Dr hab. inż. Zbigniew PAKIEŁA

Politechnika Warszawska, Wydział Inżynierii Materiałowej, Warszawa

# Mikrostruktura i właściwości mechaniczne nadstopu Inconel 625

# Microstructure and mechanical properties of Inconel 625 superalloy

#### Streszczenie

W referacie przedstawiono wyniki badań mikrostruktury i właściwości blach z superstopu Inconel 625. Przeprowadzono ilościowe pomiary parametrów mikrostruktury i rozkładu wielkości ziarna za pomocą mikroskopii świetlnej i skaningowej mikroskopii elektronowej. Struktury dyslokacyjne badano za pomocą TEM. Badano blachy walcowane na zimno a następnie wyżarzane w różnych temperaturach, celem zbadania przebiegu rekrystalizacji statycznej. Przeprowadzono również próby rozciągania w temperaturze pokojowej i w temperaturach podwyższonych.

#### Abstract

Mechanical properties and microstructure of Inconel 625 superalloy metal plates were tested. Light and electron scanning microscopy were used for quantitative description of microstructure and grain size distribution measurement. Dislocations structure was observed by TEM. Cold rolling followed by annealing at different temperatures was performed for static recrystallization investigation. Tensile tests at room and elevated temperatures were also performed.

Słowa kluczowe: nadstop Inconel 625, mikrostruktura, właściwości mechaniczne

Key words: Inconel 625 superalloy, microstructure, mechanical properties

## **1. WPROWADZENIE**

Stop Inconel 625, należący do grupy materiałów nazywanych superstopami, znajduje liczne zastosowania w przemyśle lotniczym ze względu na jego bardzo dobrą odporność korozyjną i dobre właściwości wytrzymałościowe w wysokiej temperaturze.

Blachy wykonane z tego stopu mogą być kształtowane metodami obróbki plastycznej. Ze względu na dużą zdolność do umocnienia odkształceniowego obróbka plastyczna takich blach nie jest jednak zadaniem łatwym. Dodatkowo utrudnia ją fakt, że często producenci dostarczają ten materiał w stanie umocnionym.

Według lotniczej normy materiałowej SAE AMS 5599F, cienkie blachy z tego stopu powinny charakteryzować się minimalną granicą plastyczności 415 MPa i wytrzymałością na rozciąganie 830 MPa oraz wydłużeniem do zerwania min. 30% [1].

#### **1. INTRODUCTION**

The Inconel 625 alloy, belonging to the materials group of superalloys, finds numerous applications in the aircraft industry due to its excellent corrosion resistance and good strength in high temperatures.

Plates made from this alloy can be formed during the course of plastic working. However, due to high ability to strain hardening, the plastic working of such plates is not an easy task. It is also rendered difficult by the fact, that manufacturers often supply this material in a strengthened state.

According to aircraft material norm SAE AMS 5599F, thin plates made from this alloy should have a yield point of a minimum of 415 MPa and a tensile strength of 830 MPa, as well as an ultimate elongation at a minimum of 30% [1]. Badania przeprowadzone na materiałach otrzymanych od wytwórców wykazują, że granica plastyczności materiału w stanie dostawy przekracza 500 MPa. Powoduje to, że w przypadku formowania na zimno takich blach nie udaje się uzyskać wystarczająco dużych odkształceń, niezbędnych do wytworzenia elementów o skomplikowanych kształtach.

Z doniesień literaturowych wiadomo, że odpowiednio przeprowadzona obróbka zmiękczająca stopu Inconel 625 może pozwolić na obniżenie granicy plastyczności poniżej 400 MPa i uzyskanie wydłużenia do zerwania w temperaturze pokojowej 70% [2]. Ze wzrostem temperatury odkształcenia wydłużenie to może wzrastać nawet do 110%, co jest związane ze zjawiskiem zdrowienia dynamicznego materiału. Temperatura obróbki plastycznej nie może być jednak dowolnie zmieniana, gdyż powyżej pewnej temperatury zaczyna intensywnie zachodzić starzenie przesyconego stopu, prowadzące do silnego spadku plastyczności i wzrostu wytrzymałości przesyconego stopu [3, 4].

Istotnym zagadnieniem przy planowaniu procesu obróbki plastycznej jest odpowiednie dobranie temperatury, do jakiej można podgrzewać stop w czasie procesu, aby nie ulegał on starzeniu. Starzenie tego stopu zachodzi z mierzalną prędkością już przy temperaturze 550 °C [5], podczas gdy zdrowienie zaczyna dawać istotny efekt również dopiero w tej temperaturze [2]. Dlatego istotne jest wyznaczenie parametrów obróbki w podwyższonej temperaturze tak, aby nie dopuścić do starzenia materiału w czasie procesu i uzyskać małe naprężenia formowania plastycznego.

