

SiC takviyeli 2618 Al matrisli kompozitlerin aşınma davranışı

Harun MİNDİVAN*, E.Sabri KAYALI

İTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, Malzeme Mühendisliği Programı, 34469, Ayazağa, İstanbul

Özet

Metal matrisli kompozitlerin üretim ve kullanımları son 20 yılda teknolojik gelişmelerle birlikte, özellikle havacılık, savunma, otomotiv, spor ve denizcilik gibi uygulamalarda artış göstermiştir. Alüminyum alaşımları arasında, 2618 alüminyum alaşımı yüksek sıcaklık uygulamaları için (özellikle uçak motor parçası) geliştirilen Al-Cu-Mg-Fe-Ni içeren ısıl işlemlerle sertleştirilebilir bir dövme alüminyum alaşımıdır. Bu alaşımda bulunan Fe ve Ni elementleri sıcaklık altında mikroyapısal kararlılık sağlayarak alaşımın 200 °C'ye kadar mukavemetini korumaktadır. Bu çalışmada, sıkıştırma döküm yöntemi ile üretilmiş olan % 50 hacim oranında SiC partikül takviyeli döküm halindeki ve yaşlandırılmış durumdaki 2618 alüminyum matrisli kompozitin kuru kayma aşınma davranışları incelenmiştir. Kompozitlerin oda sıcaklığı mekanik özellikleri sertlik ve darbe deneyleri ile belirlenmiştir. % 50 SiC içeren 2618 alüminyum matrisli kompozitin sertliği yaşlandırma işlemi ile % 5 oranında artarken darbe direnci ise yaklaşık olarak % 12 oranında azalmıştır. Kompozitlerin aşınma davranışları ileri-geri aşınma deneyleri ile incelenmiştir. İleri-geri aşınma deneyleri 1.5-6.0 N yük aralığında, 0.02 m/s ve 0.09 m/s olmak üzere iki farklı kayma hızında Al₂O₃ topun sürtünmesi ile yapılmıştır. Aşınma deneyleri sonunda SiC ile takviye edilmiş 2618 alüminyum matrisli kompozitin döküm haline kıyasla, yaşlandırma ısıl işlemi ile aşınma direncinin düşük test yüklerinde ve yüksek kayma hızlarında değişmediği, ancak yüksek test yüklerinde ve düşük kayma hızlarında ise arttığı tespit edilmiştir.

Anahtar Kelimeler: Alüminyum alaşımı, aşınma, kompozit, SiC.

*Yazışmaların yapılacağı yazar: Harun MİNDİVAN. mindiva1@itu.edu.tr; Tel: (212) 285 68 95.

Bu makale, birinci yazar tarafından İTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, Malzeme Mühendisliği Programı'nda tamamlanmış olan "Silisyum karbür takviyeli alüminyum matrisli kompozitlerin tribolojik davranışlarının incelenmesi" adlı doktora tezinden hazırlanmıştır. Makale metni 12.01.2007 tarihinde dergiye ulaştırılmış, 15.02.2007 tarihinde basım kararı alınmıştır. Makale ile ilgili tartışmalar 31.12.2007 tarihine kadar dergiye gönderilmelidir.

Wear Behaviour of SiC reinforced 2618 Al matrix composites

Extended abstract

In the past two decades, a strong interest has been shown in the application of the aluminum matrix composites in the design of many engineering and non-engineering components. Potential uses of these materials are numerous in industries and they include such areas of application as aerospace (satellite struts), defense (electronic instrument racks), automotive (drive shafts and brake disks), sports goods (golf clubs and mountain bicycle frames), and marine (yacht fittings). Aluminum and its alloys with low density and high strength to weight ratio is an excellent candidature matrix material for compositing.

Aluminum alloys can be divided into two categories: heat treatable and non-heat treatable alloys. Among aluminum alloys, 2618 (AA2618) is one of the most attractive matrix materials. 2618 aluminum alloy is a heat treatable Al-Cu-Mg-Fe-Ni forging alloy developed for high temperature applications, especially in the manufacture of aircraft engine components. This alloy has good elevated temperature strength up to 204 °C. The addition of small amounts of Fe and Ni produces microstructural stability under thermal exposure. It is anticipated that reinforcing 2618 aluminum alloy with SiC particles can lead to significant improvement in stiffness and strength, both at room and elevated temperatures besides improvement in wear resistance.

