

Sviluppo di microstrutture in campioni di argento sottoposti a deformazione plastica severa

G. Angella, M. Baricco, P. Bassani, A. Castellero, R. Casati, Q. Ge,
D. Lussana, M. Vedani, A. Zambon

Il lavoro presenta i risultati di indagini svolte su campioni di Ag commercialmente puro sottoposti a deformazione plastica severa mediante tecnica ECAP e attraverso laminazione asimmetrica a freddo. È stata studiata l'evoluzione della microstruttura e delle proprietà meccaniche al variare della deformazione impartita, rispettivamente mediante tecniche SEM / TEM e attraverso misure di durezza e prove di trazione. L'argento è stato scelto come materiale rappresentativo dei metalli a struttura FCC con bassa energia dei difetti di impilamento e quindi elevata possibilità di deformazione assistita da geminati. In letteratura esistono limitate informazioni sull'evoluzione della struttura ultrafine di questi metalli nel regime di deformazione plastica severa. I dati vengono discussi considerando l'evoluzione della struttura derivante dalle specifiche tecniche di deformazione e le proprietà raggiunte.

Parole chiave: Metalli ultrafini - Argento - ECAP - Laminazione asimmetrica

INTRODUZIONE

Nei recenti anni è stata dedicata notevole attenzione allo sviluppo di tecniche di deformazione plastica severa (SPD) per la produzione di leghe metalliche a struttura ultrafine. L'approccio della deformazione severa si basa sull'ipotesi di imporre elevati tassi di deformazione a campioni di metallo massivi, senza modificarne in modo rilevante la forma macroscopica [1-6].

Tra le tecniche di laboratorio più note si elencano l'Equal Channel Angular Pressing (ECAP), l'High Pressure Torsion (HPT) e l'Accumulative Roll Bonding (ARB) [2,7-9]. Recentemente sono stati compiuti tentativi per portare queste tecniche di laboratorio verso proposte più vicine a prototipi per applicazioni industriali, adatti alla produzione in

continuo di questi materiali [3,5,10-12]. Una delle migliori strategie in questa ottica potrebbe consistere nel modificare i processi di lavorazione dei metalli già esistenti, quali la laminazione o la forgiatura, estendendone l'impiego in regime di SPD [13-21]. Un esempio è la laminazione asimmetrica (Asymmetric Rolling, ASR), in cui la deformazione viene trasmessa al materiale attraverso una gabbia in cui i due cilindri ruotano a velocità differenti. Questa tecnica è stata utilizzata nel tentativo di sfruttare l'aggiuntiva deformazione tangenziale indotta dalle differenti velocità dei cilindri per raggiungere più facilmente condizioni di deformazione severa [22-24]. I principi fondamentali della ASR sono noti da letteratura principalmente in relazione alla possibilità di governare l'evoluzione della tessitura nei laminati [25-32] ma non sono ancora stati ben chiariti i parametri di processo (per esempio: la riduzione di spessore ed il rapporto di asimmetria ottimale) e la quantità di deformazione equivalente necessaria per ottenere un significativo affinamento del grano.

Lo scopo del presente lavoro è quindi quello di valutare attraverso metodi numerici la deformazione in campioni sottoposti ad ASR in regime di deformazione severa e di confrontare la deformazione equivalente con quella ottenibile tramite la tradizionale tecnica ECAP. All'analisi numerica sono state affiancate delle prove sperimentali per valutare e confrontare la microstruttura e le proprietà meccaniche ottenibili da provini in Ag commercialmente puro sottoposto a ASR oppure ECAP.

La scelta dell'argento come materiale per le indagini è legata all'esigenza di disporre di un metallo a struttura FCC

G. Angella

Istituto IENI-CNR, Unità Territoriale di Milano

M. Baricco, A. Castellero, D. Lussana²

Dipartimento di Chimica and NIS, Università di Torino

P. Bassani

Istituto IENI-CNR, Unità di Lecco

R. Casati, Q. Ge, M. Vedani

Dipartimento di Meccanica, Politecnico di Milano

A. Zambon

*Dipartimento di Innovazione Meccanica e Gestionale,
Università di Padova*

con bassa energia dei difetti di impilamento (pari a circa 20 mJ/m²) se rapportata per esempio a quella del rame (70 mJ/m²) o dell'alluminio (160 mJ/m²). Su questo tipo di metalli esistono limitate informazioni sull'evoluzione della microstruttura e sui meccanismi di deformazione in corrispondenza delle dimensioni del grano nel campo ultrafine (dimensioni medie inferiori a 1 μm) [33-38].

VALUTAZIONE DELLA DEFORMAZIONE EQUIVALENTE IN REGIME SPD

La tecnica ECAP è stata introdotta per la prima volta da Segal e collaboratori nei primi anni '80. Questo metodo si è subito rivelato interessante per studi fondamentali in quanto permetteva di indurre significative deformazioni tangenziali ai campioni, senza modificarne la forma macroscopica. Iwahashi [39] ha proposto un metodo ormai ampiamente consolidato per stimare la deformazione accumulata dopo ECAP, esprimibile attraverso la relazione:

$$\varepsilon_{eq} = \frac{1}{\sqrt{3}} \cdot \left[2 \cot\left(\frac{\Psi}{2} + \frac{\Phi}{2}\right) + \Psi \operatorname{cosec}\left(\frac{\Psi}{2} + \frac{\Phi}{2}\right) \right] \quad (1)$$

essendo Φ l'angolo di intersezione dei canali dello stampo, e Ψ l'angolo sotteso dalla zona di raccordo esterno degli stessi.

