

Materialwissenschaft

Lutz Morsdorf

**Fundamentals of ferrous low-carbon
lath martensite: from the as-quenched,
to tempered and deformed states**

Fundamentals of ferrous low-carbon lath martensite:
from the as-quenched, to tempered and
deformed states

Von der Fakultät für Georessourcen und Materialtechnik der
Rheinisch-Westfälischen Technischen Hochschule Aachen

zur Erlangung des akademischen Grades eines
Doktors der Naturwissenschaften

genehmigte Dissertation
von **M.Sc.**

Lutz Morsdorf

aus Recklinghausen

Berichter: Professor Dr.-Ing. Dierk Raabe
Univ.-Prof. Dr. Sandra Korte-Kerzel

Tag der mündlichen Prüfung: 27. Juni 2017

Berichte aus der Materialwissenschaft

Lutz Morsdorf

**Fundamentals of ferrous low-carbon lath martensite:
from the as-quenched, to tempered and deformed states**

Shaker Verlag
Aachen 2018

Bibliographic information published by the Deutsche Nationalbibliothek

The Deutsche Nationalbibliothek lists this publication in the Deutsche Nationalbibliografie; detailed bibliographic data are available in the Internet at <http://dnb.d-nb.de>.

Zugl.: D 82 (Diss. RWTH Aachen University, 2017)

Copyright Shaker Verlag 2018

All rights reserved. No part of this publication may be reproduced, stored in a retrieval system, or transmitted, in any form or by any means, electronic, mechanical, photocopying, recording or otherwise, without the prior permission of the publishers.

Printed in Germany.

ISBN 978-3-8440-5762-1

ISSN 1618-5722

Shaker Verlag GmbH • P.O. BOX 101818 • D-52018 Aachen

Phone: 0049/2407/9596-0 • Telefax: 0049/2407/9596-9

Internet: www.shaker.de • e-mail: info@shaker.de

Abstract

This thesis aims at extending the fundamental understanding of lath martensitic microstructures in low-carbon steels. Ferrous lath martensite is the crucial microstructure constituent to achieve high strength, not only in purely martensitic steels but also in multi-component materials such as dual-phase (DP), quenching & partitioning (QP) and transformation induced plasticity (TRIP) steels. Still, major challenges in studying and understanding ferrous lath martensite arise from the complex hierarchical microstructure that ranges over multiple length scales, not least towards the atomic distribution of, most importantly, carbon atoms. To improve, a novel hierarchical microstructure description based on the martensitic transformation sequence, i.e. martensite transforming step by step between martensite-start and martensite-finish temperatures, is formulated and added to the concept of crystallographic hierarchy in lath martensite. A combination of electron channeling contrast imaging, atom probe tomography and nanoindentation reveals that earliest transformed laths are rather coarse in size, least dislocated and most autotempered which is in significant contrast to the substructure in later transformed thinner laths.

The relevance of those microstructure heterogeneities within the bounds of single prior austenite grains is reflected and demonstrated in martensite tempering and deformation behaviors. Especially, tempering at low temperatures, e.g. at 230°C as applied in this work, is an important process to tailor the final mechanical properties and overcome martensite's inherent brittleness after quenching by triggering carbon redistribution from the initially supersaturated solid solution. To investigate those nano-scale tempering reactions, the experimental techniques mentioned above are applied in a quasi-in-situ manner. This enables systematic monitoring of the tempering-induced microstructure evolution by always starting from the same autotempering condition in a single lath. The obtained results reveal carbon clustering parallel to {200} matrix planes in the as-quenched microstructure within relatively wide dislocation cells in coarse laths. In typical thin laths with higher dislocation density, carbon segregation to dislocations is the dominant

autotempering reaction during quenching. Upon tempering, clusters dissolve and cementite (Fe_3C) nucleation from carbon-enriched dislocation cores occurs through carbon pipe diffusion.

Regarding the deformation response of such heterogeneous as-quenched microstructures, slip plasticity is initiated depending on slip system orientations with respect to lath morphology and, importantly, also depending on the scatter in local yield strength introduced by the transformation sequence. Strain localization is studied by a multi-field strain mapping approach coupled to topographic trace analysis. Both are carried out in a scanning electron microscope on stepwise deformed samples. A surprisingly large fraction of the overall strain is accommodated by interface plasticity. The role of thin inter-lath austenite films in the strain accommodation process is critically discussed based on complementary synchrotron X-ray diffraction and transmission electron microscopy experiments.