In this study, structure and mechanical properties of squeeze cast 50 % SiC particle-reinforced 2618 aluminum matrix composites were investigated. 1 wt % Mg to enhance interfacial bonding between Al and SiC was added to commercially available 2618 Al alloy utilized as the matrix alloy. Composites were tested in as-cast and T6 temper states.

The examined composite was fabricated by squeeze casting technique. During squeeze casting, the molten Al was poured into the pre-heated mold immediately after transferring the pre-heated SiC_p's. Subsequently, a high pressure of 600 MPa was applied on the mixture by a hydraulic press. Abrasive grade green SiC_p's having the mean size of 30 μm were used as the reinforcement.

Structural characterization was carried out after grinding and polishing the samples by utilizing a light optical microscope (LOM), a scanning electron microscope (SEM) equipment with energy dispersive spectroscopy (EDS) and a X ray diffractometer. Room temperature mechanical properties of the composites were determined by hardness measurements and charpy impact tests. The hardness measurements were carried on a hardness tester under a load of 2 kg with a diamond Vickers indenter. Impact tests were conducted on a pendulum charpy-type impact tester on un-notched specimens having width and thickness of 5x5 mm. The results of impact tests were evaluated by averaging the results of three specimens. Wear performance of the composites was determined on a reciprocating wear tester designed according to ASTM G 133 standard. A 10 mm diameter Al₂O₃ ball was rubbed against the unlubricated surfaces at normal atmospheric conditions (room temperature and 50 % humidity). The stroke of the Al₂O₃ ball was 12 mm and test loads ranging from 1.5 to 6.0 N were applied for the total sliding distance of 120 m. Wear tests were carried out at two different sliding velocities (0.02 m/s and 0.09 m/s). During wear testing, frictional force data were continuously recorded. After wear test, the wear tracks formed on the composites were examined by a profilometry and a light optical microscope.

Microstructural examination revealed presence of dense and pore free microstructure with a homogeneous distribution of SiC particles surrounded by matrix alloy. During microscopic examinations, only Al and SiC peaks were evident on the XRD patterns obtained from 2618 aluminum matrix composite in the as cast and aged states.

Application of T6 temper to 50 vol.% SiC 2618 aluminum matrix composites increases the hardness (about 5 %) and decreases the impact resistance (about 12 %). Reciprocating wear tests carried out at two different sliding velocities (0.02 m/s and 0.09 m/s) and test loads in between 1.5 and 6.0 N revealed that the following results: the effect of T6 temper on wear resistance is almost negligible at low test loads and high sliding velocity. However, T6 temper improved the wear resistance (about 50%) at high test loads and low sliding velocity, when compared to as-cast state.

Keywords: Aluminum alloy, wear, composite, SiC.

Giriş

Metal matris kompozit malzemeler, tek bileşenli malzemelerle başarısız olan gerekli ve istenen özellikleri sağlamak üzere en az biri metal (genelde metal alaşımı) diğeri takviye malzemesi (sürekli fiber, kılcal kristal ve partikül şeklinde genel olarak metaller arası bileşik, oksit, karbür veya nitrür bileşikleri gibi) olan iki veya daha fazla farklı sistemin birleşimi ile elde edilen malzeme grubudur. Yoğunluk, mukavemet, direnç, aşınma direnci, korozyon direnci, yorulma direnci, yüksek sıcaklık direnci, termal kararlılık, boyutsal kararlılık, termal iletkenlik, elektrik iletkenliği, akustik izolasyon, kırılma tokluğu, süneklik gibi özellikler dikkate alınarak matris seçimi yapılır. Söz konusu bu özelliklerin hepsi birlikte elde edilemez ve bir kısmı kötüleşirken diğeri iyileşebilir. Çeşitli hacimsel oranlarda matris malzeme ve takviye seçerek yukarıda bahsedilen özelliklerin çeşitliliğine sahip kompozitler elde edilir.

Günümüzde metal matris kompozit malzeme üretiminde sıvı yöntemler, partikül takviyeli metal matris kompozit sistemlerinde oldukça tercih edilen üretim prosesleridir. Genel olarak üstün döküm kalitesi ve yüksek üretim kapasitesine sahip olması ve son şekle yakın üretim imkanı sağlaması gibi avantajları nedeniyle sıkıştırma döküm prosesi önemli üretim tekniklerinden birisidir.

