

Disegno metallurgico di una microstruttura alto resistenziale ad alta tenacità e deformabilità migliorata

A. Di Schino, G. Porcu, C. Zhang, Z. Lei

A causa della domanda crescente di gas, si sta rendendo necessaria la costruzione di lunghi gasdotti che attraversino regioni sismicamente attive e/o regioni artiche in cui movimenti del terreno causati dalla presenza di "permafrost" possano sottoporre a deformazione il gasdotto stesso. Perché tali gasdotti possano lavorare in sicurezza, è necessario l'utilizzo di tubi che soddisfino requisiti di "strain-based design". Ciò implica la richiesta di un basso rapporto Y/T in direzione longitudinale del tubo, di una curva sforzo-deformazione continua, di un alto grado resistenziale in direzione trasversale. Inoltre, una adeguata tenacità è richiesta, anche a basse temperature. Per raggiungere tali obiettivi è necessario un opportuno disegno metallurgico della microstruttura della lamiera di partenza, attraverso la comprensione dei meccanismi microstrutturali che regolano le proprietà meccaniche, e che guidino di conseguenza la definizione della composizione chimica e dei parametri di processo da adottare. Il lavoro qui presentato riporta i risultati conseguiti in tal senso nell'ambito di un progetto di cooperazione tra Baosteel e CSM.

Keywords: Acciaio - Deformazioni plastiche - Proc. termomeccanici - Caratterizz. materiali - Microscopia Elettronica prove meccaniche - Modellazione

INTRODUZIONE

Gasdotti destinati ad attraversare zone sismicamente attive e/o regioni caratterizzate dalla presenza di permafrost devono essere progettati tenendo conto di requisiti di elevata deformabilità, in aggiunta alla richiesta di resistenza alla elevata pressione interna. Di conseguenza, acciai per gasdotti destinati a tali applicazioni in aggiunta ai requisiti previsti in direzione trasversale dalle specifiche tecniche di riferimento (in termini di resistenza a trazione, durezza, tenacità d'impatto, drop weight wear (DWT) test), devono soddisfare requisiti tecnici in direzione longitudinale del tubo. In particolare a tali gasdotti si richiede un elevato grado di deformabilità in direzione longitudinale, in termini di coefficiente di incrudimento (n), elevato allungamento uniforme (Ag,%), basso rapporto $Rt0.5/Rm$, curva sforzo-deformazione continua. A tali requisiti si aggiunge la richiesta di una buona tenacità, i cui parametri di riferimento devono essere funzione delle temperature a cui il

gasdotto si troverà ad operare (in taluni casi "artiche") e ovviamente requisiti di saldabilità, di cui la composizione chimica deve tener conto. Lo sviluppo di acciai alto resistenziali per gasdotti destinati a tali applicazioni (definite strain-based) ha avuto una accelerazione negli ultimi anni [1-4]. Nello sviluppo di tali materiali, c'è da tenere presente che le specifiche tecniche di riferimento si riferiscono alle proprietà del tubo, e che il processo di tubificazione può incidere notevolmente sulle proprietà meccaniche. Di conseguenza si rende necessario un processo di reverse engineering, in base al quale dalle proprietà del tubo si possano calcolare le proprietà della lamiera di partenza, rendendo pertanto necessario lo sviluppo di metodi di calcolo in grado di predire le proprietà della lamiera che consentano di ottenere, con uno specifico processo di tubificazione (che va pertanto validato sul singolo tubificio) le proprietà del tubo [5]. Una volta definite le proprietà meccaniche della lamiera, si rende necessaria, la progettazione della microstruttura migliore (che renda compatibili i requisiti di proprietà tensili ad elevata deformabilità) [6]. In tal senso, vanno opportunamente definiti la composizione chimica dell'acciaio di riferimento e il processo di raffreddamento dopo laminazione [7-8] (parametro questo che pilota la trasformazione di fase dopo laminazione in campo austenitico e quindi la microstruttura finale). Anche piccole differenze nella velocità di raffreddamento adotta-

A. Di Schino, G. Porcu

Centro Sviluppo Materiali S.p.A., Roma, Italia

C. Zhang, Z. Lei

Baoshan Iron&Steel, Shanghai, Cina

ta possono avere una ripercussione seria nelle proprietà finali, in particolare nel rapporto $Rt0.5/Rm$ [9]. La scheda di laminazione deve essere inoltre progettata tenendo conto della necessità di affinamento del grano austenitico deformato, parametro pure necessario all'ottenimento di una microstruttura finale "fine", requisito indispensabile per raggiungere gli elevati target di tenacità usualmente richiesti [10-11]. L'approccio seguito al CSM per la definizione delle proprietà di una lamiera che soddisfi requisiti per un tubo di grado X80 (dopo tubificazione UOE) per applicazioni strain based fornite da Boasteel, è riportato in [12]. Basandosi su tale approccio sono state definite le seguenti proprietà per la lamiera (Tabella 1).

