

doi: 10.12068/j.issn.1005-3026.2018.01.011

P91 厚壁钢管混晶组织分析

宁方坤<sup>1</sup>, 贾伟涛<sup>1</sup>, 朱伏先<sup>2</sup>, 王 平<sup>1</sup>

(1. 东北大学 材料电磁过程研究教育部重点实验室, 辽宁 沈阳 110819;  
2. 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)

**摘 要:** P91 厚壁钢管经金相检验时出现混晶现象, 导致钢管的高温性能降低. 对钢管热处理工艺、坯料种类和热轧过程中组织变化进行分析, 结果表明: P91 锻坯和连铸坯的种类不同并不会导致组织差异; 钢管热轧后出现明显的混晶组织, 仅通过传统正火 + 回火热处理工艺不能得到最优组织形态. 将钢管的非平衡组织先转变为平衡组织, 然后进行合理的热处理可有效优化组织均匀性; 在同样的热轧工艺参数下, 毛管中未出现混晶, 而荒管中晶粒却发生了异常长大, 则皮尔格轧制阶段为混晶的萌生阶段和改善组织均匀性的重要阶段.

**关 键 词:** P91 厚壁钢管; 混晶; 热处理; 平衡组织; 皮尔格轧制

中图分类号: TG 142.1      文献标志码: A      文章编号: 1005-3026(2018)01-0050-06

Analysis of Mixed-Grain Microstructure of P91 Thick-Walled Steel Pipes

NING Fang-kun<sup>1</sup>, JIA Wei-tao<sup>1</sup>, ZHU Fu-xian<sup>2</sup>, WANG Ping<sup>1</sup>

(1. Key Laboratory of Electromagnetic Processing of Materials, Ministry of Education, Northeastern University, Shenyang 110819, China; 2. State Key Laboratory of Rolling and Automation, Northeastern University, Shenyang 110819, China. Corresponding author: WANG Ping, professor, E-mail: wping@epm.neu.edu.cn)

**Abstract:** A mixed-grain phenomenon was observed in the P91 thick-walled steel pipes, which would reduce the high-temperature properties of the pipes. Heat treatment process, the category of ingot and the microstructural evolution during hot rolling were analyzed. The results indicated that the difference of the categories for the P91 forging ingot and continuous casting ingot did not lead to microstructure difference. The pipes appeared obvious mixed-grain microstructure after hot rolling and the optimal microstructure could not be achieved only through the conventional normalizing and tempering treatment. The pipes' microstructure uniformity can be optimized effectively by transforming from non-equilibrium microstructure to equilibrium one and rational heat treating process. The mixed-grain microstructure was not discovered in the steel pipes under the hot rolling process with the same processing parameters. However, abnormal grains growth was observed in the pipes after Pilger rolling. Therefore, the Pilger rolling process was the stage of mixed-grain initiation and improvement of microstructure uniformity.

**Key words:** P91 thick-walled steel pipes; mixed-grain; heat treatment; equilibrium microstructure; Pilger rolling

P91 耐热钢(10Cr9Mo1VNb)是目前世界上广泛使用的马氏体型耐热钢,是制造热电厂临界机组中金属壁温度不超过 600 ℃ 的过热器集箱、再热器集箱以及主蒸汽管道、再热蒸汽管道的首选材料<sup>[1]</sup>. 由于长期使用在高温环境中,需要具

有良好的抗热应力疲劳失效性能和抗高温蠕变性能,而钢管组织粗大、晶粒不均匀会使得钢管的以上性能大大减弱.

在 P91 钢管生产过程中保温时间过长会引起混晶<sup>[2-3]</sup>. 在正火冷却过程中,在原奥氏体晶界附

近析出先共析铁素体,随着冷却的进行,过冷奥氏体转变为粒状贝氏体,其一般容易在粗大的奥氏体晶粒中形成,保温时间越长,奥氏体越粗,粒状贝氏体团越大. 部分再结晶区轧制也会产生混晶<sup>[4]</sup>,热轧过程中的动态再结晶行为是影响热变形晶粒的重要因素,动态再结晶的晶粒中存在着位错变形胞,比静态再结晶晶粒要细的多,这是热加工造成混晶的重要原因之一.

某钢管公司生产的 P91 厚壁钢管复验时其显微组织不合格,粗晶 1 级,细晶 8 级. 在对供用户使用的所有钢管进行的金相检验中,发现有大批钢管存在着混晶现象. 本文针对产品出现的混晶现象,着眼于解决实际问题,兼顾经济效益与生产效率,提出消除混晶的办法.

