

구리계 리드프레임/EMC 접합체의 파괴거동

이호영·유진

한국과학기술원 재료공학과

Fracture Behavior of Cu-based leadframe/EMC Joints

Ho Young Lee and Jin Yu

Department of Materials Science and Engineering, Korea Advanced Institute of Science and Technology

(2000년 4월 21일 받음, 2000년 7월 11일 최종수정본 받음)

초록 구리계 리드프레임의 표면에 흑색산화물을 형성시키기 위하여 알칼리 용액에 담궈 산화시킨 후 EMC(epoxy molding compound)로 몰딩하였고 기계적 가공을 하여 SDCB(sandwiched double-cantilever beam) 및 SBN(sandwiched Brazil-nut) 시편을 만들었다. SDCB와 SBN 시편은 리드프레임/EMC 계면의 접착력을 각각 준 mode I 하중 및 혼합모드 하중 하에서 파괴인성치로 측정하기 위하여 고안되었다. 파괴경로를 밝혀내기 위하여 접착력 측정 후에 얻어진 표면에 대하여 glancing-angle XRD, SEM, AFM, EDS 및 AES를 이용하여 분석하였다. SDCB 실험 후의 표면은 파괴되는 양상에 따라 세 가지 형태로 나눌 수 있었으며, 각 형태는 리드프레임의 접착전 표면 산화물 형성 상태와 밀접한 관계가 있었다. SBN 실험 후의 표면은 균열에서 가까운 부분과 먼 부분으로 나누어지는 특징을 보였는데, 이는 동적 파괴 효과(dynamic fracture effect)에 기인하는 것이라 생각된다. 또한 위상각에 따라 확실히 다른 파괴 양상을 보였는데, 이는 위상각에 따라 mode II 성분이 변하기 때문으로 생각된다.

Abstract Cu-based leadframe sheets were oxidized in a hot alkaline solution to form black-oxide layer on the surface and molded with epoxy molding compound (EMC), and finally machined to form sandwiched double-cantilever beam (SDCB) and sandwiched Brazil-nut (SBN) specimens to measure the adhesion strength of leadframe/EMC interface. The SDCB and the SBN specimens were designed to measure the adhesion strength in terms of fracture toughness under quasi-mode I and mixed mode loading, respectively. After the tests, fracture surfaces were analyzed by various tools such as glancing-angle XRD, SEM, AFM, EDS and AES. Results showed that three types of failure paths were observed in the SDCB-tested specimens, which were closely related to the surface conditions of leadframes before molding. For SBN-tested specimens, failure paths varied with crack speed and loading conditions.

Key words : copper, oxides, surfaces to interfaces, fracture & fracture toughness, oxidation

1. 서 론

표면 실장형(surface mounting type) 박형 플라스틱 패키지(thin plastic package)는 세라믹 패키지(ceramic package)에 비하여 제조비용이 저렴할 뿐 아니라 전자기기의 소형화, 경량화 요구를 잘 수용할 수 있어서 선호되어 사용되고 있다. 그러나, 인쇄회로기판(PCB : Printed Circuit Board)에 실장하기 위한 공정인 출더 리플로우(solder reflow) 공정 동안에 종종 팝콘 크랙킹 현상(popcorn cracking phenomena)을 일으켜 문제가 되어 왔다.^{1~4)} 팝콘 균열(popcorn crack)은 크게 세 가지 형태로 나눌 수 있다. 첫째는 EMC와 실리콘 칩(Si chip) 사이의 계면박리에 의해서 형성되는 type I, 둘째는 실리콘 칩과 다이 패드(die pad)를 접착시켜주는 다이 접착제(die bond adhesive)와 다이 패드와의 박리에 의해서 형성되는 type II, 그리고 다이 패드와 EMC 사이의 박리에 의해서 형성되는 type III이다. 이중에서 Type III 팝콘 균열은 발생 빈도가 비교적 높으며, 리드프레임(die pad)과 EMC 사이

의 강한 접착력의 확립은 발생 억제를 위한 하나의 해결책으로 간주되고 있다.^{5,6)}

본 연구에서는 리드프레임(die pad)과 EMC 사이의 접착불량에 기인하여 발생하는 type III 팝콘 크랙킹 현상의 발생 빈도를 줄이고자 EMC로 성형(molding)하기 전에 구리계 리드프레임의 표면에 흑색산화물을 형성시켜 리드프레임과 EMC 사이의 접착력을 향상시키고자 하였다. 또한, 흑색산화물의 형성이 접착력에 미치는 영향을 살펴보기 위하여 파괴 역학적 개념을 도입한 샌드위치 시편(sandwiched specimen)을 제작하여 접착력을 계면 파괴인성치(interfacial fracture toughness)로 측정하였다. 구리를 화학적으로 산화시키면 표면에 바늘 모양의 산화물 층이 형성되며, 이러한 산화물들은 고분자와 기계적으로 고착하여 접착하기 때문에 접착력이 증가하는 것으로 알려져 있다.⁷⁾