	YS	TS	Y/T	Ag
	MPa	MPa		%
Min.	490	700	0.65	7.0
Max	520	750	0.72	-

Tab. 1 - Proprietà meccaniche calcolate per lamiere idonee alla produzione di tubi X80 a deformabilità migliorata.

Table 1 - Calculated plate properties range suitable for manufacturing X80 pipes at Baosteel.

In aggiunta a queste si richiede una tenacità minima (DWTT) pari a 85% a $T=-20^{\circ}C$. Dalle specifiche riportate in Tabella 1 appare evidente l'effetto del processo di tubificazione UOE sulle proprietà meccaniche. In particolare il processo di tubificazione agisce nel senso di innalzare le proprietà tensili. Si riporta di seguito il lavoro svolto per la definizione della microstruttura in grado di soddisfare i requisiti di cui sopra.

RISULTATI E DISCUSSIONE

Definizione della composizione chimica e della microstruttura

Punto di partenza nella definizione della composizione chimica sono due composizioni comunemente utilizzate per acciai per il grado X80 (Tabella 2). La seconda composizione si differenzia dalla prima per l'aggiunta di Mo, promotore di temprabilità bainitica.

Assumendo come ragionevole un valor medio del grano ferritico di $8 \mu m$, è possibile valutare l'effetto della microstruttura sulle proprietà tensili. Per far ciò si calcolano le proprietà tensili delle diverse fasi che si possono formare durante il raffreddamento seguente la laminazione per ciascuna delle due composizioni chimiche in base a [13], ottenendo i risultati riportati in Tabella 3. Successivamente si considerano diverse "miscele" delle differenti fasi, pesate supponendo che tutte le fasi durante deformazione compiano lo stesso lavoro (approccio ISOWorking) [14]. In

	X80_1	X80_2
C	0.07	0.07
Mn	1.85	1.85
Cr	0.25	0.15
Mo	-	0.18
Nb	0.04	0.04
Ni	0.25	0.25

Tab. 2 - Composizione chimica dei due acciai utilizzati per la definizione della microstruttura (massa, %: elementi principali).

Table 2 - Steel chemical composition used as starting point for microstructure definition (main elements, mass%).

tale analisi sono stati considerati tre diversi livelli di bainite granulare (GB) (50%, 70%, 90%), sei livelli di martensite ad alto carbonio (MA) (10%, 8%, 6%, 4%, 2%, 0%) all'interno della GB. La presenza di ferrite poligonale è assunta come complemento a 100%.

Steel	Rp GB (MPa)	Rp PF (MPa)	Rm GB (MPa)	Rm PF (MPa)
X80_1	589	442	729	556
X80_2	606	444	771	556

Tab. 3 - Proprietà meccaniche intrinseche delle possibili fasi che si formano durante il raffreddamento degli acciai considerati (GB=bainite granulare, PF=ferrite poligonale).

Table 3 - Intrinsic mechanical properties of different phases for possible X80 grade candidate steels.

Basandosi su quanto sopra si possono identificare diverse finestre microstrutturali per i due acciai considerati. E' chiaro dalle Figure 1 e 2 che la presenza della GB gioca un ruolo primario. Nel caso dell'acciaio X80_1, il raggiungimento delle proprietà desiderate è legato ad un tenore di $GB > 70\%$. L'aggiunta di Mo (acciaio X80_2), permette di raggiungere il target con un contenuto di GB inferiore (60%-65%).