Badania przeprowadzono w ramach projektu rozwojowego nr R1502703 pt. "Technologia kształtowania plastycznego części silników lotniczych z nadstopów niklu z zastosowaniem procesów zgniatania obrotowego", realizowanego przez Instytut Obróbki Plastycznej w Poznaniu w latach 2007-2010 [6].

Tests carried out on materials obtained from manufacturers show, that the yield point of the supplied material exceeds 500 MPa. Due to this, in the case of cold working of such plates, insufficient strain for forming elements with complicated shapes is obtained. Literature has made it known, that annealing processes of the Inconel 625 alloy carried out appropriately can make it possible to lower the yield point to less than 400 MPa and achieve an ultimate elongation of 70% in room temperature [2]. As strain temperature increases, elongation can increase to up to 110%, which is related to the phenomenon of dynamic recovery of the material. The temperature of plastic working cannot be changed at will, because intensive ageing of the supersaturated alloy occurs above a certain temperature, leading to a sharp decrease in plasticity and an increase in the strength of the supersaturated alloy [3, 4].

The appropriate selection of the maximum temperature so as to prevent material ageing during working, is of great significance when planning plastic working. The ageing of this alloy occurs with measurable speed at a temperature of only 550 °C [5], while recovery also starts to produce a significant effect at this temperature [2]. This is why it is important to determine the parameters of plastic working in increased temperatures in such a way, so as to not allow the material to age during working and obtain small plastic forming stress. Tests were carried out in the framework of development project no. R1502703 titled "Plastic forming technology for aircraft engine parts made from nickel superalloys using roll forming processes," realized by the Metal Forming Institute in Poznan during years 2007-2010 [6].

#### 145

## 2. PROCEDURA EKSPERYMENTALNA I WYNIKI BADAŃ

## 2.1. Materiał do badań

Do badań otrzymano blachy nadstopu Inconel 625 o trzech różnych grubościach: 1,0, 2,3 i 3,1 mm. Blachy te oznaczono w dalszej części artykułu symbolami 1, 2 i 3. Materiał blach poddano badaniom w stanie dostawy, jak również w stanie po dodatkowym walcowaniu na zimno, na walcarce elektrycznej z motoreduktorem. Walcowanie odbywało się z prędkością 5,2 m/min, do uzyskania sumarycznego gniotu równego 30%. Gniot ten uzyskano w kilku przejściach. Redukcja odległości walców dla każdego przejścia wynosiła ok. 5%. Przy zmniejszaniu odległości miedzy walcami próbki były walcowane równolegle - W, do kierunku pierwotnego walcowania blach. Próbki poddane walcowaniu i wygrzewaniu oznaczano symbolami, które zawierały w nazwie kolejno: symbol grubości blachy (1, 2 lub 3), temperaturę wygrzewania i czas wygrzewania.

Badania składu chemicznego przeprowadzono za pomocą fluorescencyjnego spektrometru rentgenowskiego Bruker S4 Explorer z dyspersją długości fali (WDXRF). Skład chemiczny badanych blach przedstawiono w tablicy 1.

Próbki po walcowaniu na zimno poddano wyżarzaniu w piecu komorowym. W tablicy 2 przedstawiono parametry wyżarzania próbek.

## 2. EXPERIMENTAL PROCEDURE AND TEST RESULTS

#### 2.1. Tested material

Plates of the Inconel 625 superalloy in three thicknesses: 1.0, 2.3, and 3.1 mm, were obtained for testing. These plates are designated with symbols 1, 2, and 3 further in the article. The plate material was subjected to testing while in the state in which it was supplied, as well as in a state after additional cold rolling. Rolling was carried out using an electric rolling mill with a motoreducer. Rolling was carried out at a speed of 5.2 m/min, to the attainment of a total reduction equal to 30%. This reduction was obtained after several steps. The reduction in roller distance for each step was equal to about 5%. During reduction in roller distance, the samples were rolled parallel to the initial plate rolling direction. Samples subjected to rolling and annealing were designated with symbols which included the following, respectively: plate thickness symbol (1, 2, or 3), annealing temperature and time.

Chemical composition tests were carried out using the Bruker S4 Explorer fluorescent X-Ray spectrometer with wavelength dispersion (WDXRF). Chemical composition of the investigated metal plates is shown on table 1.

