

Аптуков В.Н., Романов П.В., Скрябина Н.Е., Фрушар Д. Получение мелкодисперсных материалов на основе магния. Результаты численного моделирования и эксперимент // Вестник Пермского национального исследовательского политехнического университета. Механика. – 2017. – № 3. – С. 5–16. DOI: 10.15593/perm.mech/2017.3.01

Aptukov V.N., Romanov P.V., Skryabina N.E., Fruchart D. Processing fine magnesium materials. Numerical simulation and experimental analysis. *PNRPU Mechanics Bulletin*, 2017, no. 3, pp. 5-16. DOI: 10.15593/perm.mech/2017.3.01



ВЕСТНИК ПНИПУ. МЕХАНИКА

№ 3, 2017

PNRPU MECHANICS BULLETIN

<http://vestnik.pstu.ru/mechanics/about/inf/>



DOI 10.15593/perm.mech/2017.3.01

УДК 621.777

## ПОЛУЧЕНИЕ МЕЛКОДИСПЕРСНЫХ МАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ МАГНИЯ. РЕЗУЛЬТАТЫ ЧИСЛЕННОГО МОДЕЛИРОВАНИЯ И ЭКСПЕРИМЕНТ

В.Н. Аптуков<sup>1</sup>, П.В. Романов<sup>1</sup>, Н.Е. Скрябина<sup>1</sup>, Д. Фрушар<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Пермский государственный национальный исследовательский университет, Пермь, Россия

<sup>2</sup>Институт Нееля, Гренобль, Франция

### О СТАТЬЕ

Получена: 26 июля 2017 г.

Принята: 19 сентября 2017 г.

Опубликована: 30 сентября 2017 г.

### Ключевые слова:

магниево-сплавные,  
равноканальное угловое  
прессование, микроструктура,  
численное моделирование,  
остаточная деформация.

### АННОТАЦИЯ

В настоящее время разработка элементов для возобновляемого хранения и транспортировки водорода представляется необходимой и востребованной. Оптимальной формой хранения водорода с точки зрения эффективности и безопасности являются гидриды металлов. Среди перспективных материалов для реализации такого подхода особого внимания заслуживают магний и сплавы на его основе, которые способны обратимо поглощать водород в количестве до 7,6 вес.%, что удовлетворяет требованию DOE. Подготовка материалов для насыщения водородом сводится к измельчению его структуры путем интенсивной пластической деформации (ИПД), что позволяет значительно улучшить кинетику реакции за счет увеличения удельной доли поверхностей раздела в образце. Повышения сорбционных характеристик магниевых сплавов можно достичь, используя равноканальное угловое прессование (РКУП). В процессе реализации РКУП заготовка проходит через матрицу, состоящую из двух каналов, пересекающихся под некоторым углом (как правило, значение угла соответствует 90, 105 и 120 град и изменяется в зависимости от степени пластичности материала). В общем случае напряженное состояние материала зависит от угла пересечения каналов, величины приложенного давления, трения, наличия встречного давления, физико-механических характеристик образца и температуры. Так как размеры заготовки в поперечном сечении не изменяются, деформация может производиться многократно с целью достижения исключительно высоких ее степеней (порядка нескольких единиц). В ходе операции РКУП происходит изменение микроструктуры, которое сопровождается образованием ярко выраженной текстуры.

Анализ остаточных деформаций, полученных образцом после операции РКУП, проводится различными способами: инженерными оценками, численным моделированием, экспериментальными методами. В данной статье при изучении характера деформирования образца использовали метод численного моделирования. В пакете LS-Dyna в пространственной постановке исследовано напряженно-

© Аптуков Валерий Нагимович – доктор технических наук, профессор, e-mail: aptukov@psu.ru

Романов Петр Владимирович – аспирант, e-mail: petr\_rom@yahoo.com

Скрябина Наталия Евгеньевна – доктор физико-математических наук, профессор, e-mail: natskryabina@mail.ru

Фрушар Даниель – руководитель подразделения MCMF Института Нееля, e-mail: daniel.fruchart@neel.cnrs.fr

Valery N. Aptukov – Doctor of Technical Sciences, Professor, e-mail: aptukov@psu.ru

Petr V. Romanov – PhD Student, e-mail: petr\_rom@yahoo.com

Nataliya E. Skryabina – Doctor of Physical and Mathematical Sciences, Professor, e-mail: natskryabina@mail.ru

Daniel Fruchart – Director Research at Department of MCMF, Institut Néel, e-mail: daniel.fruchart@neel.cnrs.fr



деформированное состояние образцов после многократных операций РКУП, и выявлены рациональные условия деформации РКУП, магниевых сплавов для получения мелкозернистого материала с высоким уровнем внутренних напряжений. Результаты расчетов хорошо согласуются с опытными данными и позволяют использовать их для планирования эксперимента и промышленной реализации ИПД-обработки материала.

© ПНИПУ

## PROCESSING FINE MAGNESIUM MATERIALS. NUMERICAL SIMULATION AND EXPERIMENTAL ANALYSES

V.N. Aptukov<sup>1</sup>, P.V. Romanov<sup>1</sup>, N.E. Skryabina<sup>1</sup>, D. Fruchart<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Perm State University, Perm, Russian Federation

<sup>2</sup>Institut Néel, Grenoble, France

### ARTICLE INFO

Received: 26 July 2017  
Accepted: 19 September 2017  
Published: 30 September 2017

#### Keywords:

magnesium alloys, equal-channel angular pressing, microstructure, numerical simulation, residual deformation.

### ABSTRACT

Currently developing elements for a renewable hydrogen storage and transportation is needed and its demand is rapidly increasing. Metal hydrides are among optimum solutions for hydrogen storage in terms of effectiveness and safety. The promising material which is good for such approach is magnesium and its alloys that can reversibly absorb hydrogen in quantities up to 7.6 % by weight which meets the DOE requirement.

At first, determining a fast hydrogen saturation of Mg-based alloys has consisted in mechanical grinding of materials up to delivering the micrometric grain size. Increasing markedly the specific surface of the treated powders by plastic deformation processing leads to delivering very reactive samples contrary to bulk materials which are markedly un-reactive. More recently, great improvements of the H-sorption characteristics were demonstrated efficiently when applying the Equal Channel Angular Pressing (ECAP) treatments to bulk Mg-alloys. The implementation of ECAP process entails workpieces to pass the dedicated matrix formed by two channels crossing at a certain angle, i.e. from 90, 105 up to 120 degrees according to the degree of plasticity of the material. Effectively, the stress level delivered to the material depends on the angle between the channels, the applied pressure on the sample, the friction and (or) counter-pressure effects and obviously the physical and mechanical characteristics of the sample versus temperature. As the dimensions of the workpiece in terms of cross section are not changed, the deformation process can be applied several times successively, with the aim to achieve extremely high degrees of stresses and deformation. So, during such a severe deformation process the achievement of a fine-grained microstructure in the magnesium bulk samples is accompanied by the formation of a high density of defects and overall texture.