L'Eq. 1 rappresenta in realtà la deformazione effettiva media sviluppata nella billetta ECAP. Esistono inoltre studi dettagliati (principalmente svolti attraverso analisi ad elementi finiti) per stimare ad esempio la deformazione locale alle estremità delle billette, così come le disomogeneità di distribuzione nella sezione, per esempio causate dall'attrito contro le pareti dei canali o per i gradienti termici sviluppati [40-43].

Per quanto concerne la deformazione subita dopo ASR, Cui e Ohori [23] hanno proposto la seguente relazione:

$$\varepsilon_{eq} = \frac{2}{\sqrt{3}} \cdot \ln\left(\frac{1}{1-r}\right) \cdot \emptyset \quad \emptyset = \left\{ 1 + \left[\frac{(1-r)^2}{r \cdot (2-r)} \tan \theta \right]^2 \right\}^{\frac{1}{2}} \quad (2)$$

dove r rappresenta la riduzione di spessore ($r=1-t_1/t_0$ con t_0 e t_1 rispettivamente gli spessori iniziale e finale) e \emptyset un parametro che tiene conto delle condizioni di asimmetria in laminazione, dipendente a sua volta dall'angolo geometrico θ prodotto dalla differente rotazione dei cilindri.

PROCEDURE SPERIMENTALI

Deformazione SPD

Per le indagini sperimentali sono state utilizzate piastre in Ag di purezza 99,97%. I campioni per le prove sono stati dapprima ricotti a 400 °C per 60 minuti. Per le prove ECAP sono state utilizzate billette di diametro 10 mm e lunghezza 100 mm. La deformazione severa è stata indotta mediante passaggi in uno stampo con angolo tra i canali $\Phi = 90^\circ$ e di curvatura $\Psi = 20^\circ$ che, secondo l'Eq. 1, genera una deformazione equivalente di 1,05 per ogni passo. Le billette

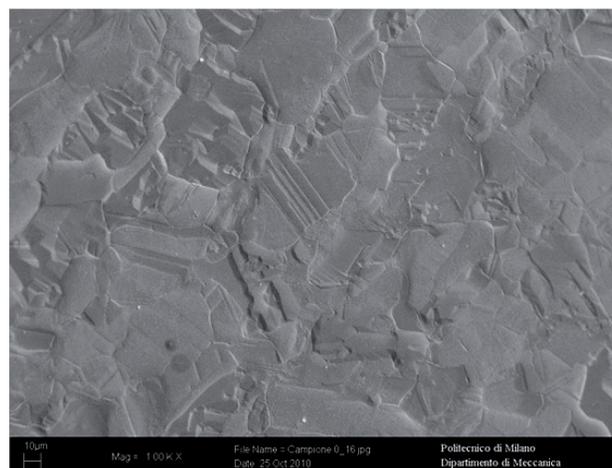


Fig. 1 - Micrografia SEM della struttura dell'Ag ricotto.

Fig. 1 - SEM micrograph of the annealed Ag samples.

sono state processate a temperatura ambiente secondo la cosiddetta route Bc (rotazione continua di 90° attorno all'asse longitudinale ad ogni passaggio) fino ad 8 passi.

Per le prove ASR è stato utilizzato un laminatoio da laboratorio (cilindri di diametro 150 mm, tavola di larghezza 200 mm) caratterizzato dalla possibilità di azionare indipendentemente i cilindri con differenti velocità. In base a precedenti esperienze [24], i campioni sono stati laminati con un rapporto di asimmetria $R = 1,4$ (il cilindro superiore ruota a velocità 40% maggiore di quello inferiore). I campioni sono stati ruotati di 180° rispetto al loro asse longitudinale per invertire la direzione di deformazione tangenziale indotta prima di ogni nuova passata. A scopo di confronto una serie di campioni è stata sottoposta a condizioni di laminazione convenzionali (laminazione simmetrica, SR: il rapporto di laminazione R diventa quindi pari a 1), mantenendo però le stesse riduzioni di spessore per passata. I campioni per le prove avevano spessore iniziale 14,3 mm e larghezza 200 mm. La serie di passaggi in laminazione è stata progettata in modo da imporre una riduzione media per passo di circa 20%, consentendo di arrivare ad uno spessore finale di 0,2 mm dopo 18 passi, senza alcuna ricottura intermedia.

Microstruttura e proprietà tensili

Per le indagini microstrutturali, sono stati prelevati campioni dalle billette ECAP e dai nastri laminati ASR e SR in corrispondenza di diversi valori di deformazione equivalente subita. I campioni per analisi metallografiche sono stati preparati con tecniche standard ed attaccati mediante soluzione di 30 ml NH₄OH, 25 ml H₂O₂ e 45 ml C₂H₅OH. Le analisi TEM sono state svolte con uno strumento Tecnai G2 F20, adottando una tensione di accelerazione di 200 kV. I campioni sono stati prelevati in direzione longitudinale rispetto all'asse delle billette e dei nastri laminati. I dischetti sono stati dapprima preparati per levigatura meccanica fino a spessore di circa 80 μm e poi assottigliati mediante ion-milling.