After cold rolling, the samples were subjected to annealing. A chamber furnace was used for this purpose. Table 2 presents the parameters for sample annealing.

Lp.	Analizowane pierwiastki	Zawartość pierwiastków w poszczególnych blachach [%] Element content in individual metal plates [%]			
No.	Elements analyzed	1	2	3	
1	Ni	62.76	62.58	63.34	
2	Cr	20.25	20.12	19.87	
3	Мо	8.51	8.40	8.86	
4	Fe	4.79	4.69	3.92	
5	Nb	3.31	3.27	3.23	
6	С	0.25	0.25	0.18	
7	Ti	0.21	0.20	0.15	
8	Al	0.21	0.13	Nie wykryto	
9	Si	0.15	0.14	0.11	

Tablica 1. Skład chemiczny dostarczonych blach Table 1. Chemical composition of investigated metal plates

Parametry wyżarzania blach 1, 2 i 3 po redukcji przekroju o 30% Annealing parameters of metal plates 1, 2 and 3 after 30% cross-section reduction							
Temperatura [°C] Temperature6508509501050Czas [min] Time							
5		Х	Х				
15		Х	Х				
30		Х	Х				
60	Х	Х	Х	Х			

Tablica 2. Parametry wyżarzania blach po walcowaniuTable 2. Heat treatment parameters of cold rolled metal plates

## 2.2. Badania mikrostruktury

Badania mikrostruktury wykonano za pomocą mikroskopu świetlnego oraz transmisyjnego mikroskopu elektronowego. Próbki do obserwacji za pomocą mikroskopu świetlnego trawiono elektrochemicznie odczynnikiem o składzie: 20 cm<sup>3</sup> HCl, 10g FeCl<sub>3</sub>, 30 cm<sup>3</sup> wody destylowanej. Czas trawienia dobierano doświadczalnie dla każdej blachy. Zdjęcia metalograficzne wykonano za pomocą przenośnego mikroskopu metalograficznego KEYONCE VXD oraz mikroskopu skaningowego Hitachi TM-1000. Przykładową mikrostrukturę materiału przedstawiono na rys. 1.

#### 2.2. Investigation of microstructure

Investigation of the microstructure was carried out using a light microscope as well electron microscope. as a transmission The samples observed under the light microscope were treated electrochemically with a reagent of the following composition: 20 cm<sup>3</sup> HCl, 10g FeCl<sub>3</sub>, 30 cm<sup>3</sup> distilled water. Treatment time was selected experimentally for each metal plate. Metallographic photographs were taken using a KEYONCE VXD portable metallographic microscope as well as a Hitachi TM-1000 scanning microscope. An example of the material's microstructure is shown on fig. 1.



Rys. 1. Przykładowa mikrostruktura materiału w stanie wyjściowym *Fig. 1. Microstructure of the material in initial state* 

Do analizy ilościowej mikrostruktur wykorzystano zdjęcia uzyskane za pomocą mikroskopu skaningowego Hitachi TM-1000. Do analizy użyto autorskiego programu Micrometer v. 0.91, opracowanego na Wydziale Inżynierii Materiałowej. Wyznaczono następujące parametry ilościowe opisujące analizowane mikrostruktury:

- D [μm] średnia średnica równoważna ziaren,
- α stosunek D/Dmax parametr mówiący o nieregularności kształtu ziaren (dla α = 1 kształt ziarna to koło),
- **SD** odchylenie standardowe.

Wartości wyznaczonych parametrów ilościowych mikrostruktury badanych blach w stanie wyjściowym przestawiono w tablicy 3, a po walcowaniu i wyżarzaniu w tablicy 4. Na rysunku 2 przedstawiono przykładowy histogram, obrazujący rozkład wielkości ziaren w blasze 1. For quantitative analysis of the microstructures, pictures obtained using the Hitachi TM-1000 scanning microscope were used. The Micrometer v. 0.91 program, developed at the Materials Engineering Department, was used for analysis. The following quantitative parameters describing the analyzed microstructures were determined:

- **D** [µm] average equivalent grain diameter,
- *α* ratio of D/Dmax this parameter describes grain shape irregularity (when *α* = 1, grain shape is circular),
- **SD** standard deviation.

The values of the determined quantitative parameters for the microstructure of the investigated metal plates in initial state are shown on table 3, and after rolling and annealing in table 4. Figure 2 shows an example of a histogram depicting grain size distribution in plate 1.