When considering the ECAP process applied to the magnesium alloys, the numerical simulations were developed to anticipate the mechanical behaviour of the workpieces parallel to experimental characterizations using different methods such as structural and texture analyses. The present article reports on the deformation process Mg-based materials by using the numerical simulation method. By using the numerical LS-Dyna package for spatial deformed states we have successively applied ECAP operations in order to determine the optimum conditions of deformation delivering fine-grained Mg-materials with a high level of internal stresses. The results of the calculations are found in good agreement with the experimental data; and make it possible to use the proposed optimised process and adapted tool to up-scale the effective mass production.

© PNRPU

## Введение

Эволюция микроструктуры металлов и сплавов в процессе интенсивной пластической деформации (ИПД) была предметом многочисленных исследований в последние годы благодаря возможности использования ИПД для формирования уникальных механических свойств новых и уже известных материалов. Однако интерес к ИПД существует и по причине того, что материалы, подвергнутые ИПД, существенно изменяют некоторые иные свойства. Так, многочисленные исследования показывают (например, [1–8]), что прокатка, равноканальное угловое прессование (РКУП) приводят к двум эффектам при последующем взаи-

модействии образцов сплавов с водородом: ускорению сорбции/десорбции и повышению обратимо поглощенного водорода. Как оказалось, измельчение материала и увеличение эффективной площади поверхности, по которой происходит реакция взаимодействия водорода с материалом, лишь частично объясняет этот эффект. В ходе проведения экспериментов установлено [9], что существует определенное преимущество механически измельченного магния перед его порошковым аналогом, полученным, например, осаждением из газовой фазы, порошинки которого имеют почти идеальную сферическую форму и ровную бездефектную поверхность. Именно поэтому методы ИПД используют для повышения эффективности процессов взаимодействия металлов/сплавов с водородом. Условия и схема деформации РКУП должны способствовать не только измельчению и увеличению протяженности в материале межзеренных и субзеренных границ [10–13], но и развитию в нем микронапряжений при одновременном исчерпании каналов реализации пластичности.

До настоящего времени методики механической обработки материалов с целью изменения сорбционных характеристик носят преимущественно экспериментальный характер и подбираются методом «проб и ошибок». В рамках данного исследования авторы предлагают определенное обоснование выбора рациональных условий проведения ИПД на примере использования РКУП для магния и его сплавов. Именно в этом заключается принципиальное отличие настоящего исследования от проведенных ранее (например, [14]), где наличие высоких внутренних напряжений в заготовке рассматривали лишь как факт, способствующий измельчению микроструктуры материала.

## 1. Материалы и методики исследования

Объектом экспериментальных исследований служил промышленный сплав AZ31 (96% Mg, 3% Al, 1% Zn, вес. %). Заготовки для осуществления деформации РКУП представляли собой параллелепипеды размерами 10×10×70 (мм). В качестве образцов для металлографического анализа использовали пластинки размерами 10×10×2 (мм), вырезанные из головной, центральной и хвостовой части каждой заготовки сплава AZ31 перпендикулярно оси прохода через канал матрицы. Деформацию материала осуществляли в установке РКУП по маршруту В<sub>с</sub> с углом пересечения каналов 105°, противодействие создавали образцом, расположенным перед исследуемой заготовкой.

Анализ микроструктуры производили с использованием оптического и сканирующего электронного микроскопа на приборах МЕТАМ ЛВ-32 и Hitachi S3400 соответственно. Размер зерна рассчитывали по методу секущих на основании данных оптической микроскопии.

Испытания образцов в форме куба со стороной 10 мм на одноосное сжатие совершали на универсальной испытательной машине Zwick/Roell Z–250 при комнатной температуре в режиме постоянной скорости перемещения траверсы ~ 1 мм/мин. Ось приложения механической нагрузки к образцам совпадала с осью движения заготовки по каналу матрицы в процессе реализации РКУП.

Численное моделирование процесса РКУП в пространственной постановке задачи осуществляли в пакете LS-Dyna методом конечных элементов с использованием лагранжевой сетки. В расчетной схеме образец в виде параллелепипеда при контактном действии жесткого пуансона,двигающегося с заданной начальной скоростью около 5 см/с, перемещался в жестких каналах матрицы РКУП с углом пересечения каналов 105°. Расчет напряженно-деформированного состояния образца при многократном проходе проводили непрерывно, путем моделирования прохождения образцом дополнительных пространственных изгибов в различных заданных плоскостях каналов матрицы.

Использована упругопластическая модель материала с функцией текучести Мизеса и изотропным упрочнением (Piecewise Linear Plasticity – материал с кусочно-линейным упрочнением). Параметры упрочнения взяты из эксперимента, выполненного для магниевого сплава AZ31 при комнатной температуре [15].

## 2. Результаты и обсуждение

В рамках предложенной модели были рассчитаны поля деформаций для образцов в процессе первого прохода РКУП, а также после второго и третьего циклов деформации. На рис.1 показаны поля интенсивности деформаций в образце на конечной стадии первого цикла РКУП. Из рисунка видно, что интенсивность деформации распределена в образце неоднородно – область заготовки, примыкающая к верхней поверхности канала матрицы, отличается повышенным уровнем деформаций.

Если соотнести этот результат с исследованиями микроструктуры, например, магния или сплава AZ31, то, по-видимому, можно объяснить тот экспериментальный факт, что размер зерен образцов, вырезанных из заготовки, прошедшей однократную деформацию РКУП, в значительной степени неоднороден (рис. 2).