Şimdiye kadar üretilen alüminyum matrisli kompozit malzemelerde takviye hacim oranı % 20-30 düzeyinde kalmıştır. Literatürde sıkıştırma döküm yöntemi ile yüksek takviye hacim oranına sahip (> % 50) alüminyum matrisli kompozit malzemeler üzerine çalışma yok denecek kadar azdır (Long vd., 1999; Beffort vd., 2006).

Bu çalışmada, sıkıştırma döküm prosesi ile üretilen yüksek SiC takviye hacim oranına sahip döküm halindeki ve yaşlandırılmış durumdaki 2618 alüminyum matrisli kompozit malzemelerin mikroyapısal karakterizasyonunu yaptıktan sonra aşınma davranışlarının incelenmesi amaçlanmıştır.

Deneysel çalışmalar

Bu çalışmada, sıkıştırma döküm yöntemi ile üretilen 30 µm boyutunda % 50 SiC partikül takviyeli 2618 alüminyum matrisli kompozit kullanılmıştır. Kompozitler döküm halinde ve yaşlandırılmış olarak mikroyapı ve mekanik özellik karakterizasyon deneylerine tabi tutulmuştur.

İncelenen kompozitlerin mikroyapı karakterizasyonu, mikroskopik inceleme ve X-ışınları difraksiyon (XRD) analizleri ile gerçekleştirilmiştir. Mikroskopik incelemeler, standart metalografik yöntemlerle zımparalanan ve parlatılan numuneler üzerinde bilgisayar donanımına bağlantılı Leica optik ışık mikroskobu ve EDS donanımlı Jeol JSM 840 tipi Taramalı Elektron mikroskobu (SEM) kullanılarak yapılmıştır. XRD çalışmaları, Cu-K_α radyasyonu kullanan Philips PW 3710 model XRD cihazı ile 20 mA akımda 50 kv jeneratör gerilimi altında 10°-90° açı aralığında ve 0.070° adım tarama boyutlu 1 derece/dk hızı ile gerçekleştirilmiştir.

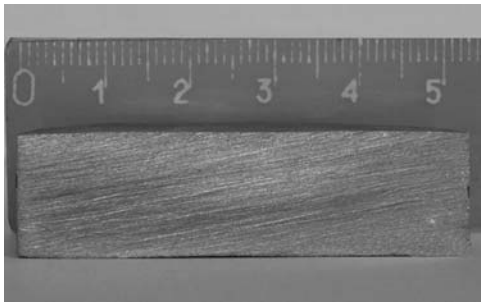
Mekanik özellik karakterizasyonu, sertlik ve darbe deneyleriyle yapılmıştır. Sertlik ölçümleri metalografik olarak hazırlanmış numuneler üzerinde Vickers batıcı ucu ile Schimatzu Model mikrosertlik cihazında 2 kg yük kullanılarak belirlenmiştir. Darbe deneyleri, 15 Joule'lük çekiç ve kırılma enerjisini 0.2 J hassasiyetle tespit eden Charpy tipi Zwick marka darbe deney cihazı ile oda sıcaklığında yapılmıştır. Darbe deneyi için 5x5x40 mm boyutlarında hazırlanan numuneler kullanılmış ve mesnetler arası mesafe 25 mm olarak seçilmiştir. Kompozit malzemelerin kırılması için gerekli enerji, Joule cinsinden en az üç numuneden alınan verilerin ortalaması ile belirlenmiştir. Darbe deneylerinden elde edilen darbe enerjisi değerleri numunelerin kesit alanına bölünerek kırılma için birim kesit alanı başına harcanan enerji cinsinden spesifik darbe enerjisi (kJ/m²) olarak hesaplanmıştır.

Aşınma deneyleri ASTM G133 (ASTM G133-05, 2005) standardında tanımlanan, ileri-geri aşınma deney cihazında kuru ortamda (normal atmosferik koşullarda) gerçekleştirilmiştir. İleri-

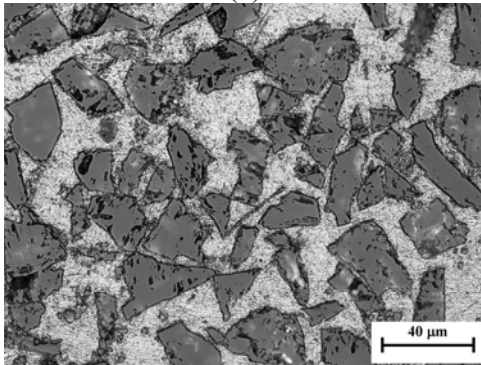
geri aşınma deneyleri numune yüzeyine 10 mm çapında Al_2O_3 bilyenin sürtünmesi ile yapılmış olup, hareket uzunluğu ve toplam kayma mesafesi sırasıyla 12 mm ve 240 m'dir. Deneyler 0.02 m/s ve 0.09 m/s kayma hızında 1.5 ila 6.0 N yük aralığında yapılmıştır. Aşınma deneyi sonrasında numune yüzeylerinde oluşan aşınma izleri profilometre (Veeko) ve optik mikroskop ile analiz edilmiştir.