La presenza di isole di MA gioca inoltre un ruolo decisivo sulla tenacità. Relazioni quantitative in tal senso non si conoscono ma è noto che il parametro

$$\sqrt{\frac{f_{MA}}{d_{MA}}}$$

(dove f_{MA} e d_{MA} sono la frazione volumetrica e la dimensione media rispettivamente delle isole di MA) sia quello

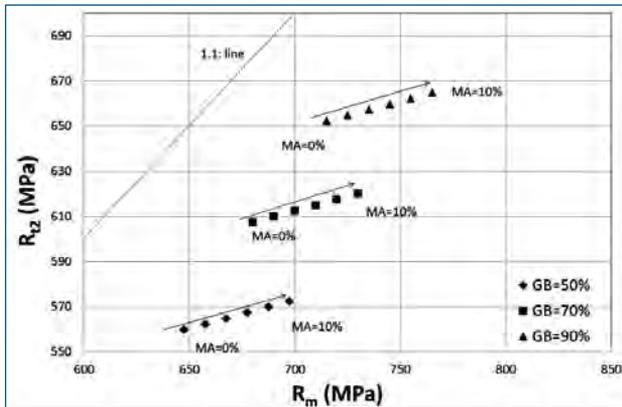


Fig. 1 - Finestra microstrutturale per l'ottenimento delle proprietà target nell'acciaio X80_1

Fig. 1 - Microstructure window for steel X80_1 in order to satisfy target values for R_m and R_{t2} .

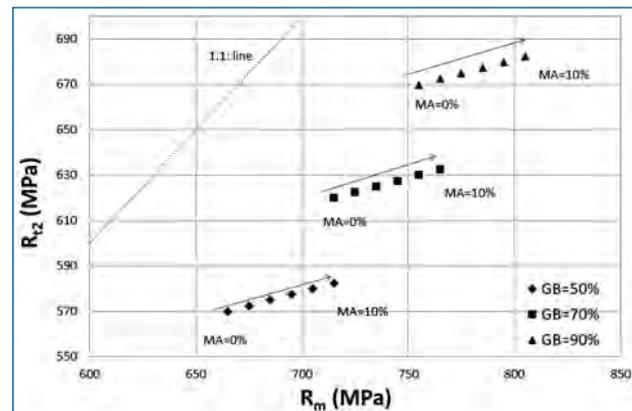


Fig. 2 - Finestra microstrutturale per l'ottenimento delle proprietà target nell'acciaio X80_2

Fig. 2 - Microstructure window for steel X80_2 in order to satisfy target values for R_m and R_{t2} .

attraverso il quale la MA agisca sulla K_{vmax} . Basandosi anche su questo e sull'esperienza maturata nello sviluppo di acciai di altro grado per gasdotti, si possono definire le seguenti finestre microstrutturali:

Acciaio X80_1
 GB = 85 - 90%;
 MA = 3 - 6%;
 PF = complemento al 100%.

Acciaio X80_2
 GB > 80%;
 MA > 6%;
 PF = complemento al 100%.

Quindi l'aggiunta del vincolo sulla tenacità conferma la necessità di un tenore di GB inferiore per l'acciaio X80_2 rispetto all'acciaio X80_1. L'acciaio X80_2 mostra inoltre una finestra meno critica nella definizione della percentuale di GB. Pertanto è stato scelto come acciaio per l'ottenimento delle proprietà per applicazioni strain based. A tal fine, partendo dalla composizione chimica dell'acciaio X80_2 e basandosi sull'approccio riportato in [14], è stata effettuata una analisi di sensibilità al contenuto delle diverse fasi presenti su parametri legati alla duttilità del materiale ($\Delta n/n_0$) (Figure 3 e 4).

I risultati mostrano che le condizioni di 1.5% strain based sono raggiunte con una microstruttura (sottoinsieme di quella precedente):

PF: 15÷30%;
 MA in GB: 10÷20%.

Le isole di MA devono essere inoltre il più fini possibili così da mantenere valori adeguati di tenacità.

Produzione di lamiere sperimentali e proprietà meccaniche

Presso l'impianto pilota di Baosteel sono state eseguite colate di lingotti da 80 kg (250 mm x 230 mm x 250 mm) in

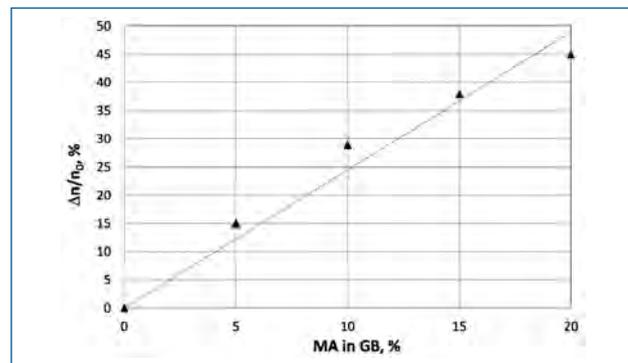


Fig. 3 - Dipendenza del parametro $\Delta n/n_0$ dal contenuto di GB.

