



Deformazione Ciclica di Metalli nano-cristallini e ultra-fini attraverso nanoindentazione: similitudini con le misure di tenacità a frattura

P.Cavaliere

Dipartimento di Ingegneria dell'Innovazione, Università del Salento, via per Arnesano, 73100, Lecce

A.Perrone

Dipartimento di Ingegneria dell'Innovazione, Università del Salento, via per Arnesano, 73100, Lecce

ABSTRACT. Cyclic nanoindentation loading is a localized fatigue test providing very useful information on dynamic damage phenomena of nanostructured materials. The main goal of the present paper is to examine ultra-fine and nanocrystalline metals fatigue through cyclic nanoindentation experiments. In the present study berkovich indentations were performed in order to evaluate monotonic indentation stress–strain curves and cyclic indentation stress–number of cycles diagrams. Multi-step indentation allows for a rapid evaluation of variation of mechanical properties with increasing depth and in combination with single-step indentation response, is indicative of deformation induced structural changes in the material. In addition, it is put in evidence the depth propagation behavior under cyclic loading simulating a fatigue crack propagation. Such technique is very attractive for the evaluation of fracture toughness.

SOMMARIO. La nanoindentazione a carico ciclico è una prova di fatica localizzata che fornisce informazioni molto utili sui fenomeni di danneggiamento dinamico di materiali nanostrutturati. L'obiettivo principale del presente lavoro è quello di esaminare la fatica dei metalli ultra-fine e nanocristallini attraverso esperimenti di nanoindentazione ciclica. Nel presente studio sono state eseguite indentazioni di berkovich al fine di valutare le curve monotoniche sforzo-deformazione e il diagrammi stress di indentazione ciclica vs numero di cicli. Le prove multi-step di indentazione ci permettono una rapida valutazione della variazione delle proprietà meccaniche con l'aumento della profondità di indentazione e in combinazione con i risultati delle prove monotoniche, sono indicative che la deformazione ha indotto dei cambiamenti strutturali al materiale. Inoltre, viene messo in evidenza il comportamento della profondità di propagazione sotto carichi ciclici simulando una propagazione di rottura a fatica. Tale tecnica è molto promettente per la valutazione della tenacità a frattura.

KEYWORDS. Nanostructured materials; Nanoindentation; Fatigue; Crack propagation

INTRODUZIONE

La resistenza dei metalli e delle leghe è fortemente influenzato dalla dimensione del grano [1, 2] con i materiali nel regime nano-cristallino che è caratterizzato da una resistenza a frattura ed uno snervamento superiore, una maggiore resistenza all'usura e superplasticità è stata osservata a temperature relativamente basse ed ad alte velocità di deformazione rispetto ai loro omologhi microcristallini [3-6]. Questo ha portato ad una maggiore attenzione verso la caratterizzazione delle proprietà meccaniche e meccanismi di deformazione dei materiali nano-cristallini, questo lavoro è riassunto in alcuni articoli di recente review [1, 7]. L'attenzione attuale alla domanda delle potenziali applicazioni industriale dei materiali policristallini con dimensioni del grano nano-metrico porta alla necessità di indagini approfondite



