

超快冷下 X65 管线钢微观组织演变及强化机制分析

王学强^{1,2}, 赵金华³, 袁国¹, 王国栋¹

(1. 东北大学 轧制技术及连轧自动化国家重点实验室, 辽宁 沈阳 110819; 2. 首钢股份公司迁安钢铁公司, 河北 迁安 064404; 3. 太原科技大学 材料科学与工程学院, 山西 太原 030024)

摘要: 基于热连轧生产线开发了 X65 管线钢超快冷新工艺, 系统表征了该工艺下实验钢的微观组织特征, 并进一步讨论了其强化机制。结果表明, 超快冷下 X65 管线钢微观组织为细小针状铁素体(AF) + 准多边形铁素体(QPF) + M/A 岛 + 退化珠光体(DP) 混合组织, 有效晶粒尺寸为 2.93 μm , 大角晶界百分比为 31.5%; 实验钢组织亚结构为细小的块状铁素体, 铁素体尺寸分布在 200 ~ 1 000 nm; 在铁素体基体上析出了大量尺寸 < 10 nm 的 Nb(C, N) 粒子; 实验钢各项力学性能均满足 API SPEC 5L 标准要求。超快冷工艺下 X65 管线钢的主要强化机制为细晶强化、固溶强化、位错强化及纳米析出强化的耦合强化, 其中纳米析出强化强度贡献值为 96.1 MPa。

关键词: 热连轧; 超快冷; X65 管线钢; 针状铁素体; 强化机制

中图分类号: TG 142.1 文献标志码: A 文章编号: 1005-3026(2019)03-0334-06

Microstructural Evolution and Strengthening Mechanism of X65 Pipeline Steel Processed by Ultra-fast Cooling

WANG Xue-qiang^{1,2}, ZHAO Jin-hua³, YUAN Guo¹, WANG Guo-dong¹

(1. State Key Laboratory of Rolling and Automation, Northeastern University, Shenyang 110819, China; 2. Shougang Qian'an Iron & Steel Co., Ltd., Qian'an 064404, China; 3. School of Materials Science and Engineering, Taiyuan University of Science and Technology, Taiyuan 030024, China. Corresponding author: YUAN Guo, E-mail: yuanguosy@sina.com)

Abstract: Based on the hot-rolling production line, a novel processing of ultra-fast cooling (UFC) was developed to produce X65 pipeline strip. Microstructure of the experimental steel after the new processing was studied and the strengthening mechanism was further discussed. The results showed that microstructure of the UFC processed X65 pipeline strip primarily consists of fine acicular ferrite (AF), quasi-polygonal ferrite (QPF), martensite/austenite (M/A) and degenerate pearlite (DP). The effective grain size is 2.93 μm and the proportion of the high-angle boundary in the microstructure is 31.5%. Small block ferrite with the size ranging from 200 to 1 000 nm is observed in the substructure. A large fraction of nano-sized Nb (C, N) particles (< 10 nm) are observed in the ferrite matrix. Moreover, mechanical properties of the experimental steel met to the API SPEC 5L standard. The main strengthening mechanism for the UFC processed X65 pipeline strip is composed by grain refining strengthening, solid solution strengthening, dislocation strengthening and precipitation strengthening, where the strengthening contributed by nano-sized precipitations is 96.1 MPa.

Key words: hot strip rolling; ultra-fast cooling; X65 pipeline steel; acicular ferrite; strengthening mechanism

热机械加工工艺 (thermo-mechanical controlled process, TMCP) 是管线钢的主要生产工

艺。随着以超快冷技术^[1-2] (ultra-fast cooling, UFC) 为核心的新一代 TMCP 工艺在管线钢中的

推广与应用,其在改善厚规格管线钢低温冲击韧性及 DWTT 止裂性能方面作用凸显^[3]. UFC 通过提高控冷阶段冷却速度,增加奥氏体相变过程中针状铁素体(AF)相变驱动力,保证组织中 AF 较大百分比,进而增加大角晶界百分含量,细化管线钢微观组织,实现低温韧性及 DWTT 止裂性能的改善^[4]. 另外,利用 UFC 冷却速度高的特点,能够通过调控管线钢中细晶强化、析出强化的强度贡献值,降低微合金元素的添加量,实现管线钢的减量化生产. X65 管线钢在成分设计上采用合金含量较低的成分体系,同时,其微观组织也与研究较为广泛的高级别 X70、X80 管线钢^[5-6] 存在一定差异. 当前,超快冷技术在高级别 X70、X80 管线钢中相关基本理论研究已相对成熟^[1-3],但针对该技术下 X65 管线钢的研究,国内外相关报道较少. 为了探究超快冷技术在 X65 管线钢中推广前景,有必要对该技术下 X65 管线钢的物理冶金学规律进行完善.