Sonuçlar ve irdeleme

İncelenen kompozitin döküm haline ait genel ve optik mikroyapı görüntüleri Şekil 1'de verilmiştir. Makroskobik ve mikroskobik incelemeler, yaklaşık 30 μm boyutundaki SiC partiküllerinin dağılımının üretilen diskin kalınlığı boyunca uniform olduğunu, mikroyapının herhangi bir bölgesinde porozite ve partikül segragasyonu olmadığını ortaya çıkarmıştır.



(a)

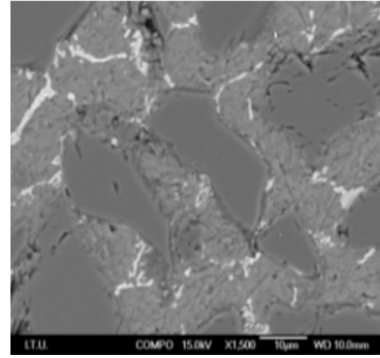


(b)

Şekil 1. Sıkıştırma döküm yöntemi ile üretilen SiC partikül takviyeli 2618 alüminyum matrisli kompozitin döküm halindeki a) genel ve b) mikroyapı görüntüleri

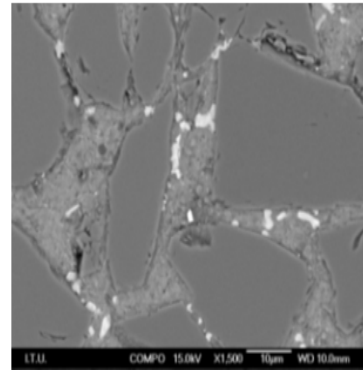
2618 alüminyum matrisli SiC partikül takviyeli kompozit malzemenin döküm halindeki ve yaşlandırılmış durumdaki taramalı elektron mik-

roskop görüntüleri ve EDS analiz sonuçları Şekil 2'de verilmiştir. Döküm hali ve yaşlandırılmış durumdaki 2618 alüminyum matrisli kompozit malzemenin taramalı elektron mikroskop mikrografından, takviye/matris arayüzünde açık renkli düzensiz metallerarası bileşiklerin matriste tane sınırlarını oluşturduğu görülmüştür. EDS analiz sonuçlarına göre matriste bulunan açık renkli düzensiz metaller arası bileşikler Fe ve Ni içeriğince zengindir. Literatürde (Oguocha, 1999) matriste çöken bu açık renkli düzensiz metaller arası bileşikler Al_2O_3 partikül takviyeli 2618 alüminyum matrisli kompozitin katılaşması sırasında oluşan çözülemez FeNi olarak tanımlanmaktadır.



(a)

Element (% Ağı)	Metallerarası Bileşik
Cu	4.401
Ni	5.204
Fe	5.293
Al	85.102



(b)

Element (% Ağı)	Metallerarası Bileşik
Ni	7.728
Fe	7.821
Al	80.087

Şekil 2. SiC partikül takviyeli 2618 alüminyum matrisli kompozitin a) döküm hali ve b) yaşlandırılmış durumdaki taramalı elektron mikroskop mikrografları

Döküm hali ve yaşlandırılmış durumdaki 2618, alüminyum matrisli SiC partikül takviyeli kompozitin XRD paternlerinde (Şekil 3) sadece Al ve SiC pikleri mevcut olup, bunun dışında herhangi bir mikroyapı bileşenine ait pik tespit edilmemiştir. Bunun nedeni, bu mikroyapı bileşenlerinin (metallerarası bileşik ya da dispersoid)