2. 실험 방법

구리계 리드프레임(상품명: EFTEC-64T, 조성: Cu-0.3Cr - 0.25Sn - 0.2Zn)을 표면 세척하고 자연산화막

(native oxide)을 제거한 후 뜨거운 알칼리 용액에 담궈 표면에 흑색산화물을 형성시켰다.⁸⁾ 산화처리된 리드프레임은 압축성형시스템(compression molding system)을 이용하여 EMC로 성형한 후 기계적 가공을 통하여 SDCB(sandwiched double-cantilever beam) 시편 및 SBN(sandwiched brazil-nut) 시편을 제작하였다.⁹⁾

샌드위치 시편들(sandwiched specimens)은 균질한(homogeneous) 시편에 얇은 이종 재료를 삽입하여 만드는데, 삽입된 이종 재료가 시편의 크기에 비하여 충분히 작을 경우, 균질한 시편에 대하여 해석한 식을 그대로 적용할 수 있다.¹⁰⁾

파괴경로를 밝혀내기 위하여 접착력 측정 후에 얻어진 파면에 대하여 glancing-angle XRD, SEM, AFM, EDS 및 AES를 이용하여 분석하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1 SDCB 시편의 파면 분석

3.1.1 XRD 분석

SDCB 실험후에 얻어진 리드프레임 파면과 EMC 파면에 대한 glancing-angle XRD 분석을 실시하였고, 그 결과를 그림 1 (a)와 (b)에 각각 나타내었다. 산화초기의 리드프레임 표면은 원래 흑색산화물이 형성된 표면의 XRD 결과와 비슷해 보인다.⁹⁾ 그러나, 2분 동안 산화시킨 시편의 경우를 살펴보면 약간 다르다는 것을 알 수 있다. 예를 들어, Cu₂O(111) peak의 크기와 CuO(111)+CuO(200) peak의 크기를 비교해 보면, 원래는 CuO(111)+CuO(200) peak의 크기가 더 커지만, 파괴 후에는 Cu₂O(111) peak의 크기가 더 크다는 것을 알 수 있다. 이는 리드프레임 표면의 CuO의 일부가 파괴되면서 EMC 표면으로 떨어져 나간 것으로 생각되며, 이는 나중에 보일 SEM 사진에서 확인할 수 있다.

한편, EMC 표면을 살펴보면 산화시간 30초에서는 EMC peak들(32°, 35°, 46°)만 나타나고, 산화물 peak들은 발견되지 않았다. 그러나, 산화시간 1.5분 이상이 되면서 산화물 peak들이 강하게 나타난다. 이러한 상황은 산화시간 1.92분까지 지속되며, 산화시간 2분이 되면 다시 산화물 peak들은 사라진다. XRD 결과만을 가지고 판단할 때, 리드프레임 표면에 Cu₂O만 존재할 때와 Cu₂O와 CuO가 함께 존재할 때, 그리고 CuO만 존재할 때의 파괴양상이 각각 다른 것으로 추정된다. 즉, 리드프레임 표면에 Cu₂O만 존재할 때에는 EMC/Cu₂O 계면 근처에서 파괴가 일어나는 것으로 생각되며(Type A), 리드프레임 표면에 Cu₂O와 CuO가 함께 존재할 때에는 CuO/Cu₂O 계면에서 파괴가 일어나는 것으로 생각되고(Type B). 리드프레임 표면을 CuO가 완전히 덮어버렸을 경우에는 EMC/CuO 계면 근처에서 파괴가 일어나는 것으로 생각된다(Type C).

EMC 표면에서 발견된 Cu₂O peak이 CuO/EMC 계면에서 Cu₂O가 형성되기 때문에 나타난 것인지, 아니면 흑색산화물이 원래 가지고 있던 Cu₂O 때문에 나타난 것인지는 XRD 분석만으로 알 수 없었다.

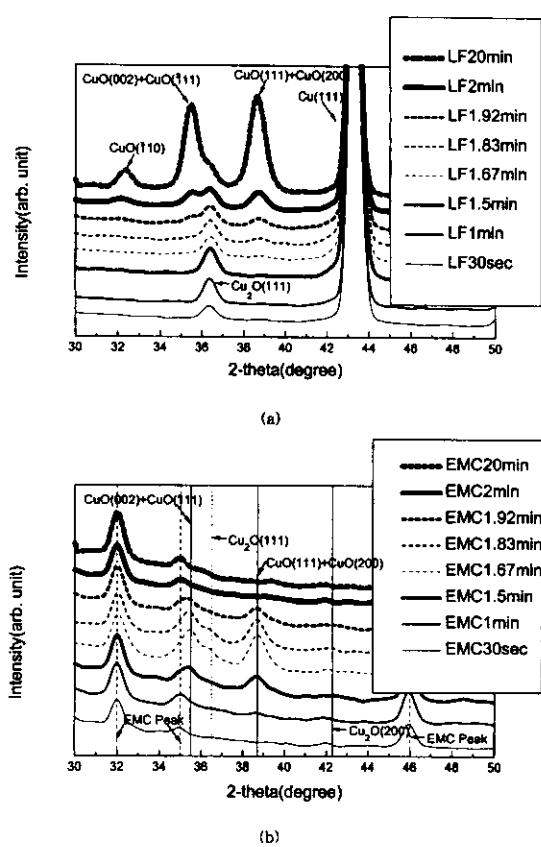


Fig. 1. Glancing-angle XRD results out of the (a) leadframe and the (b) EMC parts after SDCB tests.

