

# Optymalizowanie struktury i właściwości mechanicznych stali martenzytycznych przeznaczonych na wielkogabarytowe pierścienie

**Optimization of the structure and mechanical properties** of martensitic steels intended for large-size rings

Beata Pachutko<sup>\*1</sup>, (2) Jarosław Lulkiewicz<sup>1</sup>, (3) Michał Surma<sup>1</sup>, (4) Stanisław Ziółkiewicz<sup>1</sup>,
 Szczepan Kajpust<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Instytut Obróbki Plastycznej, ul. Jana Pawła II 14, 61-139 Poznań, Poland

<sup>2</sup> Zarmen FPA Sp. z o.o., ul. Filarskiego 39, 47-330 Zdzieszowice, Poland

#### Informacje o artykule

Zgłoszenie: 24.04.2018 Recenzja: 19.06.2018 Akceptacja: 3.12.2018

#### Wkład autorów

- Autor koncepcji, założeń
  i metodyki, wykonanie badań metalograficznych, analiza i opracowanie wyników
  badań oraz ich podsumowanie
- (2) Współautor koncepcji i założeń, wykonawca kucia swobodnego
- (3) Wykonawca badań właściwości mechanicznych
- (4) Współautor założeń, zarządzanie badaniami w projekcie
- (5) Współautor założeń, przedstawiciel zarządzającego projektem

*Article info Received: 24.04.2018 Reviewed: 19.06.2018 Accepted: 3.12.2018* 

#### Streszczenie

Duże zapotrzebowanie na odkuwki w postaci pierścieni dla różnych gałęzi przemysłu wymaga stosowania nowoczesnych stali martenzytycznych o właściwościach mechanicznych dostosowanych do konkretnego zastosowania. Aby sprostać wymaganiom rynku, powstała koncepcja projektu niskoodpadowej technologii kształtowania wielkogabarytowych pierścieni ze stali X20Cr13 i X10CrMoVNb9-1 o profilowanych pobocznicach. Liderem projektu jest firma Zarmen FPA. Jednym z etapów tego projektu jest opracowanie technologii obróbki cieplnej pierścieni. Wykonano badania mikrostruktury i właściwości mechanicznych (wg norm PN-EN ISO 6892-1:2016-09, PN-EN ISO 148-1:2017-02 i PN-EN ISO 6507-1:2007) na próbkach pobranych z odkuwek kutych swobodnie przy temperaturze 1110±20°C z redukcją wysokości materiału wsadowego 50% oraz obrobionych cieplnie w 2 wariantach: hartowanie stali X20Cr13 z temperatury 1020±10°C w oleju oraz odpuszczanie przy temperaturze 600°C i 700°C, hartowanie stali X10CrMoVNb9-1 z temperatury 1050±10°C w oleju oraz odpuszczanie przy temperaturze 650°C i 700°C. Materiałem wsadowym były wałki ф40x60 mm. Wykonano też badania porównawcze na próbkach pobranych z wałków w stanie dostawy hutniczej i poddanych obróbce cieplnej w tych samych warunkach co odkuwki. Wskaźniki  $R_{p0,2}$  i  $R_m$ , zgodne z założeniami, otrzymano dla obu stali po odpuszczaniu próbek pobranych z odkuwek przy temperaturze 700°C, wynoszące odpowiednio: 660 MPa i 844 MPa dla stali X20Cr13 oraz 764 MPa i 893 MPa dla stali X10CrMoVNb9-1. Wydłużenie próbek z obu stali wyniosło 21%, a praca łamania KV2: 25 J dla stali X20Cr13 i 38 J dla stali X10CrMoVNb9-1. Planowana jest weryfikacja właściwości mechanicznych uzyskanych na próbkach pobranych z kutych wałków oraz z eksperymentalnie walcowanych pierścieni.

Słowa kluczowe: stal martenzytyczna, kucie, obróbka cieplna, próba rozciągania, próba udarności

# Abstract

The large demand for forgings in the form of rings for various branches of industry requires the application of modern martensitic steels with mechanical properties adapted to the specific application. To meet the requirements of the market, the first concept of low-waste forming technology for large-size rings made of X20Cr13 and X10CrMoVNb9-1 steel, with profiled side surfaces, was created. The leader of the project is Zarmen FPA. One of the stages of this project is the development of ring heat treatment technology. Tests

<sup>\*</sup> Autor do korespondencji. Tel.: +48 61 657 05 55; fax: +48 61 657 07 21; e-mail: pachutko@inop.poznan.pl

<sup>\*</sup> Corresponding author. Tel.: +48 61 657 05 55; fax: +48 61 657 07 21; e-mail: pachutko@inop.poznan.pl

#### Authors' contribution

- Author of concept, assumptions and methodology, metallographic studies, analysis and interpretation of results, results' summary
- (2) Co-author of concept and assumptions, flat die forging
- (3) Mechanical properties testing(4) Co-author of assumptions, ma-
- naging research in the project (5) Co-author of assumptions,
- representative of the project manager

of microstructure and mechanical properties (according to standards PN-EN ISO 6892-1:2016-09, PN-EN ISO 148-1:2017-02 and PN-EN ISO 6507-1:2007) were performed on samples collected from flat-die forgings at temperature 1110±20°C with 50% height reduction of the stock material and heat treatment in 2 variants: hardening of X20Cr13 steel from temperature 1020±10°C in oil and tempering at temperature 600°C and 700°C, hardening of X10CrMoVNb9-1 steel from temperature 1050±10°C in oil and tempering at temperature 650°C and 700°C. The stock material was \$\phi40x60 mm shafts. Comparative tests were also performed on samples collected from shafts in the state as delivered from the mill and subjected to heat treatment under the same conditions as forgings. Indicators  $R_{p0.2}$  and  $R_m$ , according to assumptions, were obtained for both steels after tempering of samples collected from forgings at temperature 700°C, and were equal to, respectively: 660 MPa and 844 MPa for X20Cr13 steel and 764 MPa and 893 MPa for X10CrMoVNb9-1 steel. Elongation of samples for both steels was 21%, and energy absorbed during fracture KV<sub>2</sub>: 25 J for X20Cr13 steel and 38 J for X10CrMoVNb9-1 steel. It is planned to verify mechanical properties obtained in samples collected from forged shafts and from experimentally rolled rings.