L'evoluzione delle proprietà meccaniche in funzione della deformazione subita è stata misurata attraverso prove di trazione a temperatura ambiente, ad una velocità di de-

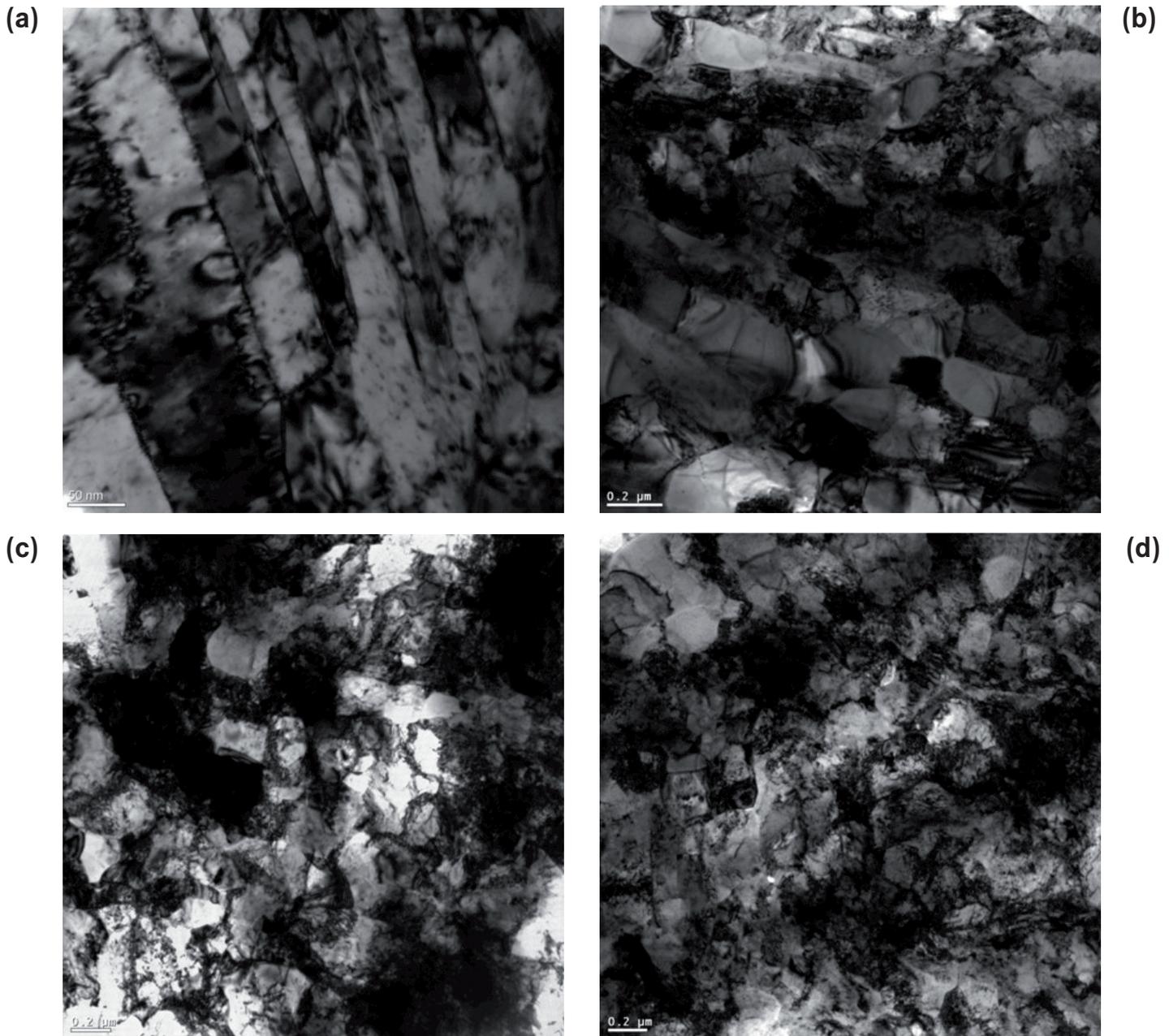


Fig. 2 - Micrografie TEM rappresentative dei campioni processati mediante: (a) ECAP dopo 3 passi e deformazione equivalente di 3.15; (b) ECAP dopo 8 passi e deformazione equivalente di 8.44; (c) SR dopo 16 passi e deformazione equivalente di 4.77; (d) ASR dopo 18 passi e deformazione equivalente di 6.12.

Fig. 2 - Representative TEM micrographs of the samples processed by: (a) ECAP after 4 passes and equivalent strain of 3.15; (b) ECAP after 8 passes and equivalent strain of 8.44, (c) symmetric rolling after 16 passes and equivalent strain of 4.77; (d) ASR after 18 passes and equivalent strain of 6.12.

formazione ingegneristica di $6.7 \cdot 10^{-4}$ s⁻¹. I provini ricavati da billette ECAP avevano tratto utile di 12 mm e diametro 4 mm mentre quelli derivati da ASR e SR consistevano in provini piani a pieno spessore, di larghezza 20 mm e distanza tra gli afferraggi di 80 mm.