Fig. 3 - Percentage increase of work hardening exponent ($\Delta n/n_0$) as a function of MA content (in GB).

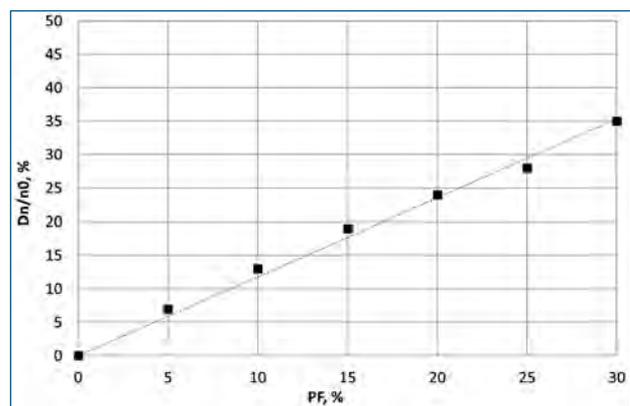


Fig. 4 - Dipendenza del parametro $\Delta n/n_0$ dal contenuto di PF.

Fig. 4 - Percentage increase of work hardening exponent ($\Delta n/n_0$) as a function of PF content.

accordo alla composizione chimica dell'acciaio X80_2 (assicurando valori di $P \leq 0.01\%$ e $S \leq 0.002\%$). Dopo trattamento di omogeneizzazione a $1210\text{ }^\circ\text{C}$ i lingotti sono stati laminati a caldo fino a uno spessore di 25 mm . La temperatura all'ingresso del treno finitore è stata di $850\text{ }^\circ\text{C}$, con uscita al finitore a $760\text{ }^\circ\text{C}$. La strategia seguita per l'ottenimento della microstruttura definita nel paragrafo precedente è stata quella di variare le condizioni di raffreddamento: in particolare a parità di velocità di raffreddamento ($CR=10-15\text{ }^\circ\text{C/s}$) sono state variate le temperature di inizio (SCT) e fine (FCT) raffreddamento, come riportato di sotto:

Test 1

- SCT = $686\text{ }^\circ\text{C}$
- FCT = $445\text{ }^\circ\text{C}$

Test 2

- SCT = $700\text{ }^\circ\text{C}$
- FCT = $480\text{ }^\circ\text{C}$

Test 3

- SCT = $719\text{ }^\circ\text{C}$
- FCT = $445\text{ }^\circ\text{C}$

Test 4

- SCT = $700\text{ }^\circ\text{C}$
- FCT = $460\text{ }^\circ\text{C}$

Test 5

- SCT = $675\text{ }^\circ\text{C}$
- FCT = $445\text{ }^\circ\text{C}$

Test 6

- SCT = $685\text{ }^\circ\text{C}$
- FCT = $470\text{ }^\circ\text{C}$

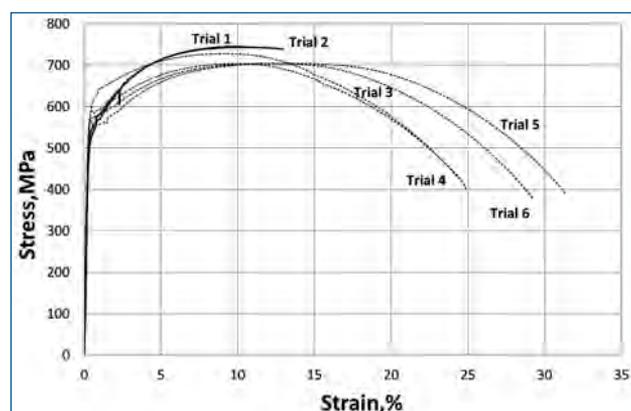


Fig. 5 - Curve sforzo-deformazione relative ai test di laminazione eseguiti (direzione longitudinale).

Fig. 5 - Stress-strain curves (longitudinal direction).

Le curve sforzo-deformazione relative ai sei test eseguiti sono riportate in Figura 5. I risultati che possono essere ricavati da tali curve sono riassunti in Tabella 4. Le curve relative ai trials 1-4 mostrano il desiderato comportamento continuo. Tra queste, le curve relative ai trials 1 e 2 soddisfano i requisiti di R_{p02} e R_m riportati in Tabella 1

Trial		R_{p02} (MPa)	R_m (MPa)	$A_g, \%$	$R_{t0.5}/R_m$
1	T	542	745	9.6	0.72
	L	498	723	10.9	0.66
2	T	527	743	9.9	0.71
	L	467	719	10.4	0.66
3	T	610	728	8.7	0.83
	L	574	697	10.9	0.83
4	T	589	704	9.6	0.84
	L	563	688	11.4	0.82
5	T	*	704	13.0	0.80
	L	*	673	11.0	0.83
6	T	*	704	12.0	0.81
	L	564	679	11.0	0.83

Tab. 4 - Proprietà meccaniche delle lamiere in funzione delle condizioni di raffreddamento (*=curva discontinua).

