



# VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

## FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING

## ÚSTAV MATERIÁLOVÝCH VĚD A INŽENÝRSTVÍ

INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING

# CHARAKTERIZACE NOVĚ VYVÍJENÝCH OXIDY ZPEVNĚNÝCH NANOKOMPOZITŮ NA BÁZI FE-AL-CR-Y-O

CHARACTERIZATION OF NEWLY DEVELOPED FE-AL-CR-Y-O OXIDE DISPERSION STRENGTHENED  
NANOCOMPOSITE

## DIZERTAČNÍ PRÁCE

DOCTORAL THESIS

## AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Ing. Denisa Bártková

## ŠKOLITEL

SUPERVISOR

Ing. Petr Dymáček, Ph.D.

BRNO 2024

## **Klíčová slova**

ODS slitiny, prášková metalurgie, mechanické legování, sekundární rekrytalizace.

## **Keywords**

ODS alloys, powder metallurgy, mechanical alloying, secondary recrystallization.

## OBSAH

1	STAV POZNÁNÍ SLITINY FEALLOY .....	5
2	ODPEVŇOVACÍ PROCESY .....	7
3	CÍLE .....	8
4	EXPERIMENTÁLNÍ METODIKA .....	9
4.1	Experimentální materiál .....	9
4.1.1	<i>Složení a mechanické legování</i> .....	9
4.1.2	<i>Konsolidace</i> .....	9
4.1.3	<i>Žihání</i> .....	11
4.2	Studium mikrostruktury .....	11
4.2.1	<i>Stanovení velikosti zrna a velikosti oxidů</i> .....	11
4.3	Použité modely .....	12
4.3.1	<i>JMAK model</i> .....	12
4.3.2	<i>Zener pinning</i> .....	12
4.3.3	<i>Humphreysův model</i> .....	13
5	VÝSLEDKY A DISKUSE .....	14
5.1	Sekundární rekrystalizace konsolidovaného materiálu .....	14
5.1.1	<i>Vliv obsahu yttria</i> .....	15
5.1.2	<i>Vliv intenzity válcování</i> .....	17
5.1.3	<i>Extrémní válcování</i> .....	17
5.2	Mechanické zkoušky .....	20
5.2.1	<i>Zkouška tvrdosti</i> .....	20
5.2.2	<i>Zkoušky tahem</i> .....	20
	ZÁVĚRY .....	22



# 1 SLITINA FEALOY

Materiál, který splňuje většinu požadavků kladených na materiály pro vysokoteplotní aplikace by měl být: a) monokrystalický či hrubozrnný, b) obsahovat stabilní precipitáty odolné vůči hrubnutí, c) tvořit stabilní ochrannou vrstvu na povrchu. Takových vlastností je možno dosáhnout u slitin zpevněných oxidickou disperzí (ODS - **Oxide Dispersion Strengthened alloys**), které jsou slibným kandidátem nejen pro použití ve fúzních rektorech a štěpných reaktorech 4. generace, ale i v tepelných strojích pracujících za velmi vysokých teplot. ODS slitiny jsou tvořeny maticí základního kovu, která je zpevněná disperzí oxidů nanometrické velikosti.

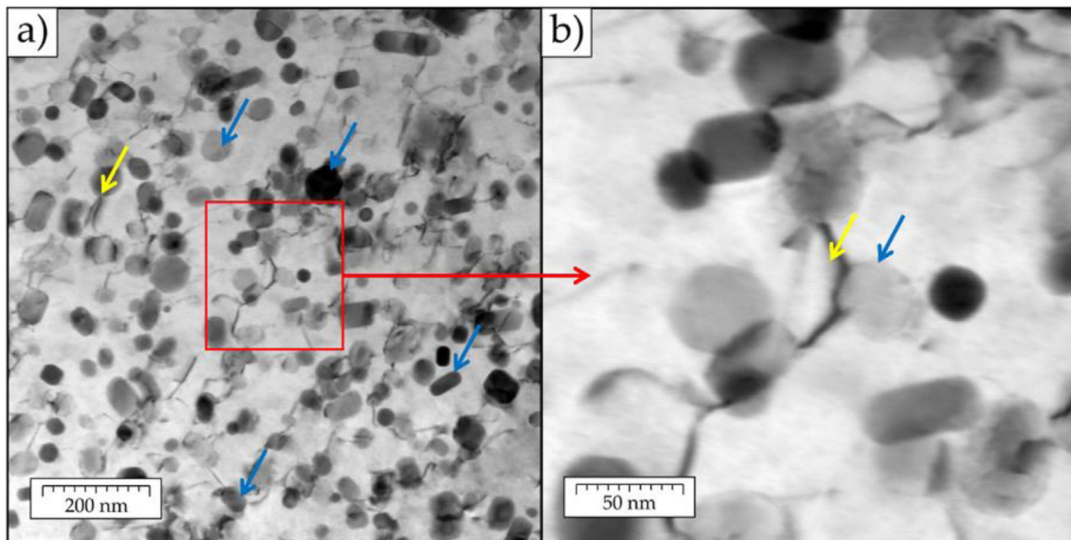
Slitinu FeAlOY je možné označit jako nanokompozit s výbornou creepovou a oxidační odolností až do 1100–1300 °C.

Slitina FeAlOY je tvořena:

- feritickou maticí, která je stabilní v celém teplotním rozsahu až k bodu tavení (nedochází k žádné transformaci a mikrostruktura může být řízena pouhými zotavovacími a rekrytalizačními procesy). Díky vysokému obsahu hliníku má vysokou oxidační odolnost až do 1400 °C;
- oxidickou disperzí tvořenou 5 obj.% oxidů yttria o velikosti 20-30 nm, která odolává hrubnutí za vysokých teplot (1300 °C), neboť oxidy yttria patří mezi nejstabilnější oxidy. Objemový podíl nanooxidů je asi o řád vyšší než v případě konvenčních ODS slitin. Nanooxidy intenzivně zpevňují hranice zrna při teplotách nad 1000 °C díky interakcím mezi nanooxidy a dislokacemi.

Mechanismus porušení za vysokých teplot se výrazně liší od mechanismů, které probíhají za nízkých teplot, neboť se dislokace kromě skluzu mohou pohybovat také šplhem. V případě velmi vysokých teplot však není ani přístup založený na šplhu dislokací postačující. Arztem a Röslerem bylo zjištěno, že mezi dislokacemi a oxidy existují přitažlivé síly. Pro pohyb „přichycené“ dislokace je potřeba větší napětí (threshold stress) než v případě pouhého šplhu. Tento jev určuje vynikající creepové vlastnosti ODS slitin. Příklad tohoto jevu z práce Gamanova a kol. je na Obr. 1.

Vysokoteplotní pevnostní vlastnosti slitiny jsou limitovány především kohezní pevností hranic zrn. Proto je cílem dosáhnout hrubozrnné mikrostruktury. Pevnost FeAlOY může být také částečně zlepšena prodloužením zrn (zvýšení aspect ratio) ve směru zatížení.



Obr. 1 Zachycení dislokace na částici nanooxidu ve slitině FeAlOY po zkoušce tahem při 400 °C.  
b) je detail oblasti vyznačené červeně na snímku a).

Slitina se připravuje ve třech základních krocích:

Příprava dostatečně homogenizovaného prášku metodami mechanického legování.

- Rozpustnost kyslíku v železe je velice malá a množství oxidů, které vznikne spontánně na základě změny rozpustnosti mezi austenitem a feritem je pro zpevnění matrice zcela zanedbatelné. Svobodou a spol. však bylo zjištěno, že ve vysoce deformované matici působí defekty (dislokace a vakance) jako pasti na kyslík. To umožňuje „rozpuštění“ o několik řádů většího množství kyslíku v matici, než odpovídá jeho mezní rozpustnosti.

Konsolidace válcováním, resp. kováním za horka

- Během konsolidačních procesů za tepla dochází ke snížení hustoty defektů (dislokací a vakancí), čímž dojde k požadovanému efektu značného přesycení matrice kyslíkem, jež je hnací silou pro precipitaci oxidů. Tento efekt je základem pro novou generaci ODS slitin s objemovým podílem oxidů až 5 %, což je o řád vyšší podíl než u klasických ODS ocelí (cca 0,5 %).

Sekundární rekrytalizace ultrajemnozrné mikrostruktury

- Mikrostruktura po konsolidaci je ultrajemnozrná (v řádu stovek nanometrů) k dosažení hrubozrné mikrostruktury je nutné výchozí materiál žíhat za vysokých teplot (1100 °C).

## 2 ODPEVNŮVACÍ PROCESY

Pro účely vysokoteplotních aplikací je potřeba dosáhnout hrubozrnné mikrostruktury s jemnou disperzí částic a s co nejmenší plochou hranic zrn. Účinným nástrojem pro ovlivnění mikrostruktury jsou odpevňovací procesy probíhající za vysokých teplot. Pochopení principů těchto procesů je klíčové pro optimalizaci výrobních technologií a pro aplikovatelnost vyvíjených materiálů v praxi.

Energie uložená v systému během deformace narůstá a materiál je termodynamicky nestabilní. K přeskupení, případně zániku strukturních defektů a tím ke snížení celkové energie, je nutná tepelná aktivace ohřevem (žiháním). Odpevňovací procesy lze rozdělit do několika mechanismů, které mohou prolínat a neexistuje mezi nimi ostrá hranice – zotavení, primární rekrytalizace, růst zrn a sekundární rekrytalizace.

- Zotavení

Zotavení je proces, který probíhá v rozmezí  $0,25 - 0,3 T_m$  (teploty tavení). Vakance a intersticiály se rekombinují. Dislokace opačných znamének anihilují. Zbylé dislokace se často seskupují do tzv. malouhlových hranic zrn, což jsou hranice s odklonem oproti sousední buňce menším než  $15^\circ$ . Tak vzniká síť dislokačních buněk. Dislokace uvnitř buněk dále anihilují za vzniku tzv. subzrn, která mohou dále růst.