delle loro proprietà meccaniche sia in condizioni statiche che dinamiche. Infatti, le microstrutture con elevata resistenza a fatica ad alto numero di cicli in genere cedono ad una soglia più bassa per la crescita di cricche di fatica soprattutto per materiali con grano ultra-fine e nanocristallini [8]. Tecniche avanzate di nanoindentazione sono ampiamente utilizzate per testare i materiali di ultima generazione. Convenzionalmente le attrezzature di nano-indentazione forniscono curve di carico-profondità per un carico monotonicamente crescente che porta a l'esatta determinazione della diverse proprietà del materiale. Attraverso esperimenti di nanoindentazione è possibile calcolare le proprietà meccaniche di resistenza allo snervamento, durezza, incrudimento, resistenza all'usura. L'utilità degli strumenti di nanoindentazione atti a ottenere le proprietà meccaniche fondamentali dei materiali è stata ampiamente dimostrato negli ultimi anni [9-13]. Tale tecnica ha portato ad una conoscenza più ampia della fisica dei materiali [14, 15]. E' fondamentale, in tale ottica, investigare il comportamento a fatica da indentazione e correlare i dati risultanti della fatica convenzionale a quelli provenienti dalla prove di tenacità a frattura. In questo modo sarà possibile elaborare una tecnica convenzionale per ottenere resistenza a fatica dei materiali dalle prove di indentazione diretta. I sistemi di nano-indentazione di ultima generazione sono dotati di un controllo numerico dell'unità di carico e di un sistema di misurazione ad alta risoluzione per la misurazione della profondità di indentazione. I carichi e le distanze di indentazione possono essere controllate. Il processo di carico-scarico può essere facilmente programmato per carichi ciclici in condizioni differenti di carico e deformazione. Un'estensione di questa tecnica è l'indentazione multi-step in cui il campione viene caricato-scaricato nello stesso punto, così il rapporto carico-profondità di indentazione permette una rapida valutazione delle proprietà del materiale. L'indentazione multi-step con carico crescente, per esempio, può fornire una rapida misura della durezza del campione con l'aumentare del carico insieme con l'evoluzione microstrutturale derivanti dall'aumento della deformazione. Tuttavia, esistono in letteratura limitate applicazioni di questa tecnica [8, 16-19]. Questa tecnica però rappresenta un metodo di caratterizzazione fortemente indipendente in quanto il volume di materiale testato è scalabile rispetto alla microstruttura. In realtà, prove di fatica tradizionali richiedono un numero elevato di campioni per caratterizzare completamente il comportamento dinamico di metalli e leghe. Inoltre è impossibile osservare le modifiche microstrutturali dovute a variazioni di carico ciclico con un approccio da campione a campione. La nano-indentazione ciclica permette di testare un materiale impiegando campioni molto piccoli, ottenendo informazioni sulla resistenza a fatica e alle proprietà a rottura utilizzando solo di un campione. Se il campione è caricato ad un carico massimo preciso, per poi essere scaricato e ricaricato immediatamente si può essere ottenere una curva di carico ciclico di nano-indentazione. Il caricamento semi-ciclo produce sia deformazione elastica che plastica nel contorno della zona di indentazione, mentre durante lo scarico si può osservare un parziale recupero della deformazione elastica. Durante il caricamento ciclico attraverso un nano-indentatore è possibile osservare uno stato stazionario nella curva profondità-ciclo per una certo numero di cicli e successivamente un aumento della profondità, fissando il carico massimo di indentazione, così che il comportamento di tale materiale può essere messo in relazione con le proprietà di fatica e rottura. Interessanti sono i dati sul rame policristallino ciclicamente testato utilizzando una sonda cilindrica piatta e che sono stati presentati in [20]. In aggiunta è possibile fornire informazioni sull'incrudimento, sulla sensibilità alla velocità di deformazione, la durezza, le proprietà di snervamento accoppiato con quelle di fatica e rottura, utilizzando la stessa strumentazione e con lo stesso errore potenziale. Soprattutto nei materiali nano-strutturati, il comportamento delle dislocazioni è funzione della struttura del grano, e con misure molto precise si possono rilevare le interazioni dislocazioni-microstruttura durante i momenti di scarico-ricarico della nano indentazione a fatica. Lo scopo del presente lavoro è quello di esaminare le proprietà nanoscopiche a fatica dei metalli nanostrutturati e delle leghe. Alcuni dati definitivi sono disponibili in letteratura riguardo il comportamento a fatica e rottura di metalli puri nano-strutturati [8], i risultati ottenuti in questo studio sono stati confrontati con quelli precedentemente ottenuti con prove convenzionali. L'obiettivo finale del presente studio è quello di stabilire una relazione tra la tenacità a frattura e i parametri di nano indentazione ciclica come il carico massimo di indenzazione e la variazione di profondità.

PROCEDURA SPERIMENTALE

A causa delle forti differenze nelle proprietà microstrutturali e meccaniche in funzione del trattamento attuato sui metalli con grano ultrafino (ufg) e nano-cristallini (nc)[21], nel presente studio è stato scelto di valutare il comportamento meccanico dei materiali elettrodeposti. I Materiali nanocristallini il Ni ufg e Co nc che sono stati studiati stati prodotti attraverso elettrodeposizione forma di film sottili di spessore 100 μm , per confrontare le proprietà meccaniche. Il Co puro nano cristallino è stato utilizzato in film sottili di 130 μm di spessore. Sono state anche studiate le leghe Ni-W nano-cristalline prodotte in laboratorio in fogli 100 μm di spessore. La microstruttura dei materiali è stata studiata attraverso osservazioni al TEM, le lamine sono state assottigliate meccanicamente fino ad uno spessore di 40 nm e quindi attaccate in soluzione di metanolo + 30% HNO₃ in ghiaccio secco a -60°C, infine, i campioni sono sottoposti



ad ion-milling in azoto liquido per 2 ore. Le osservazioni sono state effettuate impiegando JEOL TEM 2011FX. Le indentazioni singole e quelle multi-step sono state eseguite sul NanoTest600® (Micro Materials Ltd, Wrexham, UK). Questo è un sistema di rilevamento delle profondità basato su un sistema a pendolo, con due teste separate per diversi range di carico (Testa per i bassi carichi < teste 500mN e teste per alta carichi da 0,5 a 20N), offrendo così una vasta scelta di condizione di carico. Per sperimentare la normale indentazione, una sonda molto piccolo diamantata e calibrata è portata a contatto con la superficie del campione, il carico è applicato per mezzo di una bobina e di un magnete localizzato sulla parte superiore del pendolo. Il conseguente spostamento della sonda sulla superficie è monitorato con un trasduttore capacitivo sensibile a piastre parallele

e visualizzato in tempo reale in funzione del carico. In questo studio, le indentazioni di single-step eseguita con carichi da 5 a 40mN sono state confrontate con quelle multi-step da 5 a 40mN con step di 5 mN. I test sono stati eseguiti con velocità di 2 mN / sec, a 10 mN / sec e vicino alla velocità massima ammissibile di 30 mN / sec. La risposta carico-profondità risultante è stata corretta tenendo conto della compliance della macchina, ottenuta dalle prove preliminari. Per tutti i materiali, sono stati eseguiti prove di indentazione con carico costante a 5, 10, 20, 30 e 40 mN ed i risultati sono stati confrontati con e indentazioni multi-step nella stessa zona tra 5 e 40 mN aumentando il carico di indentazione con step di 5 mN. In questo articolo le prove di indentazione ciclica sono state eseguite al fine di valutare il comportamento a rottura di materiali ultra-sottili e nanocristallini. E' stato utilizzato un tipo di carico con una forma d'onda sinusoidale, per ogni test sono stati eseguiti 1.000 cicli di carico-scarico a differenti carichi misurando la corrispondente massima profondità di indentazione. I test sono stati condotti a carichi massimi di 5 e 10 mN per ogni ciclo di indentazione misurando la corrispondente variazione di profondità di indentazione a 1000 cicli.