Keywords: martensitic steel, forging, heat treatment, tensile test, impact test

# 1. WSTĘP

Założeniem projektu o akronimie INNORING jest opracowanie niskoodpadowej technologii kształtowania wielkogabarytowych pierścieni o profilowanych pobocznicach. Umożliwi ona wytwarzanie pierścieni na potrzeby przemysłu wydobywczego, maszynowego czy energetycznego. Profilowanie pobocznic wpływa na zmniejszenie ilości potrzebnego materiału, a tym samym przyczynia się do ograniczenia ilości energii koniecznej do jego wytworzenia, co przynosi pozytywne skutki ekonomiczne oraz ekologiczne. Kształt pierścieni demonstratorów opracowano na podstawie zapytań ofertowych, jakie otrzymuje firma Zarmen FPA. Pierścień stożkowy znajduje zastosowanie m.in. w przemyśle lotniczym. Ze względu na charakter pracy dobrano stal X20Cr13, która charakteryzuje się dobrą odpornością na korozję atmosferyczną, działanie pary wodnej, roztworów alkalicznych i rozcieńczonych kwasów organicznych. Stal ta jest stosowana na części maszyn o wymaganej większej twardości i wytrzymałości, jak: wały, śruby, sprężyny, części maszyn i formy do odlewania pod ciśnieniem. Po konwencjonalnej obróbce cieplnej tej stali można uzyskać twardość 560 HV 10 (ok. 53 HRC) przy energii łamania próbki udarnościowej 31 J [1]. Wymagania dotyczące składu chemicznego i właściwości mechanicznych po obróbce cieplnej stali X20Cr13 podano w normach [2 i 3]. Polityka proekologiczna Unii Euro-

# **1. INTRODUCTION**

The goal of the project under the acronym INNORING is to develop low-waste technology for forming large-size rings with profiled side surfaces. This technology will make it possible to manufacture rings for the purposes of the extraction, machinery and energy industries. Profiling of side surfaces reduces the amount of material required and thus contributes to limiting the amount of energy required to manufacture it, which brings positive economic and environmental effects. The shape of demonstration rings was developed on the basis of requests for tender received by Zarmen FPA. Conical rings find applications in the aviation industry, among others. Due to the nature of work, X20Cr13 steel was selected, which is characterized by good resistance to atmospheric corrosion, to the action of water vapor, alkaline solutions and diluted organic acids. This steel is used for machine parts that require greater hardness and strength, such as: shafts, screws, springs, machine parts and molds for pressurized casting. After conventional heat treatment of this steel, hardness up to 560 HV 10 (approx. 53 HRC) can be obtained, with energy absorbed during impact testing equal to 31 J [1]. Requirements concerning the chemical composition and mechanical properties after heat treatment of X20Cr13 steel are given by standards [2 and 3]. The European Union's pro-environmental policy is oriented towards limiting adverse impact on the environment

pejskiej nakierowana jest na ograniczenie szkodliwego oddziaływania na środowisko. Wprowadzone dyrektywy i przepisy wymuszają konieczność zwiększania wydajności kotłów i instalacji energetycznych, które docelowo mają pracować w stanie nadkrytycznym. Opracowany kształt pierścienia kołnierzowego ze stali X10CrMoVNb9-1 wpisuje się w ten trend zmian. Zastosowana stal należy do grupy nowoczesnych żarowytrzymałych wysokochromowych stali stosowanych w energetyce. Zaletą tej stali wg producenta, oprócz odporności na pełzanie, korozję i zmęczenie cieplne, są bardzo dobre właściwości mechaniczne w podwyższonej temperaturze. Mikrostrukturę i właściwości mechaniczne po obróbce cieplnej w różnych warunkach tej stali oraz z dodatkiem wolframu opisano w publikacjach [4-7]. Wymagania odnośnie do składu chemicznego i właściwości mechanicznych odkuwek ze stali X10CrMoVNb9-1 podano w normie [8].

W artykule opisano wyniki badań mikrostruktury i właściwości mechanicznych stali X20Cr13 oraz X10CrMoVNb9-1 w stanie dostawy hutniczej oraz po hartowaniu i odpuszczaniu materiału wsadowego oraz odkuwek z tych stali.

Celem badań było określenie temperatury kucia oraz warunków obróbki cieplnej odkuwek ze stali X20Cr13 i X10CrMoVNb9-1 pod kątem otrzymania materiału o strukturze wysokoodpuszczonego martenzytu i właściwościach mechanicznych odpowiednich dla wielkogabarytowych pierścieni. Założono twardość obrobionych cieplnie odkuwek ok. 30 HRC i wytrzymałość na rozciąganie od 700 MPa do 950 MPa.

# 2. MATERIAŁ I METODYKA BADAŃ

Badaniom poddano stale martenzytyczne X20Cr13 (nr 1.4021 wg normy PN-EN 10088-1:2014-12) oraz X10CrMoVNb9-1 (nr 1.4903 wg normy PN-EN 10222-2:2017-06), które dostarczono w postaci prętów o średnicach wynoszących odpowiednio 100 mm i 110 mm w stanie hartowanym i wysokoodpuszczonym. Skład chemiczny stali oznaczono metodą optycznej spektrometrii emisyjnej ze wzbudzeniem jarzeniowym i podano w tab. 1 i 2. W badaniach stosowano spektrometr GDS 500A (Leco).

Implemented directives and regulations necessitate improvement of the efficiency of boilers and energy systems that are ultimately intended to work in a supercritical state. The developed shape of the flange ring made of X10CrMoVNb9-1 steel fits into this trend of changes. The applied steel belongs to a group of modern, high-temperature creep resisting, high-chromium steels applied in power engineering. The advantage of this steel, according to the manufacturer, besides resistance to creep, corrosion and thermal fatigue are its good mechanical properties at elevated temperatures. Microstructure and mechanical properties after heat treatment under different conditions of this steel and with the addition of tungsten are described in publications [4–7]. Requirements concerning the chemical composition and mechanical properties of X10CrMoVNb9-1 steel forgings are given by standard [8].

This article describes the results of tests of the microstructure and mechanical properties of X20Cr13 and X10CrMoVNb9-1 steel in the state as delivered from the mill and after hardening and tempering of the stock material, as well as forgings of these steels.

The goal of tests was to determine the forging temperature and heat treatment conditions for forgings made of X20Cr13 and X10CrMoVNb9-1 steel from the perspective of obtaining a material with the structure of high-temperature tempered martensite and mechanical properties suitable for large-size rings. A hardness of approx. 30 HRC and tensile strength ranging from 700 MPa to 950 MPa were assumed.

#### 2. RESEARCH MATERIAL AND METHODOLOGY

Martensitic steels X20Cr13 (no. 1.4021 according to standard PN-EN 10088-1:2014-12) and X10CrMoVNb9-1 (no. 1.4903 according to standard PN-EN 10222-2:2017-06), delivered in the form of rods with diameters of, respectively, 100 mm and 110 mm in hardened and high-temperature tempered state, were tested. The chemical composition of the steels was determined using the method of optical emission spectroscopy with glow discharge excitation and is given in Tab. 1 and 2. A GDS 500A (Leco) spectrometer was used in tests.

