

淬火-回火工艺对 X80 管件钢组织性能的影响

朱海宝¹⁾ 胡水平¹⁾ 武会宾¹⁾ 董常福²⁾ 王立军¹⁾

1) 北京科技大学高效轧制国家工程研究中心, 北京 100083 2) 湖南华菱涟钢 2250 热轧板厂, 娄底 417009

摘要 采用扫描电子显微镜 (SEM)、电子背散射衍射分析技术 (EBSD) 和透射电子显微镜 (TEM) 等实验手段, 研究了不同淬火-回火热处理工艺制度对 X80 管件钢组织性能的影响。结果表明: 一次 930℃ 淬火后, 随着回火温度的升高, 实验钢屈服强度先升高后降低, 在 630℃ 达到最大值 588 MPa; 抗拉强度随回火温度升高持续下降, 680℃ 时降至 630 MPa。二次两相区淬火, 经 630℃ 回火后, X80 管件钢有最佳的综合力学性能, -50℃ 冲击韧性显著提高, A_k 达到 210 J。这是由于二次淬火温度在 860℃ 两相区时, 组织中奥氏体晶粒大幅细化, 经 630℃ 回火后, 细晶马氏体组织中出现位错亚结构的回复软化、板条边界钝化和块状 M-A 组元分解产生的析出强化机制综合作用的结果。

关键词 合金钢; 淬火; 回火; 组织; 力学性能

分类号 TG142.1

Effect of quenching-tempering processes on the microstructure and properties of X80 pipe fittings steel

ZHU Haibao¹⁾, HU ShuiPing¹⁾, WU HuiBin¹⁾, DONG ChangFu²⁾, WANG LiJun¹⁾

1) National Engineering Research Center for Advance Rolling Technology, University of Science and Technology Beijing, Beijing 100083, China

2) Hunan Valin Liansteel 2250 Hot Strip Mill, Loudi 417009, China

ABSTRACT The effects of quenching-tempering heat treatment processes on the microstructure and properties of X80 pipe fittings steel were studied by scanning electron microscopy (SEM), electron backscatter diffraction (EBSD), transmission electron microscopy (TEM) and other experimental methods. The results show that after the first quenching at 930℃, the yield strength first increases and then declines with the tempering temperature increasing, reaching the maximum 588 MPa at 630℃, but the tensile strength decreases gradually and reaches the lowest 630 MPa at 680℃. After the second two-phase quenching and the tempering at 630℃, X80 pipe fittings steel has the optimum comprehensive mechanical properties, while its impact strength significantly reaches 210 J at -50℃. This can be attributed to the fine grain austenite microstructure after the secondary quenching at 860℃, the combined effect of recovery and softening of the dislocation sub-structure, the blunting mechanism along strip boundaries, and the precipitation strengthening from decomposition of massive M-A after tempering at 630℃.

KEY WORDS alloy steel; quenching; tempering; microstructures; mechanical properties

为了提高经济效益、节约输送成本, 对长距离输气管线钢的级别要求越来越高, 即对管件钢性能的要求也越来越高^[1-3]。油气管道中的管件是用来改变管道方向、改变管径大小、实现特殊连接等作用的管道元件。管道输气、输油中的管件产品是油气管线中对性能要求较为苛刻的重要连接构件。在已建成运行的管线中, 与管件有关的管线失效事故在整

个管线事故中占有相当高的比例, 弯管的综合质量是制约管线安全平稳运行的关键。

20年来, 美国、日本等发达国家已生产了与干线管用控轧管线钢相应的高强度、高韧性管件钢, 但许多主要研究内容属于专利技术, 不对外公开。我国管线钢应用和起步较晚, 对于大口径高钢级管线钢产品而言, 我国在与之相匹配的三通、弯头等管件

收稿日期: 2010-05-28

基金项目: “十一五”国家科技支撑计划资助项目 (No. 2006BAE03A06)

作者简介: 朱海宝 (1983-), 男, 硕士研究生; 胡水平 (1967-), 男, 副教授, 博士, E-mail: hust@necar.usb.edu.cn