RISULTATI E DISCUSSIONE

La nano-indentazione è stata ampiamente utilizzata negli ultimi anni per ottenere le proprietà meccaniche di materiali nano-cristallini, la sua risoluzione molto preciso sia per le misure di spostamento sia per quelle di carico ha promosso l'uso di tale tecnica anche nella caratterizzazione delle proprietà dinamica dei materiali nano-strutturati. Il comportamento sotto carichi ciclici su scala nanometrica, è stato dimostrato essere molto vicino al comportamento macroscopico classico a fatica e può anche essere descritto da una legge di potenza nel range di carico investigato.

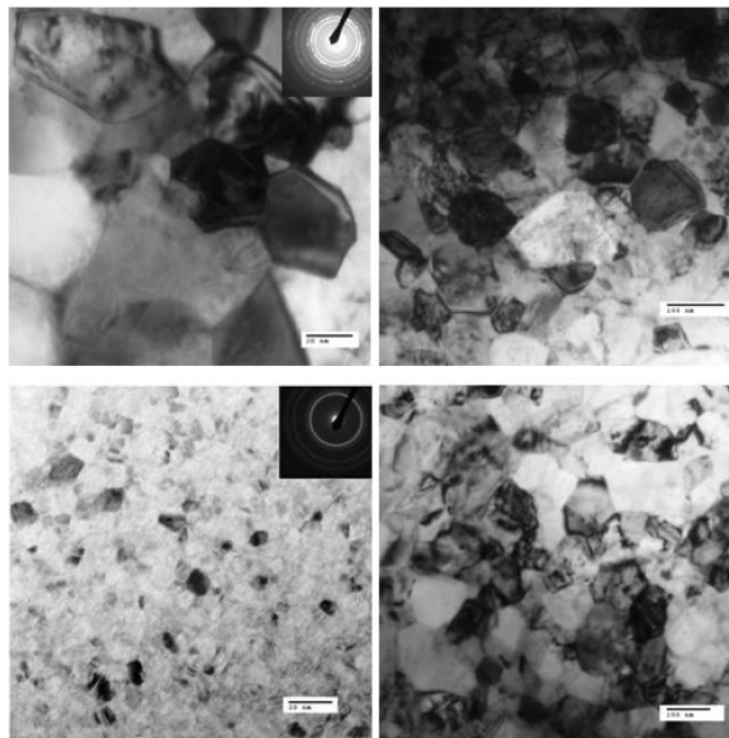


Figura 1: (a) nc Ni ; (b) ncNi-W alloy.

In Fig. 1 sono mostrate le microstrutture del nichel puro elettrodeposto. Le micrografie TEM del Ni elettrodeposto ha mostrato dimensioni medie del grano di 20 nm per la Ni nanocristallino mentre di 270 nm per le strutture UFG. Le micrografie TEM del Co puro elettrodeposto hanno mostrato dimensioni medie del grano di 15 nm. Per le leghe nanocristalline Ni-W sono state misurate dimensioni media del grano di 20 e 90 nm rispettivamente. In Fig. 2 è possibile osservare la variazione di durezza in funzione della profondità di indentazione per tutti i materiali studiati, inoltre sono tracciate le curve durezza-profondità ottenute da esperimenti di nano indentazione multi-step. Per gli stessi materiali indentati si è osservato che la differenza tra le operazioni di scarico e ricarica aumentano con aumento del carico di indentazione; un comportamento del genere è una dimostrazione fenomenologica che materia incrudiscono durante la deformazione [19]. Il comportamento delle curve multi-step differisce a parità di condizioni carico, in tutti i casi a parità di carico può essere registrata una pendenza differente per le indentazioni singole e per quelle multi-step. Si nota anche uno spostamento tra la fase di ricarica e quelle di scarico dei cicli precedenti. Anche il valore di durezza misurato varia al variare del massimo carico massimo di indentazione.