Zusammenfassung

Die vorliegende Dissertation setzt sich zum Ziel, das fundamentale Verständnis von lattenmartensitischen Mikrostrukturen in niedrig legierten, hochfesten Stählen zu erweitern. Lattenmartensit ist ein unverzichtbarer Bestandteil im Gefüge, um hohe Festigkeiten zu erreichen; nicht nur in rein martensitischen Stählen, sondern auch in dual-phasen (DP) und abgeschreckt-partitionierten (QP) Stählen sowie in Stählen mit umwandlungsbewirkter Plastizität (TRIP). Grundlegende Herausforderungen in der Charakterisierung von Lattenmartensit ergeben sich aus der Komplexität der Gefüge, die über mehrere Längenskalen bis auf atomare Ebene reicht, insbesondere in Bezug auf die Verteilung der Kohlenstoffatome. Der erste Schritt dieser Arbeit besteht in der Formulierung einer erweiterten, grundlegenden Beschreibung von lattenmartensitischen Gefügen, die auf der schrittweisen martensitischen Umwandlung zwischen Martensit-Start- und Martensit-Finish-Temperatur beruht und die etablierte Beschreibung der kristallographischen Hierarchie ergänzt. Die Ergebnisse aus Untersuchungen mittels Rasterelektronenmikroskopie, Atomsondertomographie und Nanoindentation zeigen, dass zu Beginn der Umwandlung grobe Latten mit niedriger Versetzungsdichte und ausgeprägtem Selbstanlasseffekt entstehen. Im Kontrast dazu sind die im späteren Verlauf der Umwandlung geformten Latten dünner und weisen eine höhere Versetzungsdichte sowie einen geringeren Selbstanlasseffekt auf.

Die Bedeutung dieser Gefüge-Inhomogenität nach dem Abschrecken zeigt sich im späteren Anlass- und Deformationsverhalten. Das Anlassen von martensitischen Stählen ist ein unerlässlicher Prozessschritt, um die mechanischen Eigenschaften anwendungsgenau einzustellen und um die Zähigkeit und Duktilität zu steigern. Die Änderungen der mechanischen Eigenschaften durch das Anlassen sind auf die Umverteilung der Kohlenstoffatome im zunächst stark übersättigten Gitter zurückzuführen. Da verschiedene Selbstanlasszustände bereits nach dem Abschrecken in der Mikrostruktur vorliegen, werden die oben genannten, experimentellen Techniken während einer schrittweisen Wärmebehandlung quasi-in-situ angewendet, sodass Temperreaktionen ausgehend von einem spezifischen

Anlasszustand beobachtet werden können. Die Ergebnisse zeigen, dass sich bereits während des Abschreckens Kohlenstoffcluster entlang der {200} Matrixebenen bilden; besonders in groben Latten mit niedriger Versetzungsichte. In dünnen Latten mit hoher Versetzungsichte hingegen segregieren Kohlenstoffatome vornehmlich zu Versetzungen. Die nachfolgende Anlassbehandlung bei 230°C führt zur Auflösung der Kohlenstoffcluster und zur anschließenden Ausscheidung von Zementit (Fe_3C) ausgehend von den kohlenstoffangereicherten Versetzungskernen.

Bezüglich der Plastizität von lattenmartensitischen Mikrostrukturen ruft die Gefüge-Inhomogenität eine Härteverteilung hervor, sodass durch das Abschrecken eine Kompositstruktur mit lokal variierender Dehngrenze entsteht. Versetzungsgleiten tritt dadurch zunächst in den weicheren, groben Latten auf. Zudem ist die Orientierung des aktiven Gleitsystems in Bezug auf die anisotrope Form der Latten entscheidend. Dehnungslokalisation in der Mikrostruktur wird auf verschiedenen Längenskalen durch schrittweise Verformung mit abwechselnder Bildaufnahme und -Korrelation im Rasterelektronenmikroskop aufgelöst und mit der deformationsbedingten Entwicklung der Probentopographie kombiniert. Interessanterweise tritt ein bedeutender Anteil der Dehnungslokalisation direkt an Martensitkorgrenzen auf. Ein potentieller Effekt von dünnen Austenitfilmen entlang der Korngrenzen wird durch begleitende Experimente mittels Synchrotron-Röntgenbeugung und Transmissionselektronenmikroskopie untersucht und diskutiert.