3.1.2 SEM 분석

SDCB 실험후의 파면 미세구조를 SEM을 이용하여 관찰하였고, 그 결과를 그림 2에 나타내었다. 먼저 Type A의 파괴경로를 갖는 산화시간 30초의 경우를 살펴보면, 리드프레임의 표면은 30초 동안 흑색산화물 형성용액에서 산화된 리드프레임의 미세구조와 비슷한 미세구조를 가지고 있었고, EMC 표면은 이에 상응하는 미세구조를 가지고 있었다. 이러한 표면 미세구조는 Type B의 파괴경로를 갖는 산화시간 1.83분(1분50초)의 경우에도 비슷한 모양을 하고 있었다.

한편, Type C의 파괴경로를 갖는 산화시간 2분과 20분은 전혀 다른 양상을 보였다. 리드프레임 표면은 앞의 원래 흑색산화물이 형성되었을 경우의 미세구조를 전혀 발견할 수 없었으며, Type A나 Type B의 표면에 비하여 비교적 거친 표면 미세구조를 갖는다는 것을 알 수 있었다.

3.1.3 AFM 분석

산화시킨 리드프레임 표면과 SDCB 실험후에 얻어진 표면에 대하여 AFM(Atomic Force Microscopy)을 이용하여 Ra(average roughness) 값을 측정하였고, 그 결과를 그림 3에 나타내었다. 산화시간 2분전까지는 낮은 값을 보이다가 산화시간 2분이 되면 급격히 값이 증가하며, 산화시간 2분 이후에는 일정한 값을 유지하는 전반적인 경향은 두 경우가 거의 비슷하였으며, 이러한 경향은 접착력과 밀접한 관계가 있었다. 이는 다음과 같이 생각할 수 있다. Type A

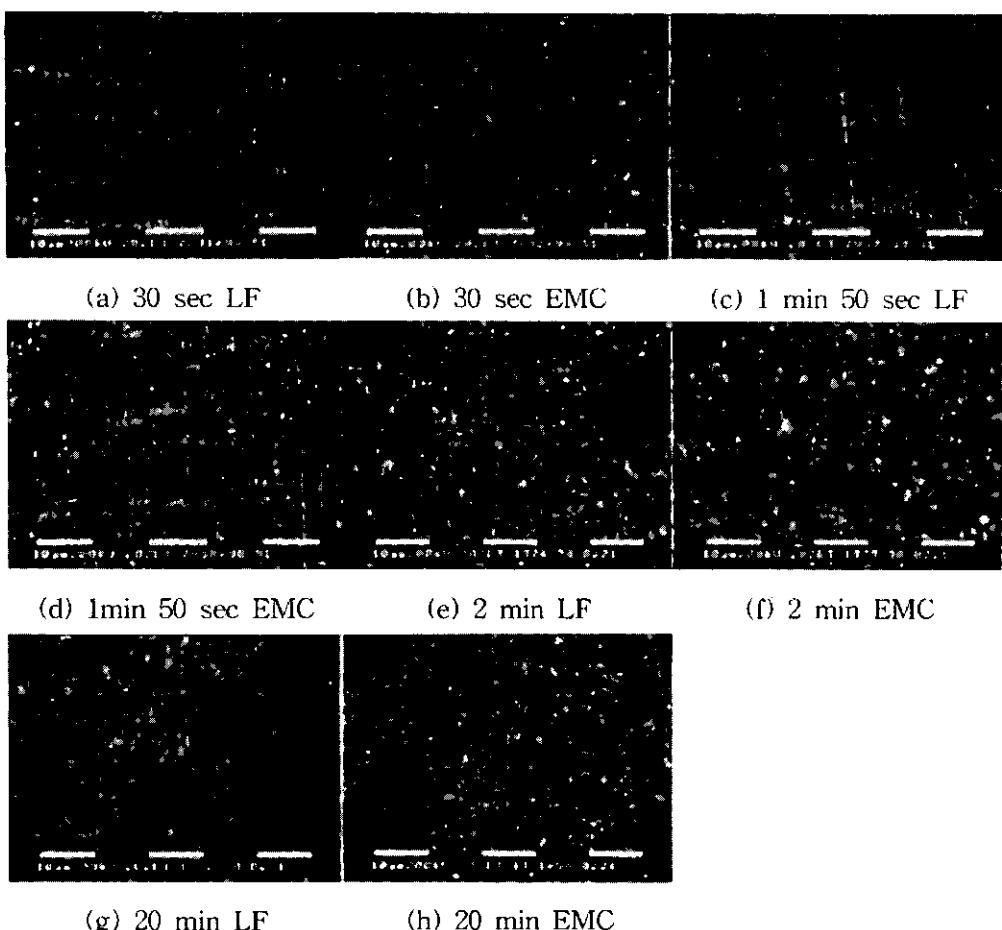


Fig. 2. Fractographs from the leadframe part and the EMC part after SDCB tests.

와 Type B처럼 Cu_2O 가 존재하는 계면 근처에서 파괴가 일어날 경우, 표면은 당연히 Cu_2O 미세구조의 영향을 받아 낮은 Ra값을 보이지만, Type C처럼 CuO 가 존재하는 계면 근처에서 파괴가 일어날 경우에는 CuO 의 미세구조가 그대로 표면에 반영되어 높은 Ra값을 보이는 것으로 생각된다.

