

# 铌对 X80 管线钢显微组织的影响

戴亮亮, 朱承龙, 顾 晔, 张继明

(江苏省沙钢钢铁研究院, 江苏 张家港 215625)

**摘 要:** 利用金相和透射电镜等分析手段对不同 Nb 含量的高强度 X80 管线钢的显微组织进行了分析, 并利用萃取复型方法重点研究了两种钢中二次相粒子的析出行为。研究表明, 低铌管线钢的显微组织主要由粒状贝氏体、板条贝氏体及少量 M-A 岛组成, 而高铌管线钢中的主要组织为针状铁素体和 M-A 组元。析出相萃取复型分析结果表明, 低铌管线钢中主要析出相为方形 TiN 粒子, 而高铌钢中的析出相粒子主要由大尺寸的 (Nb, Ti) C 复合型粒子及大量弥散分布的小尺寸 NbC 组成。

**关键词:** 管线钢; 铌; 显微组织; 下贝氏体; 针状铁素体; 析出相

**中图分类号:** TF841.6, TF76

**文献标志码:** A

**文章编号:** 1004-7638(2019)04-0132-06

**DOI:** 10.7513/j.issn.1004-7638.2019.04.025

**开放科学(资源服务)标识码(OSID):**



听语音  
与作者互动  
聊科研

## Effect of Niobium on Microstructure of X80 Grade Pipe Line Steel

Dai Liangliang, Zhu Chenglong, Gu Ye, Zhang Jiming

(Institute of Research of Iron and Steel, Sha Steel, Zhangjiagang 215625, Jiangsu, China)

**Abstract:** Microstructure of high strength X80 pipeline steels which contain different Nb contents was investigated using optical microscopy and transmission electron microscopy. Second phase particles were analyzed by extraction replica method. Results show that microstructure of low Nb content steel comprises granular bainite and Lath-like bainite, and a few of martensite-austenite (M-A) islands. However, microstructure is consisted of fine acicular ferrite and M-A islands in high Nb content steel. Precipitates in low Nb pipeline steel are large scale cubic TiN particles, however, precipitates of high Nb pipelines steel are mainly the large size duplex type (Nb, Ti) C and fine NbC precipitates.

**Key words:** pipeline steel, Nb, microstructure, low bainite, acicular ferrite, precipitate

## 0 引言

近年来,随着石油天然气生产和消费的迅猛增长,带动了油气管线的快速发展。目前,全世界正在使用的油气管道的总长度约有 230 万 km,其强度级别也由最初的 X42 等发展到现在的 X80 等高级别。世界资源和能源的消耗增大造成能源和资源紧张,因此节省资源和循环利用是 21 世纪的主题。开发

高强度管线用钢不仅可以节省运输过程中的生产成本,提高效率,而且可以节省资源,减少运输过程中的能源消耗。20 世纪 70 年代初 Transcanda 首次铺设了 X70 级的管线<sup>[1]</sup>,随后在 1985 年德国 Mannesmann 公司研制成功了 X80 级管线钢,并铺设了 3.2 km 的试验管道<sup>[2]</sup>,目前世界上超过 560 km 的 X80 级管线在使用。世界大型钢铁集团和制管企业正在积极研发 X100、X120 等更高级别的管线钢<sup>[3-6]</sup>。

收稿日期: 2018-12-03

作者简介: 张继明(1977—),男,工学博士,高级工程师,通讯作者,主要从事管线钢力学行为和显微组织表征研究。E-mail: jiming\_zhang@126.com。

管线钢强度不断提高,其成分设计和显微结构也在不断的演化,以满足其高强度高韧性的需要。20 世纪 60 年代以前,管线钢的基本组织形态为铁素体和珠光体(X52 级以下),基本成分是 C-Mn,一般用热轧和正火热处理<sup>[7]</sup>。后来出现了 X60 和 X65 为代表的少珠光体钢。少珠光体钢含碳量一般小于 0.1%,Nb、V、Ti 的总量小于 0.1%。这类钢突破了传统铁素体—珠光体钢热轧正火的生产工艺,进入了微合金化钢控制的生产阶段<sup>[8-9]</sup>。X70 管线钢的典型成分为 0.2% C、1.55% Mn、0.12% V、0.03% Nb 和 0.02% N,采用控制轧制的目的主要是为了细化铁素体晶粒。X70 至 X80 管线钢在降低碳含量的同时,通过添加合金元素以获得高强度高韧性,同时提高了抗腐蚀性能。X70 管线钢的显微组织是在多边形铁素体的基体上分布着少量贝氏体或岛状马氏体,或者为针状铁素体加多边形铁素体及少量的岛状马氏体—奥氏体(M-A) 组元<sup>[10-13]</sup>。X80 管线钢的典型组织为针状铁素体或低碳贝氏体<sup>[14-17]</sup>。X80 在成分设计上以低碳的 Mn-Nb-Ti 或 Mn-Nb-V 为主,适量添加 Nb、Mo、Cu 等合金元素以强化基体,保证获得针状铁素体或低碳贝氏体组织<sup>[18]</sup>。