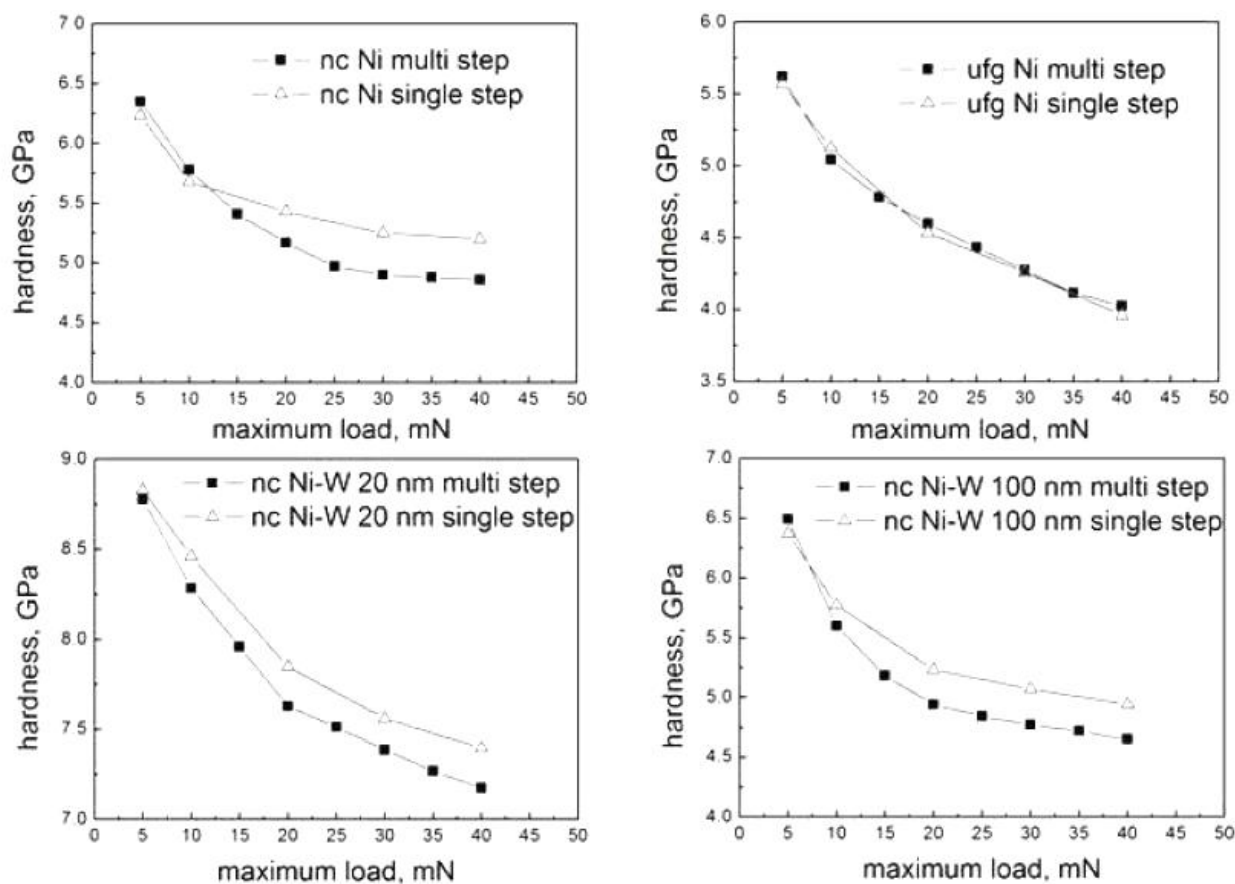


Figura 2: Variazione di durezza con la profondità d'indentazione per i differenti materiali analizzati.

In realtà è noto che nei materiali a grano ultra fine la deformazione plastica è governata da fenomeni intracristallini come lo scorrimento delle dislocazioni, mentre nei materiale nanocristallini il comportamento è dovuto a meccanismi intercristallina come lo scorrimento e migrazione dei bordi di grano che portano alla formazione di nano-cricche accoppiate con lo sviluppo di dislocazioni a partire dai bordi di grano una volta raggiunto un certo livello di stress interni. Per ogni materiale tale comportamento è legato alla relazione tra durezza e snervamento dando un'idea precisa relativamente all'effetto della struttura del bordo grano sul comportamento meccanico macroscopico. In Fig. 3 sono mostrate le curve durezza-carico di snervamento per i diversi metalli studiati. In Fig. 4 sono mostrati i grafici della la profondità di indentazione in funzione del numero di cicli di indentazione per un carico massimo di 5 e 10 mN. La propagazione della zona plastica può, in questo modo, essere monitorata. Come comportamento generale, è evidente l'aumento della profondità di indentazione con l'aumento del numero di cicli di indentazione con plateau di lunghezze diverse nella curve profondità-cicli in stato stazionario. Inoltre, più grande è il numero di cicli durante lo stato



stazionario, più lenta sarà la propagazione della profondità di indentazione, tale comportamento è molto simile a quello osservato in prove di fatica convenzionale essendo anche un buon indicatore di rammollimento o incrudimento ciclico dei materiali. Si può osservare una diminuzione dello spostamento per ciclo con l'aumentare del numero di cicli, tale aspetto è dovuto all'aumento dell'area di contatto con il carico, in questo modo può essere ottenuta una legge di potenza riportando la profondità totale in funzione dei cicli.

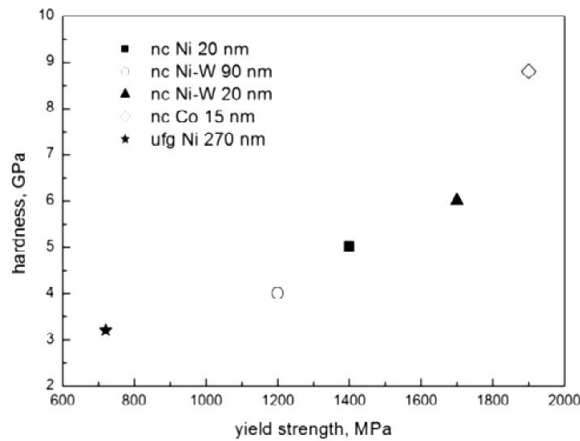


Figura 3: Variazione di durezza con in funzione del carico di snervamento per i differenti materiali analizzati.