			Oznaczenie blachy Sample designation			
		1	2	3		
D	średnia <i>average</i>	5,7	15,5	10,1		
[µm]	SD	2,8	8,5	5,4		
	średnia average	1,35	1,36	1,42		
α	SD	1,32	1,35	1,42		

Tablica 3.Ilościowe parametry mikrostruktury badanych blach w stanie wyjściowym *Table 3. Quantitative parameters of microstructure of investigated plates in initial state* 

Tablica 4. Ilościowe parametry mikrostruktury blachy 2 po różnych obróbkach Table 4. Quantitative parameters of microstructure of plate 2 after different treatments

			Oznaczenie próbki Sample designation			
		2_30%	2_30%_650°C_60min 2_30%_850			
D [µm]	średnia average	19	20	24		
	SD	7	9	10		
α	średnia average	1,52	1,42	1,38		
	SD	0,23	0,2	0,17		



Rys. 2. Rozkład wielkości ziaren w blasze 1 w stanie wyjściowym Fig. 2. Grain size distribution of plate 1 in initial state

Badania mikrostruktury przeprowadzono również za pomocą transmisyjnego mikroskopu elektronowego JEOL JEM 1200 EX.

Badania te pozwoliły stwierdzić, że blachy w stanie wyjściowym były poddane niewielkiemu odkształceniu plastycznemu po wyżarzaniu. Wskazuje na to większa gęstość dyslokacji niż w blachach poddanych walcowaniu na zimno i wyżarzaniu.

Przykładowe struktury blachy 2 w stanie wyjściowym, po walcowaniu na zimno i po wyżarzaniu przedstawiono na rysunkach 3-5.



Rys. 3. Mikrostruktura blachy 2 w stanie wyjściowym *Fig. 3. Microstructure of plate 2 in initial state* 

Investigation of the microstructure was also carried out using a JEOL JEM 1200 EX transmission electron microscope.

Such investigation resulted in the statement, that plates in initial state were subjected to small plastic deformation after annealing, which is supported by the observation of a greater dislocation density than in the case of plates subjected to cold rolling and annealing.

*Examples of the structure of plate 2 in initial state, after cold rolling and annealing are shown on figures 3-5.* 



Rys. 4. Mikrostruktura blachy 2 po zgniocie 30% Fig. 4. Microstructure of plate 2 after 30% cold rolling



Rys. 5. Mikrostruktura blachy 2 po zgniocie 30% i wyżarzaniu w temperaturze 950 °C przez 60 minut *Fig. 5. Microstructure of plate 2 after 30% cold rolling and annealing at 950 °C during 60 min.* 

#### 2.3. Badania właściwości mechanicznych

Celem oceny właściwości mechanicznych badanych materiałów wykonano badania twardości oraz próby rozciągania w temperaturze pokojowej i w temperaturach podwyższonych. W tablicy 5 przedstawiono twardość blach w stanie wyjściowym, a w tablicy 6 twardość próbek po walcowaniu i wyżarzaniu w różnych temperaturach.

## 2.3. Mechanical properties testing

In order to evaluate the mechanical properties of the investigated materials, hardness tests and tensile tests were carried out at room temperature and elevated temperatures. Table 5 presents plate hardness in initial state, and table 6 presents sample hardness after rolling and annealing in various temperatures.

Tablica 5. Twardość blach w stanie wyjściowymTable 5. Hardness of investigated plates in initial state

	Blacha 1	Blacha 2	Blacha 3
	Plate 1	Plate 2	Plate 3
Twardość HV20 HV20 Hardness	<b>267</b> ± 1,4	<b>324</b> ± 7,5	<b>251</b> ± 1,3