- Rekrytalizace

Primární rekrytalizace probíhá za teplot  $(0,35 - 0,45) T_m$ . Rekrytalizace je tepelně aktivovaný proces, který sestává z nukleace a růstu zárodků, jehož hnací síla pochází z energie uložené do systému během deformace. V tomto případě dochází ke vzniku zcela nových téměř bezdefektních zrn na úkor původní deformované matrice. Hnací silou je energie defektů (dislokací). Nukleaci zárodku je myšlen vznik oblasti s nízkou dislokační hustotou ohraničenou velkouhlovou hranicí s vysokou mobilitou. Růst zárodků je tedy řízen pohybem velkouhlových hranic, které pohlcují defekty (dislokace) až do okamžiku, kdy se setkají s jiným rostoucím zrnem. Přejchod mezi malouhlovou a velkouhlovou hranicí je v rozmezí  $10^\circ$  a  $15^\circ$ .

- Růst zrn

Při nárůstu velikosti zrna dochází ke snížení celkové energie systému. Existují dva typy růstových procesů – normální a abnormální růst zrn. Během normálního růstu zrn rostou zrna kontinuálně a postupně. Za určitých okolností však může přesto dojít k nadměrnému růstu některých zrn. V tomto případě se hovoří o abnormálním růstu, resp. sekundární rekrytalizaci. Tato zrna pohlcují zrna ve svém okolí a mohou dorůst až do velikosti několika milimetrů. Velikosti zbývajících zrn zůstává víceméně konstantní. Je to nerovnoměrný nekontinuální růst.

### 3 CÍLE

Hlavním cílem práce je přispět k dalšímu výzkumu ODS slitin na bázi Fe-Al, který je na ÚFM veden RNDr. Jiřím Svobodou, CSc. od roku 2014. Tento výzkum usiluje o optimalizaci přípravy materiálu s ohledem na jeho finální mikrostrukturu a vysokoteplotní vlastnosti. Předložená práce se zaměřuje na experimentální a teoretické studium kinetiky sekundární rekrystalizace ve Fe-10Al-4Cr-4Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanokompozitu (FeAlOY) konsolidovaného vysokoteplotním válcováním. Dílčí cíle práce jsou:

- Stanovení vlivu délky mechanického legování na výslednou homogenitu prášku a na mikrostrukturu a vysokoteplotní mechanické vlastnosti ODS slitin na bázi Fe-Al po konsolidaci a sekundární rekrystalizaci.
- Stanovení vlivu různě volených parametrů žíhání vysokoteplotně konsolidovaného FeAlOY (teplota, čas) na:
  - kinetiku hrubnutí oxidické disperze,
  - kinetiku růstu původních zrn,
  - kinetiku podílu rekrystalizovaných zrn,
  - kinetiku změny tvrdosti,
  - vysokoteplotní mechanické vlastnosti.

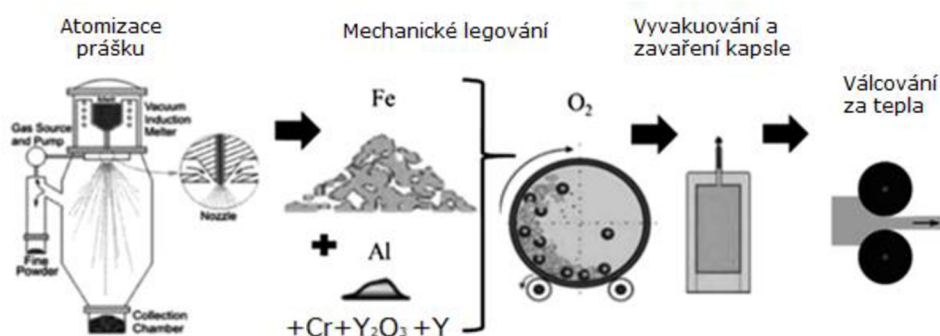


## 4 EXPERIMENTÁLNÍ METODIKA

### 4.1 EXPERIMENTÁLNÍ MATERIÁL

#### 4.1.1 Složení a mechanické legování

Většina experimentů byla provedena na materiálu Fe-10Al-4Cr-4Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (FeAlOY). Materiál byl připraven metodou práškové metalurgie (viz schéma na Obr. 2) z prášků Fe, Al, Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, granulí Cr a kovového Y o čistotě 99,9 %, které bylo dodáno do směsi pro kompenzování kyslíku, který byl zanesen do systému jiným způsobem (např. oxidací povrchů prášků). Základní varianta obsahovala 1 hm.% kovového yttria (14D 1Y). Pro zkoumání vlivu obsahu kovového yttria byly zvoleny další dvě varianty s 0,5 hm.% Y (14D 0,5Y) a 0,75 hm.% Y (14D 0,75Y).



Obr. 2 Schéma přípravy materiálu Fe-10Al-4Cr-4Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

Pro experimenty na slitině FeAlOY byl na základě vyhodnocení vlivu doby mechanického legování na kvalitu prášku FeAlOY zvolen prášek, který byl mechanicky legován po dobu 14 dní bez chlazení (14D). Takto připravený prášek dosáhl saturovaného stavu – částice Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> byly převedeny do stavu homogenního tuhého roztoku s velkým množstvím mřížkových defektů.

#### 4.1.2 Konsolidace

Připravený prášek byl napěchován do kapsle vyrobené z ocelové trubky. Kapsle pak byla vyvakuována a uzavřena svařováním. Takto připravená kapsle byla konsolidována válcováním. Zkoumány byly tři varianty válcování:

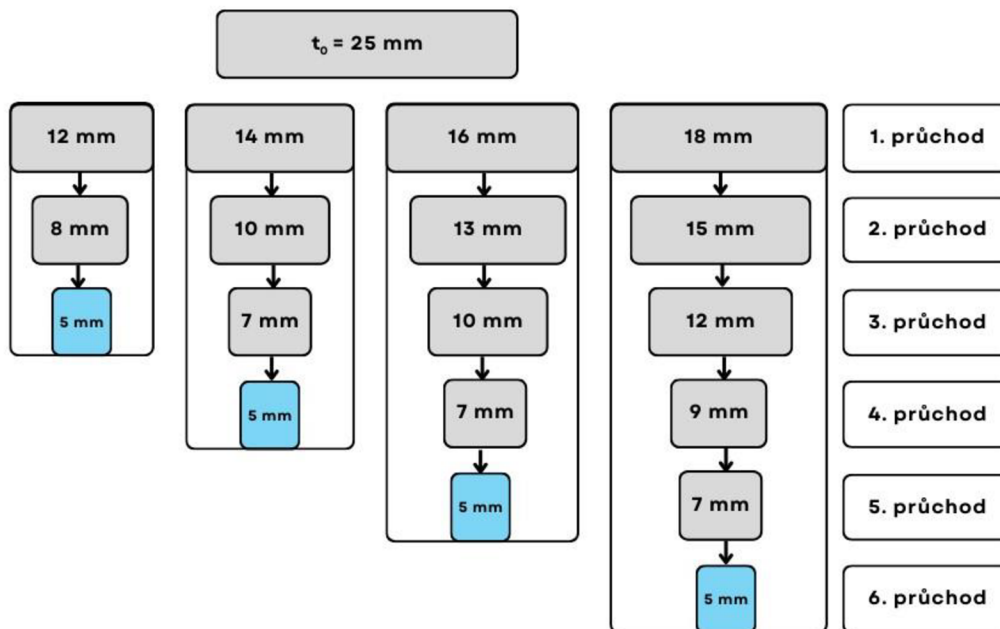
Základní podmínky válcování znázorněny na diagramu na Obr. 3. Teplota válcování byla zvolena na základě předešlých prací Svobody a kol. Vzorky byly válcovány ve třech krocích.



Obr. 3 Schéma způsobu válcování.

### Vliv intenzity válcování

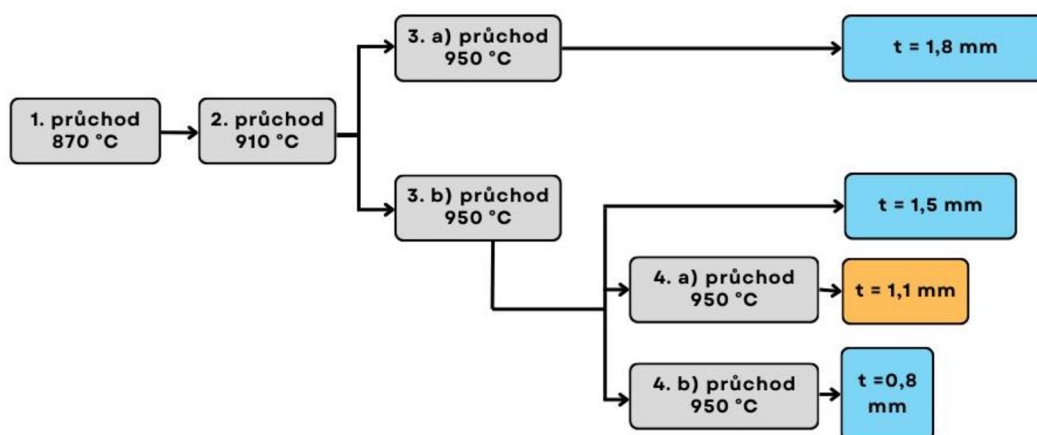
Zkoumán byl také vliv intenzity válcování čili přetvoření. Výsledná tloušťka vývalku byla ve všech případech stejná, ale bylo jí dosaženo různým počtem průchodů válci (3-6), viz schéma na Obr. 3.



Obr. 4 Schéma válcování různým počtem průchodů.

### Extrémní válcování

Tyto kapsle byly naplněny práškem, uzavřeny svarem a byly podrobeny extrémnímu válcování – osminásobnému ztenčení, viz schéma na Obr. 5. Pro zevrubnější zkoumání byl zvolena varianta  $t = 1,1 \text{ mm}$  označena žlutě.



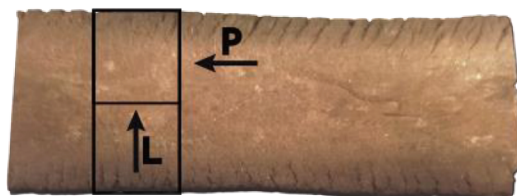
Obr. 5 Schéma postupu extrémního válcování.