Type C의 파괴경로를 갖는다고 추정되는 산화시간 2분인 시편의 표면을 고배율 SEM으로 관찰하였고, 그 결과를 그림 4에 나타내었다. 이 사진에서 바늘모양의 CuO 결정들이 부러져 있는 것을 발견할 수 있으며, 표면이 매우 거칠다는 것을 알 수 있다. 이는 Type C의 파괴가 EMC/ CuO 계면근처에서 일어난다는 좋은 증거이며, 거친 표면의 형성은 EMC가 CuO 결정들 사이로 스며들어 접착했기 때문으로 생각된다.

3.2 SBN 시편의 표면 분석

3.2.1 SEM 분석

SBN 실험후의 표면은 비교적 복잡한 경향을 보였다. 위상각에 따라 다른 표면을 보였으며, 같은 시편에서도 초기 균열선단(crack tip)에서 가까운 부분(near tip region : NTR)과 초기 균열선단에서 먼 부분(far tip region : FTR)의 파괴양상이 달랐다. 그림 5는 $\Psi = 84^\circ$ 에서 파괴가 일어난 경우의 리드프레임 표면을 고배율 SEM으로 관찰한 것이다. 리드프레임 부분과 EMC부분의 요철이 비교

적 잘 일치하는 것을 알 수 있다. 가장 왼편의 검은 부분이 초기 균열이 존재하던 자리인 것을 생각할 때, 어떤 경계를 기준으로 NTR에는 밝은 지역이 많으며, FTR에는 어두운 지역이 많다는 것을 알 수 있다. 여러 가지 위상각($\Psi = 77^\circ, 40^\circ, -22^\circ$)을 갖는 시편의 표면 모두에서 위와 같은 경계선이 발견되었다. 이는 정성적으로 균열이 취화된(temper embrittled) 저탄소강에서 균열이 균열발생부의 계면을 따라가다가 가속되면 벽계(cleavage)파괴로 천이하는 현상과 유사한 동적파괴효과(dynamic fracture effect) 때문으로 생각된다.¹¹⁾ 즉, 그림 6과 같이 위상각의 부호를 정했기 때문에 계면 균열은 양의 위상각에서 리드프레임내부로 칭크되려는 성향을 가지게 된다. 이로 인하여 NCR에서는 리드프레임쪽으로 균열이 편향되어 진행하게 되며, 따라서 파괴경로가 EMC/ CuO 계면 근처보다는 $\text{Cu}_2\text{O}/\text{Cu}$ 계면 근처에 치우치는 것으로 생각된다. 반면에, FCR에서는 균열이 상당히 진전한 상태이어서, 위상각이 증가해 있는 상태이지만¹²⁾, 균열의 진전속도가 워낙 빠르기 때문에 위상각 증가효과가 동적파괴효과에 의하여 상쇄되기 때문에 파괴경로가 EMC/ CuO 계면에 치우치는 것으로 생각된다.

NCR에서 밝은 지역의 면적은 위상각이 감소하면서 감소하였고, 위상각이 음의 부호일 때에는 완전히 소멸하여 없어졌는데, 이는 위상각이 감소함에 따라 mode II 성분이

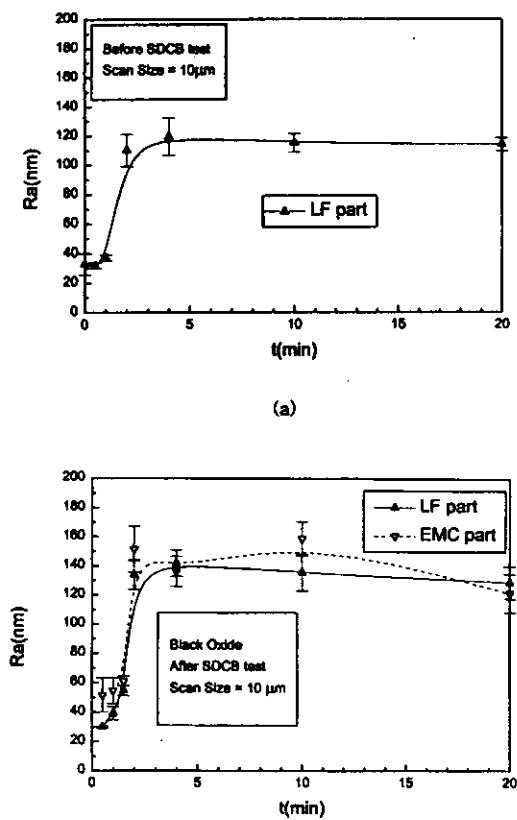


Fig. 3. Variation of surface roughness of (a) before SDCB test and (b) after SDCB test as a function of the oxidation time.

감소하여 균열이 리드프레임쪽으로 칭크되려는 성향이 감소하였기 때문으로 생각된다.