## 1 实验材料及方法

选用某厂皮尔格轧制生产的 P91 钢管,该钢管出现了混晶组织,其主要化学成分(质量分数,%)为 C 0. 10, Cr 8. 92, Mo 0. 95, Si 0. 32, Mn 0. 45, V 0. 21, Nb0. 08, 余量为铁. 从出现混晶组织的母

体上取条形试样(如图 1 所示)进行热处理实验,采用一系列的正火与回火工艺,观察金相组织,看是否消除了混晶,并把适宜的实验工艺推广到工厂台式炉. 同时为了排除坯料种类对实验结果的影响,特此做了锻坯与连铸坯的对比实验. 最后对比分析穿孔跟皮尔格轧制两个变形过程的组织,确定出现混晶的工艺阶段.

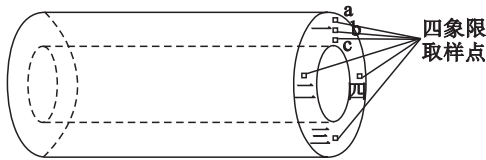


图 1 P91 钢管取样示意图  
Fig. 1 Schematic of simpling from P91 pipe

## 2 实验结果及讨论

### 2. 1 热处理工艺对 P91 钢管组织的影响

观察热处理后试样的金相组织,从图 2 中可以发现,正火温度对 P91 钢的显微组织影响不大,试样均是回火马氏体组织,晶粒均匀,没有出现混晶.

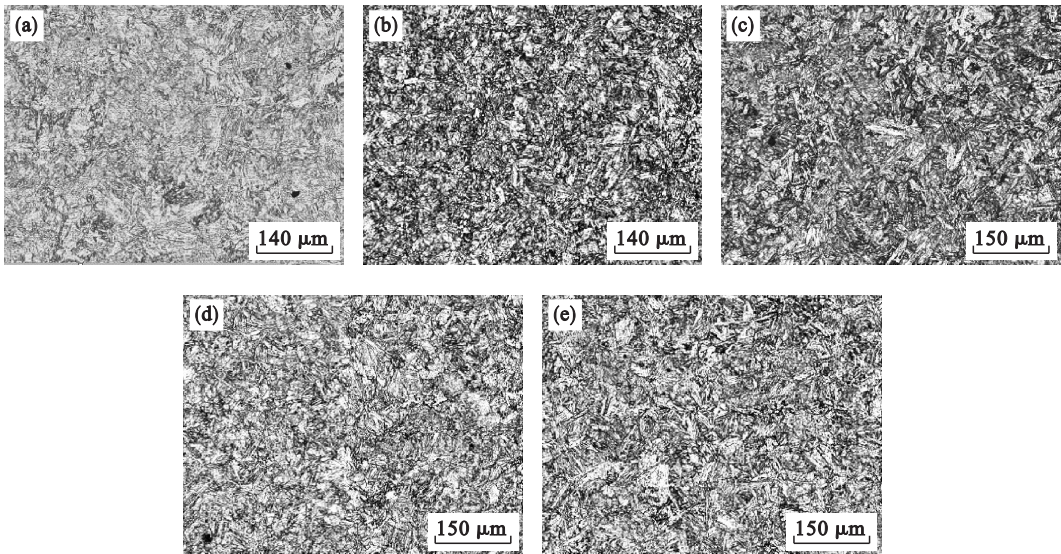


图 2 不同正火温度下的 P91 钢管试样的金相组织  
Fig. 2 Microstructure of P91 pipe specimens after normalizing with different temperature

(a)—1 010 ℃正火,保温 30 min,760 ℃回火,保温 60 min; (b)—1 030 ℃正火,保温 30 min,760 ℃回火,保温 60 min; (c)—1 050 ℃,保温 30 min,760 ℃回火,保温 60 min; (d)—1 070 ℃正火,保温 30 min,760 ℃回火,保温 60 min; (e)—1 090 ℃正火,保温 30 min,760 ℃回火,保温 60 min.