### 4.1.3 Žihání

Pro přiblížení podmínek reálného provozu byly vzorky žihány na vzduchu v keramických kelímcích při teplotách 1100 °C, resp. 1200 °C. Jako základní časová řada žihání byla zvolena geometrická řada 0 min, 15 min, 30 min, 60 min, 120 min, 240 min, 480 min, 960 min. Interval, ve kterém došlo k rekrytalizaci byl pak dále rozdělen po 10 min k lepšímu zachycení průběhu rekrytalizace.

## 4.2 STUDIUM MIKROSTRUKTURY

Vzorky z konsolidovaného a vyžíhaného materiálu byly vyřezány na pile s diamantovým kotoučem VC-50 LECO. Pro potřeby elektronové mikroskopie z nich byly připraveny metalografické výbrusy broušením na SiC papíru do zrnitosti 2500, leštěním 3 $\mu$ m a 1 $\mu$ m diamantovou pastou s etanolem jako smáčedlem a doleštěním koloidní křemičitou suspenzí (OPS). Většina vzorků byla pozorována v podélném směru (L) viz Obr. 6 v okolí osy vývalku.



Obr. 6 Způsob odběru vzorku z vývalku.

Pro pozorování oxidické disperze byly vzorky leptány v leptadle Villela-Bain, které je směsí 2 g kyseliny pikrové, 100 ml etanolu a 5 ml kyseliny chlorovodíkové.

Mikrostruktura byla pozorována převážně s použitím elektronové řádkovací mikroskopie (SEM) Použitý řádkovací elektronový mikroskop (Tescan Lyra 3 XMU FEG/SEMxFIB) je mj. vybaven X-Mas80 EDS detektorem pro rentgenovou mikroanalýzu a Symmetry 2 EBSD detektorem pro EBSD mapování. Metoda EBSD je založená na difrakci zpětně odražených elektronů. EBSD a EDS data byla vyhodnocena softwarem Aztec (Oxford Instruments).

### 4.2.1 Stanovení velikosti zrna a velikosti oxidů

Zrna ve výchozím stavu, respektive ve stavech předcházejících sekundární rekrytalizaci, byla přibližně rovnoosá a jejich velikost se pohybovala v řádu stovek nanometrů. Velikosti zrna ve vyžíhaném stavu se pohybovala v řádu stovek mikrometrů až několika milimetrů a byla výrazně protažená ve směru válcování. Bylo proto potřeba aplikovat různé přístupy pro vyhodnocení velikosti zrna.

Jemná zrna byla vyhodnocena lineární průsečíkovou metodou ze tří snímků. Jelikož zrna v metalografickém výbrusu byla přeseknuta náhodně, nikoliv v jejich největším průřezu, byla provedena korekce  $D = \frac{3}{2}\bar{D}$ , kde  $D$  je stanovená velikost zrna a  $\bar{D}$  je naměřená hodnota.

Hrubá zrna byla vyhodnocena pomocí software Aztec. Rozměry zrna byly nahrazeny parametry ekvivalentní elipsy, což je elipsa, která má stejnou plochu jako měřené zrno a odpovídající tvar. Velikost zrna je nahrazena délkou hlavní osy ekvivalentní elipsy.

Velikosti oxidů byly vyhodnoceny vždy ze tří snímků z každého stavu. Oxidy byly zvýrazněny pomocí grafického softwaru. Následně byly snímky naprahovány dle kontrastu a automaticky vyhodnoceny pomocí softwaru ImageJ. Velikost oxidů se hodnotila na leptaném vzorku, a proto se naměřené plochy považovaly za průměty maximálního průřezu oxidu.

## 4.3 POUŽITÉ MODELÝ

### 4.3.1 JMAK model

Z hlediska kinetiky se rekrytalizace podobá fázovým transformacím, které se uskutečňují nukleací a růstem. **Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorovův** je jedním z nejvýznamnějších modelů kinetiky izotermních fázových přeměn.

Model viz vztahy (1),(2) je založen na představě, že zárodky zrn vznikají rychlostí  $\dot{N}$  a tyto zárodky rostou do deformovaného materiálu rychlostí  $\dot{G}$ . Za předpokladu kulových zrn (s tvarovým faktorem  $f$ ) se zvětšuje jejich objem s třetí mocninou průměru. Podíl rekrytalizovaného materiálu ( $X_v$ ) v závislosti na čase prudce roste. V určitém okamžiku však zrna přijdou do styku a rychlost rekrytalizace klesá. S podílem rekrytalizovaného objemu blížícím se k jedné klesá rychlost rekrytalizace k nule.

$$X_v = 1 - \exp(-Bt^n) \quad (1)$$

$$B = \frac{f\dot{N}\dot{G}^3}{4} \quad (2)$$

### 4.3.2 Zener pinning

Rychlost růstu zrn je nižší a kinetika i výsledná mikrostruktura je silně ovlivněna přítomností částic druhé fáze. Zenerova teorie a její odvozeniny jsou základními stavebními kameny většiny teorií, které se týkají růstu zrn v materiálu obsahujícím částice. Tyto částice mají na hranice zrn silný kotvící efekt – označovaný jako Zener pinning. Kotvící síla částic na hranici zrna působí proti hnací síle pro růst zrn. Z logiky věci není možné, aby docházelo k růstu zrna, pokud je hnací síla pro růst zrn stejná nebo menší než kotvící síla pocházející z disperze částic.

Kotvící síla je dána vztahem:

$$P_z = \frac{3F_v\gamma}{2r}. \quad (3)$$

Hnací tlak pro růst zrn je dán:

$$P_g = \frac{\gamma}{R} \left( \frac{1}{R} - \frac{1}{\bar{R}} \right), \quad (4)$$

kde  $\bar{R}$  je střední hodnota poloměru zrna a  $R$  je poloměr individuálního velkého zrna.

### 4.3.3 Humphreysův model

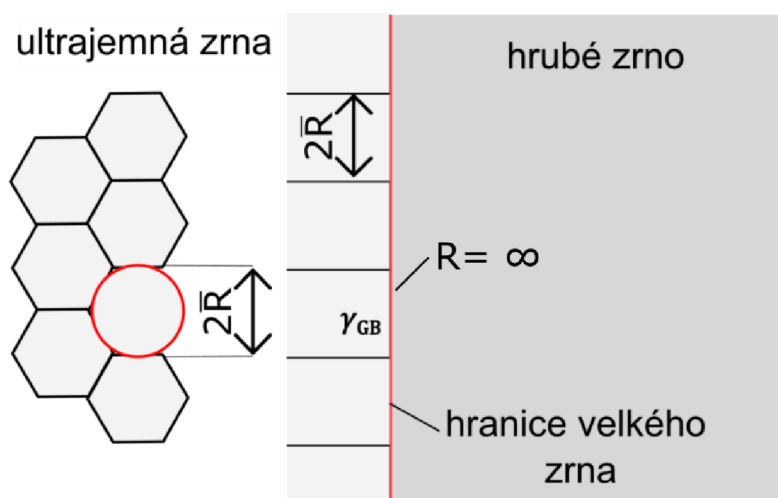
Podle Humphreysova modelu stojí za ději probíhajícími během žhání migrace nízko a vysokoúhlových hranic. Model dává do souvislosti energie hranic zrn, jejich mobilitu a misorientaci mezi zrnky a subzrnky. Cílem modelu je stanovit podmínky, při kterých dochází ke kontinuálnímu růstu subzrn, rekrystalizaci či růstu zrn.

Aby došlo k normálnímu růstu, je potřeba, aby hnací síla překročila kotvící sílu u dostatečně velkého počtu zrn. Naopak, aby došlo k abnormálnímu růstu vedoucímu k extrémnímu zhrubnutí zrnové mikrostruktury, je potřeba, aby tuto podmínku splnila právě jen zrna, která mají největší hnací sílu, tj. ta s největším (až nekonečným) poloměrem  $R$ .

Porovnáním hnací a kotvící síly vznikla nerovnost (5), jejíž úpravou byla stanovena podmínka pro hodnotu parametru  $\psi$  pro spuštění abnormálního růstu (6), vedoucímu k extrémnímu zhrubnutí zrnové mikrostruktury.

$$\frac{3F_v\gamma}{\bar{d}} \leq \frac{\gamma}{R} \quad (5)$$

$$\Psi = \frac{3F_v\bar{R}}{\bar{d}} \leq 1 \quad (6)$$

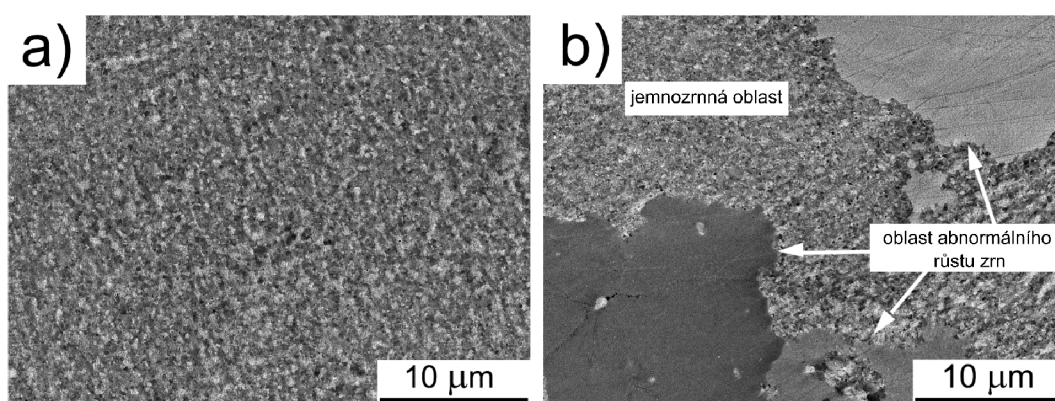


Obr. 7 Schéma pro odvození parametru  $\psi$  při abnormálním růstu vedoucím.