钢的生产技术上的相对落后, 已成为发展大口径高钢级管线钢产品的障碍之一。

为此, 本文设计了一种 X80 弯管管件钢, 采用淬火-回火等实验方法, 研究了 X80 管件钢在不同淬火-回火工艺制度下, 其综合力学性能的变化情况, 提出了提高弯管管件钢韧性的合适热处理制度, 并从微观组织角度分析了综合力学性能提升的机理。

表 1 X80 管件钢化学成分 (质量分数)

Table 1 Chemical composition of X80 pipe fittings steel

C	Si	Mn	Cr	Mo	N	Ti	V	Nb	Ni	Cu
0.055	0.2	1.5	0.15	0.2	0.01	0.015	0.2	0.045	适量	适量

1.2 实验方法

文献 [4-7] 中关于高强度级别低碳贝氏体钢种回火后各项性能的峰值、谷值或最优综合性能等均出现在高温回火阶段, 所以笔者主要研究 X80 管件钢在 500℃ 以上的回火性能。其中, 将 930℃ 淬火的 X80 管件钢编为 1 号用于对比研究。具体试样编号和相对应的热处理工艺制度如表 2 所示。

表 2 X80 管件钢的热处理工艺

Table 2 X80 pipe fittings steel in the heat treatment process

试样编号	热处理工艺制度
1 [#]	930℃ 淬火
2 [#]	930℃ 淬火 + 580℃ 回火
3 [#]	930℃ 淬火 + 630℃ 回火
4 [#]	930℃ 淬火 + 680℃ 回火
5 [#]	930℃ 淬火 + 860℃ 淬火 + 630℃ 回火
6 [#]	930℃ 淬火 + 910℃ 淬火 + 630℃ 回火

将实验钢随炉加热到所需温度, 各工艺保温时间均为 60 min。按照沿垂直于钢板轧制方向切取冲击试样, 平行于轧制方向切取拉伸试样。其中, 冲击试验按照 GB/T 229-2007《金属材料夏比摆锤冲击试验方法》在 JB-30B 型冲击试验机上进行。拉伸试验依据 GB/T 228-2002《金属材料室温拉伸试验方法》在 CMT-4105 型万能试验机上进行。SEM 试样经机械研磨抛光后选用 4% 硝酸酒精进行腐蚀, EBSD 样经电解抛光, 利用 ZEISS ULTRA 55 场发射扫描电镜进行微观组织观察和分析。TEM 试样经双喷电解减薄, 电解液采用 9% 的高氯酸酒精溶液, 双喷电压为 16~25 V 温度为 -45℃, 喷后的试样采用酒精清洗, 利用 JEM-2100 高分辨电镜观察试样的精细组织形貌。

1 实验材料和实验方法

1.1 实验材料

实验钢用真空感应炉冶炼, 采用低碳 Mn-Nb-(Ti) 系钢, 化学成分见表 1。在北京科技大学高效轧制中心 320 轧机上轧成板厚为 30 mm 的 X80 管件钢。

2 实验结果及分析

2.1 力学性能

表 3 给出了六种不同工艺的实验钢的力学性能。为了保证获得数据的稳定性和准确性, 其中, 拉伸试验做三次, 取其平均值; 冲击数据受机加工或组织缺陷等误差因素的影响较大, 每组冲击八次, 去除最高值和最低值, 取平均值。从实验结果来看, 在一次淬火回火 (1[#]~4[#]) 实验钢中, 屈服强度先增加后降低, 抗拉强度逐渐降低, 断后伸长率和冲击功都逐渐提高。1[#] (直接淬火) 实验钢屈服强度最低, 只有 526 MPa, 抗拉强度最高, 达 695 MPa; 3[#] (630℃ 回火) 实验钢屈服强度最高, 达 588 MPa, 抗拉强度为 646 MPa; 4[#] (680℃ 回火) 实验钢的屈服强度已下降至 558 MPa, 抗拉强度最低, 只有 630 MPa。二次淬火回火实验中, 5[#]、6[#] 试样中强度波动不大, 冲击韧性显著提高。其中, 5[#] (930℃ 淬火 + 860℃ 两相区淬火 + 630℃ 回火试样) 冲击功在 -50℃ 下达 210 J, 强度也高于 6[#] (930℃ 淬火 + 910℃ 淬火 + 630℃ 回火) 试样, 具有最佳的综合力学性能。