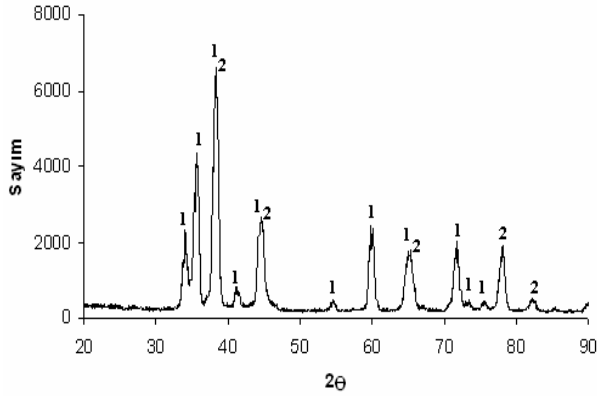
yapı içerisindeki hacim oranının düşük olması olabilir. Yapıdaki oranı % 5'in altında olan bileşenlerin XRD analiziyle belirlenemediği bilinmektedir (Nakazato vd., 2001). Basınçlı infiltrasyon tekniği ile üretilen SiC partikül takviyeli alüminyum matrisli kompozitlerde, mekanik özellikleri zayıflatan sert ve gevrek Al_4C_3 fazı oluşumu gözlenirken (Ahlatçı, 2003), sıkıştırma döküm yöntemi ile üretilen alüminyum matrisli SiC partikül takviyeli kompozitlerde yüksek basınç ve Al matris/SiC takviye elemanı arasında reaksiyon süresi kısa olduğu için Al_4C_3 fazı oluşumunun gerçekleşmediği literatürde (Hwu vd., 1996; Seyed Reihani, 2006) bildirilmiştir. Bu çalışmada da, sıkıştırma döküm yöntemi ile üretilen 2618 alüminyum matrisli SiC takviyeli kompozitin XRD analizinde Al_4C_3 fazı oluşumu görülmemiştir.

terilmiştir. Yaşlandırma işlemi ile incelenen kom-pozitin sertliği % 5, spesifik darbe enerjisi ise % 12 oranında azalmıştır.

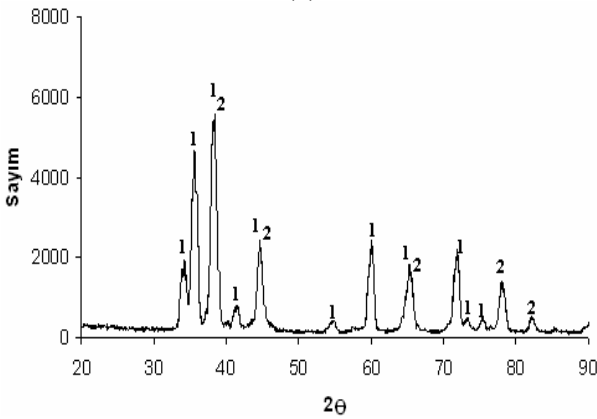
Tablo 1 İncelenen kompozitlerin mekanik özellikleri

Isıl İşlem Durumu	Sertlik (HV_2 , kg/mm^2)	Spesifik Darbe Enerjisi (kJ/m^2)
Döküm	254±15	17.4±2
Yaşlandırılmış	265±20	14.9±2

İleri-geri aşınma deneyleri sırasında numunelerin yüzeyinde oluşan aşınma izlerinin 3 boyutlu profilometrik görüntülerden hesaplanan aşınma kaybı, aşınma iz hacmi (mm^3) cinsinden örnek olarak Şekil 4'te verilmiştir.



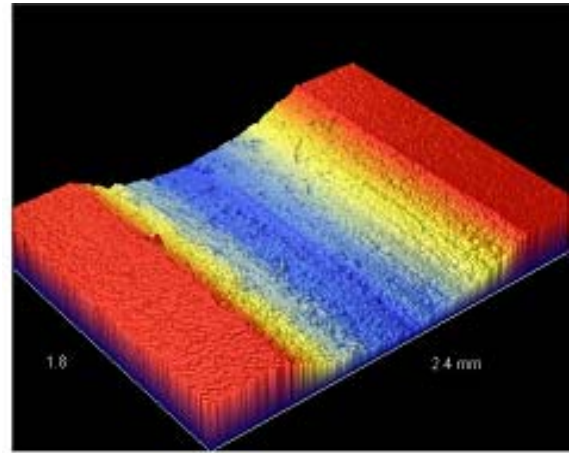
(a)