## 5 VÝSLEDKY A DISKUSE

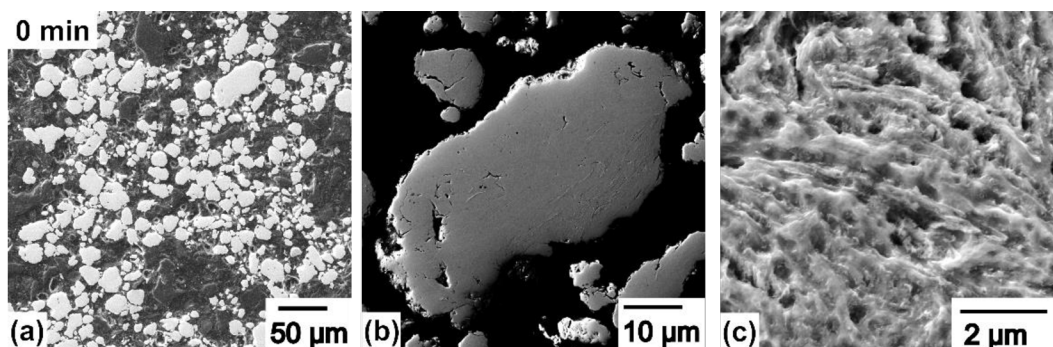
### 5.1 SEKUNDÁRNÍ REKRYSALIZACE KONSOLIDOVANÉHO MATERIÁLU

Jev abnormálního růstu (sekundární rekrystalizace) byl poprvé pozorován v rámci vývoje ODS slitiny na bázi Fe-Al-O po žhání slitiny Fe-11Al-1O zpevněné  $\text{Al}_2\text{O}_3$  viz Obr. 8. Značná část dalšího výzkumu byla zaměřena na parametry ovlivňující sekundární rekrystalizaci jako klíčový mechanismus k zajištění hrubozrnné mikrostruktury. Následné experimenty ukázaly, že  $\text{Al}_2\text{O}_3$  není vhodný oxid pro zpevnění slitiny, a proto bylo přistoupeno k náhradě  $\text{Al}_2\text{O}_3$  oxidy na bázi Y. Dalším výzkumem byl materiál postupně optimalizován až do současného stavu, kdy je již téměř připraven ke komerčnímu využití jako slitina Fe-10Al-4Cr-4Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (FeAlOY).



Obr. 8 Odezva materiálu FeAlO na vysokoteplotní žhání. a) Východí jemnozrnná mikrostruktura materiálu FeAlO, b) detail hranice mezi hrubozrnnou a jemnozrnnou oblastí po žhání 1 h/1000 °C.

Cílem následujících experimentů bylo analyzovat další parametry které mají vliv na průběh sekundární rekrystalizace. Pro tyto experimenty byla na základě předešlých experimentů zvolena jako základní 340 h (=14D) varianta mechanického legování a žhací teplota 1100 °C viz Obr. 9. Velikostní distribuce částic byla dostatečně široká, aby jemnější částice efektivně vyplňovaly prostor mezi velkými částicemi. Materiál byl dostatečně homogenizován a dle předpokladu nebyly v nekonsolidovaném prášku pozorovány oxidické částice.

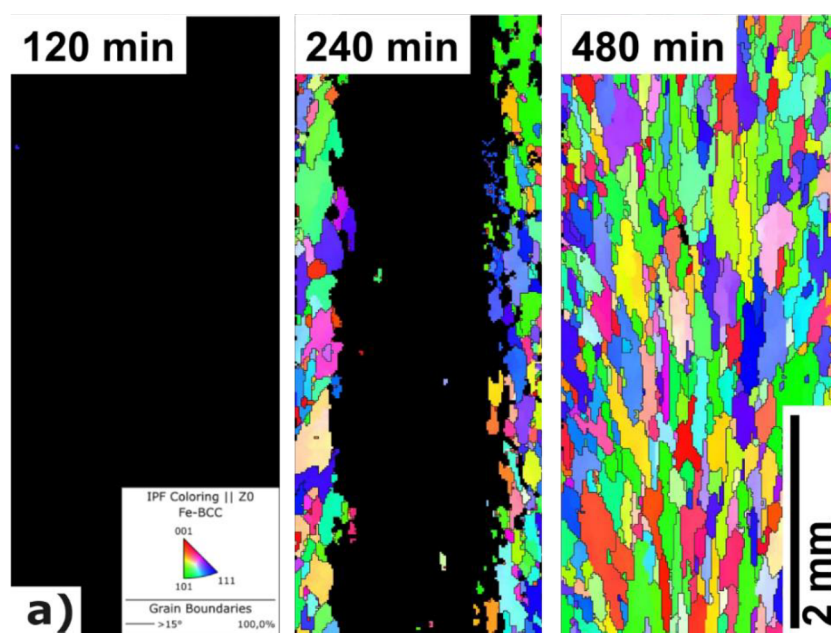


Obr. 9 Prášek 14D 0,75Y. a) distribuce částic prášku; b) detail značně homogenizované částice; c) detail mikrostruktury.

### 5.1.1 Vliv obsahu yttria

Dle předešlá práce Svobody a kol. má podíl přidaného kovového yttria vliv na mechanické vlastnosti slitiny Fe-10Al-4Cr-4Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, proto byly zkoumány tři varianty podílu přidaného kovového yttria. V případě materiálu s 1 hm.% yttria (14D 1Y) odstartovala rekrytalizace na povrchu vzorku, přičemž ve středu vzorku byla zachována původní jemnozrná mikrostruktura (černé neindexované oblasti). Původní zrna v konsolidovaném jemnozrném stavu se pohybovala okolo 200 nm, velikost zrna se tedy sekundární rekrytalizací zvětšila více než 1500×.

## 14D 1Y 1100 °C



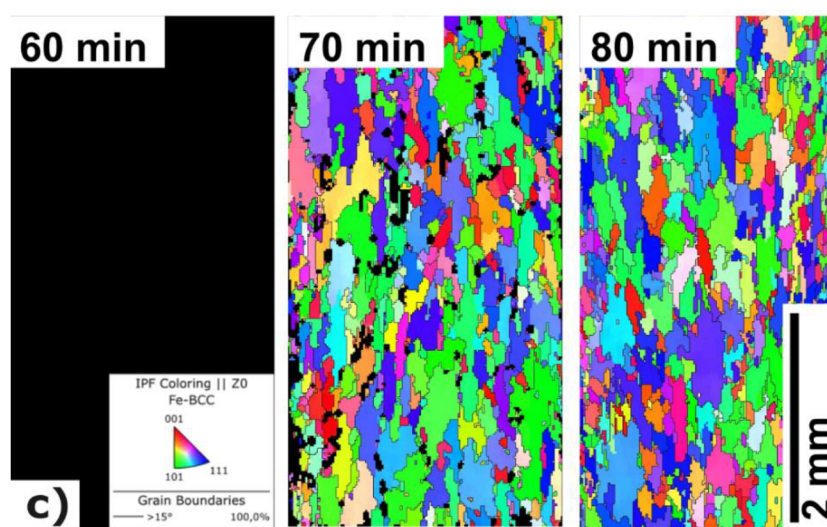
Obr. 10 Odezva materiálu 14D 1Y na žihání při 1100°C.

U materiálu s 0,5 hm.% Y (14D 0,5Y) a 0,75 hm.% Y (14D 0,75Y) došlo k úplné rekrytalizaci mezi 60–70 min žihání. Po 60 min žihání ještě nebyla pozorována žádná hrubozrná oblast. Po 70 min žihání již bylo rekrytalizováno 95 % objemu vzorku, přičemž nerekrystalizované oblasti byly rozptýleny v celém objemu vzorku. K úplné rekrytalizaci tedy došlo po určité inkubační době téměř skokově v intervalu 10 minut. Vzhledem k nenadálému průběhu rekrytalizace nebylo možné detailně zachytit postupný nárůst podílu hrubých zrn, viz Obr. 11.

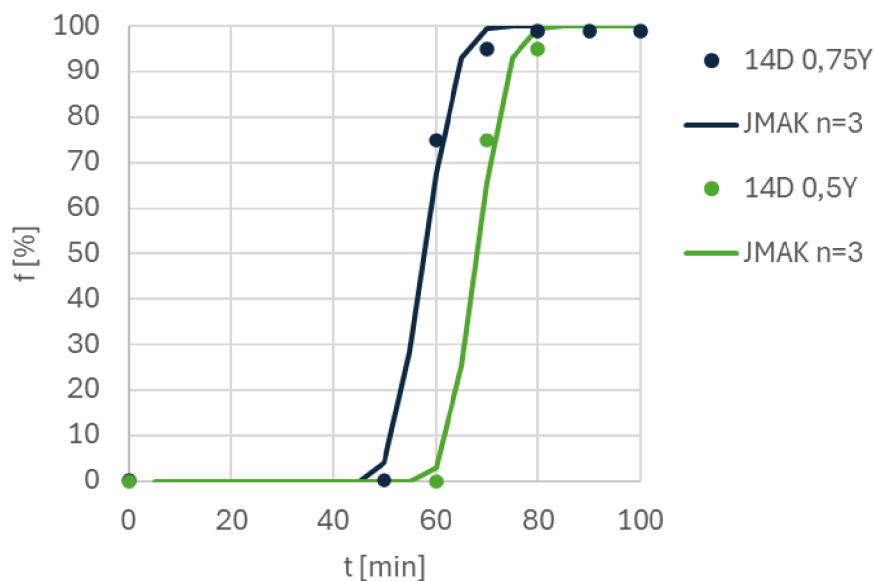
Je patrné, že po snížení podílu kovového yttria vymizel efekt iniciace růstu na povrchu vzorku. To pravděpodobně souvisí s obsahem kovového yttria přidaného do slitiny. Jeho přebytek v matici difunduje k povrchu, kde reaguje s oxidickou povrchovou Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> vrstvou na zrna YAG. Snížení obsahu yttria u povrchu pak může vést ke zrychlení rekrytalizace u povrchu vzorku. Snížení přidaného kovového yttria také vede ke zrychlení nástupu sekundární rekrytalizace. Významný

rozdíl byl pozorován mezi výchozí variantou 14D 1Y a 14D 0,75Y. Rozdíl mezi variantou 14D 0,5Y a 14D 0,75Y již není výrazný. Vzhledem k tomu, že u těchto variant byly pozorovány směsné oxidy Al-Y, je množství kovového yttria v matrici v případě těchto variant spíše nedostatečné než přebytečné. Naměřená data slitiny pro 14D 0,5Y a 14D 0,75Y byla fitována JMAK modelem, viz Obr. 12. Model byl modifikován zavedením nukleační doby  $t_0$ . Fyzikální opodstatnění nukleační doby je možné vysvětlit modelem dle Humphreyse, viz dále. Předpokládán byl trojrozměrný růst zrna s okamžitou nukleací po uplynutí inkubační doby, jemuž odpovídá JMAK exponent  $n = 3$ . Takto modifikovaný model dobře fituje naměřená data.