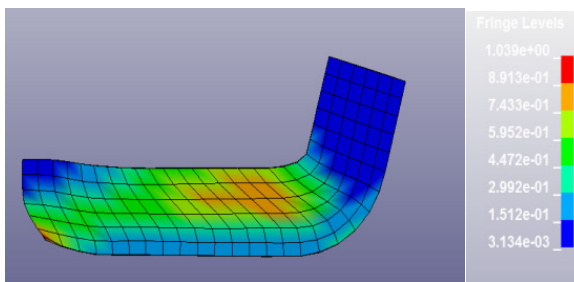


Рис. 1. Поле интенсивности деформаций на заключительной стадии первого прохода  
Fig. 1. Distribution of the effective plastic strain at the last stages of the first ECAP pass

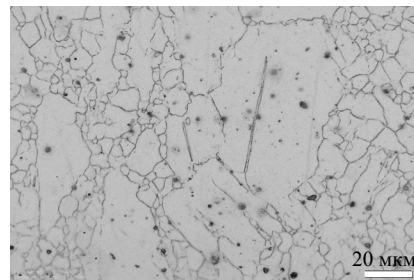


Рис. 2. Микроструктура образца сплава магния AZ31 после однократной деформации РКУП при комнатной температуре  
Fig. 2. Microstructure of the Mg sample after a single ECAP pass at room temperature

Магний и низколегированные сплавы на его основе имеют гексагональную плотноупакованную кристаллическую решетку (ГПУ) с отношением периода осей  $c/a = 1,626$ , что весьма близко к идеальному соотношению для гексагональных структур. Это соотношение определяет характерные особенности пластического деформирования ГПУ металлов [16], а именно набор кристаллографических систем скольжения, которые задействованы для реализации пластической деформации. При комнатной температуре в магнии/магниевом сплаве скольжение дислокаций будет осуществляться в базисной системе скольжения  $\{0001\} \langle \bar{1}2\bar{1}0 \rangle$ , скольжение в небазисных плоскостях будет вносить пренебрежимо малый вклад в общую деформацию материала [17]. Ограниченное число систем скольжения приводит к разрушению образца в процессе РКУП уже в процессе первого прохода, если деформация осуществляется при комнатной температуре. Для реализации многократной деформации РКУП температура должна быть подобрана таким образом, чтобы в процессе деформирования заготовка сохраняла целостность. При этом, если температура деформации РКУП превышает температуру рекристаллизации, то достигается весьма слабый эффект измельчения зерна.

На фотографии микроструктуры (см. рис. 2) видно, что реализация деформации в образце осуществлялась посредством двух механизмов: за счет образования новых большеугловых границ, т.е. образования новых зерен за счет разрушения крупных зерен вблизи уже существующих границ, и, в меньшей степени, за счет двойникования (крупные исходные зерна сохранили свою первоначальную форму и размер, но внутри зерен появились двойники деформации).

Дальнейшие расчеты показали, что характер распределения деформаций и напряжений после второго и третьего цикла деформации РКУП зависит от ориентации заготовки относительно исходного положения (что соответствует режимам А – без вращения заготовки вокруг оси канала матрицы РКУП, или В<sub>С</sub> – вращение заготовки на 90° в одном и том же направлении перед каждым новым циклом деформации [18]). На рис. 3 и 4 показаны соответствующие поля интенсивности деформаций.

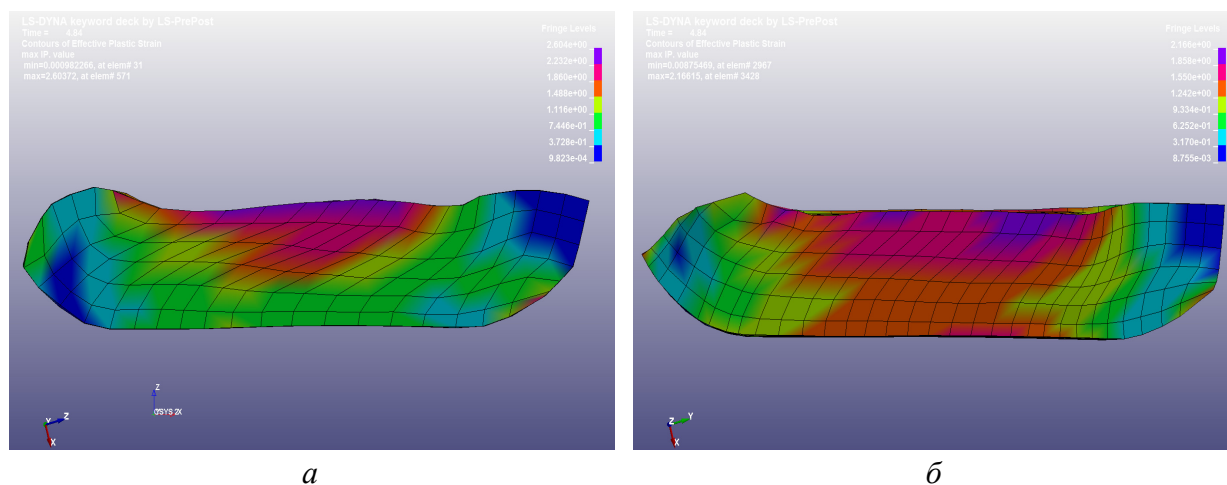


Рис. 3. Поля интенсивности деформаций после второго прохода РКУП. Поворот вокруг длинной оси заготовки по отношению к положению образца при первом проходе:  $a - 0^\circ$ ;  $b - 90^\circ$

Fig. 3. Distribution of the effective plastic strain after the 2<sup>nd</sup> ECAP pass. Rotation around the long axis relative to the specimen position during the first ECAP pass:  $a - 0^\circ$ ;  $b - 90^\circ$