基于上述背景,本文利用超快冷技术对 Nb - V - Ti 系 X65 管线钢进行了试生产,开发了基于超快冷技术的热轧 TMCP 新工艺,并对该工艺下管线钢的微观组织及力学性能进行系统研究. 进一步地,对该工艺下 X65 管线钢的强化机制进行讨论,旨在丰富超快冷技术的应用范围及相应轧制理论,为推进超快冷技术在 X65 管线钢中工业化应用奠定实验及理论基础.

1 实验材料与方法

1.1 实验材料

实验用 X65 管线钢坯料为厚度 200 mm 的工业管线钢连铸坯,具体化学成分(质量分数,%) C 为 0.071, P 为 0.01, Mn 为 1.55, Si 为 0.20, S 为 0.001, $w(\text{Nb} + \text{V} + \text{Ti} + \text{Cr}) < 0.31$. 实验钢采用 Nb - V - Ti 微合金化成分体系,其碳当量 C_{eq} 及冷裂纹敏感指数 P_{cm} 分别为 0.367 和 0.166,表明实验钢具有优良的可焊性及抗开裂性能.

1.2 实验方法

热轧实验在国内某热连轧生产线(配置有前置式超快冷系统)上进行. 控制轧制阶段采用两阶段控轧,即 γ 再结晶区与 γ 非再结晶区轧制,其中 γ 再结晶区轧制温度区间为 1 200 ~ 1 100 °C,累积压下率为 70%,目的为保证变形阶段奥氏体进行充分再结晶; γ 非再结晶区轧制温度区间为 920 ~ 850 °C,轧制累积压下率为 60%,以保证变形阶段奥氏体充分硬化. 终轧温度为 850 °C,目标厚度为 17.5 mm. 控制冷却阶段采用单一超快冷方

式进行冷却,超快冷终冷温度为 500 °C. 另外,利用带钢本身的返红规律进行卷取温度控制,卷取温度为 550 °C. 具体控轧控冷示意图如图 1 所示.

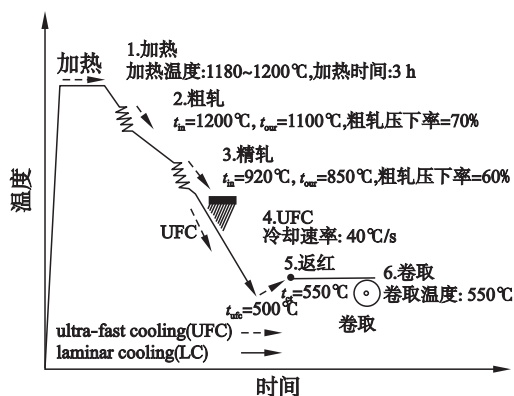


图1 实验钢控轧控冷工艺示意图

Fig. 1 Schematic diagram of TMCP for the experimental steel

实验钢经 48 h 时效后,对其微观组织及力学性能进行系统表征与检测. 金相试样经机械打磨、抛光后,采用 4% 硝酸酒精溶液腐蚀 10 s 及 15 s 后分别用于光学组织(optical microscope, OM)及表面形貌(scanning electron microscope, SEM)观察;试样经 13% 高氯酸酒精溶液电解抛光后(抛光电压 27 V,时间 30 s)用于电子背散射衍射(electron back-scattered diffraction, EBSD)分析;尺寸为 $\phi 3$ mm,厚度为 50 μm 的圆片试样经双喷后用于透射电镜(transition electron microscope, TEM)观察与分析. OM 观察在 Leica 光学显微镜上进行,SEM 及 EBSD 分析在 FEI QUANTA600 型扫描电子显微镜上进行,亚结构及纳米析出粒子观察在 FEI Tecnai G²F20 型场发射透射电子显微镜上进行. 拉伸及冲击力学性能检测按 ASTM A370 标准进行制样. 标准拉伸试样($\phi 16$ mm \times 170 mm,平行段尺寸为 $\phi 12.7$ mm \times 60 mm)及 Charpy 冲击试样(10 mm \times 10 mm \times 55 mm, Charpy V 型缺口)分别沿实验钢轧制方向及宽度方向选取. 室温拉伸实验在 WDW - 300 型电子万能试验机上进行, -30 °C 冲击实验在 HV9250 INSTRON 冲击试验机上进行. 拉伸试样及冲击试样各取 3 组,性能取 3 组均值.