Considerando la dipendenza della profondità di indenzazione dal numero di cicli, si può osservare come non vi sia una sostanziale modifica del comportamento della profondità di indentazione prima che avvenga la rottura. L'aumento della profondità è una funzione esponenziale del massimo sforzo dipende anche dall'area di contatto ed è influenzata dal pile-up del materiale. Durante la fase di scarico, la riduzione parziale delle sollecitazioni porta ad interazioni dislocazione-dislocazione nei nano-grani. Questo potrebbe portare ad un incrudimento del materiale nano-strutturato durante la fase di ricarica. E' possibile monitorare la propagazione della cricca confrontando i cambiamenti osservati nella profondità della sonda tra due carichi massimi consecutivi; così la propagazione di una cricca porta ad un aumento di profondità tra i due cicli consecutivi.

Dai grafici si può presumere che cicli consecutivi di carico-scarico portano a un accumulo di stress residui che terminano con la propagazione della cricca. Il ciclo di indentazione che provoca la rottura è l'ultimo prima dell'aumento di profondità. Tale ciclo può anche essere considerato come un ciclo di rottura a fatica in una prova di fatica tradizionale.

In Fig.5 possono essere osservati alcuni esempi di misure di indentazione per diversi numero di cicli a 10 mN. E' possibile estrapolare dagli esperimenti un gran numero di dati di fatica, in Fig.6 sono tracciate le profondità di indentazione come funzione del numero di cicli per gli esperimenti di nano-indentazione ciclica eseguiti a 5 e 10 mN di carico massimo, le profondità sono misurate al 50% del numero di cicli in cui materiali mostrano una profondità di indentazione costante. L'aumento di profondità è una funzione esponenziale dello massimo sforzo.

Il comportamento del materiale può essere spiegato in modo simile al comportamento di propagazione della cricche, nelle operazioni di carico statico la zona plasticità che circonda l'apice della cricca o rallenta la velocità della cricca o protegge la cricca da sollecitazioni esterne. Mentre la situazione è simile nella parte di caricamento dei ciclo a fatica, però al momento dello scarico, la rottura può essere intensificata dal riarrangiamento di alcune dislocazioni nella cricca.

In alternativa, l'effetto di protezione della zona plastica può essere ridotto. Durante il caricamento ciclico la cricca si propaga durante lo scarico semi-ciclo per le modalità di II e III, mentre per la modalità I la cricca intensificata può propagarsi nel ciclo di carico successivo per competere con emissione di dislocazione [22], come mostrato in Fig.5.

Durante il caricamento statico, la deformazione plastica protegge la cricca dalla concentrazione degli sforzi, dall'altro canto, il semi-ciclo di scarico di indentazione ciclica permette di riorganizzare le dislocazioni riducendo le tensioni interne, così il successivo semi-ciclo di carico permette di emettere un maggior numero di dislocazioni che si propagano nella zona plastica.

Sotto tali considerazioni, la fatica per indentazione ha molte analogie con la propagazione delle cricche. Infatti nella fatica convenzionale, la propagazione delle cricche è seguita da un rallentamento o accelerazione della cricca, a seconda di differenti fattori quali tensioni residue, chiusura della cricca, rallentamento dell'apice della cricca, incrudimento ciclico, ramificazione della cricca; l'indentatore può essere in questo modo, comparato all'apice della cricca e la sua interazione ciclica con il materiale può essere fisicamente modellata e relazionata a tutti questi aspetti meccanici [23].



Dopo un certo numero di cicli c'è un equilibrio tra l'emissione e il riarrangiamento delle dislocazioni che provoca una propagazione dello stato stazionario nella profondità di indentazione a fatica.

I diversi stati stazionari raggiunti possono essere direttamente collegati con l'aumento di tensioni interne e movimenti e generazione delle dislocazioni. Il caricamento dinamico porta a un processo dinamico tra l'effettivo sforzo applicato e le tensioni interne, che è simile a quello di generazione e annichilazione della dislocazione all'apice della cricca. L'accumulo di deformazione plastica durante l'indentazione ciclica porta alla nucleazione e la crescita delle cricche, in seguito all'aumentando del numero di cicli, e allo stesso tempo questo influenza la zona plastica in proporzione al carico massimo (Fig.6) e lo sviluppo della zona plastica è direttamente correlato alla propagazione della profondità. In realtà la profondità di indentazione, in particolare a 10 mN di carico massimo risulta di oltre 100 nm con un volume di deformazione che interessa molti grani e che porta ad una zona plastica di bulk per quanto riguarda il materiale granulometria media.