Tab. 1. Skład chemiczny stali X20Cr13 (pręt φ100 mm)
Tab. 1. Chemical composition of X20Cr13 steel (\$\$00 mm rod)

X20Cr13										
Zawartość pierwiastka, % wag. / Element content, % wt.										
С	Mn	Si	Р	S	Cr	Ni	Мо	V	Cu	
0,221	0,724	0,691	0,0213	0,0223	11,97	0,452	0,0747	0,106	0,168	

Tab. 2. Skład chemiczny stali X10CrMoVNb9-1 (pręt φ110 mm) Tab. 2. Chemical composition of X10CrMoVNb9-1 steel (φ110 mm rod)

X10CrMoVNb9-1												
Zawartość pierwiastka, % wag. / Element content, % wt.												
С	Mn	Si	Р	S	Cr	Ni	Мо	V	Cu	Nb	Ti	Al
0,0895	0,489	0,402	0,0130	0,0045	8,296	0,248	0,877	0,237	0,0340	0,069	0,0057	0,0105

Skład chemiczny stali X20Cr 13 jest zgodny z wymaganiami normy PN-EN 10088-1:2014-12. Niemniej zawartość chromu w tej stali jest w dolnej dopuszczalnej granicy 12,00%. Skład chemiczny stali X10CrMoVNb9-1 odpowiada wymaganiom normy PN-EN 10222-2:2017-06.

# 2.1. Kucie swobodne

Kuciu swobodnemu poddano materiał wsadowy w postaci wałków \$40x60 mm, które pobrano w liczbie 4 z każdego przekroju poprzecznego badanego pręta, przy temperaturze 1110±20°C przy redukcji wysokości 50% (K: 50%, 1110°C). Odkuwki po kuciu chłodzono na powietrzu.

Odkuwki ze stali X20Cr14 obrobiono cieplnie przy następujących parametrach:

- wariant 1 temperatura austenityzowania 1020±10°C, chłodzenie w oleju, temperatura odpuszczania 600°C, czas 2h (OC1: 1020°C, 600°C, 2h),
- wariant 2 temperatura austenityzowania 1020±10°C, chłodzenie w oleju, temperatura odpuszczania 700°C, czas 2h (OC2: 1020°C, 700°C, 2h).

Odkuwki ze stali X10CrMoVNb9-1 poddano obróbce cieplnej przy następujących parametrach:

 wariant 1 – temperatura austenityzowania 1050±10°C, chłodzenie w oleju, temperatura odpuszczania 650°C, czas 2 h (OC1: 1050°C, 650°C, 2h), The chemical composition of X20Cr13 steel is consistent with the requirements of standard PN-EN 10088-1:2014-12. Nevertheless, chromium content in this steel is at the bottom tolerable limit of 12.00%. The chemical composition of X10CrMoVNb9-1 steel is consistent with the requirements of standard PN-EN 10222-2:2017-06.

# 2.1. Flat die forging

The stock material, in the form of  $\underline{\phi}40x60$  mm shafts, 4 of which were collected from every cross-section of the tested rod, were flat-die forged at temperature 1110±20°C with 50% height reduction (K: 50 %, 1110°C). After forging, the forgings were cooled in air.

Forgings made from X20Cr14 steel were heat treated with the following parameters:

- variant 1 austenitization temperature 1020±10°C, cooling in oil, tempering temperature 600°C, time 2h (OC1: 1020°C, 600°C, 2h),
- variant 2 austenitization temperature 1020±10°C, cooling in oil, tempering temperature 700°C, time 2h (OC2: 1020°C, 700°C, 2h).

*Forgings made from X10CrMoVNb9-1 steel were heat treated with the following parameters:* 

 variant 1 – austenitization temperature 1050±10°C, cooling in oil, tempering temperature 650°C, time 2h (OC1: 1050°C, 650°C, 2h),

 wariant 2 – temperatura austenityzowania 1050±10°C, chłodzenie w oleju, temperatura odpuszczania 700°C, czas 2 h (OC2: 1050°C, 700°C, 2h).

Na rys. 1 pokazano schematycznie kucie wałka \$40x60 mm oraz miejsce pobrania próbki wzdłużnej z przeszlifowanej odkuwki ze stali X20Cr13.  variant 2 – austenitization temperature 1050±10°C, cooling in oil, tempering temperature 700°C, time 2h (OC2: 1050°C, 700°C, 2h).

Fig. 1 diagramatically shows forging of a  $\phi$ 40x60 mm shaft as well as the collection point of a longitudinal sample from a ground X20Cr13 steel forging.



Rys. 1. Schemat kucia wałka ¢40x60 mm z redukcją wysokości 50% (a) oraz miejsce pobrania próbki wzdłużnej z odkuwki ze stali X20Cr13 (b)

*Fig. 1. Diagram of forging ϕ40x60 mm shaft with 50% height reduction (a) and collection point of longitudinal sample from X20Cr13 steel forging (b)* 

# 2.2. Obserwacje mikrostruktury – mikroskop świetlny (LM)

Badania te wykonano zgodnie z instrukcją badawczą Z-IB/3-05 – Obserwacje struktury metali i stopów, wydanie VI, data wydania 4.05.2015, za pomocą mikroskopu świetlnego Eclipse L150 (Nikon). Mikrostrukturę próbek ujawniono po trawieniu w odczynnikach Mi19Fe (stal X20Cr13) oraz Mi5Fe (stal X10 CrMoVNb9-1) wg normy PN-H-04503:1961 – Odczynniki do badania mikrostruktury stopów żelaza. Próbki wzdłużne z odkuwek pobrano wg rys. 1b. Obserwacje mikrostruktury prowadzono przy powiększeniu wynoszącym 500x.

# 2.3. Pomiary twardości metodą Vickersa

Pomiary twardości metodą Vickersa wykonano zgodnie z normą PN-EN ISO 6507-1:2007 - *Metale -- Pomiar twardości sposobem Vickersa* -- *Część 1: Metoda badań*, przy sile obciążającej 9,807 N, za pomocą twardościomierza FM-800

# 2.2. Observations of microstructure – light microscope (LM)

These tests were performed according to test instructions Z-IB/3-05 – Observations of the structure of metals and alloys, edition VI, date of issue 4.05.2015, by means of an Eclipse L150 (Nikon) light microscope. The microstructure of samples was revealed after etching in reagents Mi19Fe (X20Cr13 steel) and Mi5Fe (X10 CrMoVNb9-1 steel) according to standard PN-H-04503:1961 – Reagents for testing of the microstructure of iron alloys. Longitudinal samples were collected from forgings according to Fig. 1b. Observations of microstructure were conducted at 500x magnification.