低碳微合金管线钢中的铁素体因加工工艺不同和化学成分差异而具有多种形式,等轴多边形铁素体一般在缓慢冷却条件下形成,转变温度较高,形貌特征为在等轴晶内位错密度低,无亚结构。魏氏组织铁素体,具有较粗的板条和片状形貌,形成温度低于多边形铁素体,晶内无亚结构。通过块状转变形成的块状铁素体的晶粒边界不规则,内部位错密度较高,晶内有亚结构。粒状贝氏体的主要特征为在等轴或条状铁素体基体上分布有等轴状 M-A 小岛。针状铁素体又称为贝氏体铁素体,在组织中成簇出现,构成板条束,每个板条束有若干个平行板条组成,板条间为小角度晶界,板条束间为大角度晶界。

铁素体基体上有很高的位错密度。管线钢的显微结构特征决定其力学性能和使用性能,开展其显微组织结构的研究分析,对其研发具有重要的作用。

## 1 试验材料与试验方法

试验材料为不同成分的 X80 级管线钢,利用 240 t 转炉进行钢水冶炼,经过 LF、VD 等炉外精炼工艺处理以降低 S、P 等有害元素含量,然后浇注成 240 mm 厚连铸坯。在步进式热处理炉中把连铸坯加热到 1 200 ℃,保温 4.5 h 后在 5000 m 宽轧机上进行轧制。粗轧开轧温度约 1 150 ℃,精轧开轧温度约 950 ℃,终轧温度控制在 830 ℃ 以上,轧成 25.6 mm 厚的钢板,轧后采用 ACC 快速冷却,冷却速度控制在 18~22 ℃/s,终冷温度控制在 420 ℃ 左右。两种管线钢的主要化学成分见表 1,化学成分的差别主要是 Nb 含量不同,一种为含 0.025% Nb 的低铌成分设计,而另一种为含 0.10% Nb 的高铌成分设计,目的是考察 Nb 含量对钢显微组织和析出相的影响。

利用切割机从钢板上切下试样,一部分试样经机械研磨抛光处理后,利用 4% 硝酸酒精腐蚀,然后在 Zeiss 金相显微镜上观察金相组织。金相组织观察后,进行表面喷碳处理,然后把碳膜划成约 3 mm×3 mm 的方块,放入 10% 的硝酸酒精溶液中侵蚀,待碳膜脱离基体后,用铜网捞出,冲洗干净后晾干,利用 JEOL2100F 场发射透射电子显微镜(TEM) 进行析出相观察。另一部分试样利用 Struers 公司精密切割机切下约 0.3 mm 厚的薄片,然后利用金相砂纸进行机械研磨减薄,当研磨至约 0.80 μm 厚度时,利用透射电镜冲样机冲下薄膜样品,利用 Struers 电解双喷设备进行最终减薄处理,电解电压 16 V,冲洗干净后放入 TEM 进行显微结构观察。

表 1 两种管线钢的主要化学成分

Table 1 Chemical compositions of two pipeline steels

%

| 钢种  | C    | Mn   | Si   | Nb    | Ti    | Cr+Mo+Ni | P     | S     | N       | O       |
|-----|------|------|------|-------|-------|----------|-------|-------|---------|---------|
| 低铌钢 | 0.06 | 1.80 | 0.28 | 0.025 | 0.035 | ≤0.60    | 0.012 | 0.002 | 0.004 1 | 0.003 5 |
| 高铌钢 | 0.05 | 1.81 | 0.27 | 0.10  | 0.035 | ≤0.60    | 0.010 | 0.002 | 0.003 7 | 0.003 8 |