2 结果与分析

2.1 微观组织特征

超快冷工艺下 X65 管线钢 OM 及 SEM 照片如图 2 所示. 由图 2a 可知,该工艺下实验钢组织以准多边形铁素体(QPF) + 针状铁素体(AF)为

主. 利用 Image - Pro - Plus 软件对不同组织的百分含量进行统计, 其中 AF 体积分数为 84%. 进一步对实验钢表面形貌观察可知, M/A 岛呈小块状

及细小长条状分布在 α 基体内部及 AF 晶界处, M/A 岛所占百分含量较少. 另外, 在 QPF 晶界处能够观察到弱化珠光体组织, 见图 2b.

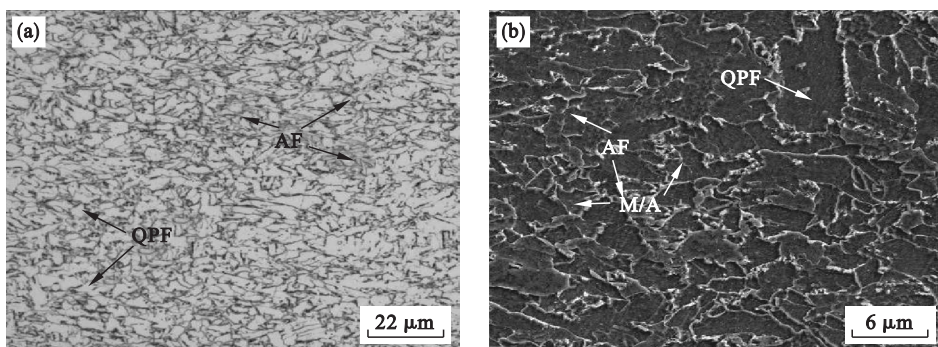


图 2 超快冷工艺下 X65 管线钢组织

Fig. 2 Microstructure of the experimental X65 pipeline steel processed by UFC

(a)—金相照片; (b)—表面形貌照片.

由于实验钢微观组织以 AF 及 QPF 为主, 其组织形态呈不规则形状. 利用 EBSD 技术对实验钢的有效晶粒尺寸及大角晶界分布情况进行统计. 实验钢 EBSD 分析结果如图 3 所示, 一般认为晶粒取向差大于 15° 的晶界为大角晶界, 在本研

究中, 区分大、小角晶界的临界取向差为 15° . 利用等效面积法, 将晶粒的不规则形状等效为圆, 以圆的直径作为材料的有效晶粒尺寸. 依据 EBSD 实验结果, 确定实验钢的有效晶粒尺寸为 $2.93 \mu\text{m}$, 大角晶界百分含量占晶界总量的 31.5%.

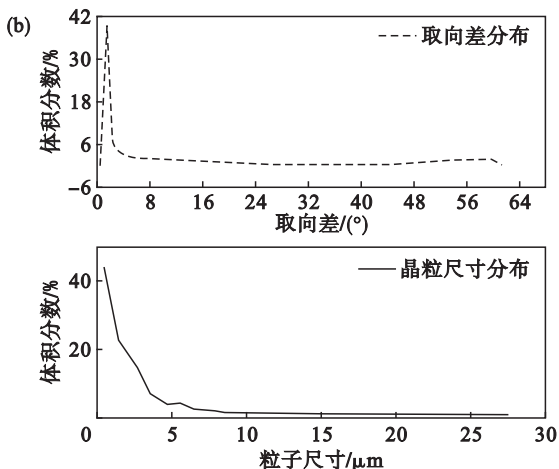
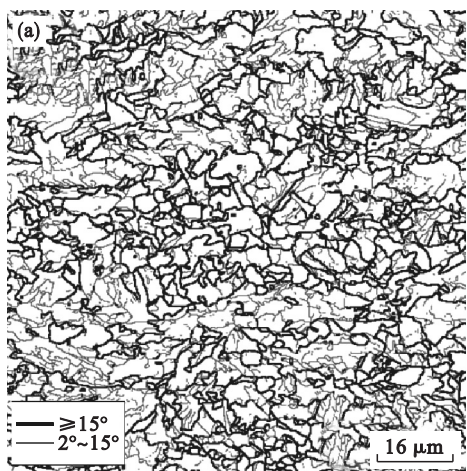


图 3 超快冷工艺下 X65 管线钢 EBSD 分析结果

Fig. 3 EBSD analysis results of X65 pipeline steel processed by UFC

(a)—晶界勾勒图; (b)—取向差及晶粒尺寸分布.