## 14D 0,75Y 1100 °C



Obr. 11 Odezva materiálu 14D 0,75Y na žihání při 1100°C.

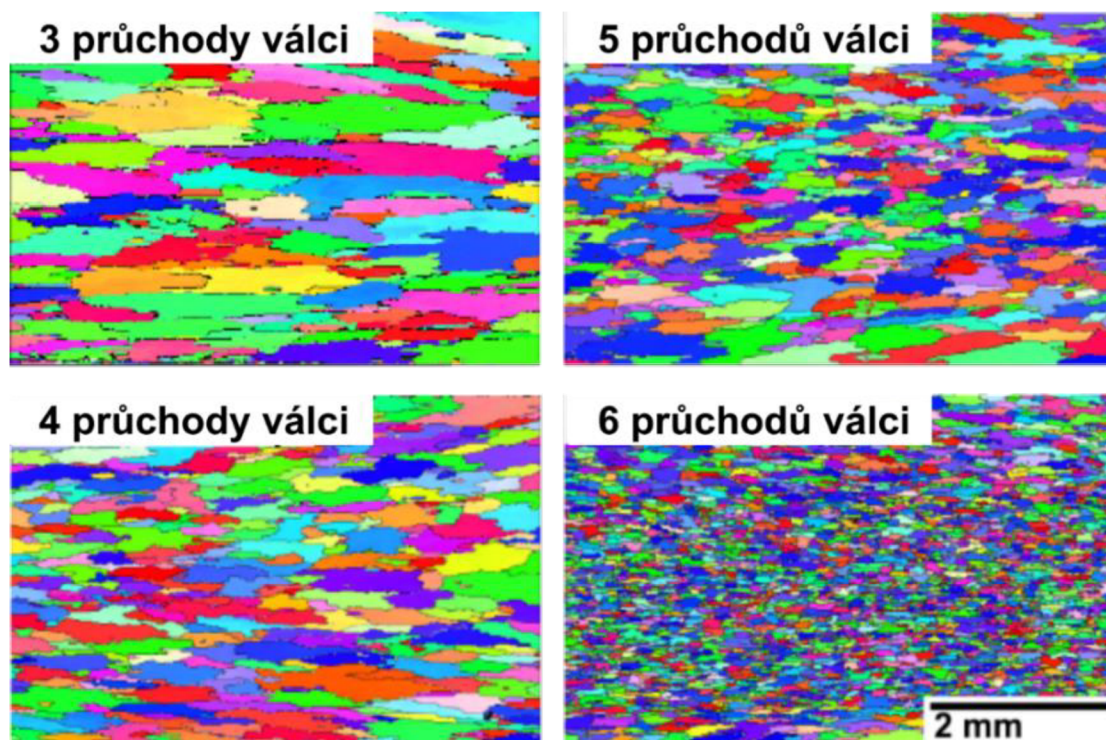


Obr. 12 Proložení naměřených bodů JMAK modelem s odečtením nukleační doby  $t_0$ .



### 5.1.2 Vliv intenzity válcování

Na variantě materiálu 14D 0,75Y byl zkoušen vliv intenzity válcování na výslednou mikrostrukturu. Materiál byl válcován na stejnou výslednou tloušťku s rozdílným počtem průchodů válci. Z Obr. 13 je patrné, že výsledná velikost zrna je výrazně závislá na počtu průchodů válci. Velikost zrna klesla s rostoucím počtem průchodů lineárně. Nejhrubší mikrostruktury bylo dosaženo nejintenzivnějším tříkrokovým válcováním. V případě 5 a 6 průchodů je viditelný rozdíl mezi velikostí zrna na povrchu vzorku a uvnitř vzorku, což zřejmě souvisí s nesteromerným přetvořením.

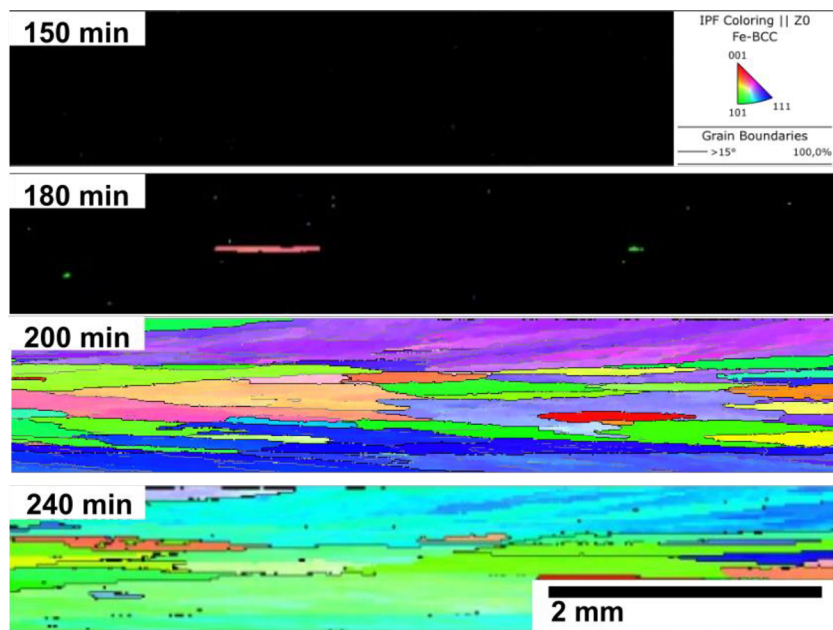


Obr. 13 EBSD mapy materiálu 14D 0,75Y po válcování různým počtem průchodů válcem.

### 5.1.3 Extrémní válcování

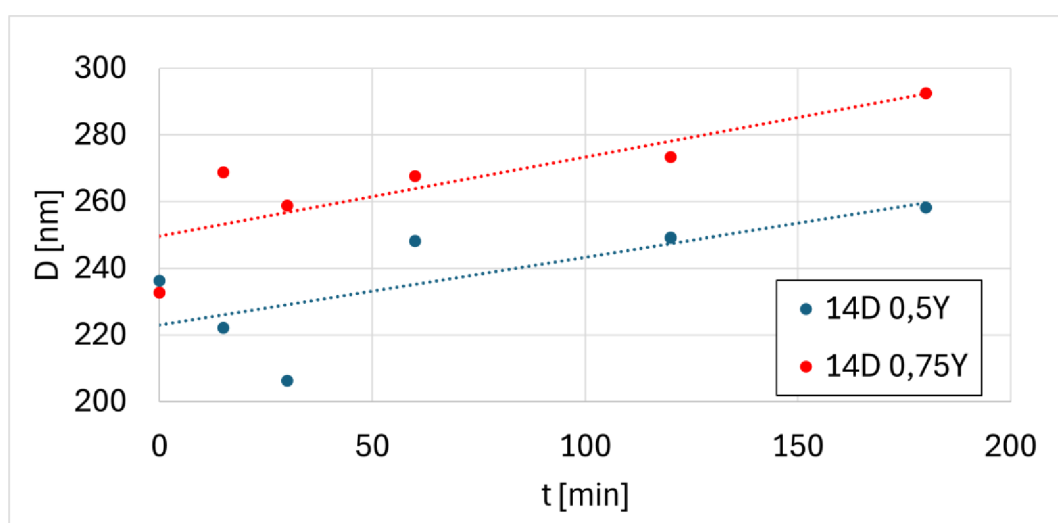
Na základě předešlých výsledků byla zkoušena extrémní varianta válcování pro zajištění co největší velikosti hrubých zrn. Tato varianta byla označena jako ER 14D 0,5Y, respektive ER 14D 0,75Y. V případě materiálu ER 14D 0,75Y se první rekrystalizovaná zrna objevila po 180 min, viz Obr. 14. Během následujících deseti minut se mikrostruktura významně nezměnila. Mezi 190 a 200 min však došlo ke skokové rekrystalizaci v celém objemu vzorku. Podobný průběh mělo také žihání vzorku ER 14D 0,5Y k rekrystalizaci došlo o 20 min dříve oproti variantě ER 14D 0,75Y. Zrna dosahovala velikosti několika milimetrů (přesahovala zorné pole vzorku) byla výrazně protažena ve směru válcování s poměrem stran až 1:20.

# ER 14D 0,75Y 1100°C



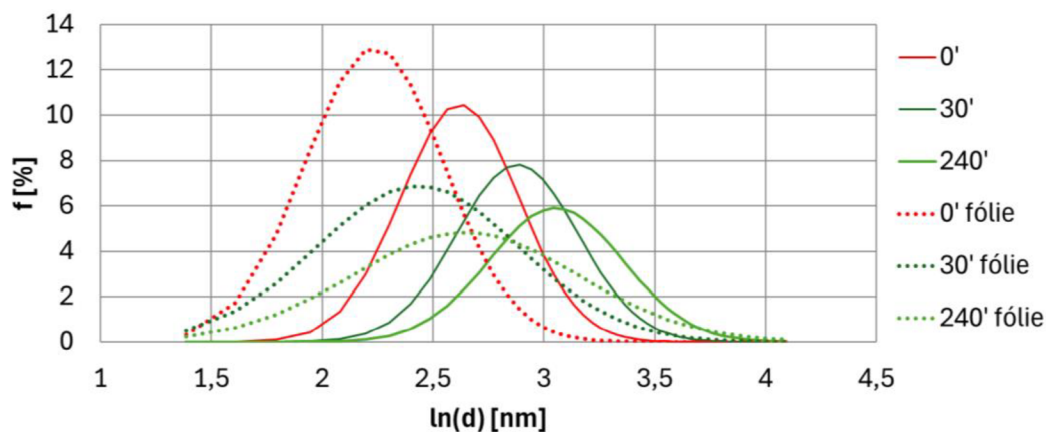
Obr. 14 EBSD mapy materiálu ER 14D 0,75Y ukazující průběh sekundární rekrytalizace slitiny.