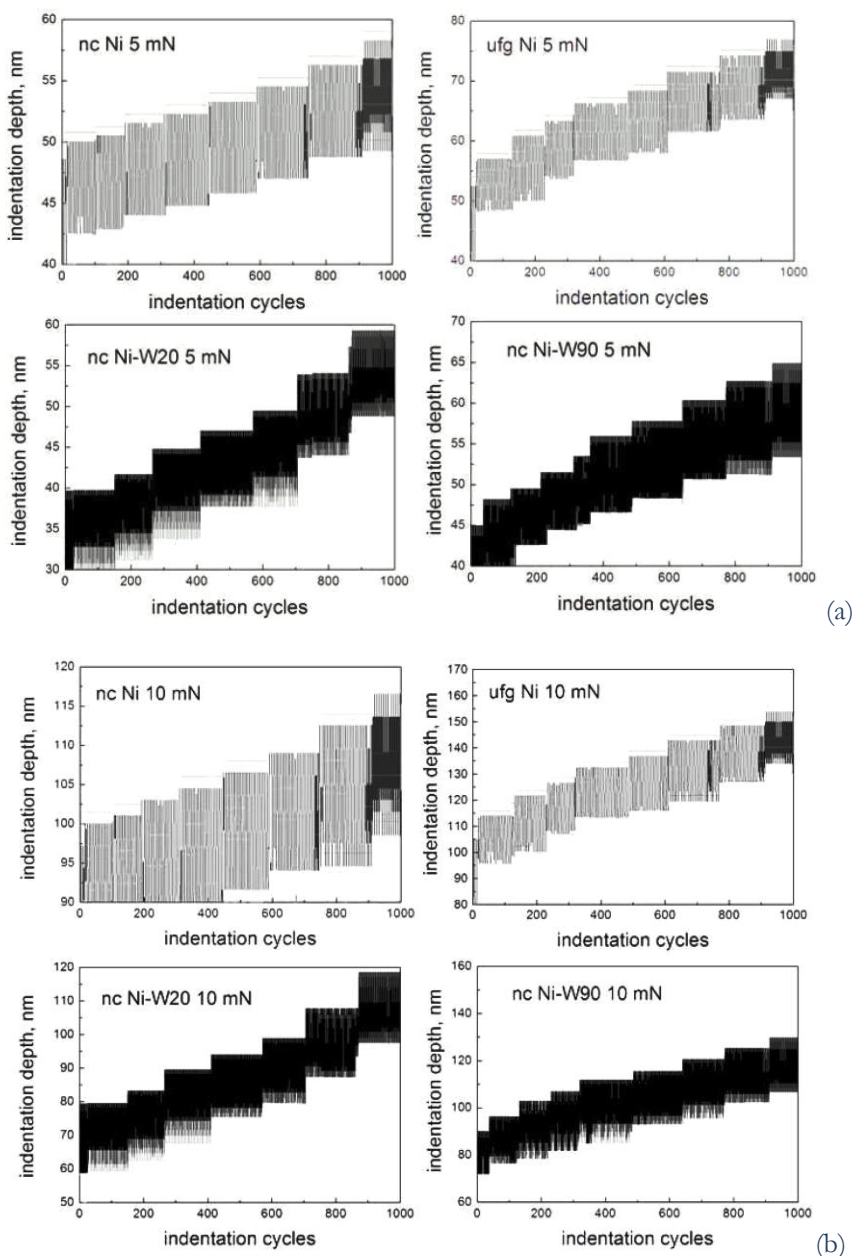


Figura 4: (a) Profondità d'indentazione in funzione del numero di cicli a 5mN; (b) profondità d'indentazione in funzione del numero di cicli a 10mN.



Le cricche si propagano con l'aumento del numero di cicli, si ha un aumento del numeri di cricche vicino la zona di indentazione, e le cricche, si propagano più rapidamente in seguito all'aumento del fattore di intensificazione degli sforzi.

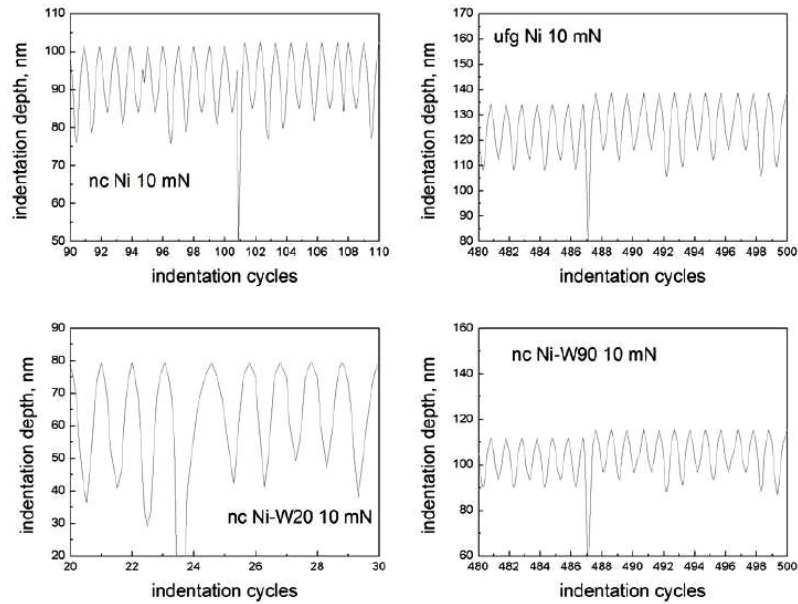


Figura 5: Profondità d'indentazione in funzione del numero di cicli per il Ni e la lega Ni-W.