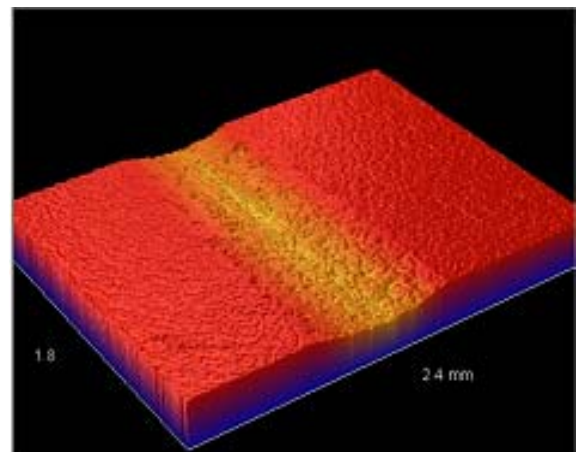
(b)

Şekil 3. İncelenen kompozitin (a) döküm hali ve (b) yaşlandırılmış durumdaki XRD paternleri (1: Al, 2:SiC)

İncelenen kompozitlerin döküm hali ve yaşlandırılmış durumdaki kütleli sertlik değerleri ve spesifik darbe enerjisi sonuçları Tablo 1'de gös-



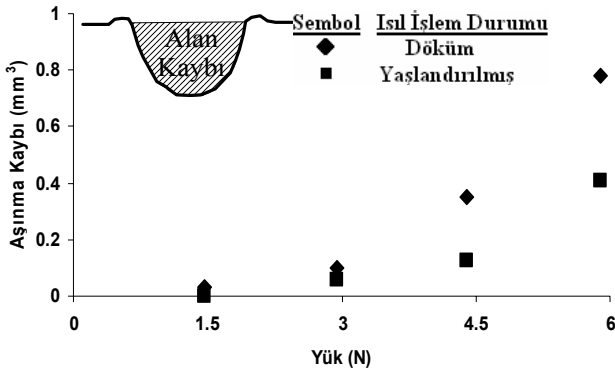
(a)



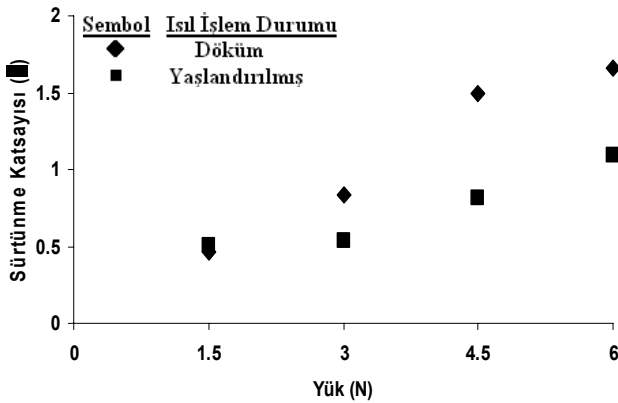
(b)

Şekil 4. 4.5 N yük altında (a) döküm hali ve (b) yaşlandırılmış durumdaki 2618 alüminyum matrisli kompozitin 3 boyutlu aşınma görüntüleri

İncelenen kompozitin 0.02 m/s kayma hızında yüke bağlı olarak aşınma kaybı ve kararlı durum sürtünme katsayısı değerlerinin değişimi sırasıyla Şekil 5 ve Şekil 6'da görülmektedir. Uygulanan yük aralığında aşınma kaybı ve kararlı durum sürtünme katsayısı yük ile parabolik olarak artmıştır. Yaşlandırılmış durumdaki kompozite nazaran döküm hali kompozitin aşınma kaybı ve kararlı durum sürtünme katsayısına yükün etkisi daha fazladır. Uygulanan yük ne kadar yüksek olursa aşınma kaybı ve sürtünme katsayısı da yüksek olmaktadır.



Şekil 5. İncelenen kompozitlerin test yüküne bağlı olarak aşınma kaybı değişimi

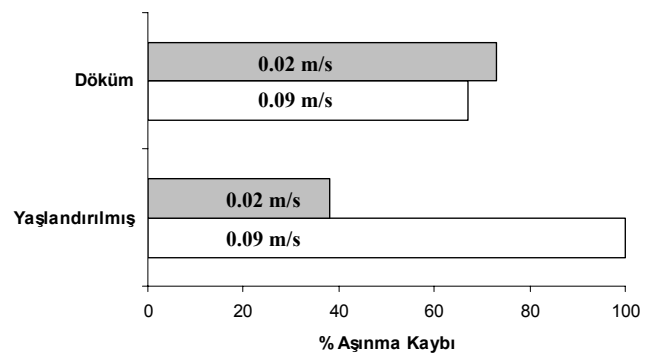


Şekil 6. İncelenen kompozitlerin test yüküne bağlı olarak sürtünme katsayısı değişimi