Table 4 - Mechanical properties of plate as a function of cooling conditions (*=discontinuous curve).

con valori di Y/T nell'intervallo $0.66-0.71$ e allungamento uniforme $A_g > 9.6\%$.

La dipendenza delle proprietà tensili (trasversali e longitudinali) dai parametri SCT e FCT è riportata nelle Figure 6-9. Le Figure 6 e 7 mostrano come, a parità di FCT ($FCT=445\text{ }^\circ\text{C}$) SCT rivesta un ruolo determinante nella definizione di una microstruttura ad alta resistenza e alta deformabilità.

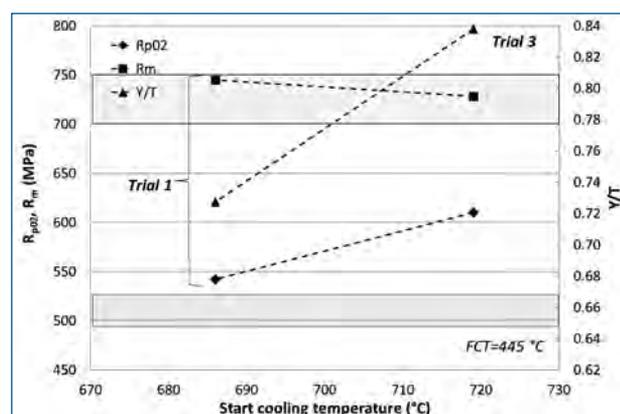


Fig. 6 - Effetto della temperatura di inizio raffreddamento (SCT) sulle proprietà tensili (le aree colorate corrispondono all'intervallo di proprietà target) (direzione trasversale).

Fig. 6 - Effect of Start Cooling Temperature on mechanical properties (transverse direction).

A titolo di esempio, l'analisi dell'effetto della SCT per i trials 1 e 3 mostra un effetto considerevole su entrambe le proprietà tensili longitudinali e trasversali (Figure 6-7). Al diminuire di SCT il carico di snervamento diminuisce; al contrario aumenta il carico massimo con conseguente diminuzione del rapporto Y/T (e quindi migliore deformabi-

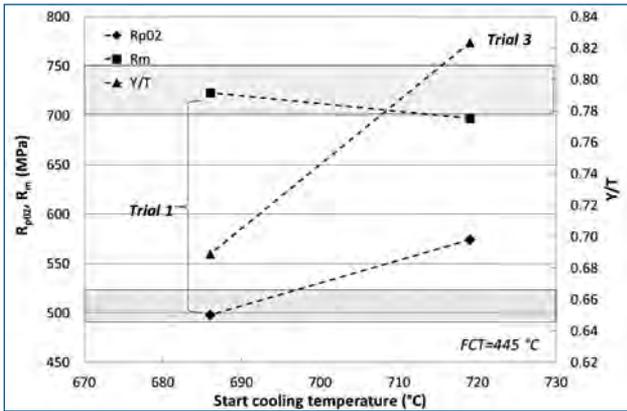


Fig.7 - Effetto della temperatura di inizio raffreddamento (SCT) sulle proprietà tensili (le aree colorate corrispondono all'intervallo di proprietà target) (longitudinale).

Fig. 7 - Effect of Start Cooling Temperature on mechanical properties (longitudinal).

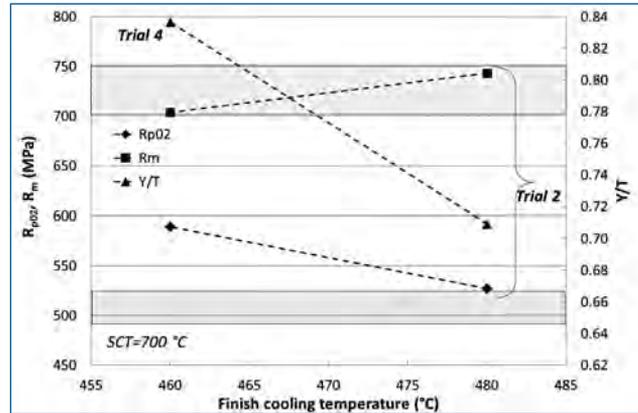


Fig.9 - Effetto della temperatura di fine raffreddamento (FCT) sulle proprietà tensili (le aree colorate corrispondono all'intervallo di proprietà target) (direzione longitudinale).