 Tablica 6. Twardość próbek po zgniocie wygrzewanych w różnych temperaturach

 Table 6. Hardness of samples after cold rolling and annealing

• Próbka 1_30% (Sample 1_30%)						
Twardość po zgni Hardness after colo	iocie 1 work		<b>458</b> ± 2,7 HV20			
Temperatura [°C] Czas [min]	650	850	950	1050		
5		<b>373</b> ± 3,2	<b>281</b> ± 31,8			
15		<b>284</b> ± 2,5	<b>268</b> ± 3,9			
30		<b>282</b> ±2,1	<b>257</b> ± 1,0			
60	<b>477</b> ± 8,91	<b>281</b> ±1,5	<b>242</b> ± 1,2	<b>199</b> ± 3,4		
Próbka	2_30% (Sample 2	_30%)				
Twardość po zgni Hardness after colc	iocie 1 work	<b>435</b> ± 3,3 HV20				
Temperatura [°C] Czas [min]	650	850	950	1050		
5		<b>352</b> ± 3,4	<b>261</b> ± 1,7			
15		<b>285</b> ± 1,9	<b>263</b> ± 2,3			
30		<b>265</b> ± 1,5	<b>256</b> ± 1,5			
60	<b>450</b> ± 6,32	<b>264</b> ± 1,5	<b>247</b> ± 1,8	<b>211</b> ± 1,8		
• Próbka	3_30% (Sample 2	_30%)				
Twardość po zgni Hardness after colo	iocie 1 work	<b>435</b> ± 4,6 HV20				
Temperatura [ºC] Czas [min]	650	850	950	1050		
5		<b>299</b> ± 2,1	<b>27</b> 1 ± 436			
15		<b>278</b> ± 2,3	<b>268</b> ± 1,2			
30	[	<b>279</b> $\pm$ 1,0 <b>262</b> $\pm$ 2,2				
60	<b>447</b> ± 3,8	<b>283</b> ± 2,7	<b>257</b> ± 2,3	<b>210</b> ± 1,4		

Próby rozciągania wykonano przy użyciu próbek pięciokrotnych, wykonanych zgodnie z polską normą PN-EN ISO 6892-1:2009 [7]. Do prób w temperaturze pokojowej wykorzystano dynamiczną maszynę wytrzymałościową MTS 810, natomiast do prób statycznych maszynę Zwick o napędzie śrubowym, wyposażoną w piec do rozciągania w wysokiej temperaturze.

Celem dobrania prędkości rozciągania, zbadano wpływ prędkości rozciągania na właściwości wytrzymałościowe. Wykorzystano do tego 2 próbki z blachy 3, wycięte w kierunku równoległym do kierunku walcowania - W, oznaczone odpowiednio: 3Wa - próbka rozciągana z początkową prędkością 10<sup>-3</sup> [1/sec], 3Wb - próbka rozciągana z początkową prędkością 10<sup>-1</sup> [1/sec]. W tablicy 7 przedstawiono wyznaczone parametry wytrzymałościowe, a na rysunku 6 krzywe rozciągania tych próbek. Tensile tests were carried out using quintuple samples, made according to Polish norm PN-EN ISO 6892-1:2009 [7]. A MTS 810 dynamic testing machine was used for tests at room temperature, however, static tests were carried out using a screw driven Zwick machine, equipped with a furnace for tensile testing at high temperatures.

For the purpose of selecting strain rate, the influence of strain rate on mechanical properties was investigated. Two samples of plate 3 were used to achieve this aim, cut in a direction parallel to rolling direction, designated, respectively: 3Wa - sample tested at an initial rate of  $10^{-3}$  [1/sec], 3Wb - sampletested at an initial rate of  $10^{-1}$  [1/sec]. Table 7 presents determined mechanical parameters and figure 6 shows tensile curves for these samples.

Tablica 7. Wpływ prędkości rozciągania na parametry wytrzymałościowe blachy 3Table 7. Influence of strain rate on mechanical properties of plate 3

Próbka Sample	R <sub>e</sub> [MPa]	R <sub>m</sub> [MPa]	A <sub>5</sub> [%]
<b>3Wa</b> (10 <sup>-3</sup> [1/sec])	496	934	55,8
<b>3Wb</b> $(10^{-1} [1/\text{sec}])$	520	924	53,7



Rys. 6. Wykresy rozciągania próbek z blachy 3W z dwoma różnymi prędkościami:  $a - 10^{-3}$  1/sek,  $b - 10^{-1}$  1/sek *Fig. 6. Tensile curves of plate 3 tested at two different strain rates:*  $a - 10^{-3}$  1/sec,  $b - 10^{-1}$  1/sec

W związku z tym, że różnice właściwości przy przyjętych prędkościach były niewielkie, do dalszych badań zastosowano prędkość 10<sup>-3</sup> [1/sec]. Do badań wycięto próbki w kierunku równoległym - W i prostopadłym – P, do kierunku walcowania. W przypadku blachy 1 stwierdzono wyraźną anizotropię właściwości, natomiast w przypadku blachy 2 i 3 właściwości były podobne na obu badanych kierunkach. W tablicy 8 zestawiono właściwości badanych próbek. Due to the fact that the difference in properties between selected strain rates were insignificant, a rate of  $10^{-3}$  [1/sec] was selected for further tests. Samples for tests were cut in direction parallel and perpendicular to rolling direction. In the case of plate 1, distinct anisotropy of properties was stated, however in the case of plates 2 and 3, properties were similar in both of the investigated directions. A compilation of the properties of the tested samples is given in table 8.