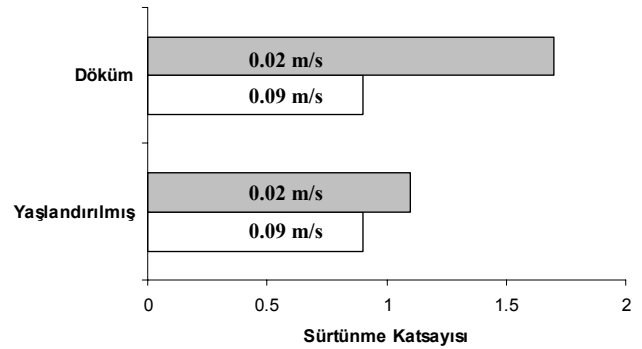
Döküm halindeki kompozit 6.0 N yük altında düşük (0.02 m/s) ve yüksek (0.09 m/s) kayma hızlarında benzer aşınma direnci göstermektedir (Şekil 7). Ancak yaşlandırılmış durumdaki kompozitin aşınma kaybı artan kayma hızıyla beraber artmıştır. Hem döküm hali hemde yaş-

landırılmış durumdaki kompozitte kayma hızının artmasıyla sürtünme katsayısı azalmaktadır (Şekil 8).

Düşük test yüklerinde döküm halindeki ve yaşlandırılmış durumdaki kompozitin benzer aşınma direnci göstermesi SiC partiküllerinden kaynaklanmaktadır. Aşınma sırasında Al_2O_3 bilye ile SiC partikülleri sürekli temas halinde olduğu için temas basıncının büyük bir kısmı SiC partikülleri tarafından taşınmaktadır (Şekil 9a) ve böylece nisbeten düşük sürtünme katsayısı değerleri elde edilmekte (Şekil 6) ve matrise etki eden gerilme azalmaktadır.



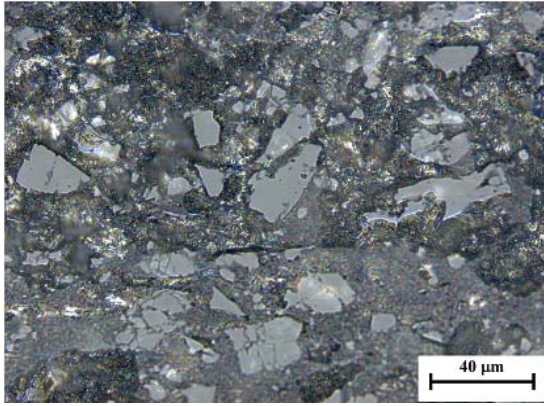
Şekil 7. Kayma hızına bağlı olarak incelenen kompozitin aşınma kaybının değişimi



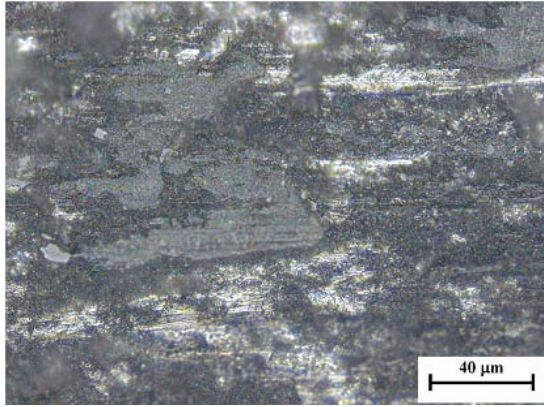
Şekil 8. Kayma hızına bağlı olarak incelenen kompozitin sürtünme katsayısının değişimi

Literatürde (Wang ve Rack, 1991; Alpas ve Zhang, 1992; Chung ve Hwang, 1994; Deuis vd., 1997) alüminyum matrisli kompozitlerde yapılan çalışmalarda da takviye elemanının kırılıp matristen ayrılarak aşınma yüzeyinde çok az sayıda kalan SiC partiküllerinin yük taşıma özelliğini kaybederek (Şekil 9b) Al_2O_3 bilye'ye

karşı alüminyum matrisi koruyamadığı belirtilmiştir. Bu nedenle, yüksek yüklerde incelenen kompozitin yüksek aşınma kaybı göstermesi SiC partiküllerinin matristen tamamen ayrılmasıyla alüminyum matris ve Al₂O₃ bilye arasında gelişen ciddi temas dayandırılabilir. Sonuç olarak test yüküne bağlı olarak aşınma kaybı ve sürtünme katsayısının artması, aşınma yüzeyinde kalan SiC partikül miktarının bir fonksiyonu olarak alüminyum matris ve Al₂O₃ bilye arasındaki temas derecesiyle ilişkilidir. Genelde temas derecesi ne kadar yüksek olursa incelenen kompozitlerin aşınma kaybı ve sürtünme katsayısı değerleri o kadar yüksek olmaktadır.