表 3 实验钢力学性能

Table 3 Mechanical properties of tested steel

试样编号	$R_{0.2}$ /MPa	R_m /MPa	$R_{0.2}/R_m$	$A_0/\%$	$A_k(-50^\circ\text{C})/J$
1 [#]	526	695	0.76	18.2	48
2 [#]	545	663	0.82	21	70
3 [#]	588	646	0.91	21.3	76
4 [#]	558	630	0.89	24.7	90
5 [#]	585	652	0.90	23	210
6 [#]	572	645	0.89	23.1	145

注: $R_{0.2}$ 、 R_m 和 A_0 分别表示规定非比例延伸率为 0.2% 时的屈服强度、抗拉强度和断后伸长率; $R_{0.2}/R_m$ 和 A_k 分别表示屈服比和 -50℃ 下的冲击功。

综上所述, 5[#] (930 °C 淬火 + 860 °C 两相区淬火 + 630 °C 回火) 实验钢具有最佳的综合力学性能, 满足了弯管管件钢的高韧性使用要求, 具有一定的生产意义。

2.2 组织变化

2.2.1 组织形貌

各实验钢的 SEM 组织照片如图 1 所示。其中, 图 1 (a) 是 930 °C 淬火管件钢的显微组织, 主要是由马氏体、贝氏体和 M/A 组成^[8], 白色部分为 M/A 组织, 为长条针状。图 1 (b)、(c) 和 (d) 是一次淬火后

580 °C、630 °C 和 680 °C 回火温度后的组织, 可看出 X80 管件钢显微组织没有发生太大变化, 主要由板条铁素体组成。但是, 经仔细观察后可以发现, 随着回火温度的升高, 组织的方向性减少, 均匀性改善, 板条宽度有所增加, 板条界面出现不同程度的“波浪形”。图 1 (d) 显示在 680 °C 高温回火后, 隐约发生了板条融合。观察图 1 (e) 发现, 在二次淬火过程中组织中晶粒更细小, 并且出现了一定量的条状铁素体组织。图 1 (f) 与图 1 (e) 差别不大, 但后者组织晶粒更为细小。