根据 P91 钢含碳量可以确定为亚共析钢,一般选用的正火温度为  $A_{c3} + (30 \sim 50) \text{ }^{\circ}\text{C}$ . 在加热速率快的情况下,工件温差大,容易出现加热不足. 另外,加热速率快,起始晶粒细,也容许采用较高加热温度. 同时,为了使合金元素溶入奥氏体中,更好发挥合金元素的作用,将 P91 钢的正火温

度设定为 1 050 ℃左右. 如果温度太低(低于 1 000 ℃),会导致大量合金元素不能溶入奥氏体中,使钢的淬透性降低;同时耗时太长,不但造成很大的能源浪费,而且增加了 P91 钢的氧化和脱碳倾向,同时会有 Cr 的复型碳化物(如  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$ ,  $(\text{Fe}, \text{Cr})_{23}\text{C}_6$  等)沿晶界析出或造成杂质元素 P,



S 的偏聚,使材料发生晶间腐蚀,对后续使用造成的影响比较大.若温度选择太高(超过1 100 ℃),则在高温下晶界具有流体性质,容易导致晶粒快速长大而造成晶粒粗化,使钢的力学性能下降<sup>[5]</sup>.

P91 钢正火后获得的组织不能直接使用,需要进行回火,以降低脆性,提高塑性和韧性,获得强韧性的配合后才能实际使用.材料经不同温度回火后,组织性能不同.P91 钢常在 600 ℃左右服役,通常情况下,材料的最终热处理温度要高于服役温度 100 ℃以上,故选择 760 ℃的高温回火<sup>[6]</sup>.

通过不同温度(1 010 ~ 1 090 ℃)正火及回火的 P91 钢管的热处理实验结果,可以发现通过重新热处理,P91 钢管的组织变得均匀,钢管的混晶组织可以消除.于是,选取规格为  $\phi 559\text{ mm} \times 95\text{ mm}$  的存在严重混晶的 P91 钢管在工厂的台车式热处理炉内进行重新热处理,选用的热处理工艺同图 2c 试样工艺.结果发现钢管仍然存在着严重的混晶组织,如图 3 所示.

通过台式炉的热处理,P91 钢管的混晶组织没有消除.由此次实验得到,出现混晶组织的 P91 钢管在实验室热处理炉重新进行热处理,低温短

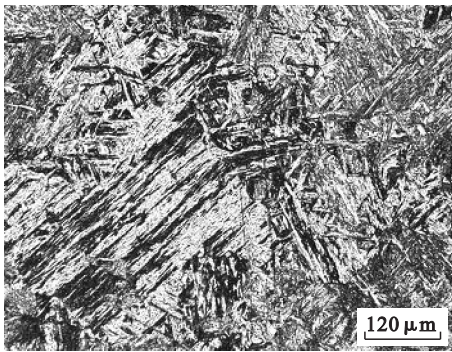


图 3 经台车炉热处理后的 P91 钢管试样的组织  
Fig. 3 Microstructure of P91 pipe specimen after heat treatment of car type heating furnace

时可以避免再出现混晶,但在生产确认实验时又出现,取存在混晶的 P91 钢管的试样在实验室热处理炉内进行实验.观察改进热处理后试样的金相组织,结果如图 4 所示.从图中可以发现,正火保温时间延长后,在原来出现混晶的区域再次出现混晶,体现出“组织遗传性”的特征.这和正火加热的速率及温区选择密切相关<sup>[7]</sup>.

P91 钢管的正火加热速率总是缓慢的,在  $A_{c3}$  (890 ~ 940 ℃)温度以上不远的温区,板条马氏体转变为新生奥氏体,新生奥氏体的晶粒尺寸恢复了原动态回复与动态再结晶的晶粒尺寸.

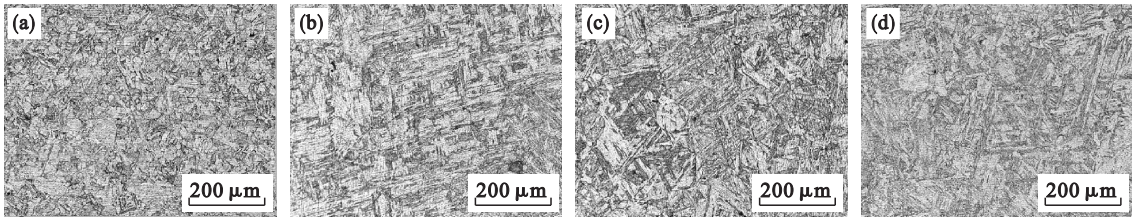


图 4 延长正火保温时间后的 P91 钢管试样的金相组织  
Fig. 4 Microstructure of P91 pipe specimens after extending the normalizing time

(a)—1 050 ℃正火,保温 60 min,760 ℃回火,保温 60 min; (b)—1 050 ℃正火,保温 120 min,760 ℃回火,保温 60 min; (c)—1070 ℃正火,保温 60 min,760 ℃回火,保温 60 min; (d)—1 070 ℃正火,保温 240 min,760 ℃回火,保温 60 min.