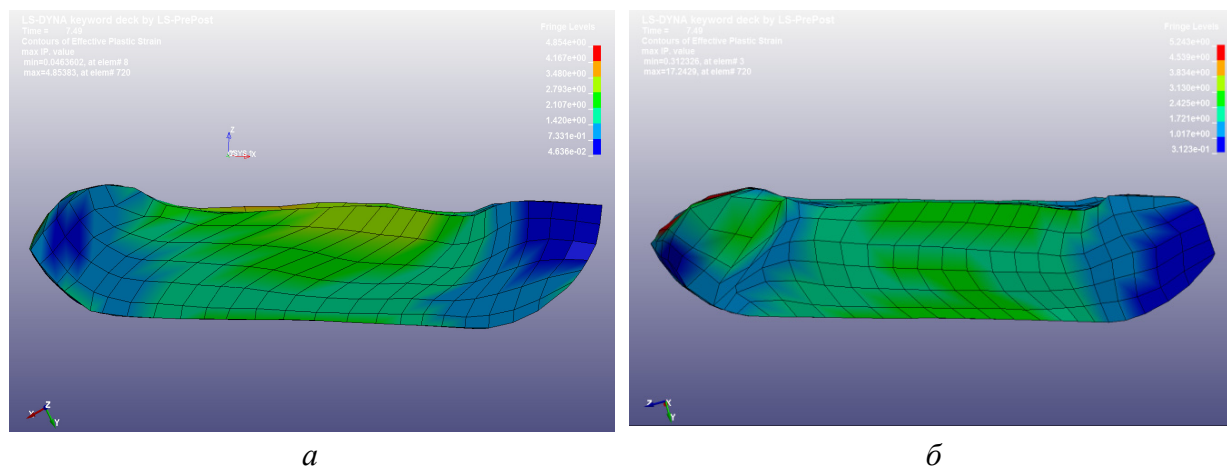


Рис. 4. Поля интенсивности деформаций после третьего прохода РКУП. Поворот вокруг длинной оси заготовки по отношению к положению образца при втором проходе:  $a - 0^\circ$ ;  $b - 90^\circ$

Fig. 4. Distribution of the effective plastic strain after the 3<sup>rd</sup> ECAP pass. Rotation around the long axis of the specimen relative to the second ECAP pass:  $a - 0^\circ$ ;  $b - 90^\circ$

Различные режимы РКУП приводят к разным результатам в плане измельчения зерна и уровня остаточных деформаций. При этом внутри заготовки распределение деформации существенно неоднородно. Это обстоятельство затрудняет сравнение результатов РКУП по различным режимам. Поэтому для сравнения уровня накопленных деформаций в материале (после различных режимов РКУП) введена функция распределения интенсивности деформации  $Eps$  (%) по объему образца  $F$  (%), показанная на рис. 5, 6. Данное представление позволяет оценить долю объема заготовки, которую занимают сильно-, средне- и слабдеформированные области. Иными словами, любая точка с координатами ( $Eps^*$ ,  $F^*$ ) на диаграмме (см. рис. 5, 6) означает, что в  $F^*$  (%) объема образца накоплена интенсивность деформаций величиной не менее  $Eps^*$  (%), т.е., справедливо неравенство  $Eps^* < Eps < Eps_{max}$ .

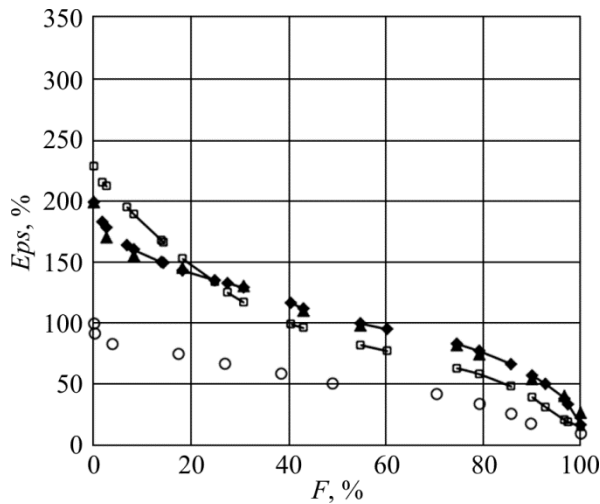


Рис. 5. Зависимости распределения интенсивности деформаций по объему образца после первого (обозначено символом «полый круг») и второго прохода с различными углами поворота относительно первого прохода (обозначения см. в тексте)

Fig. 5. Relations of strain distribution by volume distributions after 1<sup>st</sup> pass ECAP processes (open dots) and after 2<sup>nd</sup> pass ECAP processes with different angles of rotation relative of the first pass (see explanations in the text)

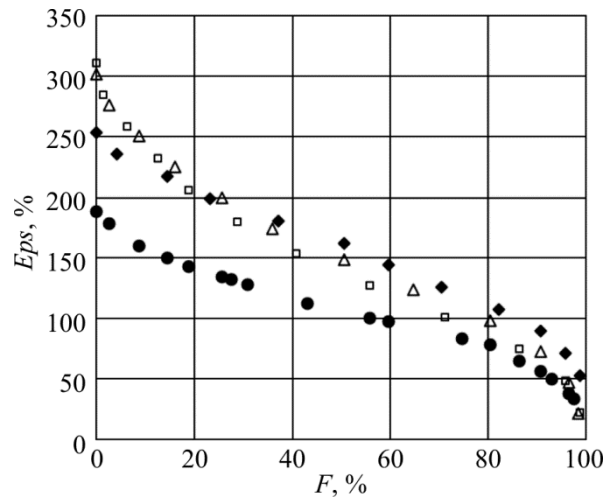


Рис. 6. Зависимости распределения интенсивности деформаций по объему образца после третьего прохода с различными углами поворота образца относительно второго прохода (соответствующие обозначения см. в тексте). Для сравнения символом «черный круг» показан «оптимальный» вариант РКУП, с углом поворота образца = 90° относительно первого прохода, соответствующий режиму B<sub>C</sub> (обозначения см. в тексте)

Fig. 6. Strain by volume distributions after 3<sup>rd</sup> pass with different rotations relative to the 2<sup>nd</sup> pass, see explanations in the text. The black dots show the optimal ECAP process (ref. to Figure 5) with the rotation angle of the specimen = 90° relative to the 1<sup>st</sup> pass (B<sub>C</sub> mode)

На рис. 5 символом «квадрат» обозначена функция распределения деформаций после второго прохода РКУП с углом поворота образца относительно первого прохода 0°; «ромб» – соответственно с углом поворота образца относительно первого прохода 90°; «треугольник» – с углом поворота образца относительно первого прохода 180°. Поворот осуществляли относительно длинной оси образца, которая совпадала с осью канала матрицы РКУП, и отсчитывали против часовой стрелки относительно исходного положения заготовки.

Проведенные расчеты показали, что во-первых, два цикла РКУП приводят к увеличению остаточных деформаций независимо от режима А или В<sub>С</sub> относительно первого цикла практически в два раза. Во-вторых, видно, что максимально высокого уровня локальной деформации удастся достичь при обработке заготовки по режиму А во время второго прохода. Однако доля объема с максимально достижимой деформацией, как следует из приведенного рисунка 5, невелика и распределение деформации сильно неоднородно по объему материала. В-третьих, лучшим вариантом по уровню и равномерности распределения накопленной деформации при втором проходе является поворот заготовки на 90° (символ «ромб», соответствует режиму В<sub>С</sub>). С практической точки зрения важно, что «средние» по величине значения деформации можно наблюдать уже более чем в половине объема материала, а объем областей с невысоким уровнем деформации невелик.