## 2 试验结果与分析

### 2.1 金相组织观察

图 1 为两种钢的金相组织形貌照片,可以看出,低

铌钢显微组织主要为粒状贝氏体和板条状贝氏体,而高铌钢显微组织主要为针状铁素体,晶粒非常细小,晶粒尺寸在 13 级以上。粒状贝氏体内岛状物(M-A 岛)形态与分布对其力学性能有重要的影响,由图 1a 可以

看出,低铌钢粒状贝氏体碳化物弥散分布,并且尺寸较小,而板条状贝氏体能够提高钢的强度,但会使韧性降低。针状铁素体组织内往往具有较高的位错密度,高

密度位错对基体起到很好的强化作用,针状铁素体取向分布随机排列,使其具有较高的止裂性能。另外针状铁素体能够很好的抑制焊接热影响区晶粒粗化。

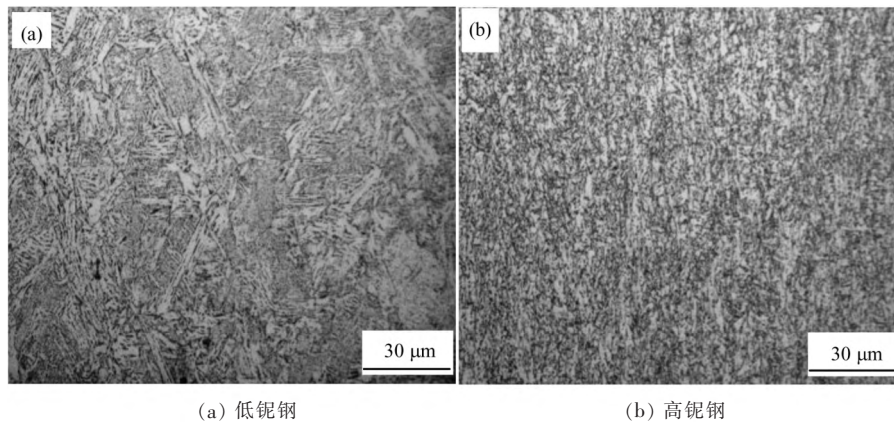
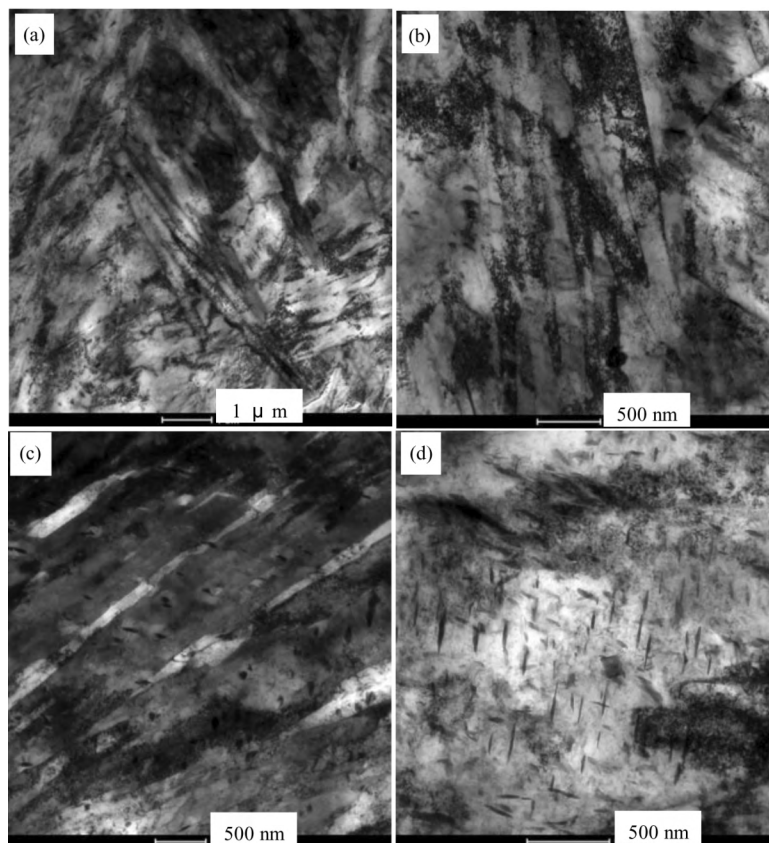