In realtà, negli esperimenti di nanoindentazione con penetratore Berkovich l'area di contatto previsto è legata alla profondità di nano indentazione d con la seguente equazione

$$A = 24.56d^2 \quad (1)$$

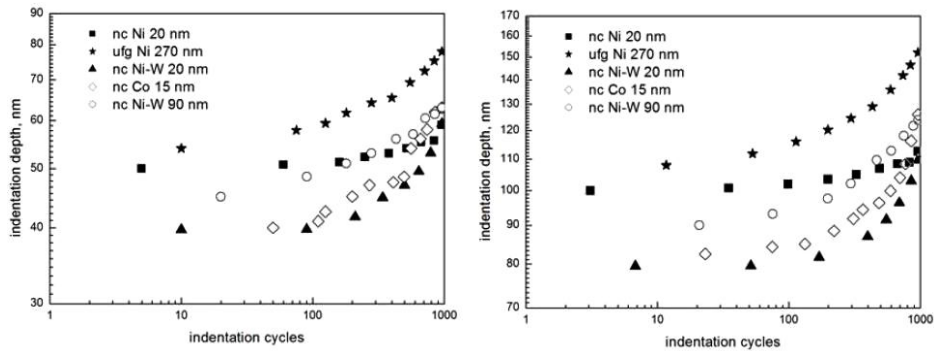


Figura 6: Massima profondità d'indentazione in funzione del numero di cicli a 5mN e 10mN.

Dall'equazione precedente si può ottenere il raggio equivalente a , si può calcolare il K_{max} e il ΔK dalle equazioni seguenti:

$$K_{max} = \frac{P_{max}}{2a(\pi a)^{1/2}} \quad (2)$$

$$\Delta K = \frac{\Delta P}{2a(\pi a)^{1/2}} \quad (3)$$

dove P_{max} è il carico massimo di indentazione e ΔP è la differenza tra il massimo ed il minimo carico di indentazione [24]. A seguito di tale definizione può essere correlata la tenacità a frattura alla velocità di propagazione in termini di variazione della profondità.

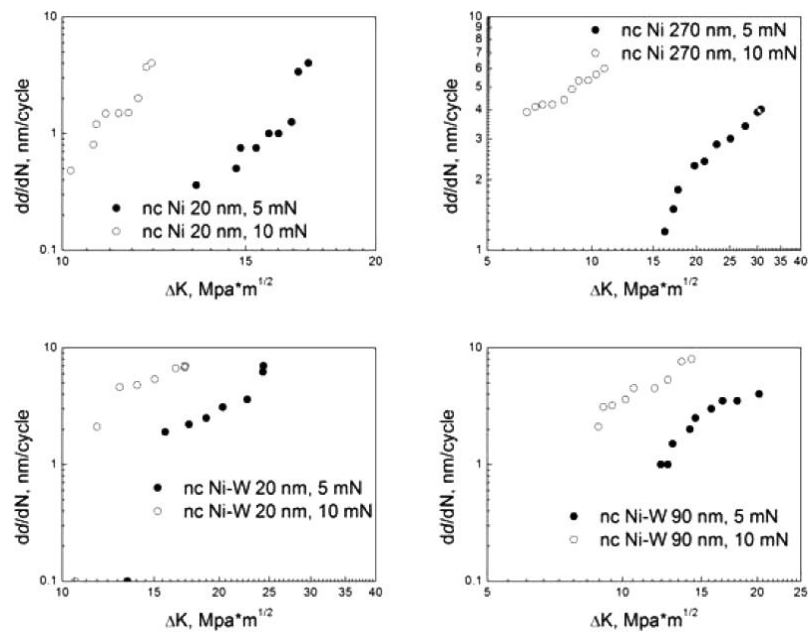


Figura 7: ΔK vs. profondità di indentazione per tutti i materiali studiati.

Nei materiali duttili la crescita della cricca è governata dal ΔK e il comportamento profondità- ΔK può essere descritto dalla seguente equazione:

$$\frac{da}{dN} = C \Delta K^n \quad (4)$$

Molto simile alla descrizione del comportamento relativo alla variazione di lunghezza della cricca nelle prove di fatica tradizionali:

$$\frac{da}{dN} = C' \Delta K'^{n'} \quad (5)$$

dove C' , $\Delta K'$ e n' sono i valori corrispondenti per le curve classiche di crescita della velocità della cricca.

I meccanismi legati all'evoluzione della profondità di indentazione a fatica con carico di indentazione costante sono paragonabili a quelli dei materiali a fatica con crescita della cricca [24].

In Fig. 7 è mostrato la variazione ΔK vs profondità vs per tutti i materiali studiati. Qui il comportamento della profondità di indentazione è la descrizione fenomenologica della propagazione della zona plastica simile alla variazione di lunghezza della cricca in prove di fatica convenzionale. Durante la nano-indentazione ciclica il ΔK è la forza trainante per la propagazione della zona plastica come conseguenza della concentrazione di stress nella zona di contatto [25]. Vi è un aumento del ΔK con l'aumentare della velocità di variazione della profondità per tutti i materiali studiati e del carico massimo impiegato durante gli esperimenti di nano-indentazione esposti. Inoltre si può osservare una diminuzione della velocità di propagazione della profondità di nano indentazione a fatica con l'aumentare del numero di cicli di nano-indentazione. Per confronto sono stati correlati i valori di n e n' ottenuti con test di nano-indentazione a fatica e test sulla velocità di crescita della cricca sui metalli nano-strutturati ottenuti in esperimenti precedenti [8]. Un impressionante simile comportamento è stato osservato dal confronto come è mostrato nella Fig.8.