#### 2.3. Vickers hardness measurements

Vickers hardness measurements were performed according to standard PN-EN ISO 6507-1:2007 - Metallic materials -- Vickers hardness test -- Part 1: Test method, at a loading force of 9.807 N using an FM-800 hardness tester (Future Tech.

(Future Tech. Corp.) na przekrojach próbek poddanych obserwacjom mikroskopowym.

# 2.4. Statyczna próba rozciągania

Statyczna próbę rozciągania przeprowadzono zgodnie z normą PN-EN ISO 6892-1:2016-09 - *Metale -- Próba rozciągania -- Część 1: Metoda badania w temperaturze pokojowej*, za pomocą maszyny wytrzymałościowej Instron 4483 (Instron) i głowicy pomiarowej o udźwigu 150 kN. Próbę przeprowadzono na próbkach z gwintem M10, średnicy  $d_o = 5$  mm oraz długości pomiarowej  $L_o = 25$  mm.

### 2.5. Próba udarności

Próbę udarności sposobem Charpy'ego w temperaturze pokojowej wykonano na standardowych próbkach z karbem "V", zgodnie z wytycznymi normy PN-EN ISO 148-1:2017-02 - *Metale -- Próba udarności sposobem Charpy'ego* -- *Część 1: Metoda badania*. W badaniach stosowano młot udarnościowy RKP 300 (Zwick) o początkowej energii 300 J.

# 3. WYNIKI BADAŃ I ICH OMÓWIENIE

#### 3.1. Obserwacje mikroskopowe – LM

Wyniki obserwacji mikrostruktury próbek ze stali X20Cr13 i X10CrMoVNb9-1 w stanie dostawy hutniczej (SW), poddanych kuciu przy temperaturze 1110°C z redukcją wysokości materiału wsadowego 50% (K: 50%, 1110°C) oraz obróbce cieplnej wg 2 wariantów (po kuciu) pokazano na rys. 2 i 3.





*Corp.) on cross-sections of samples subjected to observations under a microscope.* 

#### 2.4. Static tensile test

The static tensile test was conducted according to standard PN-EN ISO 6892-1:2016-09 -Metallic materials -- Tensile testing -- Part 1: Method of test at room temperature, by means of an Instron 4483 (Instron) testing machine and measuring head with lifting capacity 150 kN. The test was performed on samples with an M10 thread, diameter  $d_0 = 5$  mm and measuring gage  $L_0 = 25$  mm.

#### 2.5. Impact test

The Charpy impact test at room temperature was performed on standard "V"-notched samples according to the guidelines of standard PN-EN ISO 148-1:2017-02 - Metallic materials --Charpy pendulum impact test -- Part 1: Test method. An RKP 300 (Zwick) Charpy pendulum machine, with an initial energy of 300 J, was used in tests.

### 3. RESULTS OF STUDIES AND DISCUSSION

#### 3.1. Observations under microscope - LM

The results of observations of the microstructure of X20Cr13 and X10CrMoVNb9-1 steel samples in the state as delivered from the mill (SW), subjected to forging at temperature 1110°C with 50% height reduction of stock material (K: 50%, 1110°C) as well as heat treatment according to 2 variants (after forging) are shown in Fig. 2 and 3.





Rys. 2. Mikrostruktura na przekrojach wzdłużnych próbek ze stali X20Cr13. LM: a) i b) – SW; c) i d) – K: 50%, 1110°C; e) i f) – K + OC1: 1020°C, 600°C, 2h; g) i h) – K + OC2: 1020°C, 700°C, 2h *Fig. 2. Microstructure on longitudinal sections of X20Cr13 steel samples. LM: a) and b)* – SW; c) and d) – K: 50%, 1110°C; e) and f) – K + OC1: 1020°C, 600°C, 2h; g) and h) – K + OC2: 1020°C, 700°C, 2h

Mikrostrukturę próbek ze stali X20Cr13 w stanie dostawy hutniczej tworzył wysokoodpuszczony martenzyt (rys. 2a i 2b). Przy powierzchni łuszczonego pręta zaobserwowano pozostałość utlenionej strefy o grubości ok. 11 µm. Po kuciu przy temperaturze 1110°C z redukcją wysokości materiału wsadowego 50% i chłodzeniu na powietrzu uzyskano mieszaninę martenzytu i austenitu szczątkowego (rys. 2c i 2d). W wyniku obróbki cieplnej odkuwki ze stali X20Cr13 wg wariantów 1 i 2 otrzymano martenzyt wysokoodpuszczony, będący mieszaniną martenzytu średnio- i gruboiglastego wg normy PN-H-04505:1966 – *Mikrostruktura stalowych*  The microstructure of X20Cr13 steel samples in state as delivered from the mill consisted of high-temperature tempered martensite (Fig. 2a and 2b). A remnant of the oxidized zone was observed near the surface of the flaked rod, with a thickness of approx. 11  $\mu$ m. After forging at temperature 1110°C with 50% height reduction of the stock material and cooling in air, a mixture of martensite and retained austenite was obtained (Fig. 2c and 2d). As a result of heat treatment of the X20Cr13 steel forging according to variants 1 and 2, high-temperature tempered martensite was obtained, being a mixture of mediumand coarse-aciform martensite according to stan-

wyrobów hutniczych -- Wzorce i oznaczanie (rys. 2e-2h). Zwiększenie temperatury odpuszczania z 600°C do 700°C nie spowodowało istotnych zmian w strukturze odkuwki.



dard PN-H-04505:1966 – Microstructure of steel mill products -- Standards and determination (Fig. 2e-2h). Increasing tempering temperature from 600°C to 700°C did not result in significant changes in the forging's structure.



h)

Rys. 3. Mikrostruktura na przekrojach wzdłużnych próbek ze stali X10CrMoVNb9-1; LM: a) i b) - SW, c) i d) - K: 50%, 1110°C; e) i f) - K + OC1: 1020°C, 600°C, 2h; g) i h) - K + OC2: 1020°C, 700°C, 2h Fig. 3. Microstructure on longitudinal sections of X10CrMoVNb9-1 steel samples; LM: a) and b) – SW; c) and d) – K: 50%, 1110°C; e) and f) – K + OC1: 1020°C, 600°C, 2h; g) and h) – K + OC2: 1020°C, 700°C, 2h

Mikrostrukturę pręta ze stali X10CrMoVNb9-1 tworzył wysokoodpuszczony martenzyt (rys. 3a i 3b). Martenzyt ten można scharakteryzować jako mieszaninę martenzytu średnio- i gruboiglastego wg normy PN-H-04505:1966. Nie zaobserwowano istotnych różnic w mikrostrukturze próbek, zarówno przy powierzchni pręta (rys. 3a), jak i w okolicy jego środka (rys. 3b). Próbka pobrana z odkuwki miała mikrostrukturę składającą się z gruboiglastego martenzytu i dużych ziaren austenitu szczątkowego jedynie przy powierzchni (rys. 3c). W okolicach środka próbki zaobserwowano średnioiglasty martenzyt oraz austenit szczątkowy o drobniejszych ziarnach w porównaniu z austenitem w obszarach przypowierzchniowych (rys. 3d). W wyniku obróbki cieplnej odkuwki ze stali X10CrMoVNb9-1 wg 2 wariantów otrzymano martenzyt wysokoodpuszczony (rys. 3e-3h). Martenzyt ten był mieszaniną martenzytu średnio- i gruboiglastego. W mikrostrukturze obrobionych cieplnie próbek wg obu wariantów zaobserwowano także granice ziaren byłego austenitu, który uległ rekrystalizacji.