图 1 两种钢的金相组织照片  
Fig.1 Optical microstructure of two pipeline steels

## 2.2 显微结构 TEM 观察

图 2 为低铌钢微观结构的 TEM 形貌,低倍形貌以板条贝氏体为主,贝氏体板条束之间呈不同取向,

板条束之间为大角度晶界,贝氏体板条界面处存在高密度位错(图 2b),在贝氏体板条与铁素体亚结构上分布有大量的碳化物(见图 2a 和 b)。



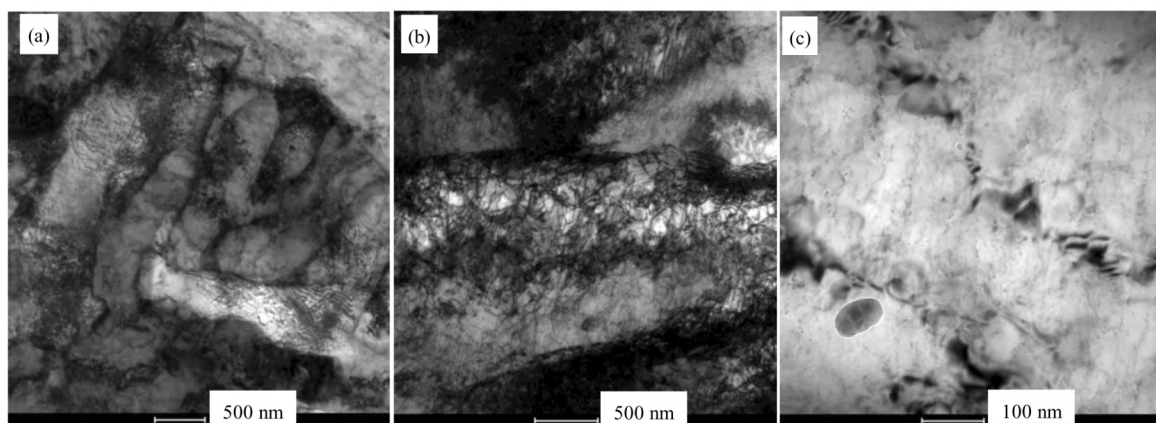
(a) 和 (b) 板条贝氏体形貌, (c) 和 (d) 板条贝氏体中碳化物

图 2 低铌钢微观组织的 TEM 形貌  
Fig.2 TEM microstructure of low Nb pipeline steel

对板条贝氏体进行局部放大,以观察贝氏体板条形貌和碳化物特征,可以看到碳化物有两种类型,一类碳化物颗粒呈长椭圆形弥散分布在板条贝氏体基体上,碳化物颗粒尺寸比较均匀,并且其长轴方向与贝氏体板条长度方向形成大约  $55^{\circ} \sim 60^{\circ}$  夹角,这种碳化物为  $\theta$  型渗碳体,见图 2c。另一类碳化物为细小针状形貌,大部分针状碳化物取向一致,这种细针状碳化物也是渗碳体,属于不稳定  $\varepsilon$  型碳化物,渗碳体最终要转化为稳定的  $\theta$  渗碳体,同时在板条内还观察到方形的  $\text{Ti}(\text{C}, \text{N})$  粒

子,见图 2d。

图 3 为高铌钢显微结构 TEM 形貌,可以看出,针状铁素体是主要的显微结构,针状铁素体排列不像板条贝氏体那么规则,形成板条束,而是取向比较杂乱,并且针状铁素体长度较短。针状铁素体组织特点之一是其高密度位错,其位错密度明显要高于板条贝氏体位错密度,见图 3a 和 b。对针状铁素体局部放大观察,发现在铁素体基体上弥散分布有大量的碳化物,碳化物尺度大小不等,但大部分在十几个纳米范围,如图 3c。



(a) 和 (b) 贝氏体板条和高密度位错, (c) 析出相

图 3 高铌钢显微组织的 TEM 观察

Fig.3 TEM microstructure of high Nb pipeline steel

### 2.3 析出相粒子观察

图 4 为利用萃取复型方法观察低铌钢中析出相 TEM 形貌,可以看出低铌钢中的析出相主要为方形粒子,尺寸范围在  $30 \sim 200 \text{ nm}$ ,这些析出相粒子弥散分布。通过典型粒子的放大发现,这些粒子基本都是规则的长方体或正方体结构,并且在立体结构内部可以观察到黑色无规则颗粒,利用 TEM 的能谱分析对其典型粒子的化学成分进行了分析,能谱显示其主要化学成分为 Ti,另外还含有少量的 Nb 以及 N、C,表明方形粒子主要是  $\text{TiN}$  以及少量的  $\text{NbC}$  的复合型析出相,形貌中观察到的内部不规则黑色颗粒很可能就是含 Nb 的碳氮化物。对典型方形粒子的选区电子衍射花样进行了标定,配合能谱分析结果,方形  $\text{TiN}$  粒子为面心立方结构,晶格常数  $a$  为  $0.43 \text{ nm}$ ,电子衍射花样的晶带轴为  $[001]$  方向。