在更高的温区,新生奥氏体会发生再结晶而使晶粒进一步细化,这个温度已接近 P91 钢的正火加热温度<sup>[8]</sup>.因此,P91 钢管在正火 + 高温回火热处理时,原动态回复与动态再结晶的极细或细的晶粒尺寸可能会被遗传.

此次实验由于延长了正火保温时间,使得奥氏体晶粒长大,导致粗大的晶粒被遗传.因此,选择适宜的正火温度为 1 050 ~ 1 090 ℃,保温约 60 min;回火温度 750 ~ 780 ℃,保温约 60 min.

2.2 坯料种类对 P91 钢管组织的影响

选取  $\phi 508\text{ mm} \times 75\text{ mm}$  和  $\phi 508\text{ mm} \times 95\text{ mm}$  两个规格的 P91 钢,分别采用锻造坯料和连铸坯料一次连续进行生产,在皮尔格轧机后对

$\phi 508\text{ mm} \times 75\text{ mm}$  规格的锻造坯料和连铸坯料生产的热轧态钢管进行取样,分别检验其混晶情况,如图 5 所示.由于热轧态 P91 管的晶粒难以腐蚀出晶界,对热轧态试样在 770 ℃进行了回火,对热处理后的  $\phi 508\text{ mm} \times 95\text{ mm}$  规格的锻坯和连铸坯生产的钢管也分别检验其混晶情况,如图 6 所示.

通过比较可以发现,锻坯和连铸坯生产的钢管其热轧态和热轧 + 正火态的组织都比较均匀,都没有出现混晶现象,但是连铸坯的组织更细小一些.由此可以推论,在相同的轧制条件下,锻坯和连铸坯的差别不会导致 P91 组织的差异,也没有产生混晶.

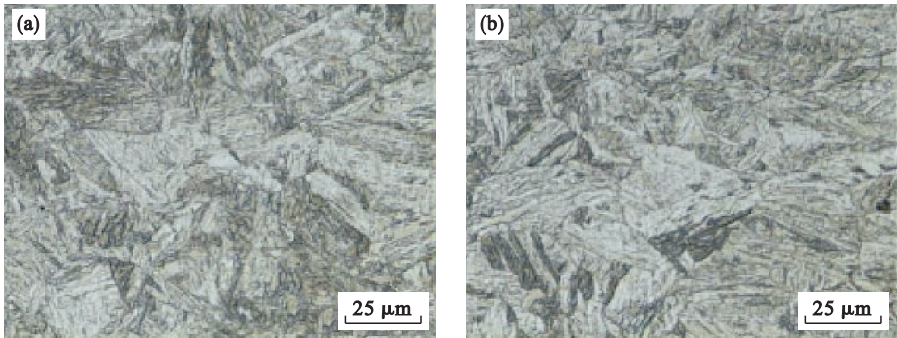


图 5  $\Phi 508\text{ mm} \times 75\text{ mm}$  热轧态 P91 钢管原始试样组织  
Fig. 5 Microstructure of hot rolled  $\Phi 508\text{ mm} \times 75\text{ mm}$  P91 pipe original sample  
(a)—锻坯；(b)—连铸坯.

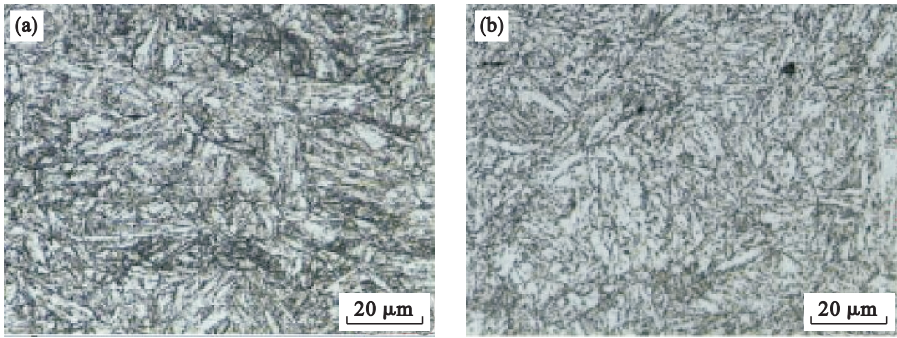


图 6  $\Phi 508\text{ mm} \times 95\text{ mm}$  热轧 + 回火态 P91 钢管原始试样组织  
Fig. 6 Microstructure of hot rolled and tempering  $\Phi 508\text{ mm} \times 95\text{ mm}$  P91 pipe original sample  
(a)—锻坯；(b)—连铸坯.