그림 5 (b)의 NCR을 자세히 살펴보기 위하여 확대하여 관찰하였고, 그 결과를 그림 7에 나타내었다. 저배율로 관찰한 사진에서의 밝은 지역과 어두운 지역의 요철이 다르다는 것을 알 수 있다. 즉, 밝은 지역은 비교적 평坦하며 뛰어나왔고, 어두운 지역은 거칠며 안으로 들어가 보인다. 두 지역의 차이점을 좀더 살펴보기 위하여 EDS로 Cu mapping을 하였다. Cu mapping 결과를 살펴보면 밝게 보였던 지역에는 많은 양의 구리가 존재하고, 어둡게 보였던 지역에는 구리가 거의 존재하지 않는다는 것을 알 수 있다. 좀 더 확대하여 관찰해 보면 들어가 보이는 지역에는 많은 작

고 미세한 균열들이 세로 방향(초기 균열선과 같은 방향)과 평행하게 존재하고, 뛰어나와 보이는 지역에는 이러한 균열들이 거의 존재하지 않는다는 것을 알 수 있다. 작고 미세한 균열들이 초기 균열선과 평행하게 존재하고 동시에 생선의 비늘처럼 결이 있는 점, 그리고 구리의 양이 상대적으로 적고 험ollen되어 있다는 점으로 미루어 보아 어두운 지역에서는 주로 파괴가 EMC/CuO계면 근처에서 일어난 것으로 추정된다. 작고 미세한 균열들이 초기 균열선과 평행한 결을 이루고 있는 것은 CuO 결정이 바늘 모양을 하고 있어서 EMC/CuO계면에 많은 흠집(flaw)이 원래부터 존재하고 있었고, 계면파괴가 일어날 때 이러한 흠집들 각각이 하나의 가지균열(branch crack) 역할을 하기 때문에 생각된다.¹³⁾ 한편, 밝은 지역에서는 파면에 구리가 많이 존재한다는 점과 앞으로 돌출되어 있다는 점으로 미루어 보아 파괴가 구리 산화층($Cu_2O + CuO$)의 내부에서 일어난 것으로 추정된다.

3.2.2 AES 분석

밝은 지역과 어두운 지역의 차이를 좀더 자세히 알아보기 위하여 리드프레임부분에 대하여 AES(Auger Electron Spectroscopy) 분석을 하였고, 그 결과를 그림 8에 나타내었다. 어두운 지역은 밝은 지역에 비하여 전반적으로 탄소(C)와 산소(O)가 많은 양 존재하며 훨씬 더 두꺼웠다. 이렇게 많은 양의 탄소와 산소는 각각 EMC와 CuO로부터 온 것으로 생각된다. 밝은 지역의 얇은 두께와 전반적으로 적은 산소의 양이 Cu_2O 와 밀접한 관련이 있을 것으로 생각되었다. 이를 확인하기 위하여 EMC부분에 대하여 AES를 분석하였으며, 그 결과를 그림 9에 나타내었다. EMC부분도 체인 관계로 depth profile 분석은 하지 못하였고, 대신 금(Au)을 얇게 증착하여 표면에 전도성을 부여한 다음 표면 survey만을 행하였다. 따라서, 밝은 지역과 어두운 지역 모두에서 금(Au)이 발견되었으며, 해석할 때 이는 무시하여도 된다. 결과를 살펴보면 밝은 지역에서는 구리(Cu), 산소(O), 염소(Cl)가 발견된 반면 어두운 지역에서는 이러한 원소들이 발견되지 않았다. 한편 탄소(C) peak는 어두운 지역에서 그 크기가 더 커졌는데, 이는 밝은 지역의 탄소는 표면 오염에 기인한 반면 어두운 지역의 탄소는 표면 오염뿐 아니라 EMC자체가 함유하고 있는 탄소에 기인한 것으

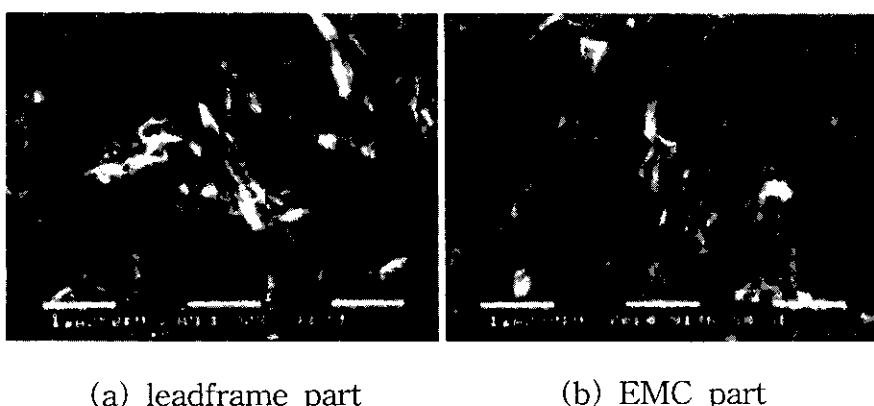


Fig. 4. Magnified images of the (a) leadframe and (b) EMC parts from two-minute oxidized specimen.