Pro vysvětlení inkubační doby bylo využito modelu dle Humphreyse, který vychází ze Zenerovy a Hillertovy teorie. Tento model je založen na rozdílu hnací síly a kotvící síly pocházející od pole částic. Přístup je založen na předpokladu, že stabilita zrnové mikrostruktury závisí na velikosti, orientaci a mobilitě hranice určitého zrna ve vztahu ke zbytku seskupení zrn. Jediný uvažovaný mechanismus růstu je migrace hranic zrn (jež je obecně považován za dominantní mechanismus pro nízkoúhlové i vysokoúhlové hranice). Parametr  $\psi$  přímo úměrně závisí na podílu dispersoidu, střední velikosti zrna a nepřímo závisí na velikosti dispersoidu. Vývoj velikosti jemných zrn je na Obr. 15.



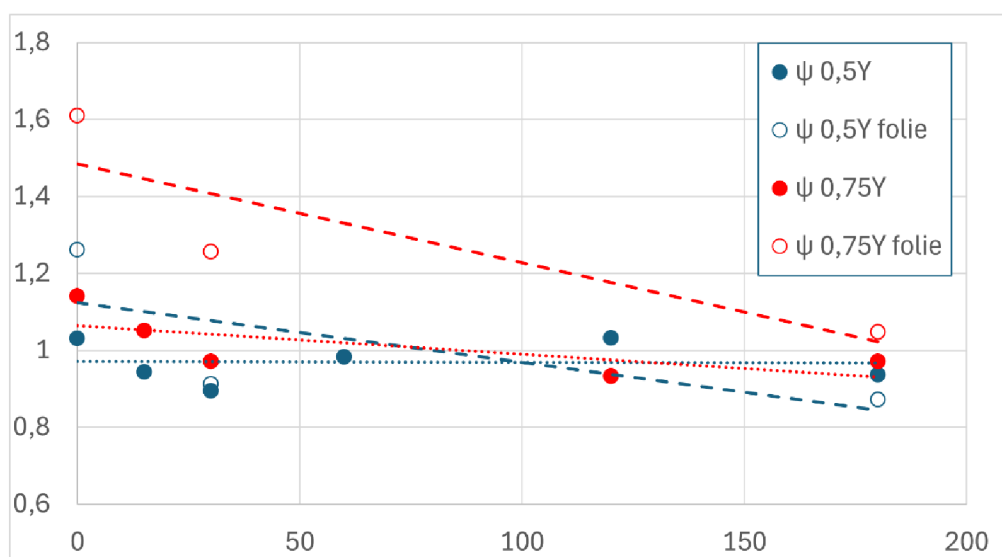
Obr. 15 Závislost střední velikosti jemných zrn na době žhání.

Vzhledem k velikosti oxidů, vysoké dislokační hustotě a tomu že je materiál magnetický, bylo velice obtížné pořít na SEM takové snímky, aby z nich bylo možné určit velikost oxidů. Bylo však zjištěno, že pro tyto účely lze použít snímky, které byly pořizeny z fólií, avšak pomocí SEM. Obr. 16 je srovnání distribuce pořizené ze SEM snímků a ze snímků fólie.



Obr. 16 Srovnání distribuce velikosti oxidů vytvořené na základě SEM snímků metalografického výbrusu a SEM snímků fólie pro materiál 14D 0,75Y.

Tato data byla přepočtena na parametr  $\psi$ , který pomáhá stanovit podmínky, za kterých dojde k abnormálnímu růstu. Závislost parametru  $\psi$  na době žihání je vynesena na Obr. 17. Hodnota parametru klesá dle předpokladu k hodnotě 1. V případě slitiny s 0,75 hm.% yttria inkubační doba rekrystalizace (dosažení hodnoty  $\psi = 1$ ) odpovídá modelu. V případě slitiny s 0,5 hm.% yttria bylo dosaženo hodnoty  $\psi = 1$  dříve, než odpovídá inkubační době rekrystalizace, to se dá ovšem přisoudit experimentálnímu rozptylu. Během inkubační doby docházelo k mírnému nárůstu původního zrna. Tempo hrubnutí oxidické disperze bylo ale vyšší. Inkubační doba tedy velmi dobře odpovídá době, během které dojde k takovému zhrubnutí oxidů, které umožní iniciaci abnormálního růstu.

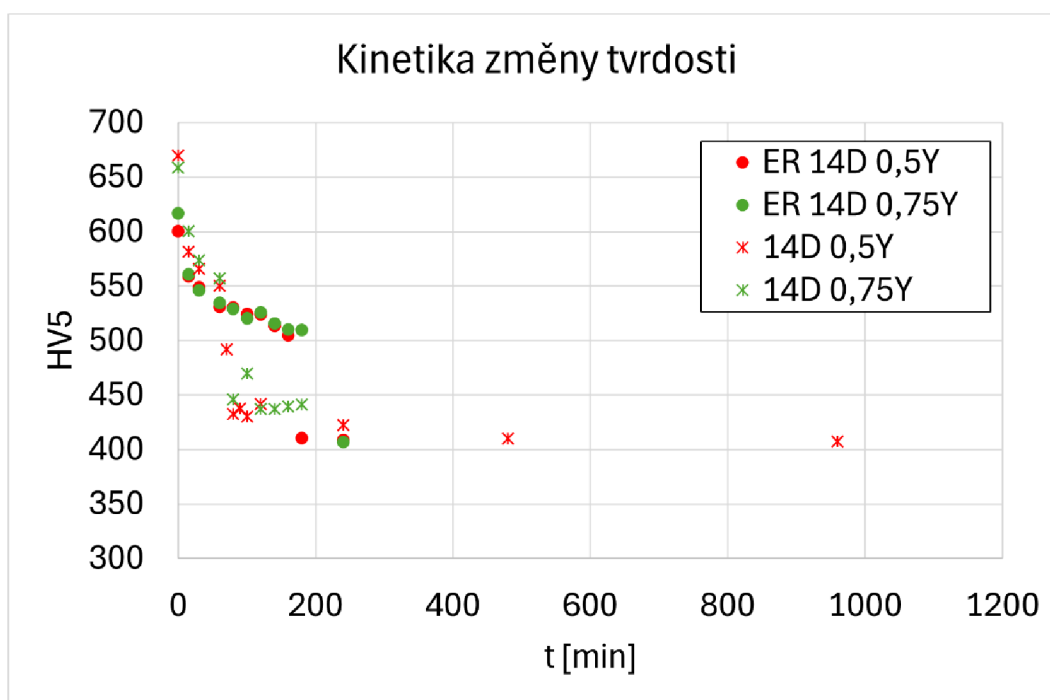


Obr. 17 Závislost parametru  $\psi$  na době žihání.

## 5.2 MECHANICKÉ ZKOUŠKY

### 5.2.1 Zkouška tvrdosti

Srovnání tvrdostí základní varianty 14D 0,5Y, resp. 14D 0,75Y a extrémně válcované varianty ER14D 0,5Y, resp. ER14D 0,75Y jsou vyneseny na Obr. 18. Extrémně válcované varianty mají v nežíhaném stavu asi o 50 HV5 nižší tvrdost, po rekrytalizaci je asi o 20 HV5 nižší. Jednotlivé varianty mají velmi podobný průběh tvrdosti, rozdíl je pouze v okamžiku, kdy dojde k prudkému poklesu tvrdosti. Kinetika změny tvrdosti materiálu odpovídá průběhu rekrytalizace v příslušných variantách materiálu. V počátečních stádiích žihání dochází k poklesu tvrdosti vlivem mírného nárůstu velikosti zrna, hrubnutí disperze a snížení dislokační hustoty vlivem zotavení. Po proběhnutí sekundární rekrytalizace dochází k prudkému poklesu tvrdosti, neboť dochází k vymizení obrovského podílu hranic zrn. Následně dochází k dosažení saturované hodnoty tvrdosti, neboť mikrostruktura se již dále nevyvíjí. Rozdíl v tvrdosti mezi extrémně válcovanou a základní variantou je nepatrný, neboť zrna jsou tak velká, že ve většině případů je tvrdost měřena uvnitř zrna a není ovlivněna hranicemi zrna.