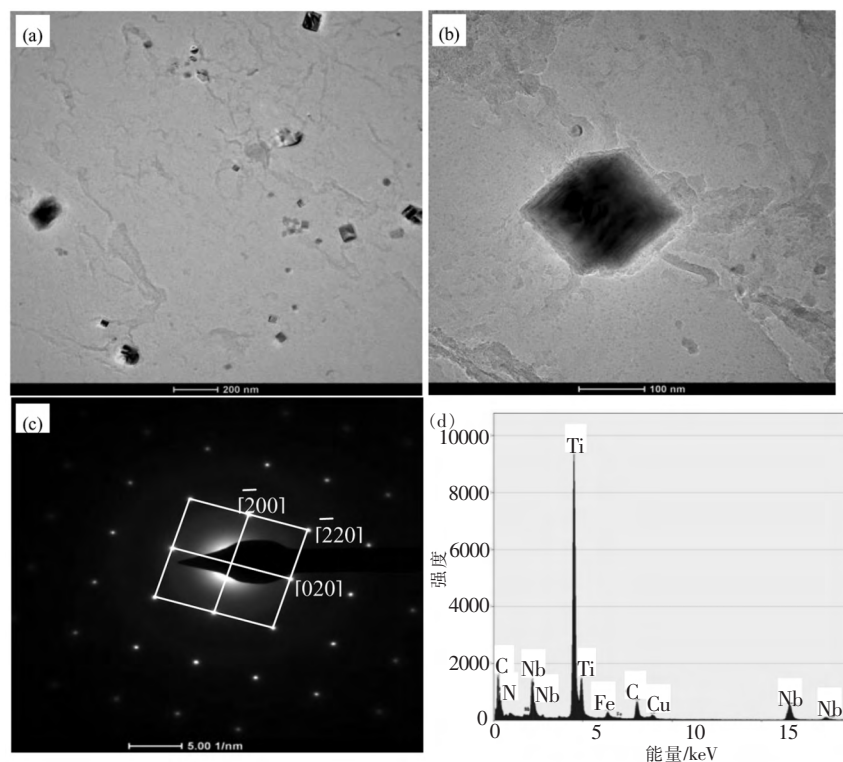
图 5 为高铌钢萃取复型的析出相粒子形貌及成分分析,高铌中的二次相粒子基本上没有规则的外形,通过放大发现,其二次相粒子主要为复合型析

出,能谱分析表明有方形形貌的复合粒子化学成分主要以 Ti、Nb 元素为主,而球形或不规则形貌的粒子成分主要为 Nb 元素,此外还含有少量的 Ti。高 Nb 钢中的析出相粒子尺寸上主要有两类,大尺寸的粒子在  $200 \text{ nm}$  左右,而大量弥散分布的小尺寸球形粒子尺寸仅有十几个纳米,主要为高 Nb 含量的析出相。

就第二相粒子析出情况而言,高铌钢析出情况较为理想,能够产生良好的细晶强化和弥散强化作用。而低铌钢的析出控制不太理想,尺寸较大,这对钢的性能和微合金元素尤其是铌的充分利用都带来不利影响。

上述两种不同成分高强钢的显微结构分析表明,低铌钢主要显微结构为粒状贝氏体和板条状贝氏体,通过透射电镜分析,其中的板条贝氏体为典型的下贝氏体组织,在粒状贝氏体晶粒的亚结构中存在尺度不等的 M-A 组元, M-A 岛形貌和尺寸差别较大, M-A 岛被内部孪晶马氏体、板条马氏体以及残余奥氏体亚结构分割成不同的单元。