Fig. 9 - Effect of Finish Cooling Temperature on mechanical properties (longitudinal).

lità). L'analisi dei risultati relativi ai trials 2 e 4 mostra l'effetto dovuto invece alla FCT (Figure 8 e 9). Al diminuire di FCT nell'intervallo di temperature 480 °C-460 °C, il carico massimo non varia significativamente; al contrario il carico di snervamento aumenta, con conseguente aumento del rapporto Y/T (deterioramento della deformabilità).

Risultati relativi a tests Charpy-V sui trials 1 e 2 (che soddisfano i requisiti tensili) mostrano come i materiali si presentino completamente duttili fino a T=-80 °C con energie di impatto > 200 J a T=-40°C (Figure 10 e 11). I risultati di prove DWT confermano la buona tenacità dei materiali: entrambi i trials 1 e 2 mostrano frazioni di superficie di frattura duttile > 95% a T=-20°C (target shear area: SA>85%@-20 °C) (Tabella 5).

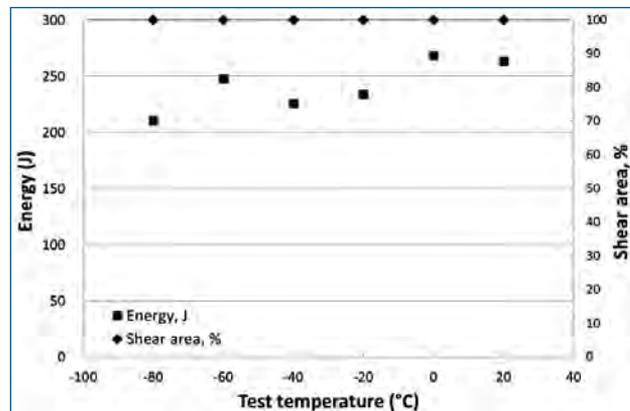


Fig. 10 - Curva Charpy-V (Trial 1).

Fig. 10 - Charpy-V curve (Trial 1).

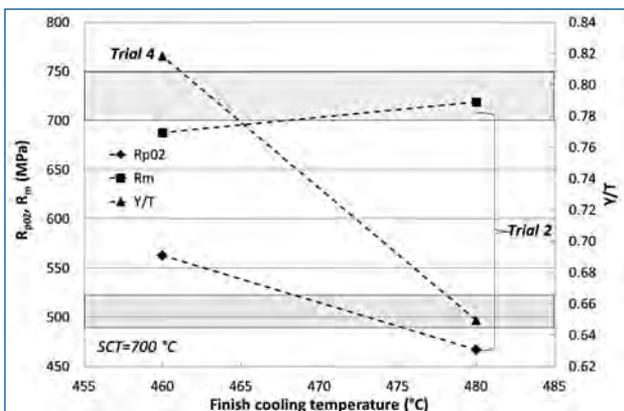


Fig.8 - Effetto della temperatura di fine raffreddamento (FCT) sulle proprietà tensili (le aree colorate corrispondono all'intervallo di proprietà target) (direzione trasversale).

Fig. 8 - Effect of Finish Cooling Temperature on mechanical properties (transverse direction).

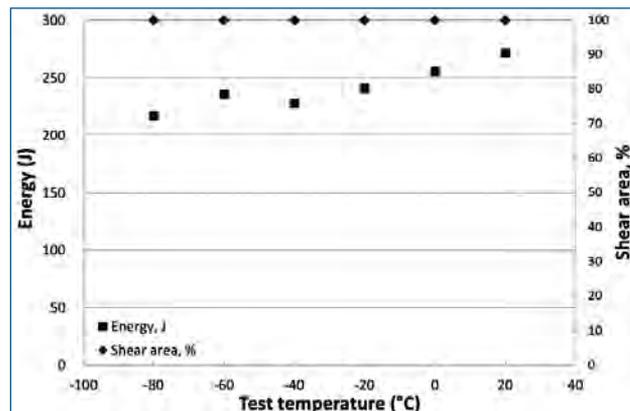


Fig. 11 - Curva Charpy-V (Trial 2).