# 3.2. Pomiary twardości metodą Vickersa

Wyniki badań średniej twardości HV 1 na przekrojach wzdłużnych próbek ze stali X20Cr13 i X10CrMoVNb9-1 w stanie dostawy hutniczej (SW), hartowaniu i odpuszczaniu wałków oraz próbek pobranych z odkuwek, które obrobiono cieplnie wg 2 wariantów podano na rys. 4 i 5.

The microstructure of X10CrMoVNb9-1 steel rod consisted of high-temperature tempered martensite (Fig. 3a and 3b). This martensite can be characterized as a mixture of medium- and coarseaciform martensite according to standard PN-H-04505:1966. No significant differences were observed in the microstructure of samples, both near the rod's surface (Fig. 3a) and in the vicinity of its center (Fig. 3b). The sample collected from the forging had a microstructure consisting of coarseaciform martensite and large grains of retained austenite only near the surface (Fig. 3c). Mediumaciform martensite and retained austenite with finer grains in comparison to the austenite in the *near-surface layers was observed in the vicinity* of the center of the sample (Fig. 3d). As a result of heat treatment of the X10CrMoVNb9-1 steel forging according to 2 variants, high-temperature tempered martensite was obtained (Fig. 3e–3h). This martensite was a mixture of medium- and coarse-aciform martensite. The grain boundaries of former austenite that underwent recrystallization was also observed in the microstructure of samples heat-treated according to both variants.

# 3.2. Vickers hardness measurements

The results of tests of mean HV 1 hardness on longitudinal sections of X20Cr13 and X10CrMoVNb9-1 steel samples in state as delivered from the mill (SW), hardening and tempering of shafts and of samples collected from forgings, which were heattreated according to 2 variants, given in Fig. 4 and 5.



Rys. 4. Średnia twardość HV 1 na przekrojach wzdłużnych próbek ze stali X20Cr13 w stanie dostawy hutniczej (SW), po hartowaniu (H), hartowaniu i odpuszczaniu w 2 wariantach (OC1 i OC2), po kuciu przy temperaturze 1110°C z redukcją wysokości 50% (K), kuciu i obróbce cieplnej w 2 wariantach (K+OC1 i K+OC2)

Fig. 4. Mean HV 1 hardness on longitudinal sections of X20Cr13 steel samples in state as delivered from mill (SW), after hardening (H), hardening and tempering in 2 variants (OC1 and OC2), after forging at temperature 1110°C with 50% height reduction (K), forging and heat treatment in 2 variants (K+OC1 and K+OC2)

Największą średnią twardość 578 HV 1 miały próbki ze stali X20Cr13, które pobrano z zahartowanych wałków (rys. 4). Najmniejszą średnią twardością 229 HV 1 charakteryzowały się próbki pobrane z pręta w stanie dostawy hutniczej. Średnia twardość na przekroju odkuwki wynosiła 515 HV 1. Potwierdza to obecność martenzytu i austenitu szczątkowego w mikrostrukturze próbki (rys. 2c i 2d). Średnia twardość HV 1 odkuwek obrobionych cieplnie wg każdego z 2 wariantów nie różniła się istotnie od średniej twardości materiału wsadowego, który obrobiono cieplnie w tych samych warunkach. The greatest mean value of 578 HV 1 was reached by X20Cr13 steel samples collected from hardened shafts (Fig. 4). The lowest mean hardness of 229 HV 1 characterized samples collected from the rod in state as delivered from mill. The mean hardness on the forging's cross-section was equal to 515 HV 1. This is confirmed by the presence of martensite and retained austenite in the sample's microstructure (Fig. 2c and 2d). The mean HV 1 hardness of forgings heat-treated according to each of the 2 variants did not differ significantly from the mean hardness of the stock material, which was heat-treated under the same conditions.



Rys. 5. Średnia twardość HV 1 na przekrojach wzdłużnych próbek ze stali X10CrMoVNb9-1 w stanie dostawy hutniczej (SW), po hartowaniu (H), hartowaniu i odpuszczaniu w 2 wariantach (OC1 i OC2), kuciu przy temperaturze 1110°C z redukcją wysokości 50% (K), kuciu i obróbce cieplnej w 2 wariantach (K+OC1 i K+OC2)

Fig. 5. Mean HV 1 hardness on longitudinal sections of X10CrMoVNb9-1 steel samples in state as delivered from mill (SW), after hardening (H), hardening and tempering in 2 variants (OC1 and OC2), forging at temperature 1110°C with 50% height reduction (K), forging and heat treatment in 2 variants (K+OC1 and K+OC2)

Najmniejszą średnią twardość 205 HV 1 miały próbki ze stali X10CrMoVNb9-1 pobrane z pręta w stanie dostawy hutniczej (rys. 5). Średnia twardość próbek, które pobrano z zahartowanych wałków oraz odkuwek chłodzonych na powietrzu była identyczna i wyniosła 420 HV 1. Skutki obróbki cieplnej materiału wsadowego i odkuwek były zbliżone.

# 3.3. Statyczna próba rozciągania

Wyniki statycznej próby rozciągania – wyznaczone wskaźniki  $R_{p0,2}$ ,  $R_m$  i A stali X20Cr13 oraz X10CrMoVNb9-1 podano na rys. 6 i 7. The lowest mean hardness of 205 HV 1 characterized X10CrMoVNb9-1 steel samples collected from the rod in state as delivered from mill (Fig. 5). The mean hardness of samples collected from hardened rods and forgings cooled in air was identical and equal to 420 HV 1. The effects of heat treatment of the stock material and forgings were similar.

### 3.3. Static tensile test

The results of the static tensile test – determined indicators  $R_{p0.2}$ ,  $R_m$  and A of X20Cr13 and X10CrMoVNb9-1 steel are given in fig. 6 and 7.