图 4 所示为实验钢 TEM 检测结果. 由图可知, 实验钢亚结构为细小块状铁素体, 在局部铁素体基体上分布着高密度位错, 见图 4a. 高密度位错的形成是由于 QPF 及 AF 相变过程中, 铁素体间相互碰撞而引起的. 另外, 在块状铁素体局部区域能够观察到少量弱化珠光体组织, 见图 4b, 表明实验钢相变过程中存在少量的高温相变产物. 图 4c 为实验钢 α 铁素体基体上析出粒子形貌照片, 由图可知, 在 α 铁素体基体上能够观察到大量尺寸 $< 10 \text{ nm}$ 的纳米级析出粒子, 析出粒子尺

寸及不同尺寸体积分数计结果如图 4d 所示.

2.2 力学性能

表 1 为超快冷工艺下 X65 管线钢力学性能及相应性能标准. 由表可知, 超快冷工艺下实验钢各项力学性能均满足 API SPEC 5L X65 性能标准, 实现了 X65 管线钢强度、塑性、低温韧性的良好匹配. 其中, 屈服强度、抗拉强度分别为 535 MPa 及 615 MPa, 断后延伸率为 23%, -20°C 冲击吸收功为 391 J, 满足管线钢高强度、高塑性、良好冲击性能要求.

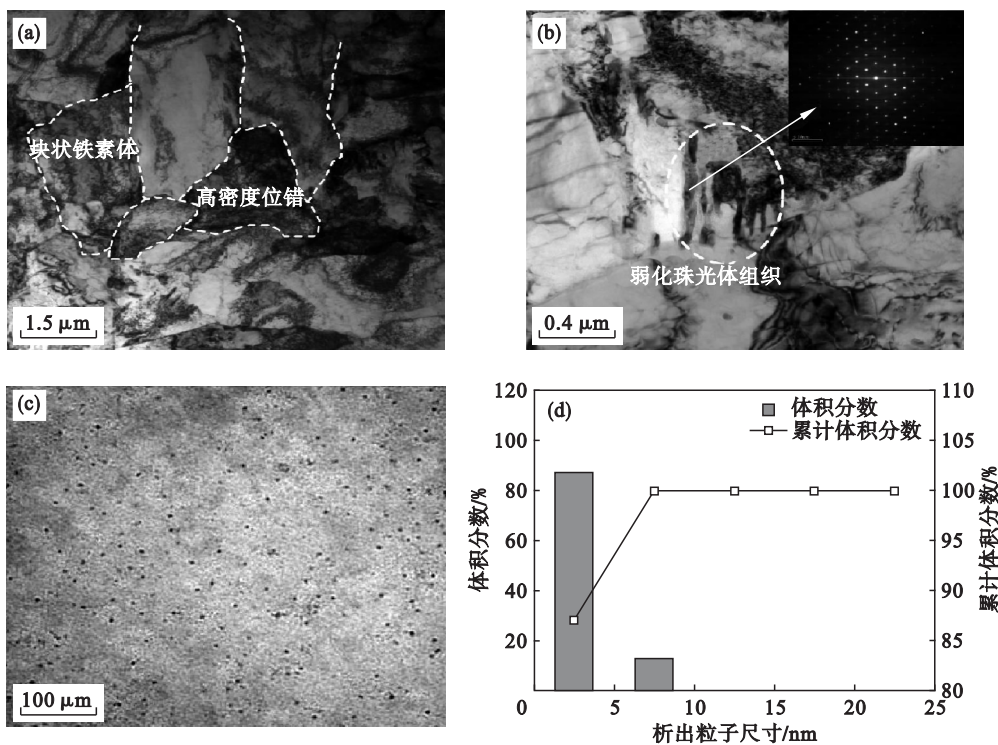


图4 实验钢 TEM 照片及纳米析出粒子尺寸统计

Fig. 4 TEM images of the experimental steel and statistics of nano-sized precipitates