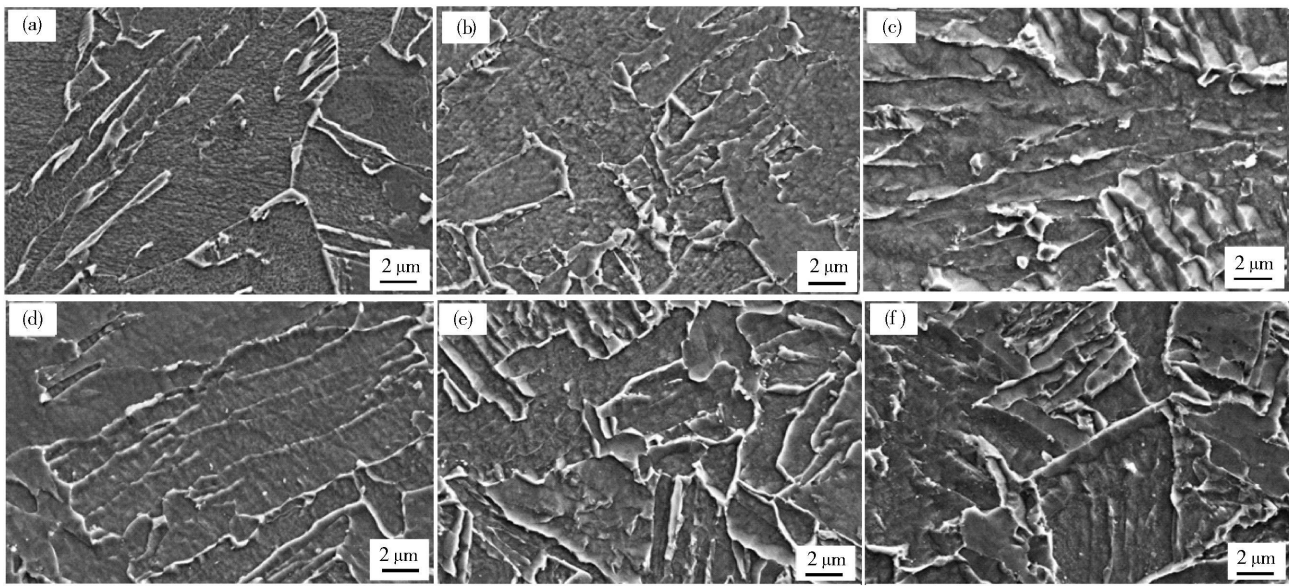


图 1 各实验钢 SEM 显微组织。(a) 930 °C 淬火态; (b) 930 °C 淬火 + 580 °C 回火; (c) 930 °C 淬火 + 630 °C 回火; (d) 930 °C 淬火 + 680 °C 回火; (e) 930 °C 淬火 + 860 °C 淬火 + 630 °C 回火; (f) 930 °C 淬火 + 910 °C 淬火 + 630 °C 回火

Fig 1 SEM microstructures of the test steel. (a) Quenching at 930 °C; (b) Quenching at 930 °C and tempering at 580 °C; (c) Quenching at 930 °C and tempering at 630 °C; (d) Quenching at 930 °C and tempering at 680 °C; (e) Quenching at 930 °C, quenching at 860 °C and tempering at 630 °C; (f) Quenching at 930 °C, quenching at 910 °C and tempering at 630 °C

对各试样编号弯管管件钢进行 XRD 残余奥氏体分析。结果表明: 1[#] 含有的残余奥氏体最多, 达到 2.8%; 随着回火温度的升高, 组织中的残余奥氏体逐渐减少; 当回火温度为 680 °C 时, 残余奥氏体基本分解完毕; 另外, 二次淬火回火比一次淬火回火组织残余奥氏体要少。XRD 残余奥氏体分析数据表明, 其与扫描组织观察到的 M/A 组元分解情况基本吻合。

选择了 3[#] (930 °C 淬火 + 630 °C 回火) 和 5[#] (930 °C 淬火 + 860 °C 两相区淬火 + 630 °C 回火) 实验钢, 对其进行了 EBSD 晶界取向研究, 如图 2 所示。图 2 (a)、(c) 中红色区域表示 [111]、绿色区域代表 [100] 及黄色区域代表 [110], 图 2 (b)、(d) 中粗黑线表示晶体取向差大于 15° 的界面, 红线为大于 8° 界面, 黄线为 5° 的界面, 绿线为大于 3° 的界面。从图 2 可知, 二次淬火回火后, 晶粒大幅细化, 大角度

晶界显著增多。在对管线钢强韧化的研究过程中, 采用断裂理论中的“晶体学包” (Crystallographic Packet) 概念能更恰当地确定与韧性相关的有效晶粒尺寸。晶界能在取向差趋于 15° 时能达到最大值, 并保持不变, 大角晶界 (> 15°) 能有效改变裂纹扩展的方向, 大角晶界密度越高的组织也就能更有效地抑制裂纹扩展。

2.2.2 TEM 组织

选取了有代表性的 1[#]、2[#]、4[#] 和 5[#] 实验钢进行了 TEM 组织观察, 如图 3 所示。图 3 (a) 为 930 °C 淬火组织照片, 板条间可见大量的位错, 统计了图片中 30 处板条, 取平均值, 发现其板条宽度为 0.65 μm, 长度大于 8 μm (长宽比大于 12)。图 3 (b) 为 580 °C 回火组织照片, 其板条平均宽度为 0.84 μm, 长度变化不大 (长宽比降低), 位错密度降低, 位错线变得