После третьего цикла РКУП возрастание остаточной деформации относительно второго прохода уже не столь существенно (см. рис. 6), как при двукратной операции РКУП, когда уровень деформации образца возрос практически в два раза по сравнению с первым проходом. На рис. 6 символом «квадрат» обозначено распределение деформации после третьего прохода РКУП с углом поворота образца относительно второго прохода 0°; «ромб» – с углом поворота образца относительно второго прохода 90°; «треугольник» – с углом поворота образца относительно второго прохода 180°. Вновь обращает на себя внимание существенно неоднородное распределение деформации по объему заготовки.

Таким образом, из результатов численного моделирования следует, что независимо от количества циклов РКУП не удастся достичь равномерного распределения уровня деформации по всему объему материала. Для практических целей, в качестве основного итога, необходимо указать, в каком объеме материала достигается средний по величине уровень деформации, а также какой максимальный уровень деформации может быть достигнут при нескольких циклах РКУП. Так, после первого прохода около 50 % объема образца имеет значение интенсивности деформации не менее 50 %, при этом ее максимальный уровень может достигать 95–100 %. После второго прохода около 50 % объема образца имеет значение интенсивности деформации не менее 80–110 % (в зависимости от угла поворота образца), максимальный уровень в этом случае может быть уже 200–230 %, хотя доля такой величины деформации в объеме заготовки невелика. После третьего прохода около 50 % объема образца имеет значение интенсивности деформации не менее 150–170 % (в зависимости от угла поворота образца), максимальный уровень достигает 250–300 %. В контексте данной работы в процентах измеряется накопленная в материале пластическая деформация относительно начального состояния образца, у которого уровень пластической деформации равен нулю. Важно отметить, что приращение деформации при переходе от первого цикла ко второму, а затем к третьему уменьшается.

Если проследить эволюцию изменения распределения деформации в заготовке при ее последовательном проходе в первом – втором – третьем цикле РКУП видно, что при использовании угла поворота 0° во всех циклах (соответствует режиму А) деформация накапливается преимущественно в области, которая примыкает к верхней поверхности канала, иными словами, измельчение микроструктуры должно происходить преимущественно в этой области. По-видимому, именно этим обстоятельством и объясняется низкая, по сравнению с режимом В<sub>С</sub>, эффективность режима А.

Как было отмечено выше, на практике использование наиболее «жесткого» варианта РКУП – однократное прессование при комнатной температуре – не приводит к измельчению зерна (см. рис. 2) во всем объеме заготовки. Микроструктура такого материала в зна-



чительной степени неоднородна. Для дальнейшего измельчения зерна необходимо неоднократно повторять циклы РКУП. Однако дальнейшее прессование заготовки становится затруднительным в силу потери сплошности материала [19]. Поэтому для изучения влияния степени накопленной деформации с увеличением числа циклов РКУП необходимо выбрать температуру нагрева заготовки, которая позволяет многократно повторять циклы РКУП. Нами была выбрана рабочая температура 200 °С. Выбор обусловлен тем, что измельчение зерна при этой температуре осуществляется еще преимущественно за счет деформационных механизмов [20], но не за счет рекристаллизации, которая вносит существенное изменение в механические свойства металлического материала. Как показали исследования, при

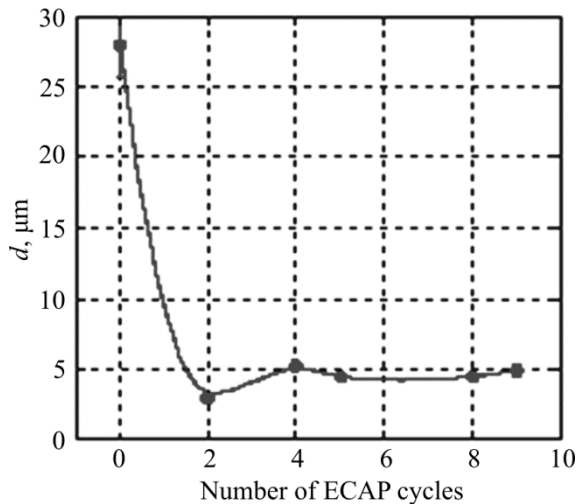


Рис. 7. Влияние числа циклов деформации РКУП при температуре 200 °С на размер зерна ( $d$ ) сплава AZ31

Fig. 7. Impact of the number of ECAP process on the grain size ( $d$ ) for AZ31 at 200 °С

увеличении количества циклов деформации РКУП при выбранной температуре размер зерна сплава уменьшается, причем минимальное значение размера зерна удастся получить при деформации двумя проходами по маршруту В<sub>С</sub> (рис. 7). Далее, по мере возрастания количества циклов, размер зерна сплава практически не изменяется. Микроструктурные исследования позволили выявить характерные признаки изменения размера и формы зерен. До деформации РКУП зерна имеют равноосную форму с классическими тройными стыками. После двукратной деформации произошло существенное измельчение зерен (на порядок), которое сопровождалось не только появлением новых большеугловых границ, но и двойников деформации (см. рис. 2).

Таким образом, проведенный расчет весьма эффективен для понимания рациональных условий реализации РКУП. Результаты численного моделирования позволяют качественно предсказать поведение материала при различных вариантах нагрузки для оптимизации параметров деформации РКУП и оценить долю объема деформированного материала по уровню интенсивности деформации. Так, лучшим вариантом с точки зрения накопленной деформации при третьем проходе является поворот образца на 90° относительно второго прохода.

Сопоставление результатов численного моделирования и изменений структуры материала в процессе РКУП позволяет предложить оптимальную форму матрицы РКУП для получения мелкодисперсных материалов на основе магния. Известно, что в настоящее время существуют различные подходы и предложения для измельчения материалов [18, 21, 22]. На основании проведенного нами анализа можно указать наиболее значимые элементы матрицы РКУП, в которой происходит деформация по принципу «чистый сдвиг». Она должна содержать не менее трех каналов, не лежащих в одной плоскости. Каждый из каналов должен быть развернут относительно предыдущего таким образом, чтобы без перезакрепления заготовка испытывала минимум двойную обработку по маршруту В<sub>С</sub>. Дополнительным условием улучшения результатов должна стать деформация при комнатной температуре или минимально возможной в интервале дорекристаллизационных зна-



чений температуры. Пример, иллюстрирующий сказанное, можно найти, например, в [23]. Как показали наши исследования, увеличение количества циклов деформации РКУП (использование более трех) практически не влияет на итоговый результат.