(a)—铁素体和位错；(b)—珠光体组织；(c)—析出粒子形貌；(d)—不同尺寸析出粒子体积分数。

实验钢力学性能主要取决于其微观组织中相的组成及显微组织特征。超快冷工艺下, X65 管线钢中包含 AF、QPF 及一定数量细小的 M-A 岛。实验钢复相组织特点有利于获得较低屈强比; 以高密度位错为亚结构的 AF 组织及 α 基体上分布

的硬相 M-A 岛有利于提高材料强度; 而组织中 QPF 有利于提高实验钢的延伸率。另外, AF 本身铁素体板条相互交织的特点保证了组织中大角晶界百分含量, 进而有利于材料抵抗裂纹扩展能力的提升。

表1 超快冷工艺下 X65 管线钢典型力学性能

Table 1 Mechanical properties of X65 pipeline steel processed by UFC

钢样	屈服强度/ MPa	抗拉强度/ MPa	延伸率/%	屈强比	冲击吸收功(-20 °C)/J			
					1#	2#	3#	平均值
实验钢	535	615	23	0.87	396	369	409	391
API SPEC 5L X65	450 ~ 600	535 ~ 760	≥16	≤0.93			≥54 J	

3 讨 论

对于实验用 X65 钢而言, 其微观组织演变过程与 TMCP 工艺密切相关。由 TMCP 工艺可知, 二阶段控制轧制过程中, 粗轧阶段采用 70% 变形量, 目的为使奥氏体充分再结晶, 进而细化奥氏体晶粒, 为精轧工艺做准备; 精轧阶段采用 65% 变形量, 由于此阶段奥氏体变形温度较低, 在应变速率、变形温度及变形量的综合影响下, 形变奥氏体难以发生再结晶, 并且在其内部积累了大量的位错、层错、变形带等晶体缺陷, 这些晶体缺陷为形变奥氏体随后的相变过程提供了充足的形核位

置。同时, 积累的应变储能可以为随后的相变过程提供一定的相变驱动力。控制冷却过程中, 采用前置式 UFC 进行冷却, 由于 UFC 冷却能力较强, 轧后较大的冷却速度能够降低材料的相变开始温度, 增加过冷奥氏体的过冷度, 有利于相变的进行及最终微观组织的细化。研究表明, 对于 AF 型管线钢相变过程而言, 其相变动力学表明过冷形变奥氏体在相变初期以 AF 相变为主, 相变后期以 PF、QPF 等相变为主, 并且冷却速度能够促进 AF 相变。结合本实验工艺可知, 当形变奥氏体快速冷却至 500 °C 时, AF 会在位错、变形带等晶体缺陷处优先形核, 并以晶内形核的方式快速相变, 形成大量的 AF 组织, 见图 2。随后, 当实验钢由 500 °C

“返红”至卷取温度(550 °C)时,剩余未转变奥氏体会转变为 QPF;同时,由于卷取温度相对较高,碳原子扩散能力较强,在 QPF 周围会形成 DP 组织,见图 4b. 实验钢在“二阶段控轧 + 超快冷”工艺下获得的复相组织有利于其强度、韧性及止裂性能的良好匹配,见表 1.

为了进一步揭示超快冷下 X65 管线钢的强化机制,依据上述系列实验表征结果,研究了不同强化机制对实验钢的强化贡献值. 通常情况下,材料中的强化机制主要包括细晶强化、固溶强化、位错强化及纳米析出强化等. Kim 等^[7]研究不同强化机制在微合金钢中的强化贡献时,利用透射电镜技术、同步辐射 X 射线衍射技术,定量研究了析出粒子、晶界、固溶元素以及位错的强化作用,并构建了屈服强度与不同强化机制贡献值间函数模型,见式(1):

$$\sigma_y = \sigma_0 + \sigma_{ss} + \sigma_{sg} + \sqrt{\sigma_p^2 + \sigma_n^2} \quad (1)$$

式中: σ_0 为晶格阻力,MPa; σ_{ss} 为固溶强化引起的强度增量,MPa; σ_{sg} 为细晶强化引起的强度增量,MPa; σ_p 为位错强化引起的强度增量,MPa; σ_n 为析出强化引起的强度增量,MPa. 由于合金元素种类相近,本研究采用上述模型对超快冷工艺下实验钢屈服强度与不同强化机制贡献值间函数关系进行描述.