RISULTATI

In Fig. 1 si riporta la tipica microstruttura dei campioni di

Ag allo stato ricotto, caratterizzati da grani cristallini relativamente grossolani e da un'ampia presenza di geminati. In Fig. 2 sono state raccolte micrografie TEM rappresentative dell'evoluzione della microstruttura dopo ECAP, ASR e SR. Si è potuto constatare come i materiali processati mediante ECAP vedano lo sviluppo di una struttura equiassica ultrafine con bordi grano molto ben definiti già dopo 4 passate e abbondante ulteriore formazione di geminati (Fig. 2a). Dopo 8 passate ECAP la dimensione media del grano si attestava a circa 250 nm. Le laminazioni ASR e SR generavano invece

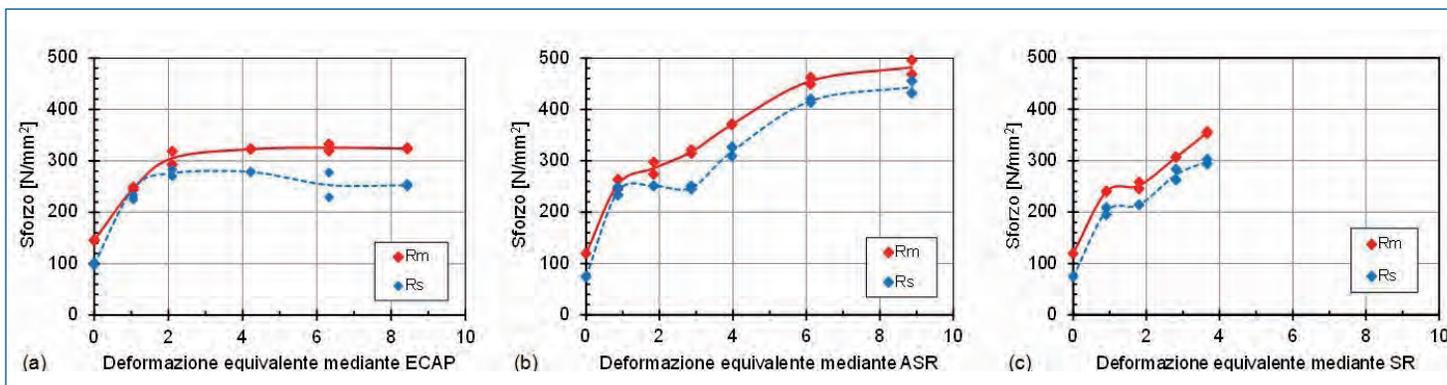


Fig. 3 - Evoluzione del carico unitario di rottura a trazione R_m e del carico di snervamento R_s in funzione della deformazione impartita mediante ECAP (a), SR (b) ASR (c).

Fig. 3 - Evolution of ultimate tensile strength and 0.2% offset yield strength as a function of equivalent strain by ECAP (a), symmetric rolling (b) and ASR (c).

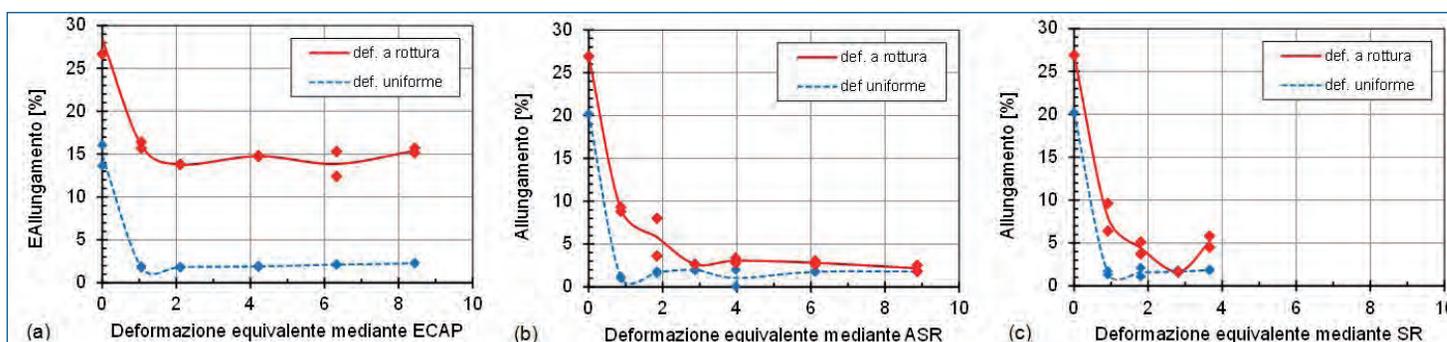


Fig. 4 - Evoluzione dell'allungamento a rottura e dell'allungamento uniforme in funzione della deformazione impartita mediante ECAP (a), SR (b) ASR (c).

Fig. 4 - Evolution of fracture and uniform elongations as a function of equivalent strain by ECAP (a), symmetric rolling (b) and ASR (c).

una struttura lievemente differente, caratterizzata da una maggiore densità di dislocazioni all'interno dei grani e da bordi di grano o sottogranio meno definiti (Fig. 2c e 2d).