Нами [24, 25] в ходе экспериментальных исследований и оптимизации режимов РКУП для получения ультрамелкодисперсной структуры магния и его сплавов AZ31 и ZK60 установлено, что минимальный размер зерна, например, в сплаве AZ31 можно получить при температуре деформации 200 °С и двукратной деформации РКУП по режиму В<sub>С</sub>. В этом случае процесс деформации сопровождается не только измельчением зерна, но и повышением уровня внутренних напряжений. К аналогичным результатам пришли и авторы работы [26], которые показали, что в случае ортогонального пересечения каналов матрицы РКУП для формирования мелкозернистой структуры сплава Ма2-1 (химический состав образцов магниевого сплава Ма2-1 близок зарубежному аналогу AZ31), обеспечивающей повышение прочностных характеристик исходного крупнокристаллического состояния достаточно двух проходов. Необходимость осуществить два прохода РКУП для достижения максимального измельчения зерна отмечается и в работе [18]. В работах [27, 28] также показано, что размер зерна уменьшается несущественно уже после двух-четырех циклов деформации.

Таким образом, методом математического моделирования получены результаты хорошо коррелирующие с экспериментальными данными и выявлены наиболее рациональные условия деформации РКУП магниевых сплавов для их дальнейшего использования в качестве накопителей водорода. Рациональные условия в контексте данной работы подразумевают одновременно наличие в образцах высоких внутренних напряжений и мелкокристаллической структуры. Известно, что градиентные поля напряжений (деформации) способствуют направленному диффузионному потоку водорода [29, 30]. По-видимому, именно это обстоятельство позволяет существенно улучшить кинетику проникновения водорода в образец.

## Выводы

В пакете LS-Dyna осуществлено 3D численное моделирование процесса операции РКУП образца магниевого сплава AZ31 для первого, второго и третьего проходов с различной ориентацией образца в процессе прессования и с учетом его реальной диаграммы деформирования, накопленных пластических деформаций и самоуравновешенного поля остаточных напряжений между проходами. Установлено соответствие результатов численного моделирования деформационному поведению материала в ходе реального эксперимента. Это позволяет использовать расчетные методы для прогнозирования поведения сложнодеформированных объектов, какими являются металлические материалы, прошедшие деформацию РКУП и выбор параметров ИПД.

Показано, что с увеличением количества проходов происходит накопление остаточной деформации в образце (с постепенным затуханием), распределенной в нем весьма неравномерно. Выявлены рациональные варианты поворота образца при проходах с точки зрения достижения максимальной деформации (закономерности распределения по объему), соответствующие известным экспериментам.

Обоснована рациональная с точки зрения формирования микроструктуры и минимизации энергетических затрат на обработку материала схема реализации РКУП.

## **Библиографический список**

1. Patent: Method for preparing a material for storing hydrogen, including an extreme plastic deformation operation / D. Fruchart, S. Miraglia, P. De Rango, N. Skryabina, M. Jehan, J. Huot, J. Lang, S. Pedneault. Jan. 19, 2012: WO/2012/007657.

2. Improving hydrogen storage properties of magnesium based alloys by equal channel angular pressing / V.M. Skripnyuk, E. Rabkin, Y. Estrin, R. Lapovok // *Int. J. Hydrog. Energy*. – 2009. – Vol. 34 – P. 6320–6324.

3. Nanostructured MgH<sub>2</sub> prepared by cold rolling and cold forging / D.R. Leiva, R. Floriano, J. Huot, A.M. Jorge, C. Bolfarini, C.S. Kiminami, T.T. Ishikawa, W.J. Botta // *J. Alloy. Compd.* – 2011. – Vol. 509 – P. S444–S448.

4. Hydrogen activation behavior of commercial magnesium processed by different severe plastic deformation routes / D.R. Leiva, J. Huot, T.T. Ishikawa, C. Bolfarini, C.S. Kiminami, A.M. Jorge, W.J. Botta // *Mater. Sci. Forum*. – 2011. – Vol. 667–669. – P. 1047–1051.

5. Huot J., Skryabina N., Fruchart D. Application of Severe Plastic Deformation Techniques to Magnesium for Enhanced Hydrogen Sorption Properties // *Metals*. – 2012. – Vol. 2 – P. 329–343.

6. The effect of ball milling and equal channel angular pressing on the hydrogen absorption/desorption properties of Mg-4.95 wt% Zn-0.71 wt% Zr (ZK60) alloy / V.M. Skripnyuk, E. Rabkin, Y. Estrin, R. Lapovok // *Acta Mater.* – 2004. – Vol. 52 – P. 405–414.

7. Nanoscale grain refinement and H-sorption properties of MgH<sub>2</sub> processed by high –pressure torsion and other mechanical routes / D.R. Leiva, A.M. Jorge, T.T. Ishikawa, J. Huot, D. Fruchart, S. Miraglia, C.S. Kiminami, W.J. Botta // *Adv. Eng. Mater.* – 2010. – Vol. 12 – P. 786–792.

8. Lang J., Huot J. A new approach to the processing of metal hydrides // *J. Alloy Compd.* – 2011. – Vol.509 – P. L18–L22.

9. The formation and decomposition of magnesium hydride / B. Vigeholm, J. Kjølner, B. Larsen, A.S. Pedersen // *J. Less-Common Metals*. – 1983. – Vol. 89 – P. 135–144.

10. Grain refining of magnesium alloy AZ31 by rolling / T.–C. Chang, J.–Y. Wang, C.–M. O, S. Lee // *J. Mater. Proc. Tech. Mater. Sci. Eng.* – 2003. – Vol. 140 – P. 588–591.

11. Microstructure refining and property improvement of ZK60 magnesium alloy by hot rolling / X. Wang, W. Chen, L. Hu, G. Wang, E. Wand // *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*. – 2011. – Vol. 21 – P. 242–246.

12. Equal channel angular pressing of magnesium alloy AZ31 / K. Xia, J.T. Wang, X. Wu, G. Chen, M. Gurvan // *Mater. Sci. Eng.* – 2005. – Vol. 410 – P. 324–327.

13. Microstructure evolution of AZ31 Mg alloy during equal channel angular extrusion / L. Jin, D. Lin, D. Mao, X. Zeng, B. Chen, W. Ding // *Mater. Sci. Eng. A*. – 2006. – Vol. 423 – P. 247–252.