			1			
Blacha <i>Plate</i>	Kierunek Direction	Próbka <i>Sample</i>	$\begin{array}{c} R_{eh} \left( R_{0,2} \right) \\ \left[ MPa \right] \end{array}$	R <sub>m</sub> [MPa]	$A_5$ [%]	Ν
		1P1	655	986	A5         [%]         47,8         44,8         42,6         46,3         1,5         39,8         41,6         41,5         40,9         46,2         46,2         44,8         45,7         46,2         44,8         45,6         0,6         48,7         46,2         46,7         46,2         46,7         46,2         46,7         51,1         51,1         51,1         51,1         51,4         50,4         51,0         0,4         51,4         51,3         0,2	0,30
		1P2	661	Reh (R 0.2) [MPa]         Rm (MPa]         A5 [%]           655         986         47,8           661         992         44,8           676         996         42,6           664         991         46,3           8,9         4,0         1,5           587         976         39,8           577         990         41,6           577         993         41,5           580         986         40,9           4,8         7,2         0,8           513         923         45,7           520         922         46,2           519         923         44,8           517         923         44,8           513         912         48,7           520         922         46,2           519         923         44,8           517         923         45,6           2,9         0,6         0,6           513         912         48,7           504         913         46,2           487         913         46,2           487         913         46,2           487	44,8	0,29
	р	1P3	676		0,25	
	1	Średnia	664		0.28	
1		Average	004	<i>///</i>	40,5	0,20
1		SD	8,9	4,0	1,5	0,02
		1W1	587	976	39,8	0,30
		1W2	577	990	41,6	0,32
	W	1W3	577	993	41,5	0,32
		Średnia	580	986	A5       [%]         47,8       44,8         44,8       42,6         46,3       1,5         39,8       41,6         41,5       40,9         0,8       45,7         46,2       44,8         45,6       0,6         48,7       46,2         46,7       47,2         1,1       51,1         51,4       50,4         51,4       51,0         0,4       51,4         51,4       51,0         51,4       51,0         51,4       51,0         51,4       51,0         51,4       51,0	0,31
		SD	4,8	7,2	0,8	0,01
		2P1	513	923	A5         [%]         47,8         44,8         42,6         46,3         1,5         39,8         41,6         41,5         40,9         0,8         45,7         46,2         44,8         45,6         0,6         48,7         46,2         46,7         47,2         1,1         51,1         51,4         50,4         51,4         51,0         51,4         51,4         51,4         51,4         51,4	0,29
	Iacha Plate         Kierunek Direction         Próbka Sample         R <sub>eh</sub> (R <sub>0,2</sub> ) [MPa]         R <sub>m</sub> [MPa]         As [MPa]           1         1P1         655         986         47           1P2         661         992         44           1P3         676         996         422           Średnia Average         664         991         46           SD         8,9         4,0         1           1W1         587         976         39           1W2         577         990         41           1W2         577         990         41           1W2         577         990         41           1W2         577         993         41           Średnia         580         986         400           SD         4,8         7,2         00           SD         2,92         520         923         44           Średnia         517         923         44           Średnia         517         923         44           Średnia         519         923         44           Średnia         517         923         44           Średnia <td>46,2</td> <td>0,29</td>	46,2	0,29			
		44,8	0,29			
		Średnia	517	923	45,6	0,29
2		SD	2,9	0,6	A <sub>5</sub> [%] 47,8 44,8 42,6 <b>46,3</b> <b>1,5</b> 39,8 41,6 41,5 <b>40,9</b> <b>0,8</b> 45,7 46,2 44,8 <b>45,6</b> <b>0,6</b> 48,7 46,2 44,8 <b>45,6</b> <b>0,6</b> 48,7 46,2 46,7 <b>47,2</b> <b>1,1</b> 51,1 51,4 51,4 50,4 <b>51,4</b> 51,4 51,4 51,4 <b>51,4</b> 51,4 51,4 <b>51,4</b> 51,4	0,001
Z		2W1	513	912	48,7	0,27
		2W2	504	913	46,2	0,26
	W	2W3	487	913	46,7	0,27
		Średnia	501	913	47,2	0,27
		SD	10,9	0,6	1,1	0,007
		3P1	500	920	51,1	0,32
		3P2	501	922	As       [%]         5       47,8         2       44,8         5       42,6         4       46,3         0       1,5         5       39,8         0       41,6         3       41,5         6       40,9         2       0,8         3       45,7         2       46,2         3       44,8         3       45,6         5       0,6         2       48,7         3       46,2         3       46,7         3       46,7         3       46,7         3       46,7         3       46,7         3       46,7         3       46,7         3       46,7         4       50,4         1       50,4         1       50,4         1       50,4         2       51,4         4       51,0         5       51,4         7       51,3         0       0,2	0,32
	Р	Kierunek Direction         Próbka Sample $R_{eh}$ (R $_{0,2})$ [MPa] $R_m$ [MPa]         A [MPa]         A [MPa	50,4	0,32		
		Średnia	500	921	51,0	0,32
2		SD	0,6	0,7	A <sub>5</sub> [%] 47,8 44,8 42,6 <b>46,3</b> <b>1,5</b> 39,8 41,6 41,5 <b>40,9</b> <b>0,8</b> 45,7 46,2 44,8 <b>45,6</b> <b>0,6</b> 48,7 46,2 44,8 <b>45,6</b> <b>0,6</b> 48,7 46,2 46,7 <b>47,2</b> <b>1,1</b> 51,1 51,4 51,4 51,4 51,0 51,4 51,4 <b>51,4</b> 51,4	0,0004
3		3W1	508	919	51,4	0,32
		3W2	500	917	[MPa]         [%]           986         47,8           992         44,8           996         42,6           991         46,3           4,0         1,5           976         39,8           990         41,6           993         41,5           986         40,9           7,2         0,8           923         45,7           922         46,2           923         44,8           923         45,6           0,6         0,6           912         48,7           913         46,2           913         46,7           913         46,7           913         46,2           913         46,7           913         46,7           913         46,7           913         46,7           913         46,7           913         46,7           913         46,7           913         45,6           0,6         1,1           920         51,1           921         50,4           921         50,4	0,32
	W	3W3	507	916	51,4	0,32
		Średnia	505	917	51,3	0,32
		SD	3,4	1,0	0,2	0,0007