2.3 热轧过程中组织变化

在同样的热轧工艺参数下,生产  $\phi 559\text{ mm} \times 95\text{ mm}$  规格的 P91 钢管,坯料在  $1\,200\text{ }^{\circ}\text{C}$  穿孔为毛管,然后水淬固定其高温组织,对毛管取样进行金相检验,结果如图 7 所示.从图 7 中可以发现,组织均匀细小,没有出现混晶.对皮尔格轧制后的荒管进行金相检验,结果如图 8 所示.在图 8 中可观察到部分晶粒出现异常长大的情况,即钢管轧制后得到的热轧组织为混晶组织.

变形过程分为三个区域,即再结晶区轧制、部分再结晶区轧制和未再结晶区轧制.钢管在再结晶区轧制,所得到的全部是细小的再结晶组织;在部分再结晶区轧制,能得到再结晶和未再结晶的混合组织,但不会出现巨大的晶粒;在未再结晶区轧制,多数晶粒将保持原形不变,只是释放了部分畸变能,但在多处会出现比原始晶粒大几倍的巨大晶粒,这是轻微的变形在局部诱发晶界移动发生的现象<sup>[9]</sup>.

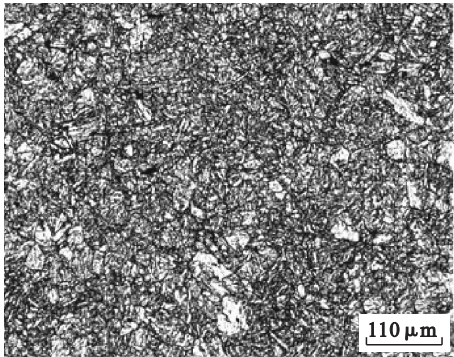


图 7 P91 钢管毛管原始试样的金相组织  
Fig. 7 Microstructure of P91 tubular billet original sample

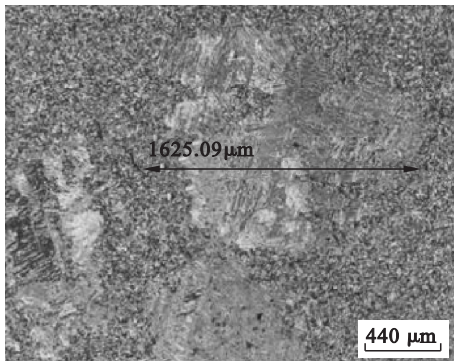


图 8 P91 钢管荒管原始试样的金相组织  
Fig. 8 Microstructure of P91 crude tube original sample  
动态再结晶是热变形过程中非常重要的微观组织演化过程,它对材料内部的显微组织状态有

根据变形后的组织是否发生再结晶,可以将



很大影响,也是最终决定材料内部晶粒尺寸分布的关键因素之一,从而在很大程度上决定了产品的最终微观组织和力学性能<sup>[10]</sup>.

研究表明,在多道次轧制中最终奥氏体晶粒度取决于温度,即主要取决于动态再结晶过程,而对于穿孔和皮尔格轧管,则属于多道次的复合道次轧制,因此其奥氏体晶粒度主要取决于动态再结晶过程.对于同一钢种而言,热变形后的奥氏体组织随着变形量、变形温度的不同变化很大.在一定的变形量和变形速率下,随着变形温度的降低,钢中的奥氏体组织变化分为完全再结晶、部分再结晶和不发生再结晶.穿孔的温度在 1 000 ℃ 以上,虽然变形量不大,但是可认为发生完全动态再结晶.皮尔格轧管的变形温度偏低,变形量也小,发生动态再结晶所需的临界变形量增大,只是发生部分再结晶<sup>[11]</sup>.