Pickering^[8]于 1978 年在其专著中发表了用于描述材料中固溶强化、细晶强化强度贡献的数学模型. 该模型充分考虑了晶粒尺寸、Mn、Si 及固溶 N 元素等在材料强度贡献方面所占比重,见式(2):

$$\Delta\sigma_g \text{ (MPa)} = 15.4 \{ 3.5 + 2.1w_{Mn} + 5.4w_{Si} + 23w_{N_f} + 1.13 d^{-1/2} \} \quad (2)$$

式中: w_{Mn} , w_{Si} , w_{N_f} 分别代表 Mn、Si 以及固溶于基体中 N 元素的质量分数,% ; d 为材料的有效晶粒尺寸, μm . 本研究中,采用该模型对由细晶强化及固溶强化引起的强度增量进行计算. 由于实验钢中存在一定量的 Nb、Ti 微合金元素,其与 N 元素结合能力较强,致使 N 原子主要以析出粒子的形式存在,固溶 N 原子几乎不存在,因此 N_f 可以忽略. 依据实验钢的具体合金成分及其有效晶粒尺寸大小,经计算得知由细晶强化及固溶强化引起的强度增量约为 376.1 MPa.

实验钢中由析出强化引起的强度增量可根据由 Gladman 改进的 Ashby - Orowan 方程进行计算,见式(3)^[9]:

$$\sigma_p = (0.538Gb\varphi^{0.5}/X) \times \ln X/2b \quad (3)$$

式中: G 为剪切模量,MPa; b 为柏氏矢量,mm; X 为析出粒子平均尺寸,mm; φ 为析出粒子体积分数,% . 依据成分体系及微观组织特征相近原则,本研究中 G 及 b 分别选择 6.4×10^4 MPa 及 2.5×10^{-7} mm^[10]. 另外,将析出粒子的面积百分含量近似代替体积分数进行计算. 依据 Orowan 理论可知,只有当第二相析出粒子尺寸 < 20 nm 时,其对材料才能起到一定的强化作用. 为了保证析出粒子平均尺寸及面积百分含量统计结果的可靠性,本研究中选择 20 张 TEM 照片,分别统计尺寸小于 20 nm 析出粒子平均尺寸及平均面积百分含量,见图 4. 依据析出粒子统计结果,确定实验钢析出粒子平均尺寸为 12.6 nm,面积百分含量为 0.19%. 将上述实验结果代入式(3),经计算可知由析出强化引起的强度增量为 96.1 MPa. 依据不同强化机制强度增量与材料屈服强度之间的函数关系(式(1)),为了估算位错强化引起的强度增量,将上述由细晶强化、固溶强化及纳米析出强化强度贡献值代入式(1),确定由位错强化引起的强度增量约为 126.5 MPa. 不同强化机制对实验钢强度增量贡献情况如图 5 所示.

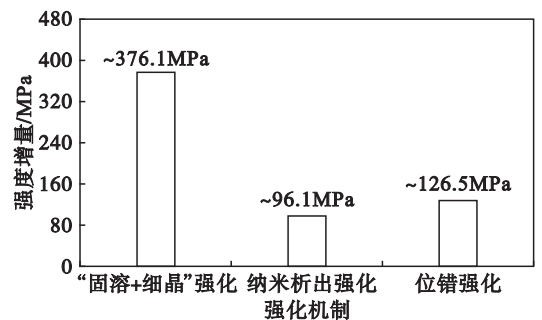


图 5 不同强化机制对材料强度的贡献值
Fig. 5 Strengthening contribution induced by different strengthening mechanisms

综上所述,在 TMCP 控制冷却过程中,采用 UFC 技术能够促进 X65 管线钢中 AF 相变,使实验钢微观组织以 AF 为主. 同时,利用 UFC 冷却后带钢的“返红”现象,控制卷取温度,使纳米尺寸 Nb, Ti(C, N) 等析出粒子充分析出,起到析出强化作用. 经相关理论计算可知,对于超快冷工艺下的 X65 管线钢而言,其强化机制主要包括固溶强化、细晶强化、位错强化及纳米析出强化,其中析出强化引起的强度增量为 96.1 MPa.

4 结 论

- 1) 超快冷工艺下 X65 管线钢显微组织为
(下转第 355 页)