CONCLUSIONI

Esperimenti di nano-indentazione a fatica sono in grado di fornire informazioni molto utili sulla propagazione della zona plastica, incrudimento ciclico, nucleazione e crescita della cricca in materiali nano-strutturati. Il comportamento del materiale può essere spiegato analogamente al comportamento della propagazione di una



cricca, in carichi statici la plasticità che circonda l'apice della cricca rallenta e protegge la cricca da sollecitazioni esterne. Il caricamento dinamico porta a un processo dinamico tra l'effettivo sforzo applicato e le tensioni interne, che è simile a quello della generazione e annichilazione della dislocazione all'apice della cricca nei test di propagazione della cricca. L'accumulo di deformazione plastica durante l'indentazione ciclica porta alla nucleazione e la crescita di cricche con l'aumentando del numero di cicli. I meccanismi legati alla evoluzione della profondità di indentazione a fatica con carico di indentazione costante sono paragonabili a quelli subiti dai materiali con crescita della cricche a fatica.

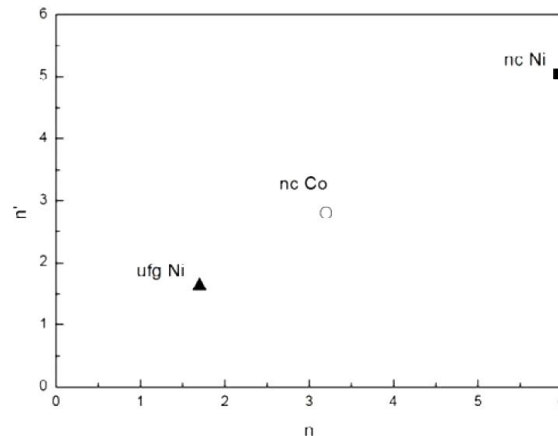


Figura 8: Confronto tra il valore del parametro n ed n'.

BIBLIOGRAFIA

- [1] K.S. Kumar, H. Van Swygenhoven, S. Suresh, *Acta Mater.*, 51 (2003) 5743.
- [2] H. Gleiter, *Acta Mater.*, 48 (2000) 1.
- [3] R.A. Masumura, P.M. Hazzledine, C.S. Pande, *Acta Mater.*, 46 (1998) 4527.
- [4] D.H. Jeong, F. Gonzalez, G. Palombo, K.T. Aust, U. Erb, *Scr. Mater.*, 44 (2001) 493.
- [5] R.W. Hayes, D. Witkin, F. Zhou, E.J. Lavernia, *Acta Mater.*, 52 (2004) 4259.
- [6] D. Jia, K.T. Ramesh, E. Ma, *Acta Mater.*, 51 (2003) 3495.
- [7] C. Suryanarayana, *Adv. Eng. Mater.*, 7 (2005) 983.
- [8] P. Cavaliere, *Int J Fatig.*, 31 (2009) 1476.
- [9] Y.P. Cao, J. Lu, *J Mech Phys Sol.*, 53 (2005) 49.
- [10] J.L. Bucaille, S. Stauss, E. Felder, J. Michler, *Acta Mater.*, 51 (2003) 1663.
- [11] M. Dao, N. Chollacoop, K.J. Van Vliet, T.A. Venkatesh, S. Suresh, *Acta Mater.*, 49 (2001) 3899.
- [12] Y.T. Cheng, C.M. Cheng, *Mater Sci Eng, R* 44 (2004) 91.
- [13] M.F. Doerner, W.D. Nix, *Crc Crit. Rev. Solid State Mater. Sci.*, 14 (1998) 225.
- [14] C.A. Schuh, *Mater Today*, 9 (2006) 32.
- [15] R. Schwaiger, B. Moser, M. Dao, N. Chollacoop, S. Suresh, *Acta Mater.*, 51 (2003) 5159.
- [16] H.X. Guo, B.T. Lu, J.L. Luo, *Electr Commun.*, 8 (2006) 1092.
- [17] T. Saraswati, T. Sritharan, S. Mhaisalkar, C.D. Breach, F. Wulff, *Mater Sci Eng.*, A423 (2006) 14.
- [18] D. Pan, T.G. Nieh, M.W. Chen, *Appl Phys Lett.*, 88 (2006) 1922.
- [19] P. Cavaliere, *Mater Sci Eng.*, A512 (2009) 1.
- [20] B.X. Xu, Z.F. Yue, J. Wang, *Mech. Mater.*, 39 (2007) 1066.
- [21] P. Cavaliere, *Phys B*, 403 (2008) 569.
- [22] J. Li, J.C.M. Li, *Mater Sci Eng. A*, 129 (1990) 175.
- [23] B. Xu, X. Wang, Z. Yue, *J Mater Res.*, 22 (2007) 186.
- [24] B. Xu, Z. Yue, X. Chen, *Scripta Mater.* 60 (2009) 854.
- [25] A.S. Argon. *Topics in Fracture and Fatigue*, Springer, New York, (1992).