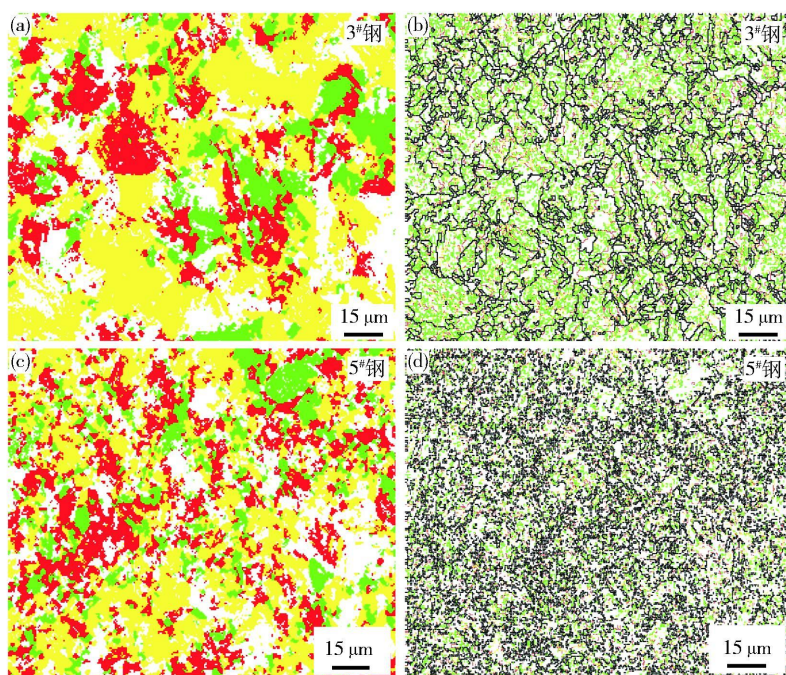


图 2 实验钢的 bcc取向图。(a)、(c)晶粒取向；(b)、(d)晶界分布

Figure 2 Orientation maps of bcc phase in the test steel (a) (c) crystal orientation (b) (d) maps with boundaries

平直。图 3(c)为 680℃回火照片,图中板条显著变宽,为 1.3 μm,长宽比降低,板条间可见 10 nm 左右析出物,位错密度进一步下降。图 3(d)为 5#二次淬火回火的组织照片,可知其板条宽度与(a)图相比进一步细化,板条之间相互交叉,呈 90°夹角。图 3(e)为 930℃淬火组织照片,其中 1、2 处的析出物钉扎在板条界,相互伴生在一起,大小约为 60 nm。1 处的黑色半圆析出物的能谱如图 2(g)所示,为含 Mo 的 (Nb Ti)(C)复合析出粒,以 Nb 的析出为主;2 处方形的析出物的能谱如图 2(h)所示,为含 Cu 的 (Nb Ti)(C)复合析出粒子,但明显是以 Ti 的析出为主。图 2(f)为 5#管件钢组织,统计了图中 80 个析出物,8 个为 60 nm 大小,其余为 15 nm 以下的析出物弥散分布在基体上^[9]。

3 分析讨论

在 930℃一次淬火后组织为马氏体、贝氏体和少量的 M/A 组元,其中 M/A 组元呈现断续的长条状、针状分布在铁素体板条束上和原奥氏体晶界上。M/A 组元的含量和形态对管件钢的强度和韧性有很大的影响,其中尖角状的 M/A 组元严重恶化冲击性能。1#钢组织中析出物大小主要为 60 nm 含 Mo 的 (Cu Nb Ti)(C)等复合析出物,没有起到很好的弥散析出强化效果,这也是 1#钢冲击韧性较差和屈服强度较低的主要原因之一。