Rys. 6. Wyniki statycznej próby rozciągania próbek ze stali X20Cr13 w stanie dostawy hutniczej (SW), po obróbce cieplnej w 2 wariantach (OC1 i OC2) oraz kuciu przy temperaturze 1110°C z redukcją wysokości 50% (K) i obróbce cieplnej w 2 wariantach (K+OC1 i K+OC2): a) – R<sub>p0,2</sub>, R<sub>m</sub>, b) – A
Fig. 6. Static tensile test results of X20Cr13 steel samples in state as delivered from mill (SW), after heat treatment in 2 variants (OC1 and OC2), and after forging at temperature 1110°C with 50% height

reduction (K), and heat treatment in 2 variants (K+OC1 and K+OC2):  $a - R_{p0.2}$ ,  $R_m$ , b - A

W wyniku obróbki cieplnej OC1 stali X20Cr13 uzyskano największe wskaźniki Rm i Rp0,2 wynoszące odpowiednio: 1049 MPa i 849 MPa, znacznie przekraczające wskaźniki otrzymane dla tej stali w stanie dostawy hutniczej wynoszące odpowiednio: 727 MPa i 488 MPa (rys. 6a). Jednocześnie nastąpiło obniżenie wydłużenia z 27% do 19% (rys. 6b). Zwiększenie temperatury odpuszczania z 600°C do 700°C spowodowało zmniejszenie wskaźników  $R_m$  i  $R_{p0,2}$  odpowiednio do wartości 866 MPa i 658 MPa, przy jednoczesnym niewielkim zwiększeniu wydłużenia do 21%. Wskaźniki  $R_m$ ,  $R_{p0,2}$  i A, które uzyskano dla odkuwek i materiału wsadowego po obróbce cieplnej, w tych samych warunkach: OC1 i K+OC1 oraz OC2 i K+OC2 były zbliżone (rys. 6).

As a result of heat treatment OC1 of X20Cr13 steel, the greatest values of  $R_m$  and  $R_{p0.2}$  were obtained, equal to, respectively: 1049 MPa and 849 *MPa, significantly exceeding values obtained for* this steel in state as delivered from mill, amounting to, respectively: 727 MPa and 488 MPa (Fig. 6a). At the same time, elongation was reduced from 27% to 19% (Fig. 6b). Increasing tempering temperature from 600°C to 700°C resulted in a reduction of  $R_m$  and  $R_{p0.2}$  to the values of, respectively, 866 MPa and 658 MPa, while simultaneously increasing elongation slightly to 21%.  $R_m$ ,  $R_{p0.2}$  and A values obtained for forgings and stock material after heat treatment under the same conditions: OC1 and K+OC1 as well as OC2 and K+OC2 were similar (Fig. 6).



Rys. 7. Wyniki statycznej próby rozciągania próbek ze stali X10CrMoVNb9-1 w stanie dostawy hutniczej (SW), po obróbce cieplnej w 2 wariantach (OC1 i OC2) oraz kuciu przy temperaturze 1110°C z redukcją wysokości 50% (K) i obróbce cieplnej w 2 wariantach (K+OC1 i K+OC2): a) –  $R_{p0,2}$ ,  $R_m$ , b) – A

Fig. 7. Static tensile test results of X10CrMoVNb9-1 steel samples in state as delivered from mill (SW), after heat treatment in 2 variants (OC1 and OC2), and after forging at temperature 1110°C with 50% height reduction (K), and heat treatment in 2 variants (K+OC1 and K+OC2): a) – R<sub>p0.2</sub>, R<sub>m</sub>, b) – A

Skutkiem obróbki cieplnej OC1 stali X10CrMoVNb9-1 było niemal 2-krotne zwiększenie wskaźnika  $R_{p0,2}$ i o 340 MPa wskaźnika  $R_m$ w porównaniu ze stanem dostawy hutniczej (rys. 7a). Wydłużenie próbek uległo zmniejszeniu z 29% do 20% po obróbce cieplnej w tych warunkach (rys. 7b). Zwiększenie temperatury odpuszczania z 650°C do 700°C spowodowało zmniejszenie wskaźników  $R_{p0,2}$  i  $R_m$  do wartości wynoszących odpowiednio: 761 MPa i 903 MPa, przy niezmienionym wydłużeniu próbek. Kucie tej stali przy temperaturze 1110°C z redukcją wysokości 50% nie miało istotnego wpływu na wskaźniki  $R_{p0,2}$ ,  $R_m$  i A próbek obrobionych cieplnie w tych samych warunkach: OC1 i K+OC1 lub OC2 i K+OC2 (rys. 7).

# 3.4. Próba udarności

Wyniki pracy łamania (KV<sub>2</sub>) próbek ze stali X20Cr13 oraz X10CrMoVNb9-1 podano na rys. 8 i 9. The effect of OC1 heat treatment of X10CrMoVNb9-1 steel was a nearly 2-fold increase in  $R_{p0.2}$  and an increase by 340 MPa of  $R_m$  in comparison to the as-delivered from mill state (Fig. 7a). Sample elongation was reduced from 29% to 20% after heat treatment under these conditions (Fig. 7b). Increasing tempering temperature from 650°C to 700°C reduced  $R_{p0.2}$  and  $R_m$  to the values of, respectively: 761 MPa and 903 MPa, while sample elongation was unchanged. Forging of this steel at 1110°C with 50% height reduction did not have a significant impact on  $R_{p0.2}$ ,  $R_m$  and A values of samples heat-treated under the same conditions: OC1 and K+OC1 or OC2 and K+OC2 (Fig. 7).

### 3.4. Impact test

*The results of absorbed impact energy (KV<sub>2</sub>) of X20Cr13 and X10CrMoVNb9-1 steel samples are given in Fig. 8 and 9.* 



Rys. 8. Praca łamania próbek ze stali X20Cr13 w stanie dostawy hutniczej (SW), po obróbce cieplnej w 2 wariantach (OC1 i OC2) oraz kuciu przy temperaturze 1110°C z redukcją wysokości 50% i obróbce cieplnej w 2 wariantach (K+OC1 i K+OC2)

Fig. 8. Absorbed impact energy of X20Cr13 steel samples in state as delivered from mill (SW), after heat treatment in 2 variants (OC1 and OC2), and after forging at temperature 1110°C with 50% height reduction and heat treatment in 2 variants (K+OC1 and K+OC2)

Największą pracą łamania 33 J charakteryzowały się próbki ze stali X20Cr13 w stanie dostawy hutniczej (rys. 8). Po obróbce cieplnej OC1 praca łamania zmniejszyła się do 12 J. Zwiększenie temperatury odpuszczania z 600°C do 700°C zwiększyło pracę łamania do 22 J. Na próbkach pobranych z obrobionych cieplnie odkuwek uzyskano pracę łamania zbliżoną do pracy łamania próbek, które pobrano z materiału wsadowego obrobionego cieplnie w tych samych warunkach. The greatest absorbed impact energy, 33 J, characterized X20Cr13 samples in state as delivered from mill (Fig. 8). After heat treatment OC1, absorbed impact energy decreased to 12 J. Increasing tempering temperature from 600°C to 700°C increased absorbed impact energy to 22 J. In samples collected from heat-treated samples, absorbed impact energy similar to that of the impact energy absorbed by samples collected from stock material heat-treated under the same conditions was obtained.