14. Ren G.C., Zhao G.Q., Xu S.B. Numerical simulation and experimental study of AZ31 magnesium alloy deformation behavior in ECAP // *Advanced Materials Research*. – 2011. – Vol. 148–149. – P. 227–231.

15. Влияние равноканального углового прессования на механические свойства и микроструктуру образцов магниевых сплавов / Н.Е. Скрябина, В.Н. Аптуков, П.В. Романов, Д. Фрушар // *Вестник Пермского национального исследовательского политехнического университета. Механика*. – 2014. – № 3. – С. 113–128.

16. Черняева Т.П., Грицина В.М. Характеристики ГПУ-металлов, определяющие их поведение при механическом, термическом и радиационном воздействии // *Вопросы атомной науки и техники*. – 2008. – № 2. – С. 15–27.

17. Determination of Active Slip / Twinning Modes in AZ31 Mg Alloy Near Room Temperature / H. Li, E. Hsu, J. Szpunar, R. Verma, J.T. Carter // *J. Mater. Eng. Perform.* – 2007. – Vol. 16. – No. 3. – P. 321–326.

18. Валиев Р.З., Александров И.В. Объемные наноструктурные металлические материалы. – М.: Академкнига, 2007. – 398 с.

19. Применение метода сеток при изучении процессов равноканального углового прессования магниевых сплавов / Н.Е. Скрябина, В.Н. Аптуков, П.В. Романов, Д. Фрушар // *Вестник*

Пермского национального исследовательского политехнического университета. Механика. – 2015. – № 3. – С. 133–145.

20. Деформационное измельчение структуры сплава AZ31 в процессе равноканального углового прессования / Н.Е. Скрябина, В.М. Пинюджанин, Д. Фрушар, Г. Жирард, С. Мираглия // Вестн. Перм. ун-та. Физика. – 2011. – № 1. – С. 82–87.

21. Сегал В.М., Резников В.И., Копылов В.И. Процессы структурообразования при пластической деформации металлов. – Минск: Наука и техника, 1994. – 232с.

22. Severe plastic deformation (SPD) processes for metals / A. Azushima, R. Kopp, A. Korhonen, D.Y. Yang, F. Micari, G.D. Lahoti, P. Groche, J. Yanagimoto, N. Tsuji, A. Rosochowski, A. Yanagida // CIRP Annals – Manufacturing Technology. – 2008. – Vol. 57 – P. 716–735.

23. Microforming and Nanomaterials / U. Engel, A. Rosochowski, S. Geiborfer, L. Olejnik // F. Chinesta, E. Cueto Advanced in Material Forming. – France, Paris: Springer-Verlag, 2007. – P. 99–124.

24. Mg alloy for hydrogen storage processed by SPD / D.R. Leiva, D. Fruchart, M. Bacia, G. Girard, N. Skryabina, A.C.S. Villela, S. Miraglia, D.S. Santos, W.J. Botta // Int. J. Mat. Res. – 2009. – Vol. 100 – P. 1739–1446.

25. Инновационные технологии. Физические принципы формирования наноструктуры сплавов для обратимого хранения водорода / Н.Е. Скрябина, Д. Фрушар, Г. Жирард, С. Мираглия, В.М. Пинюджанин, Д. Лева // Вестн. Перм. ун-та. Физика. – 2010. – № 1. – С. 91–96.

26. Исследование физико-механических свойств ультрамелкозернистых магниевых сплавов после интенсивной пластической деформации / А.А. Козулин, В.А. Скрипняк, В.А. Красновейкин, В.В. Скрипняк, А.К. Каравацкий // Изв. вузов. Физика. – 2014. – № 9. – С. 98–104.

27. Effect of Microstructural Factors on Tensile Properties of an ECAE-Processed AZ31 Magnesium Alloy / Y. Yoshida, L. Cisar, S. Kamado, Y. Kojyma // Mater. Trans. – 2003. – Vol. 44. – No. 4 – P. 468–475.

28. Equal channel angular pressing of magnesium alloy AZ31 / K. Xia, J.T. Wang, X. Wu, G. Chen, M. Gurvan // Mater. Sci. Eng. – 2005. – Vol. 410. – P. 324–327.

29. De Groot S.R., Mazur P. Non-Equilibrium Thermodynamics. – Amsterdam: NorthHolland, 1969. – 510 p.

30. Hydrogen in metals III. Properties and applications / Ed. by H. Wipf. – Berlin Heidelberg New York: Springer-Verlag, 1997. – 350 p.

## References

1. Fruchart D., Miraglia S., De Rango P., Skryabina N., Jehan M., Huot J., Lang J. and Pedneault S., Patent: Method for preparing a material for storing hydrogen, including an extreme plastic deformation operation, Jan. 19, 2012: WO/2012/007657.

2. Skriptyuk V.M., Rabkin E., Estrin Y., Lapovok R. Improving hydrogen storage properties of magnesium based alloys by equal channel angular pressing. *Int. J. Hydrog. Energy*, 2009, vol. 34, pp. 6320-6324.

3. Leiva D.R., Floriano R., Huot J., Jorge A.M., Bolfarini C., Kiminami C.S., Ishikawa T.T., Botta W.J. Nanostructured MgH<sub>2</sub> prepared by cold rolling and cold forging. *J. Alloy. Compd.*, 2011, vol. 509, pp. S444-S448.

4. Leiva D.R., Huot J., Ishikawa T.T. Bolfarini C., Kiminami C.S., Jorge A.M., Botta W.J. Hydrogen activation behavior of commercial magnesium processed by different severe plastic deformation routes. *Mater. Sci. Forum.*, 2011, vol. 667-669, pp. 1047-1051.

5. Huot J., Skryabina N., Fruchart D. Application of Severe Plastic Deformation Techniques to Magnesium for Enhanced Hydrogen Sorption Properties. *Metals.*, 2012, vol. 2, pp. 329-343.

6. Skriptyuk V.M., Rabkin E., Estrin Y., Lapovok R. The effect of ball milling and equal channel angular pressing on the hydrogen absorption/desorption properties of Mg-4.95 wt% Zn-0.71 wt% Zr (ZK60) alloy. *Acta Mater.*, 2004, vol. 52, pp. 405-414.