随着淬火后回火温度的升高,管件钢的屈服强

度先升高后降低,并在 630℃达到最大值 588 MPa 而抗拉强度一直降低。这是由于 M/A 组元的分解和马氏体、贝氏体板条中合金元素的脱溶而产生 15 nm 以下的析出粒子弥散分布于板条间,有利于管件钢屈服强度的升高。在 630℃以前, M/A 组元分解和贝氏体板条合金元素脱溶造成的析出强化效果大于组织中马氏体在此温度下的回火软化效果,所以在低于 630℃回火时,屈服强度上升;当回火温度超过 630℃时,软化效果则比较明显,导致屈服强度开始下降,这种软化主要是由于一部分位错消失和显微组织的演变,如板条边界宽度增加、析出粒子粗化等原因造成的。管件钢的抗拉强度主要取决于组织基体中的硬质相 M/A 组元和马氏体板条的宽度。回火温度越高,马氏体板条越宽(见图 3), M/A 组元分解越彻底,抗拉强度降得越多。M/A 组元的分解和马氏体、贝氏体板条合金元素脱溶,使得基体和硬质相在外力作用下的变形行为更加协调,且这种协调性对延伸率的提高也有一定的积极影响(见表 3)。另外 M/A 组元分解、亚结构板条边界模糊化、位错的攀移纠结都对冲击裂纹的扩展都有一定的阻碍作用。

在 860℃两相区淬火过程中,由图 2 的 EBSD 分析表明,管件钢有非常明显的晶粒细化现象,大角晶界密度显著增大。加热温度在两相区之间,组织由奥氏体和铁素体两相组成。由于加热温度不高,第一次淬火时,组织中产生了密度很大的位错等缺