Le Figg. 3 e 4 riassumono le proprietà a trazione dei materiali al variare della deformazione accumulata attraverso ECAP oppure ASR e SR [44]. Si nota che la tecnica ECAP genera un rapido aumento della resistenza del materiale al crescere della deformazione imposta, fino a valori di circa 2, oltre i quali si evidenzia una saturazione delle caratteristiche. Al contrario, i campioni sottoposti a laminazione sia simmetrica sia asimmetrica, pur mostrando un andamento iniziale simile, evidenziano poi un aumento quasi continuo della resistenza con la deformazione accumulata, seppure con variazioni di pendenza.

La duttilità dei campioni processati per SPD (Fig. 4) segue coerentemente un'evoluzione inversa, mostrando un trend marcatamente decrescente nelle fasi iniziali, fino a deformazioni imposte dell'ordine di 1, per poi raggiungere una condizione stazionaria per deformazioni di maggiore entità. Si può tuttavia osservare che i campioni ECAP si caratterizzano per una duttilità residua ad alte deformazioni relativamente elevata (in particolare per quanto riguar-

da la deformazione a frattura, Fig. 4a) mentre i campioni laminati subiscono un maggiore calo della duttilità, fino a raggiungere valori molto bassi (Fig. 4b e 4c).

Per ottenere un quadro delle proprietà meccaniche ottenute nei campioni di argento entro un intervallo molto ampio di deformazione, le curve di trazione sono state diagrammate in Fig. 5 in funzione della deformazione totale subita dai materiali, ovvero della deformazione equivalente impartita in condizioni di SPD (secondo le Eq. 1 o 2) sommata alla deformazione accumulata durante la prova di trazione stessa. Per meglio evidenziare le differenze nel comportamento ad incrudimento in regime di SPD, nei diagrammi di Fig. 5 si riporta la linea tratteggiata che interpola i punti di massimo delle curve e la relativa equazione in scala doppio-logaritmica. I dati confermano che i campioni laminati si caratterizzano per una maggiore velocità di incrudimento anche entro questo intervallo di deformazione totale molto ampio. Si dimostra anche che in entrambi i casi, i materiali mostrano una legge di correlazione tra la deformazione totale subita e la resistenza a trazione di tipo lineare in scala doppio-logaritmica, almeno fino a deformazioni imposte pari a circa 8.

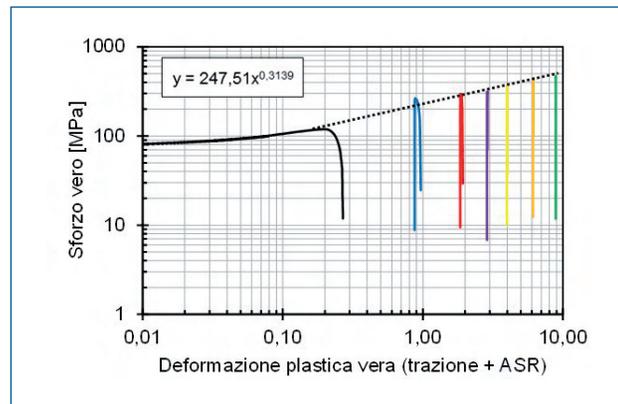
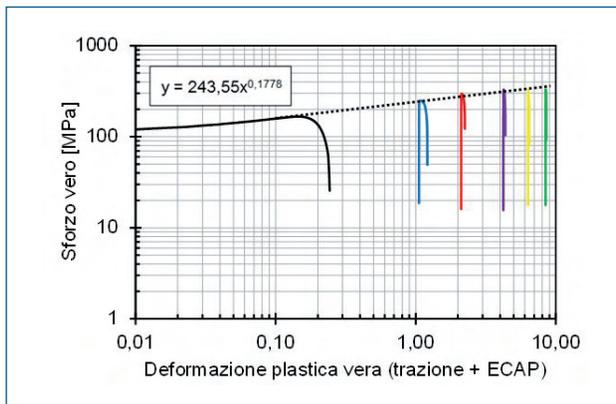


Fig. 5 - Resistenza a trazione dei campioni ECAP (a) e ASR (b) in funzione della deformazione equivalente accumulata durante il processo SPD e durante la prova di trazione.

Fig. 5 - Strength of ECAP samples (a) and of ASR samples (b) as a function of strain experienced by SPD processing and by tensile straining.

DISCUSSIONE

Una delle differenze più evidenti riscontrate tra le proprietà dei campioni deformati mediante ECAP e quelli laminati riguarda l'evoluzione della resistenza al variare della deformazione accumulata. I dati riportati in Fig. 3 mostrano chiaramente una saturazione delle proprietà raggiunte dopo pochi passi nel processo ECAP mentre i campioni processati ASR o SR fanno registrare un progressivo aumento di resistenza fino ai massimi livelli di deformazione accumulata qui considerati. Le indagini microstrutturali TEM sui materiali (Fig. 2) evidenziano che, mentre i campioni ECAP evolvono generando rapidamente una struttura composta da grani equiassici molto fini con confini ben delineati e densità di dislocazioni relativamente bassa al loro interno, nei campioni laminati (sia ASR che SR) è presente un'elevata concentrazione di dislocazioni sia all'interno dei grani, sia nelle regioni di bordo di grano.