7. Leiva D.R., Jorge A.M., Ishikawa T.T., Huot J., Fruchart D., Miraglia S., Kiminami C. S., Botta W. J. Nanoscale grain refinement and H-sorption properties of MgH<sub>2</sub> processed by high –pressure torsion and other mechanical routes. *Adv. Eng. Mater.*, 2010, vol. 12, pp. 786-792.

8. Lang J., Huot J. A new approach to the processing of metal hydrides. *J. Alloy Compd.*, 2011, vol.509, pp. L18-L22.

9. Vigeholm B., Kjølner J., Larsen B., Pedersen A. S. The formation and decomposition of magnesium hydride. *J. Less-Common Metals.*, 1983, vol. 89, pp. 135-144.
10. Chang T.-C., Wang J.-Y., O C.-M., Lee S. Grain refining of magnesium alloy AZ31 by rolling. *J. Mater. Proc. Tech. Mater. Sci. Eng.*, 2003, vol. 140, pp. 588-591.
11. Wang X., Chen W., Hu L., Wang G., Wand E. Microstructure refining and property improvement of ZK60 magnesium alloy by hot rolling. *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*, 2011, vol. 21, pp. 242-246.
12. Xia K., Wang J. T., Wu X., Chen G., Gurvan M. Equal channel angular pressing of magnesium alloy AZ31. *Mater. Sci. Eng.*, 2005, vol. 410, pp. 324-327.
13. Jin L., Lin D., Mao D., Zeng X., Chen B., Ding W. Microstructure evolution of AZ31 Mg alloy during equal channel angular extrusion. *Mater. Sci. Eng. A.*, 2006, vol. 423, pp. 247-252.
14. Ren G. C., Zhao G. Q., Xu S. B. Numerical simulation and experimental study of AZ31 magnesium alloy deformation behavior in ECAP. *Advanced Materials Research*, 2011, vol. 148-149, pp. 227-231.
15. Skryabina N.E., Aptukov V.N., Romanov P.V., Fruchart D. Impact of equal-channel angular pressing on mechanical behavior and microstructure of magnesium alloy. *PNRPU Mechanics Bulletin*, 2014, no. 3, pp. 113-128.
16. Chernyaeva T.P., Grytsina V.M. Harakteristiki GPU-metallov, opredeljaushchie ikh povedenie pri mekhanicheskom, termicheskom i radiatsionnom vozdeistvii [Characteristics of HCP metals determining their behavior under mechanical, thermal and radiation exposure]. *Problems of atomic science and technology*, 2008, no. 2, pp. 15-27.
17. Li H., Hsu E., Szpunar J., Verma R., Carter J. T. Determination of Active Slip / Twinning Modes in AZ31 Mg Alloy Near Room Temperature. *J. Mater. Eng. Perform.*, 2007, vol. 16, no. 3, pp. 321-326.
18. Valiev R.Z., Alexandrov I.V. Obyomnye nanostruktury metallicheskie materialy [Bulk Nanostructured Metallic Materials]. *Moscow, Academkniga*, 2007, 398 p.
19. Skryabina N.E., Aptukov V.N., Romanov P.V., Fruchart D. A grid method quantifying deformed Mg-alloys by Equal-Channel Angular Pressing. *PNRPU Mechanics Bulletin*, 2014, no. 3, pp. 133-145.
20. Skryabina N.E., Pinyugzhanin V.M., Fruchart D., Girard G., Miraglia S. Deformatsionnoe izmelchenie struktury splava AZ31 v protsesse ravnokanalnogo uglovogo pressovaniya [Deformation refinement of AZ31 structure during equal channel angular pressing]. *Bulletin of the Perm University. Physics*, 2011, no. 1, pp. 82-87.
21. Segal V.M., Reznikov V.I., Kopylov V.I. Protsessy strukturoobrazovaniya pri plasticheskoj deformatsii metallov [Structurization processes during plastic deformation of metals]. Minsk, Nauka i Tekhnika, 1994, 232 p.
22. Azushima A., Kopp R., Korhonen A., Yang D.Y., Micari F., Lahoti G.D., Groche P., Yanagimoto J., Tsuji N., Rosochowski A., Yanagida A. Severe plastic deformation (SPD) processes for metals. *CIRP Annals – Manufacturing Technology*, 2008, vol. 57, pp. 716-735.
23. Engel U., Rosochowski A., Geiborfer S., Olejnik L. Microforming and Nanomaterials, pp. 99-124 (in the book: Chinesta F., Cueto E. *Advanced in Material Forming*. France, Paris: Springer-Verlag, 2007 236 p.).
24. Leiva D.R., Fruchart D., Bacia M., Girard G., Skryabina N., Villela A.C.S., Miraglia S., Santos D.S., Botta W.J. Mg alloy for hydrogen storage processed by SPD. *Int. J. Mat. Res.*, 2009, vol. 100, pp. 1739-1446.
25. Skryabina N. E., Fruchart D., Girard G., Miraglia S., Pinyugzhanin V. M., Lieva D. Innovatsionnye tekhnologii. Fizicheskie printsipy formirovaniya nanostruktury splavov dlya obratimogo khraneniya vodoroda [Innovation technologies. Physical principles of nanostructure forming of reversible hydrogen absorption alloys]. *Bulletin of the Perm University. Physics*, 2010, no. 1, pp. 91-96.
26. Kozulin A.A., Skripnyak V.A., Krasnoveikin V.A., Skripnyak V.V., Karavackiy A.K., Issledovanie fiziko-mekhanicheskikh svoystv ul'tramelkozernistykh magnievyykh splavov posle intensivnoi plasticheskoj deformatsii [The study of physical and mechanical properties of ultrafinegrained magnesium alloys after severe plastic deformation]. *Izvestiia vuzov. Fizika*, 2014, vol. 57, no. 9, pp. 98-104.
27. Yoshida Y., Cisar L., Kamado S., Kojima Y. Effect of Microstructural Factors on Tensile Properties of an ECAE-Processed AZ31 Magnesium Alloy. *Mater. Trans.*, 2003, vol. 44, no. 4, pp. 468-475.
28. Xia K., Wang J.T., Wu X., Chen G., Gurvan M. Equal channel angular pressing of magnesium alloy AZ31. *Mater. Sci. Eng.*, 2005, vol. 410, pp. 324-327.
29. De Groot S.R., Mazur P. *Non-Equilibrium Thermodynamics*. Amsterdam, NorthHolland, 1969, 510 p.
30. Wipf H. *Hydrogen in metals III. Properties and applications*. Berlin, Heidelberg, New York, Springer-Verlag, 1997, 350 p.