(a)



(b)

Şekil 9. (a) 3.0 N ve (b) 6.0 N yük altında döküm hali kompozitin aşınma yüzeyleri

Sonuçlar

Elde edilen sonuçlar aşağıdaki gibi özetlenebilir:

- Sıkıştırma döküm yöntemi ile üretilmiş olan % 50 hacim oranında SiC partikül takviyeli 2618 alüminyum matris kompozitlere uygu-

lanan yaşlandırma işlemi yapıda bulunan açık renkli düzensiz metallar arası bileşiklerin çözünmesini etkilemektedir ve buna bağlı olarak sertlik ve aşınma direnci değişmektedir.

- Yaşlandırma ısıl işlemi ile % 50 SiC partikül takviyeli 2618 Al matris kompozitin sertliğinde sınırlı artış olmasına rağmen yüksek test yüklerinde ve düşük kayma hızlarında % 50 mertebesinde yüksek aşınma direnci elde edilmiştir.
- Yaşlandırma ısıl işleminin düşük test yüklerinde ve yüksek kayma hızlarında döküm hali kompozite nazaran aşınma direncine etkisi görülmemiştir.

Kaynaklar

- Ahlatçı, H., (2003). The effect of reinforcing particle size and matrix composition on the mechanical properties and wear behaviours of aluminium-silicon carbide composites, *Doktora Tezi*, İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, Türkiye.
- Alpas, A.T. ve J. Zhang, J., (1992). Wear rate transitions in cast aluminum-silicon alloys reinforced with SiC particles, *Scripta Metallurgica et Materialia*, **26**, 3, 505-509.
- ASTM G133-05, (2005). Standard Test Method for Linearly Reciprocating Ball-On-Flat Sliding Wear, *ASTM International*.
- Beffort, O., Long, S., Cayron, C., Kuebler, J. and Buffat, P.A., (2006). Alloying effects on microstructure and mechanical properties of high volume fraction SiC-particle reinforced Al-MMCs made by squeeze casting infiltration, *Composites Science and Technology*, yayına kabul edildi.
- Chung, S. ve Hwang, B.H., (1994). A microstructural study of the wear behaviour of SiC_p/Al composites, *Tribology International*, **27**, 307-314.
- Deuis, R.L., Subramanian, C. ve Yellup, J.M., (1997). Dry sliding wear of aluminium composites—A review, *Composites Science and Technology*, **57**, 4, 415-435.
- Hwu, B.K., Lin, S.J. ve Jahn, M.T., (1996). The interfacial compounds and SEM fractography of squeeze-cast SiC_p/6061 Al composites, *Materials Science and Engineering A*, **206**, 1, 110-119.
- Long, S., Beffort, O., Cayron, C. ve Bonjour, C., (1999). Microstructure and mechanical properties

- of a high volume fraction SiC particle reinforced alcu4mgag squeeze casting, *Materials Science and Engineering A*, **269**, 175-185.
- Nakazato, R.Z., Codaro, E.N., Ribeiro, L.M.F. ve Hein, L.R.O., (2001). Qualitative and quantitative characterization of aluminum alloys after corrosion testing, *Praktische Metallographie-Practical Metallography*, **38**, 6, 301-313.
- Oguocha, I., (1999). Characterization of aluminum alloy 2618 and its composites containing alumina particles, Ph.D. Thesis, University of Saskatchewan, Saskatoon, Canada.
- Seyed Reihani, S.M., (2006). Processing of squeeze cast Al6061–30vol% SiC composites and their characterization, *Materials & Design*, **27**, 3, 216-222.
- Wang, A. ve Rack, H.J., (1991). Transition wear behavior of SiC-particulate- and SiC-whisker-reinforced 7091 Al metal matrix composites, *Materials Science and Engineering A*, **147**, 211-22.