La struttura e le proprietà rilevate per i campioni ECAP trovano riscontro in altri lavori di letteratura su leghe ultrafini processate con lo stesso metodo [1,3,7,14]. In particolare, nei recenti anni sono stati pubblicati alcuni lavori specificatamente sull'Ag [33-38] che hanno permesso di dimostrare che la saturazione delle proprietà meccaniche corrisponde alla condizione di massima densità di dislocazioni nella struttura. In aggiunta è stato rilevato che nell'argento puro, per effetto della bassa energia dei difetti di impilamento, si ha una frequente dissociazione delle dislocazioni che ostacola i meccanismi di recovery della struttura.

Dall'analisi sui campioni sottoposti a laminazione, si desume invece che le condizioni di saturazione delle proprietà meccaniche e di accumulo di dislocazioni nella struttura non si raggiungono completamente, nemmeno ai massimi valori di deformazione accumulata qui considerati, superiori a 8 secondo quanto stimato dalla Eq. 2. Si può quindi ipotizzare che il differente percorso di deformazione dei campioni laminati sia tale da preservare una elevata densità di dislocazioni all'interno dei grani o sottograni, risul-

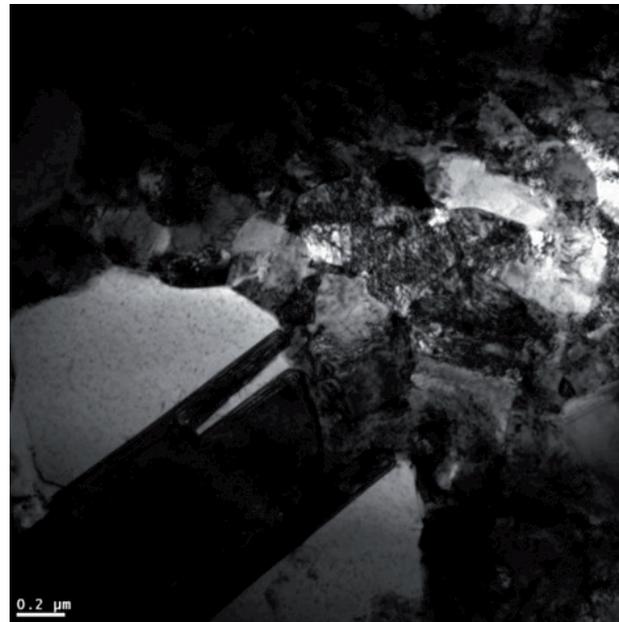


Fig. 6 - Immagine TEM di un grano grossolano generato per ricristallizzazione secondaria, rilevato in un campione di Ag processato con 8 passi ECAP.

Fig. 6 - TEM microstructure of coarse grains generated by secondary recrystallization found in Ag samples processed by 8 ECAP passes.

tando in una maggiore capacità di incrudimento. Simili discrepanze tra campioni laminati a freddo e sottoposti a ECAP erano già state evidenziate da Zhu e Langdon [45], anche se gli effetti della laminazione simmetrica erano stati esaminati solo fino a deformazioni dell'ordine di 3. Va inoltre notato che in un lavoro di Grizecki e Gdula datato 1987 [46] fu investigato il comportamento di campioni di Ag puro al variare della riduzione di spessore in laminazione riscontrando un'evoluzione del tutto simile a quella qui illustrata nei diagrammi delle Figg. 3b e 3c.

Gli autori riscontrarono una discontinuità nell'evoluzione dell'incrudimento analoga a quella qui osservata per deformazioni tra 1 e 3 e la imputarono alla formazione di bande di scorrimento in grado di attivare condizioni di recovery dinamico nel materiale.

Un ulteriore fenomeno collegabile al differente comportamento riscontrato nei presenti campioni ECAP rispetto a quelli processati con ASR / SR riguarda l'evidenza di condizioni di ripristino della struttura che possono essersi instaurate nei campioni ECAP deformati per un numero di passi superiore a 4. Dalle osservazioni TEM si è occasionalmente riscontrata la isolata presenza di grani più grossolani completamente liberi da dislocazioni interne, come illustrato in Fig. 6.

L'immagine testimonia un processo di ricristallizzazione in atto nei campioni processati ECAP, non riscontrato negli analoghi materiali trattati per ASR / SR, che giustificerebbe l'addolcimento, o le condizioni di saturazione raggiunte dopo un limitato numero di passi. Anche in questo caso è possibile trovare riscontro in alcuni lavori di letteratura che trattano degli effetti del cosiddetto self-annealing riscontrabile in campioni di Ag sottoposti a SPD [34,47-49]. È possibile stabilire che la struttura particolarmente instabile generata dopo ECAP di Ag (elevato grado di dissociazione delle dislocazioni che impedisce i movimenti di cross-slip) può evolvere per effetto dell'attivazione termica seppure dopo tempi relativamente lunghi, anche a temperatura ambiente. In aggiunta, la bassa energia del bordo dei numerosi geminati nell'Ag potrebbe contribuire a generare favorevoli condizioni di nucleazione dei grani, stimolando in questo modo la ricristallizzazione.

CONCLUSIONI

Lo studio svolto sullo sviluppo delle proprietà in campioni di argento processati mediante ECAP e ASR o SR in regime di deformazione plastica severa ha permesso di trarre le seguenti conclusioni.