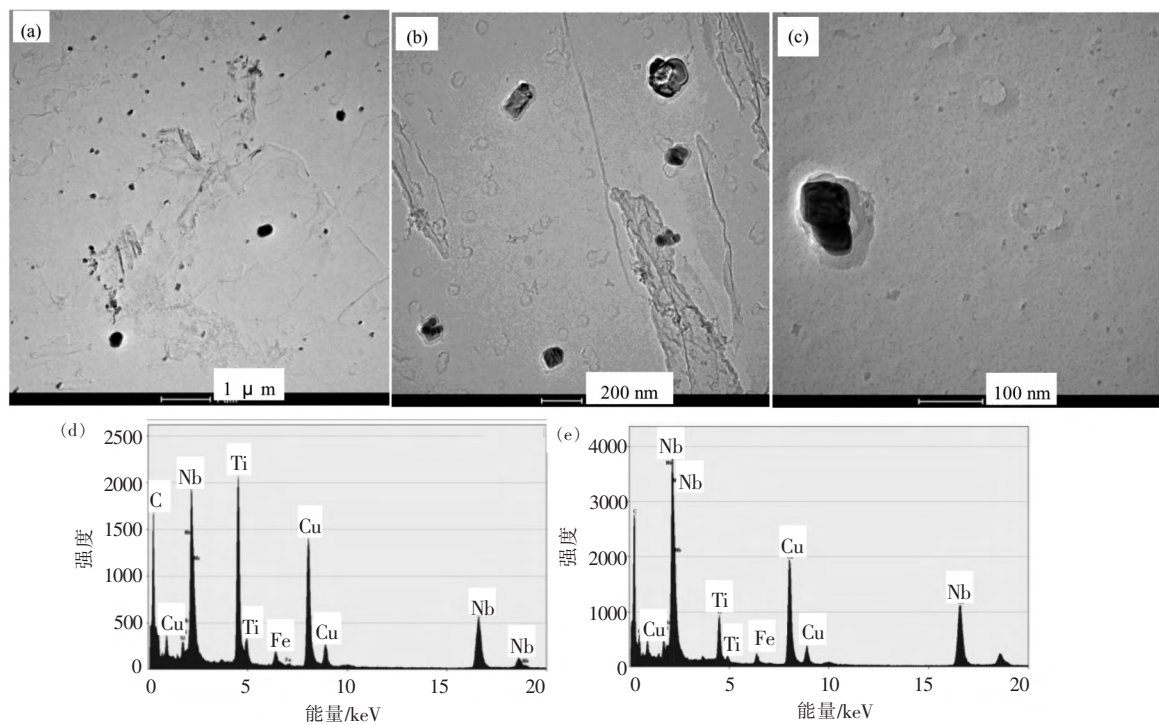




(a)析出相分布；(b)典型 TiNb 粒子；(c)TiNb 析出相选区电子衍射花样；(d)粒子的成分能谱分析

图4 低铌管线钢的析出相萃取复型分析

Fig.4 Precipitates of low Nb pipeline steel using extraction-replica method



(a)析出相分布，(b)典型析出相形貌，(c)纳米级析出相，(d) (e)析出相 EDS 分析

图5 高铌管线钢的析出相萃取复型分析

Fig.5 Precipitates of high Nb pipeline steel using extraction-replica method

其组织中的析出相除了大量由规则排列的和渗碳体外,还存在弥散分布的方形 Ti 粒子。而高铌钢中的显微组织与低铌明显不同,其组织主要为针状铁素体,在针状铁素体内部存在高密度位错亚结构和大量弥散析出的 NbC、TiC 析出相。大量析出的含量 Nb 细小粒子,能够抑制高铌钢晶粒的长大,使其金相组织非常细小,能够显著提高高铌钢的韧性。

### 3 结论

#### 1) 低铌管线钢的显微组织主要由粒状贝氏体

和下贝氏体组成,含有少量的 M-A 组织。而高铌管线钢组织主要为针状铁素体和少量 M-A 组织,针状铁素体晶粒细小,达到 13 级以上。

2) 二次相粒子分析表明,低铌管线钢中析出相主要为方形 TiN 粒子,尺寸较大,且含 Nb 析出相较少。而高铌管线钢中析出相主要有两种,大尺寸粒子主要以复合型析出为主,化学成分为 (Nb,Ti)C,小尺寸粒子主要是 NbC 颗粒。