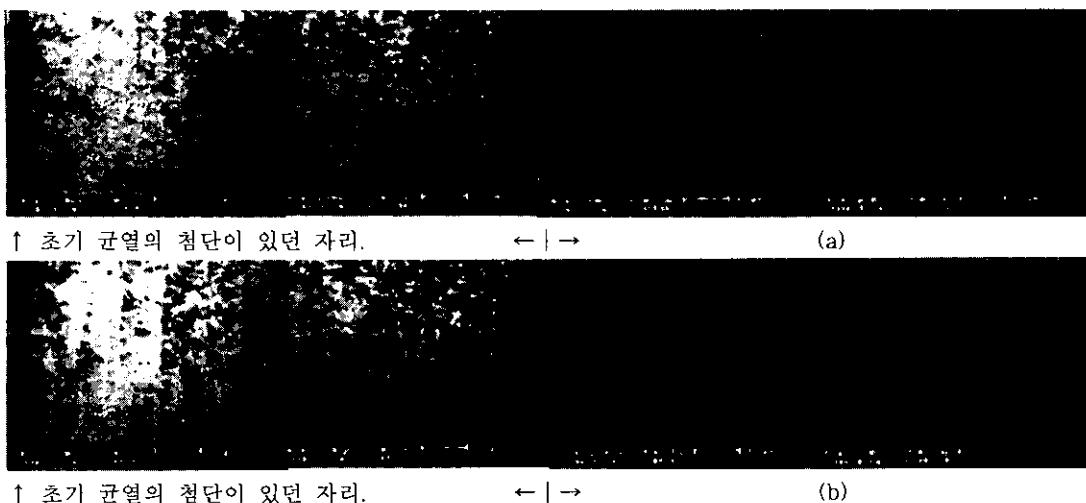


Fig. 5. Fractographs from the (a) leadframe and (b) EMC parts after SBN tests.

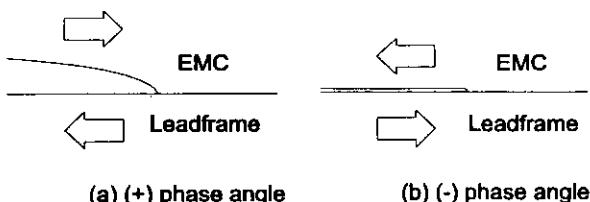


Fig. 6. The sign convention of the phase angle.

로 생각된다.

3.2.3 XRD 분석

SBN 실험후의 표면은 NCR과 FCR이 서로 같지 않기 때문에, XRD 분석에서도 NCR과 FCR을 구별하여 분석하였다. 그림 10 (a)와 (b)에는 리드프레임부분과 EMC 부분의 NCR에 대한 XRD분석 결과를 나타내었다. 그림에서 알 수 있듯이 위상각에 따라 확실히 다른 데이터를 보이고 있다. 이는 다음과 같이 설명할 수 있다. 본 연구에서는 그림 6과 같이 위상각의 부호를 정했기 때문에 위상각이 큰 값을 가질 경우, 균열은 초기에 리드프레임쪽으로 굽어져서 진행하게 된다. 따라서, 초기 균열에서 가까운 NCR에서는 많은 양의 산화물이 떨어져 나가면서 파괴가 일어나게 되는데, 이때 EMC/CuO/Cu₂O/Cu 구조이기 때문에 Cu₂O보다는 CuO가 더 많이 떨어져 나가게 된다. 따라서, 리드프레임부분에 남게 되는 산화물의 양은 상대적으로 CuO는 적은 반면 Cu₂O는 많게 되어, 20분 동안 산화시킨 XRD 데

이터와 다른 전혀 모습을 보이게 된다.⁹⁾ NCR에서 떨어져 나오는 산화물의 양은 위상각이 작아지면서 증가하는 경향을 보이게 되는데, 이는 위상각이 감소하면서 mode II 성분이 적어지기 때문에 균열이 리드프레임쪽으로 굽어져 진행하려는 경향이 감소하기 때문으로 생각된다.

리드프레임부분의 NCR과 붙어 있었던 EMC부분의 NCR은 이와 반대의 상황이 전개된다. 즉, 위상각이 빼는 산화물의 양이 많지만, 위상각이 감소하면서 산화물의 양이 감소하게 된다.

한편, 그림 11 (a)와 (b)에 나타낸 FCR에 대한 XRD 분석 결과를 살펴보면, 리드프레임과 EMC 모두에서 전반적으로 산화물 peak의 크기가 NCR에 비하여 작다는 것을 알 수 있다. EMC부분에서는 $\Psi = -22^\circ$ 를 제외하고는 각 위상각에서 NCR과 FCR간에 명백한 차이를 보이지만, 리드프레임부분에서는 $\Psi = 84^\circ$ 에서 CuO peak와 Cu₂O peak의 상대적인 크기가 다른 것을 제외하고는 각 위상각에서 NCR과 FCR간에 뚜렷한 차이를 발견하기가 힘들었다.

이상의 SEM, EDS, AES 및 XRD 결과를 종합해 보면 어두운 지역의 경우 EMC/CuO 계면 부근의 EMC내에서 파괴가 일어난 것으로 생각되고, 밝은 지역의 경우에는 Cu₂O 내부에서 파괴가 일어난 것으로 생각된다.

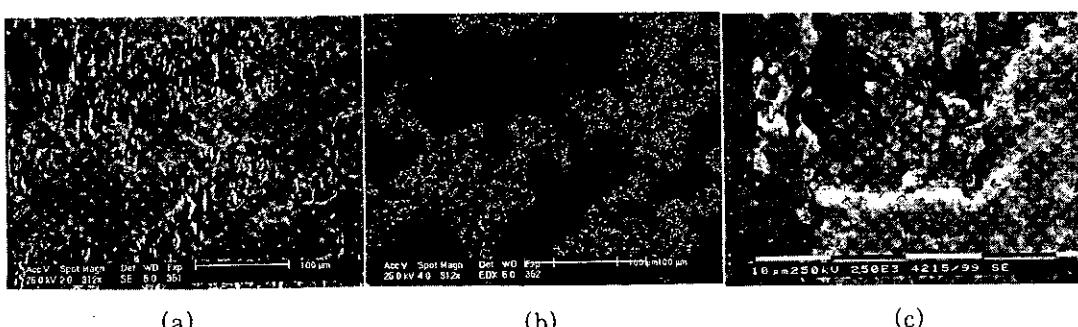


Fig. 7. (a) and (c) are low and high magnified images of the Fig. 5 (b), respectively, and (b) is the Cu mapping image of (a).