- I campioni di Ag sono stati deformati con successo mediante entrambe le tecniche fino a deformazioni equivalenti superiori al valore di 8.
- I campioni processati ECAP si caratterizzano per lo sviluppo di una microstruttura costituita da grani di dimensioni sub-micrometriche ed equiassici con bordi grano ben delineati. Al contrario, la laminazione porta alla generazione di una struttura costituita da sottogranuli o grani con maggiore densità di dislocazioni al loro interno e confini meno definiti.
- Coerentemente, anche la resistenza a trazione ottenibile dai materiali processati secondo le diverse tecniche è differente. Nei campioni ECAP, la resistenza aumenta significativamente nei primi passi e raggiunge in seguito una condizione di saturazione all'ulteriore crescere della deformazione imposta. Nei campioni sottoposti ad ASR e SR la resistenza aumenta durante tutto l'intervallo di deformazione accumulata qui studiato, seppure con un cambiamento di pendenza.

- È stata proposta una stima del tasso di incrudimento dell'Ag puro nell'ampio intervallo di deformazione accumulata qui esaminato, valutando la resistenza a trazione dei provini in funzione della deformazione totale accumulata durante il processo SPD e nel corso delle prove di trazione stesse. Si è ottenuto un andamento pressoché lineare su scala doppio-logaritmica, con una maggiore pendenza per i materiali processati ASR rispetto a quelli processati ECAP.

RINGRAZIAMENTI

La presente ricerca è stata supportata dal Ministero dell'Università e della Ricerca attraverso il progetto PRIN 2008YNZB7M "Synthesis and properties of silver and silver alloys obtained by severe plastic deformation and by rapid solidification". Gli autori desiderano inoltre ringraziare P. Pellin e G. Vimercati per il loro supporto nelle attività sperimentali.

RIFERIMENTI BIBLIOGRAFICI

- [1] Z. Horita, M. Furukawa, M. Nemoto, T.G. Langdon, *Mater. Sci. Techn.* 16 (2000) 1239-1245
- [2] R.Z. Valiev, R.K. Islamgaliev, I.V. Alexandrov, *Prog. Mater. Sci.* 45 (2000) 103-189
- [3] R.Z. Valiev, T.G. Langdon, *Prog. Mater. Sci.* 51 (2006) 881-981
- [4] R. Z. Valiev, *J. Mater. Sci.* 42 (2007) 1483-1490
- [5] D. J. Alexander, *J. Mater. Eng. Perf.* 16 (2007) 360-374
- [6] 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 - Manuf. Techn.* 57 (2008) 716-735
- [7] M. Furukawa, Z. Horita, M. Nemoto, T.G. Langdon, *J. Mater. Sci.* 26 (2001) 2835-2843
- [8] B. Beausir, J. Scharnweber, J. Jaschinski, H.-G., Brokmeier, C.-G. Oertel, W. Skrotzki, *Mater. Sci. Eng. A* 527 (2010) 3271-3278
- [9] H. Pirgazi, A. Akbarzadeha, R. Petrov, L. Kestens, *Mater. Sci. Eng. A* 497 (2008) 132-138
- [10] J.-C. Lee, H.-K. Seok, J.-Y. Suh, *Acta Mater.* 50 (2002) 4005-4019
- [11] G.J. Raab, R.Z. Valiev, T.C. Lowe, Y.T. Zhu, *Mater. Sci. Eng. A* 382 (2004) 30-34
- [12] K. Nakashima, Z. Horita, M. Nemoto, T.G. Langdon, *Mater. Sci. Eng. A* 281 (2000) 82-87
- [13] A. Gholinia, F.J. Humphreys, P.B. Prangnell, *Acta Mater.* 50 (2002) 4461-4476
- [14] H. Jazaeri, F.J. Humphreys, *Acta Mater.* 52 (2004) 3239-3250
- [15] H. Jazaeri, F.J. Humphreys, *Acta Mater.* 52 (2004) 3251-3262
- [16] R. Song, D. Ponge, D. Raabe, R. Kaspar, *Acta Mater.* 53 (2005) 845-858