Fig. 11 - Charpy-V curve (Trial 2).

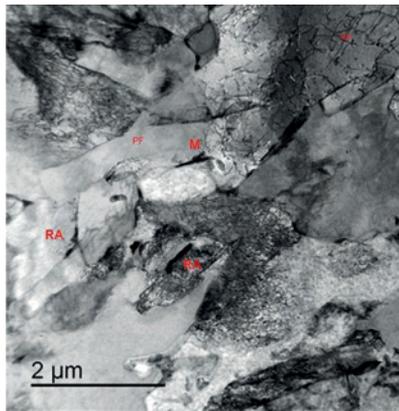


Fig. 12 - Microstruttura relative al Trial 1 (a: analisi TEM in sezione sottile: b) analisi EBSD)

Fig. 12 - Microstructures as obtained in Trial 1 (a: TEM analysis; b: EBSD analysis).

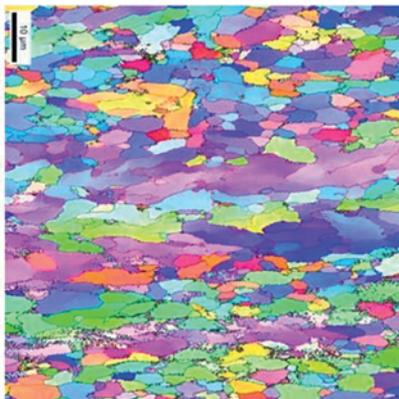
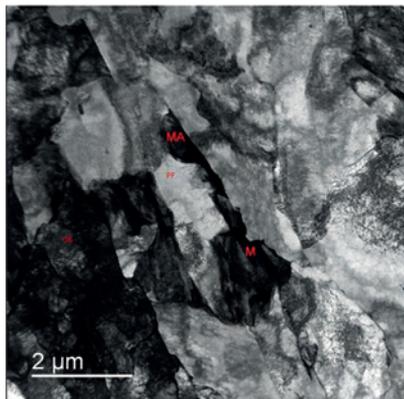


Fig. 13 - Microstruttura relative al Trial 2 (a: analisi TEM in sezione sottile: b) analisi EBSD)

Fig. 13 - Microstructures as obtained in Trial 2 (a: TEM analysis; b: EBSD analysis).

Trial n.	Position	Test Temperature (°C)	SA1 %	SA2 %
1	L	-20	100	100
2	L	-20	95	100
3	L	-20	92	65
4	L	-20	88	100
5	T	-20	95	75
5	T	-40	40	45
6	T	-20	100	97
6	T	-40	35	30

Tab. 5 - Risultati delle prove DWT.

Table 5. Results of DWT tests

Trial n.	HV10	GB, %	PF, %	MA, %	dp (μm)
1	233	85	15	15	4.5
2	232	80	20	10	5.0

Tab. 6 - Microstrutture relative ai trials 1 e 2.

MICROSTRUTTURA

I Risultati dell'analisi microstrutturale mostrano come la microstruttura target sia stata ottenuta in entrambi i casi in cui sono state tragguate le proprietà meccaniche desiderate (Trials 1 e 2). Le Figure 12a e 13a mostrano come in entrambi i casi la microstruttura sia costituita da regioni

ad alta densità di dislocazioni (GB) alternate a regioni a bassa densità di dislocazioni (PF). Si rivela inoltre la presenza di regioni finemente disperse di austenite residua (RA)/martensite ad alto carbonio (MA). Tali regioni in taluni casi appaiono infatti rimanere stabili come austenite, in altri trasformano dopo raffreddamento in martensite, in altri ancora mostrano di far coesistere le due fasi all'interno della stessa isola [6]. Le isole si RA/MA risultano fini (< 1μm), come atteso dai buoni valori di energia di impatto CVN tenacità ottenuti.

La bassa temperatura di transizione (50% FATT < -80 °C, DWTT@-20°C > 98%) ottenuta risulta inoltre essere legata all'ottenimento di un pacchetto di GB (dp) nell'intervallo 4.5 μm-5.0 μm (Figura 12b-13b).

CONCLUSIONI

E' stata progettata e realizzata su scala pilota una microstruttura con proprietà meccaniche idonee per tubi di grado X80 (spessore 25 mm) ad elevata tenacità e deformabilità migliorata. La microstruttura appare essere costituita da:

- Ferrite poligonale: 15÷20%;
- MA in GB: 10÷15%.