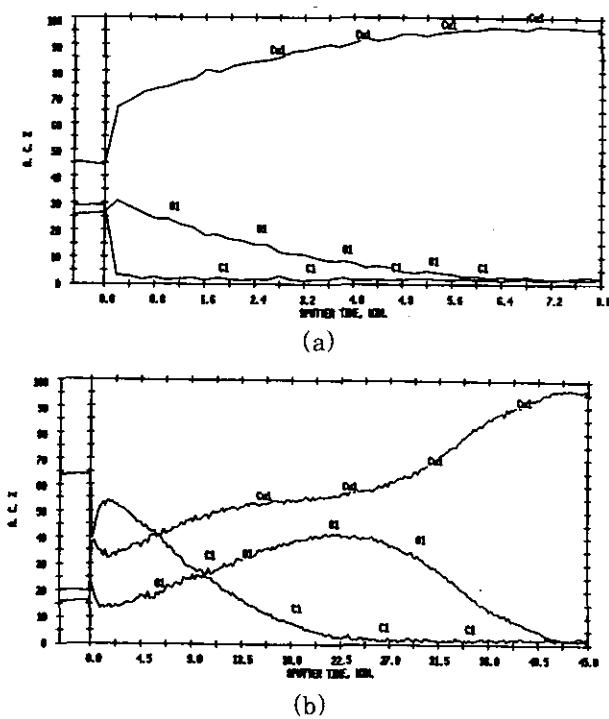


Fig. 8. Auger spectra of (a) bright region and (b) dark region in the leadframe part after SBN tests.

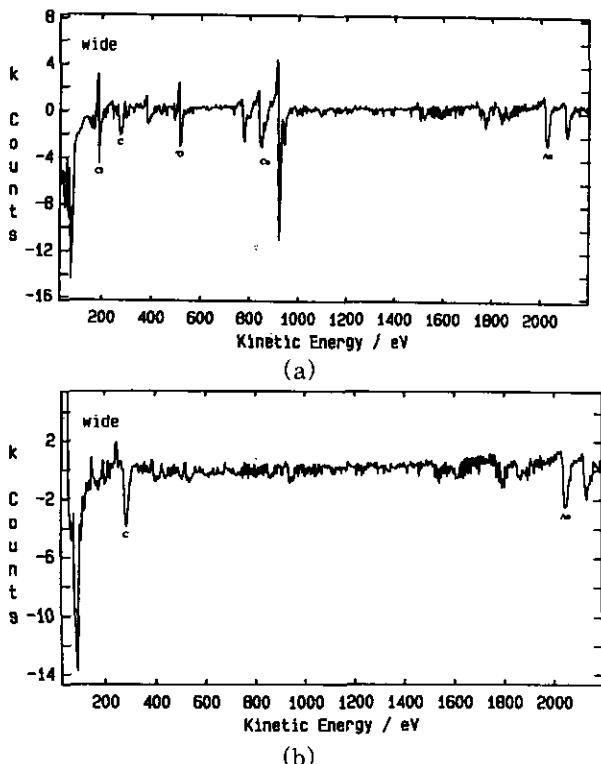


Fig. 9. Auger spectra of (a) bright region and (b) dark region in the EMC part after SBN tests.

4. 결 론

1) SDCB 실험 후의 표면은 파괴되는 양상은 리드프레임의 접착전 표면 산화물 형성 상태와 밀접한 관계가 있었다. 즉, 리드프레임 표면에 Cu_2O 만 존재할 때에는 EMC/

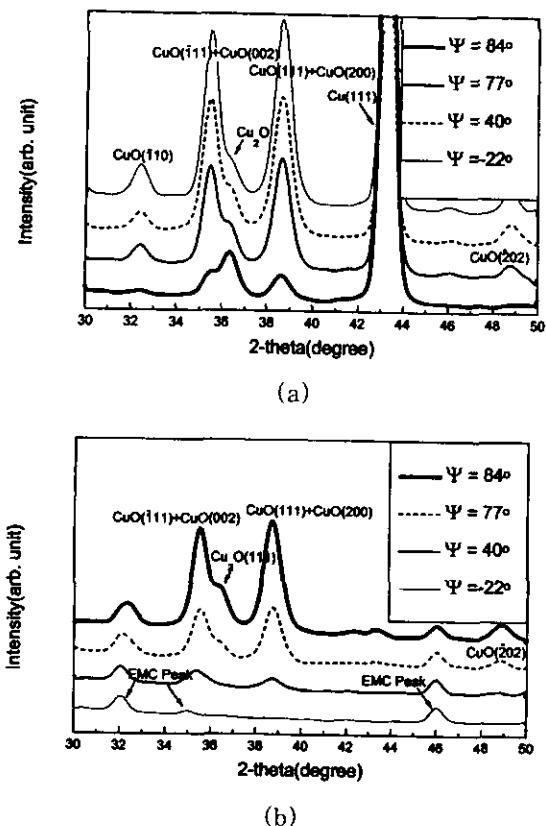


Fig. 10. Glancing-angle XRD out of the near tip region: (a) leadframe part and (b) EMC part after SBN tests.