Tablica 8. Właściwości mechaniczne blach w temperaturze pokojowej [7]Table 8. Mechanical properties of tested plates at room temperature [7]

Badania w temperaturze podwyższonej przeprowadzono na próbkach o takim samym kształcie jak dla temperatury pokojowej. Ze względu na znacznie większą plastyczność próbek w temperaturze podwyższonej, dla skrócenia czasu prób zastosowano prędkość rozciągania dwukrotnie większą niż w temperaturze pokojowej, równą 2·10<sup>-3</sup> [1/sec]. Właściwości materiału w temperaturze podwyższonej przedstawiono w tablicy 9 [8].

Przykładowe wykresy rozciągania próbek z blachy 3 przedstawiono na rysunku 7. Jak można zaobserwować na tym rysunku, w temperaturze 650 °C materiał wykazuje wyraźne efekty ząbkowania na krzywej rozciągania i silne umocnienie odkształceniowe, co wskazuje na zachodzenie starzenia odkształceniowego w tej temperaturze. W temperaturze 850 °C i 950 °C materiał nie umacnia się i wykazuje niewielkie naprężenie uplastyczniające. Tests at elevated temperatures were carried out on samples having the same shape as in the case of tests at room temperature. Due to the significantly greater plasticity of samples at elevated temperatures, in order to decrease the duration of tests, a strain rate equal to twice the strain rate used at room temperature,  $2 \cdot 10^{-3}$  [1/sec], was applied. Material properties at elevated temperature are shown on table 9.

Examples of plate 3 sample tensile curves are shown on fig. 7. As can be observed on this figure, the material exhibits serrated flow during the tensile test and strong strain hardening, which points to strain ageing taking place at this temperature. At temperatures of 850 °C and 950 °C, the material does not undergo any strain hardening and shows small yield stress.

 Tablica 9. Właściwości mechaniczne blach w temperaturze podwyższonej [8]

 Table 9. Mechanical properties of tested plates at elevated temperatures [8]

Blacha Plate	Temperatura [°C] Temperature	E [GPa]	R <sub>0,2</sub> [MPa]	R <sub>m</sub> [MPa]	A5 [%]
	650	184	400	867	105
1	850	99	349	349	151
	950	43	167	167	151
	650	170	389	823	98
2	850	112	335	335	138
	950	79	168	168	118
	650	163	379	798	115
3	850	115	319	320	174
	950	79	161	161	171



Rys. 7. Wykresy rozciągania próbek z blachy 3 w różnych temperaturach *Fig. 7. Tensile curves of plate 3 tested at three different temperatures* 

# 3. DYSKUSJA WYNIKÓW I WNIOSKI

Celem scharakteryzowania materiału w stanie dostawy zbadano skład chemiczny, strukturę za pomocą mikroskopii świetlnej i elektronowej, przeprowadzono pomiary twardości oraz statyczną próbę rozciągania.

