetries. Besides that, charts allowing for verification whether extrema in such distributions correspond to boundaries of characteristic geometry are obtained using two complementary methods (analytical and numerical). Kernel density estimation is also adapted to computation of boundary-plane distributions independent of misorientations. Such distributions are studied in both crystallite and laboratory reference frames. The distribution functions given in the crystallite frame are used for investigation of populations of boundary planes in pure Ni and alloy IN100. The distribution functions in the laboratory frame have not been considered before; the functions of this kind are computed for the above-mentioned metals as well as for yttria.

In parallel to developing the aforementioned methods themselves, a package of computer programs including implementations of the new approaches has been created. Its features are briefly described.

[Recenzja prof. N. Bozzoli](#)

[Recenzja prof. K. Wierzbanskiego](#)