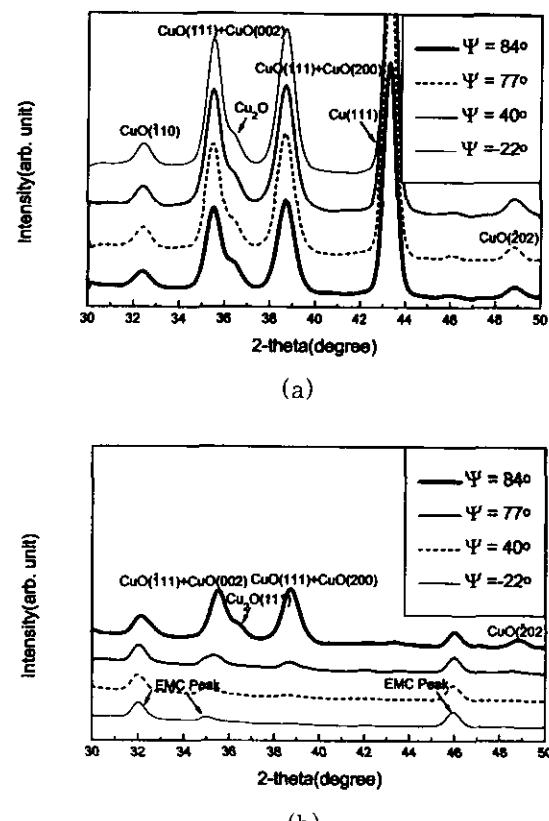


Fig. 11. Glancing-angle XRD out of the far tip region: (a) leadframe part and (b) EMC part after SBN tests.

Cu_2O 계면 근처에서 파괴가 일어났으며, 리드프레임 표면에 Cu_2O 와 CuO 가 함께 존재할 때에는 $\text{CuO}/\text{Cu}_2\text{O}$ 계면에서 파괴가 일어났고, 리드프레임 표면을 CuO 가 완전히 덮어버렸을 경우에는 EMC/ CuO 계면 근처에서 파괴가 일어났다.

2) SBN 실험 후의 파면은 균열에서 가까운 부분과 먼 부분으로 나누어지는 특징을 보였는데, 이는 동적 파괴 효과 (dynamic fracture effect)에 기인하는 것이라 생각된다.

3) SBN 실험 후의 리드프레임과 EMC파면 모두에는 밝은 지역과 어두운 지역이 함께 존재하였으며, 그 모양이 서로 잘 일치하였다.

4) 밝은 지역은 초기 균열에서 가까운 곳에 집중되어 있었고, 위상각이 감소하면서 점차 감소하였으며, 위상각이 음의 부호일 때에는 완전히 소멸하여 없어졌다. 이는 위상각이 감소함에 따라 mode II 성분이 감소하여 균열이 리드프레임쪽으로 킹크되려는 성향이 감소하였기 때문으로 생각된다.

5) SEM, EDS, AES 및 XRD 결과를 종합해 볼 때 밝은 지역의 경우에는 Cu_2O 내부에서 파괴가 일어난 것으로 추정되고, 어두운 지역의 경우 EMC/ CuO 계면 부근의 EMC내에서 파괴가 일어난 것으로 추정된다.

참 고 문 헌

1. G.S. Ganesan and H.M. Berg, IEEE Trans. CHMT., **16**, 940 (1993).
2. M. Adachi, S. Ohuchi and N. Totsuka, IEEE Trans. CHMT., **16**, 550 (1993).
3. A.A.O. Tay, G.L. Tan, and T.B. Lim, IEEE Trans. CPMT-Part B, **17**, 201 (1994).
4. J. Sauber, L. Lee, S. Hsu and T. Hongsmatip, IEEE Trans. CPMT-Part A, **17**, 533 (1994).
5. C.Q. Cui, H.L. Tay, T.C. Chai, R. Gopalakrishnan and T.B. Lim, 48th Electronic Components and Technology Conf., 1162 (1998).
6. B.H. Moort, H.Y. Yoo and K. Sawada, Proc. 48th Electronic Components and Technology Conf., 1148 (1998).
7. C. Kembell, Adhesion, D.D. Eley, Oxford University Press, London, 19 (1961).
8. H.K. Yun, K. Cho, J.H. An and C.E. Park, J. Mater. Sci., **27**, 5811 (1992).
9. H.Y. Lee and Jin Yu, J. Kor. Inst. Met. & Mater., **38**, 480 (2000).
10. Z. Suo and J.W. Hutchinson, Materials Science and Engineering, **A107**, 135 (1989).
11. J. Yu and C.J. McMahon, Jr., Met. Trans., **16A**, 1325 (1985).
12. J.-S. Wang and Z. Suo, Acta Metall. Mater., **38**, 1279 (1990).
13. M.-Y. He, A. Bartlett and A.G. Evans, J. Am. Ceram. Soc., **74**(4), 767 (1991).