Analiza uzyskanych wyników pozwoliła stwierdzić, że otrzymane do badań blachy różnią się zarówno strukturą jak i właściwościami mechanicznymi.

Analiza zmian twardości materiału po walcowaniu na zimno, w funkcji temperatury i czasu wygrzewania wskazuje na to, że w temperaturze 850 °C rekrystalizacja zachodzi najszybciej w próbkach z najgrubszej, a najwolniej w próbkach z najcieńszej badanej blachy. Podniesienie temperatury do 950 °C spowodowało, że w krótkim czasie, mniejszym niż 5 minut, rekrystalizacja zaszła we wszystkich próbkach.

Analiza wykresów rozciągania próbek z blachy o grubości 1 mm wskazuje na to, że w temperaturze 850 °C dochodzi w tych próbkach do rekrystalizacji dynamicznej. W związku z tym próbki nie umacniają się w czasie odkształcenia.

Jeśli zatem granica plastyczności, jaką osiąga materiał w tej temperaturze nie jest zbyt wysoka dla wymagań procesu obróbki plastycznej na gorąco, to można rekomendować tę temperaturę do przeprowadzenia prób formowania blach.

## 3. DISCUSSION OF RESULTS AND CON-CLUSIONS

For the purpose of characterizing the material in initial state, tests of chemical composition, investigation of structure using light and electron microscopy, hardness measurements and static tensile tests were carried out. The analysis of the results obtained results in the statement that the plates received for testing vary in structure as well as in mechanical properties.

Analysis of changes in hardness of the material after cold rolling as a function of temperature and time of annealing points to a conclusion that, at a temperature of 850 °C recrystallization takes place fastest in samples with the thickest plates, and slowest in samples with the thinnest. Elevation of the temperature to 950 °C caused recrystallization to take place in all samples during a short period (less than 5 minutes).

Analysis of 1 mm thick plate sample tensile curves points to the conclusion, that this material not undergo strain hardening during deformation. It is due to this fact that dynamic recrystallization takes place in these samples at a temperature of 850 °C. If the yield strength achieved by the material at this temperature is not too high for the purposes of hot working, this temperature can be recommended for carrying out plate forming tests.

Praca realizowana w ramach projektu nr R1502703: Technologia kształtowania plastycznego części silników lotniczych z nadstopów niklu z zastosowaniem procesów zgniatania obrotowego i wyoblania.

# LITERATURA/REFERENCES

- [1] LOTNICZA NORMA MATERIAŁOWA: AMS 5599F, NICKEL ALLOY, CORROSION AND HEAT RESIS-TANT, SHEET, STRIP AND PLATE 62Ni – 21,5Cr - 9,0Mo – 9,0(Cb+Ta), ANNEALED UNS NO6625.
- [2] Rodriguez R., Hayes R.W., Berbon P.B., Lavernia E.J., Tensile and creep behavior of cryomilled Inco 625, Acta Materialia, 51 (2003) 911–929.
- [3] Shankar V., Bhanu Sankara Rao K., Mannan S.L., Microstructure and mechanical properties of Inconel 625 superalloy, Journal of Nuclear Materials, 288 (2001) 222-232.
- [4] Shankar V., Valsan M., Bhanu Sankara Rao K. and Mannan S.L., Room Temperature Tensile Behavior of Service Exposed and Thermally Aged Alloy 625, Scripta Materialia, 44 (2001) 2703–2711.
- [5] Rai S.K., Kumar A., Shankar V., Jayakumar T., Bhanu Sankara Rao K., Raj B., Characterization of microstructures in Inconel 625 using X-ray diffraction peak broadening and lattice parameter measurements, Scripta Mater., 51 (2004) 59–63.

- [6] Raport roczny z projektu nr R1502703: Technologia kształtowania plastycznego części silników lotniczych z nadstopów niklu z zastosowaniem procesów zgniatania obrotowego i wyoblania. Poznań 2010 s. 30.
- [7] PN-EN ISO 6892-1:2009: Metale Próba rozciągania Część 1: Metoda badania w temperaturze pokojowej.
- [8] PN-EN 10002-5:1998: Metale Próba rozciągania Metoda badania w podwyższonej temperaturze.