## 2.4 混晶组织的消除

P91 钢管热轧后出现了混晶组织,通过后续

的正火 + 回火热处理,不能完全消除,必须将钢管原始的非平衡组织先转变为平衡组织,然后进行热处理.钢的平衡态组织为珠光体 + 铁素体,在  $A_{c1}$  以上将通过形核与长大变为奥氏体.因 P91 钢的合金元素含量过高,除珠光体外,还有大量稳定的残留奥氏体存在,在慢加热时,残留的奥氏体将长大,恢复原来粗大的奥氏体晶粒.因此,将非平衡组织转变为平衡组织可有效地消除混晶组织.

预退火处理工艺:将 P91 钢管加热到 970 ℃ 保温,得到奥氏体组织,然后缓慢降温至 750 ℃ 等温.

规格为  $\phi 559 \text{ mm} \times 95 \text{ mm}$  的 P91 钢管(原始组织存在混晶组织),先进行预退火处理,然后进行正常的热处理,检验钢管的金相组织,结果如图 9 所示.从图中可以发现,经过预处理后,钢管的组织为铁素体 + 碳化物(珠光体,即平衡组织),预处理 + 正常热处理后的组织为均匀的回火马氏体组织,原始的粗大晶粒得到了消除.

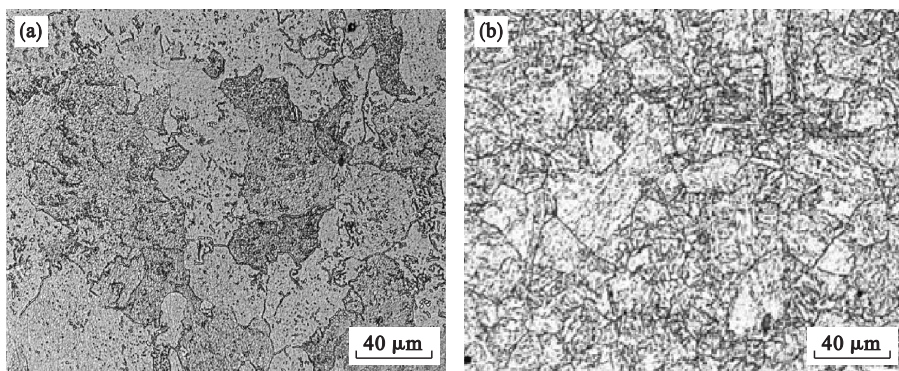


图 9 预处理及预处理 + 正常热处理的金相组织

Fig. 9 Microstructure of pretreatment and pretreatment + normal heat treatment

(a)—预处理; (b)—预处理 + 正常热处理.

## 3 结 论

1) 延长正火保温时间,使得奥氏体晶粒长大,导致粗大的晶粒被遗传.适宜的正火温度为 1 050 ~ 1 090 ℃,保温 60 min;回火温度 750 ~ 780 ℃,保温 60 min.

2) 在相同的轧制条件下,锻坯和连铸坯的差异不会导致 P91 组织的差异,皮尔格轧制工艺阶段出现混晶现象.

3) 穿孔结束后快冷下来的 P91 钢管晶粒比较细小.在周期轧制中,由于轧制速度较快,发生回复和部分再结晶的晶粒由于变形量不适当就会产生巨大的晶粒,甚至会越轧越粗,造成混晶.

4) P91 钢管热轧后出现的混晶现象,可以通

过预处理工艺,将钢管的非平衡组织转变为平衡组织,然后配合后续的正火 + 回火工艺使混晶组织得以消除.

## 参考文献:

- [1] Abe F. Analysis of creep rates of tempered martensitic 9% Cr steel based on microstructure evolution [J]. *Material Science and Engineering*; A, 2009, 510/511 (15): 64 ~ 69.
- [2] Vuherer T, Dunder M, Milović L J, et al. Microstructural investigation of the heat-affected zone of simulated welded joint of P91 steel [J]. *Metallurgija*, 2013, 52 (3): 317 ~ 320.
- [3] 刘瑞蕊,周海涛,张振栋,等.不完全正火对连续油管钢组织与性能的影响 [J]. *热加工工艺*, 2012, 41 (18): 191 ~ 194.  
(Liu Rui-rui, Zhou Hai-tao, Zhang Zhen-dong, et al. Influence of incomplete normalizing on microstructure and mechanical property of coiled-tubing steel [J]. *Hot Working Technology*, 2012, 41 (18): 191 ~ 194.)

(下转第 75 页)