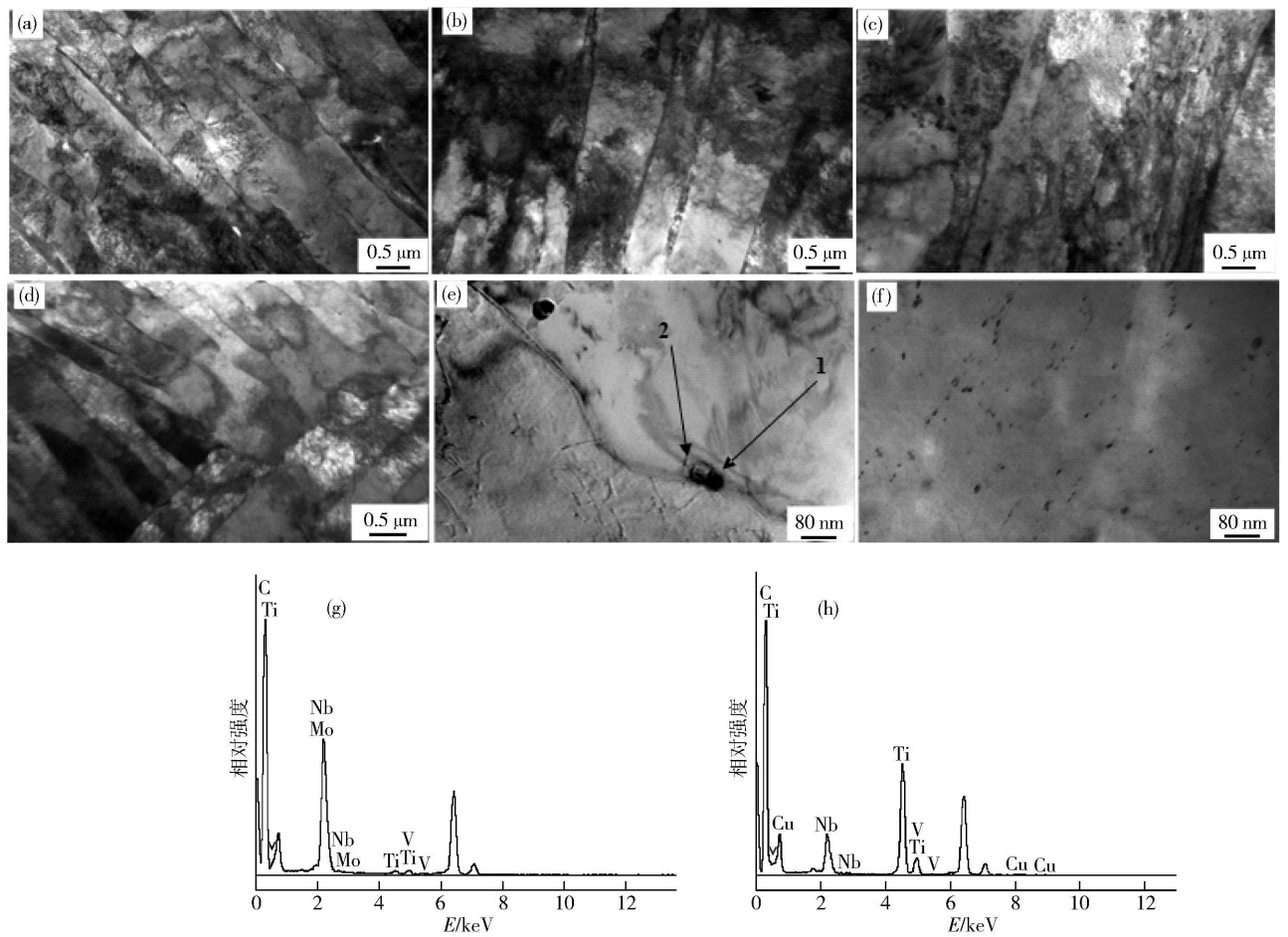


图 3 各实验钢 TEM组织及能谱图。(a)、(e) 930℃淬火组织；(b) 930℃淬火 + 580℃回火组织；(c) 930℃淬火 + 680℃回火组织；(d)、(f) 930℃淬火 + 860℃淬火 + 630℃回火组织；(g)、(h) 930℃淬火态能谱

Fig 3 TEM microstructures and energy spectra of the test steel: (a), (e) quenching at 930℃; (b) quenching at 930℃ and tempering at 580℃; (c) quenching at 930℃ and tempering at 680℃; (d), (f) quenching at 930℃, quenching at 860℃ and tempering at 630℃; (g), (h) energy spectra after quenching at 930℃

陷处，奥氏体优先在此生成，得到多而细小的奥氏体晶粒。在随后的冷却过程中，细小奥氏体中大量的缺陷导致马氏体在此缺陷处快速形成分割原始奥氏体晶粒，大大细化晶粒；组织中的铁素体在随后的冷却过程中依然保持下来，最后冷却得到了细小的铁素体和马氏体等复合组织，在随后的回火过程中，如图 3 (d) 中可以发现钝化的板条束相互交割，可以起到很好的分割原奥氏体、细化晶粒和阻碍裂纹扩张的作用，极大地提高管件的综合力学性能^[10-12]。6[#]钢二次淬火区为 910℃时，加热温度偏高，导致完全奥氏体化，在冷却过程中，组织细化效果不如图 1 (e)，导致回火后其冲击性能低于 5[#]钢 (860℃两相区淬火)。

综上所述，930℃淬火 + 860℃淬火 + 630℃回火工艺制度下，实验钢有很好的综合力学性能，能满足 X80 管件钢对高韧性的使用要求。

4 结论

(1) 一次淬火后，随着回火温度升高，实验钢屈服强度先升高后降低，抗拉强度持续下降。一次 930℃淬火 + 860℃两相区淬火 + 630℃回火后，实验钢具有最佳综合力学性能。

(2) 回火后 M/A 组元发生分解，回火温度越高，分解越彻底。回火前，析出粒子主要是尺寸为 60 nm 左右含 Mn 的复合析出物 (Ti Mn Nb) (C)；回火后，出现大量尺寸在 15 nm 以下的析出粒子。

(3) M/A 组元分解、马氏体板条中 C 脱溶和板条的宽化是抗拉强度降低的主要原因，而大量 15 nm 以下析出粒子是屈服强度上升的重要因素，组织晶粒的大幅细化、大角晶界密度显著增大是低温冲击韧性提高的决定因素。