Rys. 9. Praca łamania próbek ze stali X10CrMoVNb9-1 w stanie dostawy hutniczej (SW), po obróbce cieplnej w 2 wariantach (OC1 i OC2) oraz kuciu przy temperaturze 1110°C z redukcją wysokości 50% i obróbce cieplnej w 2 wariantach (K+OC1 i K+OC2) Fig. 9. Absorbed impact energy of X10CrMoVNb9-1 steel samples in state as delivered from mill (SW), after heat treatment in 2 variants (OC1 and OC2), and after forging at temperature 1110°C with 50% height reduction and heat treatment in 2 variants (K+OC1 and K+OC2)

Największą pracę łamania próbki 184 J miała stal X10CrMoVNb9-1 w stanie dostawy hutniczej (SW) – rys. 9. Po obróbce cieplnej wg warunków OC1 i OC2, praca łamania próbek uległa ok. 5-krotnemu zmniejszeniu odpowiednio: do 35 J i 40 J. Próbki pobrane z obrobionych cieplnie odkuwek charakteryzowały się pracą łamania zbliżoną do pracy łamania próbek pobranych z wsadowego materiału, który obrobiono cieplnie w tych samych warunkach (rys. 9).

# 4. PODSUMOWANIE

Na podstawie przeprowadzonych badań mikrostruktury oraz właściwości mechanicznych stali X20Cr13 oraz X10CrMoVNb9-1 stwierdzono, że:

- odkuwki z badanych stali uległy zahartowaniu na wskroś po kuciu przy temperaturze 1110±20°C z redukcją grubości materiału wsadowego 50% i studzeniu na powietrzu; średnia twardość tych odkuwek była zbliżona do średniej twardości materiału wsadowego, który hartowano w oleju z temperatury 1020±10°C dla stali X20Cr13 oraz 1050±10°C dla stali X10CrMoVNb9-1;
- 2. w wyniku kucia obu stali przy temperaturze 1110°C z redukcją wysokości 50% oraz obróbce cieplnej w 2 warunkach (hartowanie stali X20Cr13 z temperatury 1020±10°C w oleju oraz odpuszczanie przy temperaturze 600°C i 700°C w czasie 2h, hartowanie stali X10CrMoVNb9-1

X10CrMoVNb9-1 steel in state as delivered from mill (SW) had the greatest absorbed impact energy of 184 J – Fig. 9. After heat treatment according to conditions OC1 and OC2, the impact energy absorbed by samples was reduced approx. 5-fold, respectively: to 35 J and 40 J. Samples collected from heat-treated forgings were characterized by absorbed impact energy similar to that of samples collected from stock material heattreated under the same conditions (Fig. 9).

# 4. CONCLUSIONS

Based on performed tests of the microstructure and mechanical properties of X20Cr13 and X10CrMoVNb9-1 steel, it was determined that:

- 1. forgings made from the tested steels were through-hardened after forging at temperature 1110±20°C with 50% thickness reduction of the stock material and cooling in air; the mean hardness of these forgings was similar to the mean hardness of stock material, which was hardened in oil from temperature 1020±10°C for X20Cr13 steel and 1050±10°C for X10CrMoVNb9-1 steel;
- 2. as a result of forging of both steels at temperature 1110°C with 50% height reduction and heat treatment under 2 conditions (hardening of X20Cr13 steel from temperature 1020±10°C in oil and tempering at temperature 600°C and 700°C over 2h, hardening of X10CrMoVNb9-1

z temperatury 1050±10°C w oleju oraz odpuszczanie przy temperaturze 650°C i 700°C w czasie 2h) otrzymano odkuwki charakteryzujące się obecnością odpuszczonego martenzytu w mikrostrukturze; średnia twardość odkuwek ze stali X10CrMoVNb9-1, które odpuszczono przy temperaturze 700°C, wynosiła 290 HV 1 i była większa o ok. 20 HV 1 od średniej twardości odkuwek ze stali X20Cr13 odpuszczonych przy tej temperaturze;

- 3. wskaźniki właściwości mechanicznych R<sub>p0,2</sub>,  $R_m$ , A oraz pracy łamania KV<sub>2</sub> materiału odkuwek ze stali X20Cr13, które obrobiono cieplnie wg wariantu 2 (austenityzowanie przy temperaturze 1020°C, odpuszczanie przy temperaturze 700°C), spełniają wymagania określone dla stanu QT800 wg normy PN-EN 10088-3:2015-01; odkuwki odpuszczone przy temperaturze 600°C (wariant 1 obróbki cieplnej) miały następujące wskaźniki  $R_{p0,2}$ ,  $R_m$  i A: 833 MPa i 1006 MPa przy wydłużeniu 19%, znacznie większe od wymaganych wg ww. normy –  $R_{p0,2}$  minimum 600 MPa,  $R_m$  od 800 do 950 MPa i A minimum 12%; niemniej praca łamania KV<sub>2</sub> próbek pobranych z odkuwek odpuszczonych przy temperaturze 600°C była niższa i wynosiła 14 J, zamiast wymaganych 20 J;
- 4. odpuszczanie zahartowanych odkuwek ze stali X10CrMoVNb9-1 wykonano przy niższej temperaturze niż podane w normie PN-EN 10222-2:2017-06 (od 730°C do 780°C), co miało wpływ na otrzymanie większych wskaźników *R*<sub>p0,2</sub> i *R*<sub>m</sub>, niż wymagane *R*<sub>eH</sub> minimum 450 MPa i *R*<sub>m</sub> od 630 do 730 MPa; praca łamania KV<sub>2</sub> próbek pobranych z odkuwek odpuszczonych przy temperaturze 600°C była niższa od minimalnej wymaganej 40 J, zgodnie z ww. normą, przy czym warunek ten dotyczył wyniku próby udarności opcjonalnie wykonywanej przy temperaturze 0°C;
- 5. w dalszym etapie badań planowana jest weryfikacja właściwości mechanicznych uzyskanych na próbkach pobranych z kutych wałków oraz z eksperymentalnie walcowanych pierścieni z obu badanych stali, które będą obrobione cieplnie przy tych samych temperaturach austenityzowania i odpuszczania, co kute wałki.

steel from temperature 1050±10°C in oil and tempering at temperature 650°C and 700°C over 2h), forgings characterized by the presence of tempered martensite in the microstructure were obtained; the mean hardness of X10CrMoVNb9-1 steel forgings, which were tempered at temperature 700°C, amounted to 290 HV 1 and was approx. 20 HV 1 greater than the mean hardness of X20Cr13 steel forgings tempered at this temperature.