Le isole di MA risultano essere finemente disperse nella matrice di GB. I materiali caratterizzati da tale microstruttura mostrano un rapporto Y/T nell'intervallo 0.66-0.72 e risultano essere duttili fino a temperature di servizio pari a -80 °C.

RIFERIMENTI BIBLIOGRAFICI

- [1] A. LIESSEM, R. RUETER, M. PANT, V. SCHWINN, *Journal of Pipeline Engineering*, Vol. 9 (2010), p.19.
- [2] T.HARA, Y. SHINOHARA, Y. TERADA, H. ASAHI, N. DOI, *Proceedings of the Pipeline Technology Conference, Oostende (2009)*, p. 154.
- [3] R. MURAOKA, J. KONDO, Y. FENG, H. CHEN, M. OKATSU, N. ISHIKAWA, S. IGI, N. SUZUKI, K. MASAMURA, *Proceedings of the 8th International Pipeline Conference, Calgary (2010)*, p. 287.
- [4] D. SEO, S.YOO, W.SONG, W. CHO, K. KANG, *Proceedings of the Nineteenth International Offshore and Polar Engineering Conference, Osaka (2009)*, p. 61.
- [5] L. MACIA, S. KIBEY, H. ARSLAN, F. BARDI, *Proceedings of the 8th International Pipeline Conference, Calgary (2010)*, p. 365.
- [6] A. DI SCHINO, G. PORCU, Z. LEI., C. ZHANG, *Proceedings of the 33rd International Conference on Offshore Mechanics and Arctic Engineering (OMAE)*, San Francisco (2014), Paper n° 23538.
- [7] P. SUIKKANEN, L. KARJALAINEN, A. DEARDO, *La Metallurgia Italiana*, 2000, p.41.
- [8] R.W. REGIER, J.G. SPEER, D.K. MATLOCK, J.K. CHOI, *Association for Iron and Steel Technology International Symposium on the Recent Developments in Plate Steels, Winter Park (2011)*, p. 351.
- [9] H. SUN, S. AN, D. MENG, D. XIA, Y. KANG, *Proceedings of the 10th International Conference on Steel Rolling, Beijing (2010)*, p. 420.
- [10] A. DI SCHINO, C. GUARNASCHELLI, *Materials Letters*, Vol. 63 (2009), p. 1968.
- [11] A. SMITH, M. LUBRANO, A. DI SCHINO, A. GUINDANI, *Metallurgia italiana*, Vol. 3 (2014), p. 43.
- [12] A.GOTTI, G. MALATESTA, G. ZANGARI, L. ZHENG, C. ZHANG, J. HAN, *Proceedings of the Fifth Baosteel Biennial Academic Conference, Shanghai, (2013)*, p. 104.
- [13] F.B. PICKERING, "Materials science and technology, constitution and properties of Steels", eds. R. W. Cahn, P. Haasen and E. J. Kramer, Chapter 2, Vol. 7 (1970), p. 43.
- [14] O. BOUAZIZ, P. BUESSLER, *Advanced Engineering Materials*, Vol. 6 (2004), p. 79.

Microstructure identification for X80 plates/pipes with low temperature toughness and enhanced strain capacity

Keywords: Microstructure, toughness, strain based

Due to the increasing demand for natural gas, the construction of long-distance pipelines through seismically active regions or arctic regions with ground movement caused by permafrost phenomena will become more and more necessary. To guarantee the safe operation of those pipelines, the pipe material has to fulfil strain-based design requirements. Hence in longitudinal direction low yield-to-tensile ratios, high uniform elongation values and a roundhouse shape of the stress-strain curve combined with sufficient strength values in transverse direction are essential. Moreover, a satisfactory low temperature toughness has to be guaranteed. An adequate plate metallurgical design is fundamental for appropriate pipe properties achievement. As far as concerns the plate design the understanding and the control of microstructure are the key factors, achieved by an adequate steel chemical composition and proper process parameters. In the framework of a co-operation between Baosteel and Centro Sviluppo Materiali (CSM), a project has been started aimed at manufacturing X80 strain based designed pipes. As a starting point pilot trials have been carried out at Baosteel Research Center in order to produce different microstructures. Besides the steel chemical composition, the cooling process has the most significant influence on the formation of the microstructure: in order to assess the effect of the cooling process, the same rolling schedule was adopted for producing the different test materials, obtained varying the start cooling and finish cooling temperatures. The microstructure and mechanical properties of the different test materials were assessed and the best microstructure for the plates for X80 pipes with enhanced strain capacity has been identified.