参 考 文 献

- [1] Kong J H, Guo B, Nie B Y, et al. Research and development of high strength pipeline steel X80. *Mater Rev*, 2004, 18(4): 23
(孔君华, 郭斌, 聂斌英, 等. 高钢级管线钢 X80 的研制与发展. *材料导报*, 2004, 18(4): 23)
- [2] Li H L, Ji L K, Tian W. High grade line pipe and high pressure transportation: significant progress of oil & gas transportation pipeline technology in China. *Eng Sci*, 2010, 12(5): 84
(李鹤林, 吉玲康, 田伟. 高钢级钢管和高压输送: 我国油气输送管道的重大技术进步. *中国工程科学*, 2010, 12(5): 84)
- [3] Qi A H. The development situation and problem analysis of our gas pipeline transport. *Int Pet Econ*, 2009(12): 57
(戚爱华. 我国油气管道运输发展现状及问题分析. *国际石油经济*, 2009(12): 57)
- [4] Kang Y L, Chen Q J, Wang K L, et al. Study on heat treatment process of the 700MPa grade low carbon bainitic steel. *Trans Mater Heat Treat*, 2005, 26(3): 96
(康永林, 陈庆军, 王克鲁, 等. 700MPa 级低碳贝氏体钢的热处理工艺研究. *材料热处理学报*, 2005, 26(3): 96)
- [5] Wu H B, Yang S W, Shang C J, et al. Thermo stability of fine non-equilibrium microstructure in low carbon steel. *J Univ Sci Technol Beijing*, 2003, 25(5): 419
(武会宾, 杨善武, 尚成嘉, 等. 低碳钢中微细非平衡组织的热稳定性. *北京科技大学学报*, 2003, 25(5): 419)
- [6] Lü H Q, Yang S W, Zhang R, et al. Effect of content of carbon and nitrogen on thermal stability of bainite in microalloyed steels. *Trans Mater Heat Treat*, 2010, 31(3): 52
(吕海青, 杨善武, 张瑞, 等. 碳氮含量对微合金钢中贝氏体热稳定性的影响. *材料热处理学报*, 2010, 31(3): 52)
- [7] Fujiwara K, Okaguchi S, Ohnishi H. Effect of hot deformation on bainite structure in low carbon steels. *ISIJ Int*, 1995, 35: 1006
- [8] Li H L, Guo S W, Feng Y R. Microstructure Analysis and Atlas Identification of High-strength Low-alloy Pipeline Steel. Beijing: Petroleum Industry Press, 2001
(李鹤林, 郭生武, 冯耀荣. 高强度微合金管线钢显微组织分析与鉴别图谱. 北京: 石油工业出版社, 2001)
- [9] Wu H B, Yu W, Tang D. Effect of hot charge temperature on carbonitride precipitation behavior of X80 pipeline steel. *Heat Treat Met*, 2008, 33(3): 9
(武会宾, 余伟, 唐荻. 热装温度对 X80 管线钢内碳氮化物析出行为的影响. *金属热处理*, 2008, 33(3): 9)
- [10] Shibata K, Asakura K. Transformation behavior and microstructure in ultra-low carbon steels. *ISIJ Int*, 1995, 35: 982
- [11] Wang X M, Shang C J, Yang S W, et al. RPC processing to refine bainite. *Acta Metall Sin*, 2002, 38(6): 661
(王学敏, 尚成嘉, 杨善武, 等. 组织细化的控制相变技术机理研究. *金属学报*, 2002, 38(6): 661)
- [12] Gao K, Wang L D, Zhu M, et al. Refinement of grain and enhancement of impact toughness for low alloying ultra-high strength bainite steels. *Acta Metall Sin*, 2007, 43(3): 315
(高宽, 王六定, 朱明, 等. 低合金超高强度贝氏体钢的晶粒细化与韧性提高. *金属学报*, 2007, 43(3): 315)