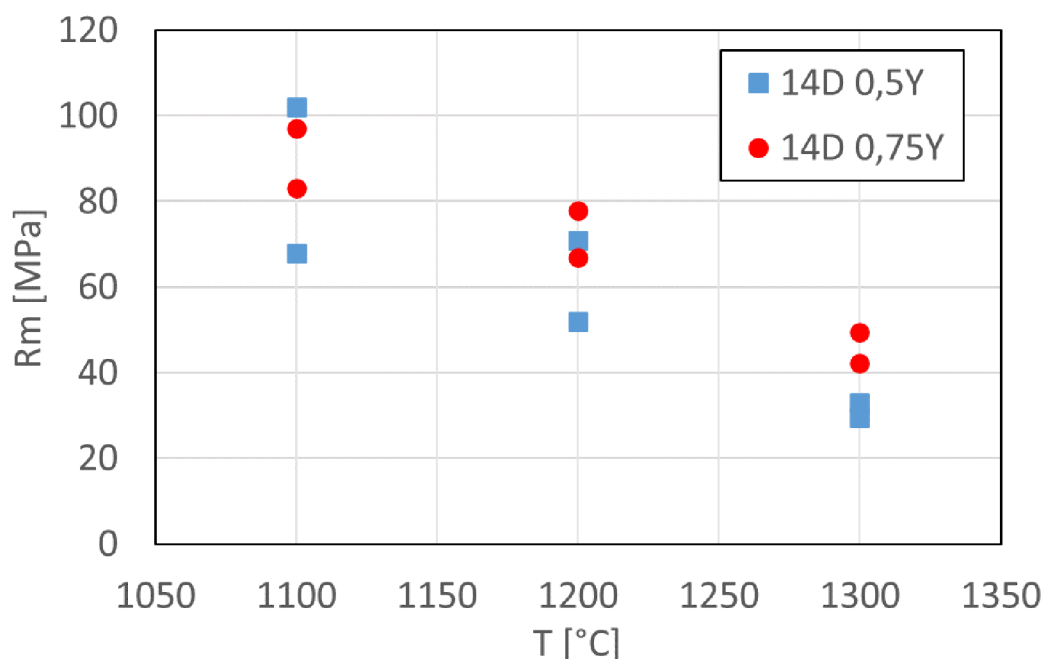


Obr. 18 Kinetika změny tvrdosti

### 5.2.2 Zkoušky tahem

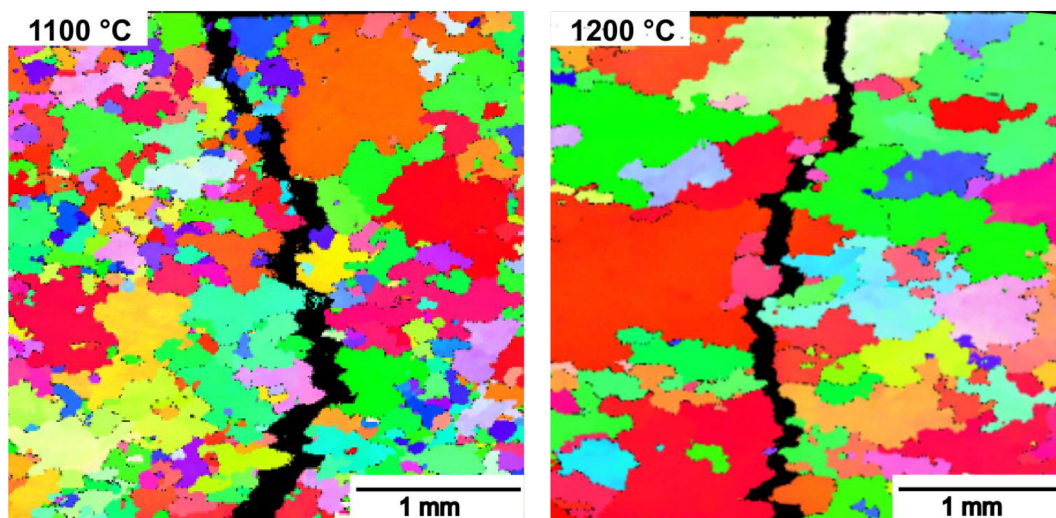
Byly naměřeny pomalé zkoušky tahem (rychlost  $10^{-6}$ /s), které se svou povahou přibližují rychlým creepovým zkouškám. Zkoušeny byly vzorky 14D 0,5Y, resp. 14D 0,75Y (konsolidované za původních podmínek válcování). Výsledky zkoušky jsou vyneseny v grafu na Obr. 19. Průměrná hodnota pevnosti  $R_m$  slitiny s 0,75 hm.% Y je o 5–10 MPa vyšší než v případě slitiny s 0,5 hm.%

Y, v případě měření při 1300 °C tvoří rozdíl mezi oběma slitinami přibližně čtvrtinu celkové hodnoty  $R_m$ . Měření slitiny s 0,75 hm.% Y měla menší rozptyl hodnot.



Obr. 19 Závislost meze pevnosti na teplotě zkoušky tahem.

Na Obr. 20 jsou EBSD snímky porušeného tělesa po zkoušce tahem. Za velmi vysokých teplot (nad 1000 °C) se mechanismus porušení mění. Lom je směsí intergranulárního a transgranulárního lomu. Porušení je pravděpodobně iniciováno dekohezí hranic zrn v místě nejvyššího zatížení. Změnou mechanismu porušení lze vysvětlit také pokles meze pevnosti  $R_m$ . Dislokace jsou ukotveny na částicích disperze a napětí není dostatečné k tomu, aby došlo k jejich odtržení. Zrna nemají prakticky žádnou plasticitu a nejslabším článkem se tak stávají hranice zrn. Kohezní pevnost klesá s rostoucí teplotou, a tím i narůstá podíl intergranulárního lomu.



Obr. 20 EBSD snímky porušení tělesa po zkoušce tahem pro 1100 °C a 1200°C.

## ZÁVĚRY

Slitina FeAlOY má potenciál pro použití za teplot 1000–1300 °C. Nejlepších mechanických vlastností je dosaženo sekundární rekrytalizací původní ultrajemnozrné mikrostruktury na zrna o velikosti v řádu milimetrů.

Jev abnormálního růstu byl v rámci výzkumu slitiny na bázi Fe-Al-O poprvé pozorován na slitině FeAlO. Většina experimentů byla provedena na slitině FeAlOY, která byla vyvinuta do současné podoby RNDr. Jiřím Svobodou, CSc., DSc. na Ústavu fyziky materiálů AV ČR. V této práci byly zkoumány některé další parametry ovlivňující průběh sekundární rekrytalizace. Na základě provedených experimentů lze učinit tyto závěry:

- Vliv na průběh sekundární rekrytalizace má i obsah kovového yttria, které se kromě  $Y_2O_3$  přidává do slitiny. Jako optimální byl stanoven obsah 0,75 hm.% kovového yttria a tato varianta se dále považuje za základní variantu slitiny.
- Vliv na sekundární rekrytalizaci, respektive na velikost výsledného zrna má i intenzita přetvoření při vysokoteplotní konsolidaci válcováním. S rostoucí intenzitou válcování roste výsledná velikost a poměr rozměrů zrna
- Předešlý závěr byl potvrzen experimenty s extrémním válcováním. Po extrémním válcování bylo dosaženo v podélném směru zrn o velikosti, která značně přesahovala rozměr sledovaného vzorku. Lze tedy předpokládat zrna o velikosti v řádu desítek milimetrů. Kinetika sekundární rekrytalizace však byla oproti základní variantě válcování opožděna.
- Kinetiku sekundární rekrytalizace není možné popsat klasickým JMAK vztahem, neboť k rekrytalizaci dochází téměř skokově po určité inkubační době. Po odečtení této inkubační doby je již možné naměřená data fitovat JMAK závislostí s exponentem  $n = 3$ , který odpovídá trojrozměrnému růstu s okamžitou nukleací. Inkubační dobu lze vysvětlit výše zmíněným modelem dle Humphreyse, který je založený na rozdílu mezi hnací silou migrujících hranic zrn a kotvící silou pocházející z působení částic disperze. Během inkubační doby totiž dochází k hrubnutí disperze až do okamžiku, kdy je překonána Zenerova kotvící síla a může dojít k abnormálnímu růstu zrn.
- Po proběhnutí sekundární rekrytalizace lze předpokládat, že rychlost hrubnutí oxidů o několik řádů klesne, neboť je omezena difúze po hranicích zrn.
- Pevnostní vlastnosti v oblasti velmi vysokých teplot převyšují vlastnosti nejlepších komerčních slitin, u kterých jsou dostupná data.
- Změna tvrdosti odpovídá průběhu zotavení, hrubnutí disperze a nejvýrazněji se projevuje při sekundární rekrytalizaci.

## Nejdůležitější literární prameny

SVOBODA, J., V. HORNÍK, L. STRATIL, H. HADRABA, B. MAŠEK, O. KHALAJ a H. JIRKOVÁ. Microstructure Evolution in ODS Alloys with a High-Volume Fraction of Nano Oxides. *Metals* [online]. 2018, **8**(12) [cit. 2022-11-29]. ISSN 2075-4701. Dostupné z: doi:10.3390/met8121079

SVOBODA, J., V. HORNÍK a H. RIEDEL. Modelling of Processing Steps of New Generation ODS Alloys. *Metallurgical and Materials Transactions A* [online]. 2020, **51**(10), 5296-5305 [cit. 2022-11-30]. ISSN 1073-5623. Dostupné z: doi:10.1007/s11661-020-05949-0  
SVOBODA, Jiří, Petr BOŘIL, Jakub HOLZER, Natália LUPTÁKOVÁ, Milan JARÝ, Bohuslav MAŠEK a Petr DYMÁČEK. Substantial Improvement of High Temperature Strength of New-Generation Nano-Oxide-Strengthened Alloys by Addition of Metallic Yttrium. *Materials* [online]. 2022, **15**(2) [cit. 2022-11-30]. ISSN 1996-1944. Dostupné z: doi:10.3390/ma15020504

SVOBODA, Jiří, Lenka KUNČICKÁ, Natália LUPTÁKOVÁ, Adam WEISER a Petr DYMÁČEK. Fundamental Improvement of Creep Resistance of New-Generation Nano-Oxide Strengthened Alloys via Hot Rotary Swaging Consolidation. *Materials* [online]. 2020, **13**(22) [cit. 2022-11-30]. ISSN 1996-1944. Dostupné z: doi:10.3390/ma13225217

SVOBODA, Jiří, Natália LUPTÁKOVÁ, Milan JARÝ, et al. Influence of Hot Consolidation Conditions and Cr-Alloying on Microstructure and Creep in New-Generation ODS Alloy at 1100 °C. *Materials* [online]. 2020, **13**(22) [cit. 2022-11-30]. ISSN 1996-1944. Dostupné z: doi:10.3390/ma13225070

GAMANOV, Š.; LUPTÁKOVÁ, N.; BOŘIL, P.; JARÝ, M.; MAŠEK, B. et al. Mechanisms of plastic deformation and fracture in coarse grained Fe–10Al–4Cr–4Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ODS nanocomposite at 20–1300°C. *Online. Journal of Materials Research and Technology*. 2023, roč. 24, s. 4863-4874. ISSN 22387854. Dostupné z: <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2023.04.131>. [cit. 2024-02-27].