Acknowledgements

The accomplishment of this thesis would not have been possible without the various contributions and support from a number of people and institutions that I would like to explicitly mention. I would like to gratefully thank:

- Professor Dierk Raabe for giving me the opportunity to carry out my PhD work at MPIE and for his many vital and inspiring ideas and feedback that guided my thesis.
- Professor Sandra Korte-Kerzel for co-supervising my PhD thesis.
- Dr. Cem Tasan for supervising my PhD work as the former Adaptive Structural Materials group leader and specifically for the steady exchange of opinions and his many important advices that majorly assisted my development and progress as a materials science researcher.
- Dr. Dirk Ponge for supervising my PhD work as the Alloy Design and Thermomechanical Processing group leader and specifically for sharing his wide knowledge in valuable scientific discussions about all kinds of thesis-related topics.
- The Research Fund for Coal and Steel (RFCS) of the European Union for funding the ToolMart project (RFSR-CT-2013-00013) where my PhD position was settled in.
- My project collaborators Sebastian Cobo and Lieven Bracke from ArcelorMittal, Stefan van Bohemen from Tata Steel, Jean-Louis Collet from Centre de Recherches Metallurgiques (CRM) and Aurel Radulescu from Forschungszentrum Jülich for constructive discussions in a good atmosphere.
- My former Master student Elena Emelina for fruitful teamwork during her time at MPIE and, beyond, for supporting me during my later thesis writing.

- My former colleagues David Barbier and Olivier Jeannin at MPIE for providing an experimental basis on deformation experiments and my intern student Olgun Yilmaz for starting the exploration of the quasi-in-situ tempering approach.
- Professor Kaneaki Tsuzaki and assist. Professor Motomichi Koyama for supervising my 3-month research trip to Kyushu University in Japan, the Japan Society for the Promotion of Science (JSPS) for financial support and my lab colleagues for great teamwork and friendly welcoming which contributed to a valuable experience abroad.
- My former group members Meimei Wang, Jiali Zhang, Minjie Lai and Alper Evirgen, my office mates and all fellow PhD students and colleagues at MPIE for generating a great working atmosphere at MPIE.
- Monika Nellessen, Katja Angenendt, Michael Adamek, Andreas Sturm and Uwe Tezins for teaching and supervision to start my experimental work and Heidi Bögershausen for carrying out nanoindentation tests.
- My parents and my sister for back-up along my educational career at MPIE and RWTH Aachen University.
- My friends, and especially the “Lerngruppe” consisting of Christian Weingarten, Patrick Diehle and Philipp Maurer for keeping up the tradition of Lerncamps, originally meant to prepare for exams and now to meet for hiking and boardgaming.

Thank you! Herzlichen Dank! Merci beaucoup! Arigatou gozaimasu!

Contents

1	Introduction	1
2	Materials.....	5
3	Experimental	7
4	Chapter A: As-quenched	19
4.1	Methodology: 3D microstructure characterization	25
4.2	Lath size distribution	27
4.3	Defect structures	33
4.4	Autotempering	35
4.5	Local plasticity.....	40
4.6	Summary.....	42
5	Chapter B: Tempered	45
5.1	Methodology: Quasi-in-situ tracking of tempering reactions.....	49
5.2	Evolution of defect structures.....	55
5.3	Evolution of local chemistry.....	60
5.4	Carbon redistribution mechanism	72
5.5	Grain boundary precipitation	81
5.6	Evolution of local plasticity.....	91
5.7	Summary.....	94
6	Chapter C: Deformed	95
6.1	Methodology: Multi-scale strain mapping and topography analysis.....	98
6.2	Strain localization	100
6.3	Bulk plasticity	103
6.4	Interface plasticity.....	106
6.5	Plasticity influenced by microstructure heterogeneities	114
6.6	Summary.....	116
7	Key findings in brief	119
8	Concluding remarks and outlook	121
9	Bibliography.....	127