- *3. indicators of mechanical properties*  $R_{p0.2}$ ,  $R_m$ , A as well as absorbed impact energy KV<sub>2</sub> of the material of X20Cr13 steel forgings heat-treated according to variant 2 (austenitization at temperature 1020°C, tempering at 700°C) meet the requirements defined for state QT800 according to standard PN-EN 10088-3:2015-01; forgings tempered at temperature 600°C (heat treatment variant 1) had the following  $R_{p0.2}$ ,  $R_m$  and A indicators: 833 MPa and 1006 MPa at 19% elongation, much greater than those required according to the aforementioned standard –  $R_{p0.2}$ *minimum 600 MPa*,  $R_m$  from 800 to 950 MPa and A minimum 12 %. Nevertheless, the absorbed impact energy KV<sub>2</sub> of samples collected from forgings tempered at temperature 600°C was lower and amounted to 14 J instead of the required 20 J,
- tempering of hardened X10CrMoVNb9-1 steel forgings was performed at lower temperatures than those given in standard PN-EN 10222-2:2017-06 (from 730°C to 780°C), which contributed to the obtainment of higher R<sub>p0.2</sub> and R<sub>m</sub> indicators than the required R<sub>eH</sub> minimum 450 MPa and R<sub>m</sub> from 630 to 730 MPa; absorbed impact energy KV<sub>2</sub> of samples collected from forgings tempered at temperature 600°C was lower than the minimum required 40 J according to the standard cited above, where this condition pertained to the result of the impact test optionally performed at 0°C;
- 5. in the next stage of tests, it is planned to verify the mechanical properties obtained in samples collected from forged shafts and from rings experimentally rolled from both tested steels, which will be heat-treated at the same austenitization and tempering temperatures as the forged shafts.

# PODZIĘKOWANIA

Badania zrealizowano w ramach projektu o akronimie INNORING pt. "Innowacyjna niskoodpadowa technologia kształtowania pierścieni wielkogabarytowych" nr umowy POIR.01.01.02-00-0079/16. Finansowanie projektu: Program Operacyjny Inteligentny Rozwój 2014–2020, Działanie 1.1 "Projekty B+R przedsiębiorstw", Poddziałanie 1.1.2 "Prace B+R związane z wytworzeniem instalacji pilotażowej/demonstracyjnej".

# LITERATURA

- Prieto G., J.E. Ipiña Perez, W.R. Tuckart. 2014. "Cryogenic treatments on AISI 420 stainless steel: Microstructure and mechanical properties". *Materials Science & Engineering A* 605: 236–243.
- [2] Norma PN-EN 10088-1:2014-12 -- Stale odporne na korozję -- Część 1: Wykaz stali odpornych na korozję.
- [3] Norma PN-EN 10088-3:2015-01 -- Stale odporne na korozję -- Część 3: Warunki techniczne dostawy półwyrobów, prętów, walcówki, drutu, kształtowników i wyrobów o powierzchni jasnej ze stali nierdzewnych ogólnego przeznaczenia.
- [4] Dobrzański J. 2011. "Nowej generacji martenzytyczne stale 9-12%Cr do pracy w warunkach pełzania na elementy krytyczne części ciśnieniowej kotłów energetycznych o nadkrytycznych parametrach pracy". *Prace IMŻ* 63 (4): 1–13.
- [5] Pandej C., A. Giri, M.M. Mahapatra. 2016. "Evolution of Phases in P91 steel in various heat treatment conditions and their effect on microstructure stability and mechanical properties". *Materials Science* & Engineering A 664: 58–74.
- [6] Zieliński A., M. Miczka, B. Boryczko, M. Sroka. 2016. "Forecasting in the presence of microstructural changes for the case of P91 steel after long-term ageing". *Archives of Civil and Mechanical Engineering* 16: 813–824.
- [7] Guo X., Y. Jiang, J. Gong, X. Weng. 2016. "The influence of long-term thermal exposure on microstructural stabilization and mechanical properties in 9Cr-0,5Mo-1.8W-VNb heat-resistant steel". *Materials Science & Engineering A* 672: 194–202.
- [8] Norma PN-EN 10222-2: 2017-06 -- Odkuwki stalowe na urządzenia ciśnieniowe -- Część 2: Stale ferrytyczne i martenzytyczne o określonych własnościach w podwyższonych temperaturach.

### **ACKNOWLEDGEMENTS**

Tests were performed as part of the project under the acronym INNORING titled "Innovative lowwaste technology for forming large-size rings" contract no. POIR.01.01.02-00-0079/16. Project financing: Smart Growth Operational Programme 2014-2020, Measure 1.1 "R&D projects of enterprises", Submeasure 1.1.2 "R&D works related to the creation of a pilot/demonstration installation".

### REFERENCES

- Prieto G., J.E. Ipiña Perez, W.R. Tuckart. 2014. "Cryogenic treatments on AISI 420 stainless steel: Microstructure and mechanical properties". *Materials Science & Engineering A* 605: 236–243.
- [2] Standard PN-EN 10088-1:2014-12 -- Stainless steels -- Part 1: List of stainless steels.
- [3] Standard PN-EN 10088-3:2015-01 -- Stainless steels -- Part 3: Technical delivery conditions for semifinished products, bars, rods, wire, sections and bright products of corrosion resisting steels for general purposes.
- [4] Dobrzański J. 2011. "New-generation creep-resistant martensitic steel containing 9-12%cr for elements of steam superheater of boilers operating at supercritical parameters". *Prace IMŻ* 63 (4): 1–13. [article in Polish]
- [5] Pandej C., A. Giri, M.M. Mahapatra. 2016. "Evolution of Phases in P91 steel in various heat treatment conditions and their effect on microstructure stability and mechanical properties". *Materials Science* & *Engineering A* 664: 58–74.
- [6] Zieliński A., M. Miczka, B. Boryczko, M. Sroka. 2016. "Forecasting in the presence of microstructural changes for the case of P91 steel after long-term ageing". Archives of Civil and Mechanical Engineering 16: 813–824.
  - [7] Guo X., Y. Jiang, J. Gong, X. Weng. 2016. "The influence of long-term thermal exposure on microstructural stabilization and mechanical properties in 9Cr-0,5Mo-1.8W-VNb heat-resistant steel". *Materials Science & Engineering A* 672: 194–202.
  - [8] Standard PN-EN 10222-2: 2017-06 -- Steel forgings for pressure purposes -- Part 2: Ferritic and martensitic steels with specified elevated temperature properties.