### 参考文献

- [1] Alan G. Application of grade 550 and grade 690 in arctic climates [J] // Pipe Dreamer's Conference. Yokohama, 2002: 33-52.
- [2] Hillenbrand H G, Kalwa C. Production and service behavior of high-strength large diameter pipe [J]. Pipes and Pipelines International, 2002, 46( 6) : 20-28.
- [3] Zhang J M, Huo C Y, Ma Q R, et al. NbC-TiN co-precipitation behavior and mechanical properties of X90 pipeline steels by critical-temperature rolling process [J]. International Journal of Pressure Vessels and Piping, 2018, 165: 29-33.
- [4] Zhang Jiming, Sun Weihua, Sun Hao. Mechanical properties and microstructure of X120 grade high strength pipeline steel [J]. Journal of Iron and Steel Research International, 2010, 17( 10) : 63-68.
- [5] Zhang J M, Chi Q, Ji L K, et al. Microstructures and mechanical properties of twinning M/A islands in a X100 High Strength Pipeline Steel [J]. Materials Science Forum, 2019, 896: 182-189.
- [6] Zhang Jiming, Chi Qiang, Chen Hongyuan, et al. Influence of thermal aging on microstructure and mechanical behavior of X100 high deformability line pipe [J]. World Scientific, 2016: 524-531.
- [7] Venegas V, Caley F, Gonzalez J L, et al. EBSD study of hydrogen-induced cracking in API-5L-X46 pipeline steel [J]. Scripta Materialia, 2005, 52( 2) : 147-152.
- [8] Liu Lebo, Zhang Hongmei, Wang Hongjuan, et al. Effect of controlled rolling on microstructure refinement of pipeline steel X65 [J]. Material & Heat Treatment, 2007, 36( 16) : 1-6.  
(刘勒博, 张红梅, 汪红娟, 等. 控制轧制对管线钢 X65 组织细化的影响 [J]. 热加工工艺, 2007, 36( 16) : 1-6.)
- [9] Peng Haihong, Luan Yuwu, Huang Wei, et al. Study on continuous cooling transformation behaviour of X65 pipeline steel [J]. Wide & Heavy Plate, 2007, 13( 1) : 36-38.  
(彭海红, 栾玉武, 黄伟, 等. X65 管线钢连续冷却相变行为的研究 [J]. 宽厚板, 2007, 13( 1) : 36-38.)
- [10] Zhao Z P, Wang Z M, Zhang H M, et al. Effect of deformation and cooling rate on the transformation behavior and microstructure of X70 steels [J]. Journal of University of Science and Technology Beijing, 2007, 14( 5) : 410-413.
- [11] Yu H, Sun Y, Chen Q X, et al. Precipitation behaviors of X70 acicular ferrite pipeline steel [J]. Journal of University of Science and Technology Beijing, 2006, 13( 6) : 523-527.
- [12] Shin S Y, Hwang B C, Kim S, et al. Fracture toughness analysis in transition temperature region of API X70 pipeline steel [J]. Materials Science and Engineering A, 2006, 429: 196-204.
- [13] Wang C M, Wu X F, Liu J, et al. Transmission electron microscopy of martensite/austenite islands in pipeline steel X70 [J]. Materials Science and Engineering A, 2006, 438-440: 267-271.
- [14] Shanmugam S, Misra R D K, Hartmann J, et al. Microstructure of high strength niobium-containing pipeline steel [J]. Materials Science and Engineering A, 2006, 441: 215-229.
- [15] Shanmugam S, Ramisetty N K, Misra R D K, et al. Microstructure and high strength-toughness combination of a new 700 MPa Nb-microalloyed pipeline steel [J]. Materials Science and Engineering A, 2008, 478: 26-37.
- [16] Reip C P, Shanmugam S, Misra R D K. High strength microalloyed C-Mn (V-Nb-Ti) and C-Mn (V-Nb) pipeline steels processed through CSP thin slab technology: microstructure, precipitation and mechanical properties [J]. Materials Science and Engineering A, 2006, 424: 307-317.
- [17] Zhong Y, Xiao F R, Zhang J W, et al. In-situ TEM study of the effect of M/A films at grain boundaries on crack propagation in an ultra-fine acicular ferrite pipeline steel [J]. Acta Materialia, 2006, 54( 2) : 435-443.
- [18] Gao Huilin, Dong Yuhua, Zhou Haobin. Development of pipeline steels [J]. Welding Pipes, 1999, 22( 3) : 4-8.  
(高惠临, 董玉华, 周好斌. 管线钢的发展趋势与展望 [J]. 焊管, 1999, 22( 3) : 4-8.)

编辑 张继东