SVOBODA, J., G.A. ZICKLER, E. KOZESCHNIK a F.D. FISCHER. Generalization of classical Hillert's grain growth and LSW theories to a wide family of kinetic evolution equations and stationary distribution functions. *Acta Materialia* [online]. 2022, 235 [cit. 2022-12-05]. ISSN 13596454. Dostupné z: doi:10.1016/j.actamat.2022.118085

SVOBODA, Jiří; BOŘIL, Petr; HOLZER, Jakub; LUPTÁKOVÁ, Natália; JARÝ, Milan et al. Substantial Improvement of High Temperature Strength of New-Generation Nano-Oxide-

Strengthened Alloys by Addition of Metallic Yttrium. Online. *Materials*. 2022, roč. 15, č. 2. ISSN 1996-1944. Dostupné z: <https://doi.org/10.3390/ma15020504>. [cit. 2024-04-08].

GAMANOV, Štěpán; HOLZER, Jakub; ROUPCOVÁ, Pavla a SVOBODA, Jiří. High temperature oxidation kinetics of Fe-10Al-4Cr-4Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ODS alloy at 1200–1400 °C. Online. *Corrosion Science*. 2022, roč. 206. ISSN 0010938X. Dostupné z: <https://doi.org/10.1016/j.corsci.2022.110498>. [cit. 2024-03-26].

UKAI, Shigeharu, Toshio NISHIDA, Hirokazu OKADA, Takanari OKUDA, Masayuki FUJIWARA a Kazutaka ASABE. Development of Oxide Dispersion Strengthened Ferritic Steels for FBR Core Application, (I). *Journal of Nuclear Science and Technology* [online]. 1997, **34**(3), 256-263 [cit. 2022-11-30]. ISSN 0022-3131. Dostupné z: doi:10.1080/18811248.1997.9733658

RÖSLER, J. a E. ARZT. A new model-based creep equation for dispersion strengthened materials. *Acta Metallurgica et Materialia* [online]. 1990, **38**(4), 671-683 [cit. 2022-12-01]. ISSN 09567151. Dostupné z: doi:10.1016/0956-7151(90)90223-4

HUMPHREYS, F. J. a M. HATHERLY. *Recrystallization and related annealing phenomena* [online]. Second edition. Amsterdam: Elsevier, 2004 [cit. 2022-12-01]. ISBN 00-804-4164-5.

BURKE, J.E. a TURNBULL, D. Recrystallization and grain growth. Online. *Progress in Metal Physics*. 1952, roč. 3, s. 220-292. ISSN 05028205. Dostupné z: [https://doi.org/10.1016/0502-8205\(52\)90009-9](https://doi.org/10.1016/0502-8205(52)90009-9). [cit. 2024-03-27].

AVRAMI, Melvin. Kinetics of Phase Change. II Transformation-Time Relations for Random Distribution of Nuclei. Online. *The Journal of Chemical Physics*. 1940, roč. 8, č. 2, s. 212-224. ISSN 0021-9606. Dostupné z: <https://doi.org/10.1063/1.1750631>. [cit. 2024-02-16].

SANDSTRÖM, Rolf. On recovery of dislocations in subgrains and subgrain coalescence. *Acta Metallurgica* [online]. Singapore: Springer Singapore, 1977, 2018-05-12, **25**(8), 897-904 [cit. 2022-12-01]. Springer Series in Materials Science. ISBN 978-981-10-7208-6. ISSN 00016160. Dostupné z: doi:10.1016/0001-6160(77)90176-6

RIOS, Paulo Rangel, Fulvio SICILIANO JR, Hugo Ricardo Zschommler SANDIM, Ronald Lesley PLAUT a Angelo Fernando PADILHA. Nucleation and growth during recrystallization. *Materials Research* [online]. 2005, **8**(3), 225-238 [cit. 2022-12-05]. ISSN 1516-1439. Dostupné z: doi:10.1590/S1516-14392005000300002



GROSDIDIER, T, E SUZON a F WAGNER. Primary recrystallization in an ODS FeAl alloy: an effective way to modify texture and microstructure. *Intermetallics* [online]. 2004, 12(6), 645-654 [cit. 2022-12-05]. ISSN 09669795. Dostupné z: doi:10.1016/j.intermet.2004.03.014

RIOS, Paulo Rangel a Gláucio Soares FONSECA. Grain Boundary Pinning by Particles. *Materials Science Forum* [online]. 2010, 638-642, 3907-3912 [cit. 2022-12-05]. ISSN 1662-9752. Dostupné z: doi:10.4028/www.scientific.net/MSF.638-642.3907

RAZAVI-TOUSI, S., R. YAZDANI-RAD a S. MANAFI. A Model for Abnormal Grain Growth in Nano-Crystalline Materials Based on Zener Drag Force. *Archives of Metallurgy and Materials* [online]. 2012, 57(1) [cit. 2022-12-05]. ISSN 1733-3490. Dostupné z: doi:10.2478/v10172-011-0156-z

DOHERTY, R.D., D.A. HUGHES, F.J. HUMPHREYS, et al. Current issues in recrystallization: a review. *Materials Science and Engineering: A* [online]. 1997, 238(2), 219-274 [cit. 2022-12-05]. ISSN 09215093. Dostupné z: doi:10.1016/S0921-5093(97)00424-3

MANOHAR, P. A., M. FERRY a T. CHANDRA. Five Decades of the Zener Equation. *ISIJ International* [online]. 1998, 38(9), 913-924 [cit. 2022-12-05]. ISSN 0915-1559. Dostupné z: doi:10.2355/isijinternational.38.913

DOHERTY, R.D.; SROLOVITZ, D.J.; ROLLETT, A.D. a ANDERSON, M.P. On the volume fraction dependence of particle limited grain growth. *Online. Scripta Metallurgica*. 1987, roč. 21, č. 5, s. 675-679. ISSN 00369748. Dostupné z: [https://doi.org/10.1016/0036-9748\(87\)90383-8](https://doi.org/10.1016/0036-9748(87)90383-8). [cit. 2024-02-19].

GLADMAN, T. The theory and inhibition of abnormal grain growth in steels. *Online. JOM*. 1992, roč. 44, č. 9, s. 21-24. ISSN 1047-4838. Dostupné z: <https://doi.org/10.1007/BF03222321>. [cit. 2024-02-19].

KLUEH, R.L.; SHINGLEDECKER, J.P.; SWINDEMAN, R.W. a HOELZER, D.T. Oxide dispersion-strengthened steels: A comparison of some commercial and experimental alloys. *Online. Journal of Nuclear Materials*. 2005, roč. 341, č. 2-3, s. 103-114. ISSN 00223115. Dostupné z: <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2005.01.017>. [cit. 2024-02-28].

# Životopis

<b>Jméno</b>	<b>Denisa Bártková</b>
<b>Datum narození</b>	<b>18. 1. 1989</b>
<b>Email</b>	<b>denisa.bartkova@email.cz</b>
<b>Vzdělání</b>	
<b>2022 - současnost 2015–2018</b>	Doktorské studium Fakulta strojního inženýrství VUT v Brně Fyzikální a materiálové inženýrství <b>Charakterizace nově vyvíjených oxidy zpevněných nanokompozitů na bázi Fe-Al-Cr-Y-O</b>
<b>2011 - 2013</b>	Magisterské studium Fakulta strojního inženýrství VUT v Brně Materiálové inženýrství <b>Vysokocyklová únava titanové slitiny Ti-6Al-4V</b>
<b>2008 - 2011</b>	Bakalářské studium Fakulta strojního inženýrství VUT v Brně Materiálové inženýrství <b>Nízkocyklová únava hliníkové slitiny EN-AW 7075</b>
<b>Stáže</b>	
<ul style="list-style-type: none"><li>• <b>On Semiconductor Czech Republic, s.r.o.</b>, Rožnov pod Radhoštěm Pracovník laboratoře defektivity čipů a křemíkových desek.</li></ul>	
<b>Participace na řešení projektů</b>	
<ul style="list-style-type: none"><li>• <b>Vylepšení vlastností současných špičkových slitin,</b> Grantová agentura České republiky, Řešitel: RNDr. Jiří Svoboda, DSc., Období řešení projektu: 2021 – 2025</li><li>• <b>Lomové chování oxidicky zpevněných slitin na bázi železa za vysokých teplot,</b> Grantová agentura České republiky, Hlavní příjemce: Ústav fyziky materiálů AV ČR, v. v. i., Řešitel: Dr. Ing. Filip Šiška, Ph.D., Období řešení projektu: 2015 – 2019</li><li>• <b>Intersticiální příměsi v tvarově-paměťových slitinách na bázi NiTi,</b> Grantová agentura České republiky, Řešitel: prof. RNDr. Antonín Dlouhý, CSc., Období řešení projektu: 2015 – 2018</li></ul>	

## **Abstrakt**

Práce se zaměřuje na charakterizaci oxidů zpevněných nanokompozitů na bázi Fe-Al ve vztahu k procesu výroby s cílem její optimalizace. Teoretická rešerše se proto zabývá shrnutím základních informací o ODS slitinách a jejich specifiky. Druhá část teoretické rešerše se týká odpeňovacích procesů, ke kterým dochází v materiálu během tepelného, resp. termomechanického zpracování. Experimentální část je zaměřena na hodnocení změn mikrostruktury a mechanických vlastností ODS slitin, ke kterým dochází vlivem změn parametrů sekundární rekrystalizace, které jsou spjaty s procesem výroby.

## **Abstract**

The aim of this work is characterization of Fe-Al based oxide-reinforced nanocomposites in relation to the processing parameters with aim to optimize the production. The theoretical part of the work deals with the summary of basic information about ODS alloys and their specifics. The second part of the theoretical research concerns processes that occur in the material during heat or thermomechanical processing. Experimental part of the work is focused on characterization of the changes in microstructure and mechanical properties of ODS alloys, which occur due to changes in secondary recrystallization parameters corresponding to the processing parameters.