- [17] R. Song, D. Ponge, D. Raabe, *Acta Mater.* 53 (2005) 4881-4892
- [18] S. Torizuka, E. Muramatsu, S.V.S. Narayana Murty, K. Nagai, *Scripta Mater.* 55 (2006) 751-754
- [19] M. Vedani, S. Arnaboldi, G. Vimercati, P. Bassani, A. Tuissi, *Int. J. Mater. Res.* 98 (2007) 307-313
- [20] A. Belyakova, T. Sakaib, H. Miurab, K. Tsuzaki, *Phil. Mag. A* 81 (2001) 2629-2643
- [21] Q. Guo, H.G. Yan, Z.H. Chen, H. Zhang, *Mater. Character.* 58 (2007) 162-167
- [22] H. Jin, D.J. Lloyd, *Scripta Mater.* 50 (2004) 1319-1323
- [23] Q. Cui, K. Ohori, *Mater. Sci. Techn.* 16 (2000) 1095-1101
- [24] S. Farè, M. Vedani, G. Angella, *Mater. Sci. Forum* 604-605 (2009) 77-85
- [25] H. Jin, D.J. Lloyd, *Mater. Sci. Engng. A* 465 (2007) 267-273
- [26] K.-H. Kim, D. N. Lee, *Acta Mater.* 49 (2001) 2583-2595
- [27] H. Jin, D.J. Lloyd, *Mater. Science Eng. A* 399 (2005) 358-367
- [28] J.-K. Lee, D. N. Lee, *Int. J. Mech. Sci.* 50 (2008) 869-887
- [29] S.-B. Kang, B.-K. Min, H.-W. Kim, D. S. Wilkinson, J. Kang, *Metall. Mater. Trans.* 36A (2005) 3141-3149
- [30] H. Utsunomiya, T. Ueno, T. Sakai, *Scripta Mater.* 57 (2007) 1109-1112
- [31] A. Wauthier, H. Regle, J. Formigoni, G. Herman, *Mater. Character.* 60, (2009) 90-95
- [32] S.-B. Kang, B.-K. Min, H.-W. Kim, D.S. Wilkinson, J. Kang, *Metall. Mater. Trans.* 36A (2005) 3141-3149
- [33] H. Conrad, K. Jung, *Mater. Sci. Eng. A* 391 (2005) 272-284
- [34] J. Gubicza, N.Q. Chinh, J.L. Lábára, Z. Hegedu, T.G. Langdon, *Mater. Sci. Engng. A* 527 (2010) 752-760
- [35] J. Gubicza, N.Q. Chinh, J.L. Labar, Z. Hegedus, T.G. Langdon, *J. Mater. Sci.* 44 (2009) 1656-1660
- [36] G. Angella, P. Bassani, S. Farè, N. Lecis, D. Ripamonti, F. Spagnoli, A. Tuissi, M. Vedani, *Mater. Sci. Forum* 706-709 (2012) 1847-1852
- [37] J. Gubicza, N.Q. Chinh, J.L. Labar, S. Dobatkin, Z. Hegedus, T.G. Langdon, *J. Alloys Comp.* 483 (2009) 271-274
- [38] Z. Hegedus, J. Gubicza, M. Kawasaki, N.Q. Chinh, Z. Fogarassy, T.G. Langdon, *J. Alloys Comp.* 536 (2012) 190-193
- [39] Y. Iwahashi, J. Wang, M. Horita, M. Nemoto, T.G. Langdon, *Scripta Mater.* 35 (1996) 143-146
- [40] D.P. Delo, S.L. Semiatin, *Metall. Mater. Trans.* 30A (1999) 1391-1402
- [41] S.L. Semiatin, D.P. Delo, E.B. Shell, *Acta Mater.* 48 (2000) 1841-1851
- [42] H.S. Kim, M.H. Seo, S.I. Hong, *J. Mater. Proc. Techn.* 113 (2001) 622-626
- [43] H. S. Kim, *Mater. Sci. Eng. A* 315 (2001) 122-128
- [44] G. Angella, B. Esfandiar Jahromi, M. Vedani, *Mater. Sci. Eng. A* 559 (2013) 742-750
- [45] Y.T. Zhu, T.G. Langdon, *JOM* 56 (2004) 58-63
- [46] J. Grzbiecki, Z. Gdula, *Mater. Sci. Eng.* 93 (1987) 99-105
- [47] Z. Hegedus, J. Gubicza, M. Kawasaki, N.Q. Chinh, Z. Fogarassy, T.G. Langdon, *Mater. Sci. Eng. A* 528 (2011) 8694-8699
- [48] J. Gubicza, N.Q. Chinh, J.L. Labar, Z. Hegedus, P. Szommers, G. Tichy, T.G. Langdon, *J. Mater. Sci.* 43 (2008) 5672-5676
- [49] Y. Ning, F. Wen, *Acta Metall. Sin.* 9 (1996) 27-31

Development of microstructure in silver subjected to severe plastic deformation

Keywords: Ultrafine-grain metals - Silver - ECAP - Asymmetric rolling

Commercially pure silver has been subjected to severe plastic deformation (SPD) by ECAP and by asymmetric cold rolling (ASR). Microstructure evolution as a function of imparted equivalent strain (up to about 8) has been investigated mainly by SEM and TEM. Mechanical properties have also been measured by room-temperature tensile testing. Silver is here selected as a representative FCC metal with a low stacking fault energy featuring high probability of deformation by twinning. Limited information exists on its structure evolution in the ultrafine grain-size range after SPD.

Due to its ductility, the silver samples could be successfully deformed by the two processing techniques up to strain values exceeding 8. The ECAP processed materials featured a submicrometer-size equiaxed grain structure with sharp grain boundaries. On the contrary, both symmetric and asymmetric rolling led to a subgrain structure with a higher dislocation density at grain interiors and less defined grain boundaries.

The tensile properties achieved after the different processing routes consistently differed. In ECAP samples the strength improved at first passes and then showed a plateau for the whole range of imposed strain here considered. In asymmetrically and symmetrically rolled silver, the achieved strength almost continuously improved even at larger strains.

An estimate of the work-hardening behaviour over the whole strain range of the silver samples was computed by adding the experienced strain supplied during processing to that experienced during tensile testing. It was confirmed that in the asymmetrically rolled samples, the overall work-hardening behaviour was higher with respect to ECAP samples, at least up to equivalent strains of around 8.