

ALVARO AFFONSO PASCHOAL QUEIROZ

MÉTODO DE MEDIDA DE TENSÕES
RESIDUAIS EM FILMES FINOS ATRAVÉS
DE NANOINDENTAÇÃO

**Escola Politécnica da Universidade
de São Paulo.
Trabalho de Graduação em
Engenharia Mecânica.**

**Orientador:
Prof. Dr. Roberto Martins de Souza**

**São Paulo
2002**

ALVARO AFFONSO PASCHOAL QUEIROZ

MÉTODO DE MEDIDA DE TENSÕES
RESIDUAIS EM FILMES FINOS ATRAVÉS
DE NANOINDENTAÇÃO

Escola Politécnica da Universidade
de São Paulo.
Trabalho de Graduação em
Engenharia Mecânica.

Orientador:
Prof. Dr. Roberto Martins de Souza

São Paulo
2002

AGRADECIMENTOS

Aos professores da Escola Politécnica Amilton Sinatora, Deniol Tanaka e Roberto Martins de Souza, que tanto me ajudaram e ensinaram ao longo do curso.

À minha família e aos meus amigos, pelo incentivo e apoio dado nos momentos dificeis.

Aos meus colegas de turma, cuja cooperação foi de fundamental importância na busca de meus objetivos e conclusão do curso.

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	1
2. DETERMINAÇÃO DAS PROPRIEDADES DOS MATERIAIS POR NANOINDENTAÇÃO.....	6
2.1. Determinação do módulo de elasticidade E.....	7
2.2. Determinação da dureza.....	10
3. AVALIAÇÃO DAS TENSÕES RESIDUAIS.....	12
4. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL.....	13
5. RESULTADOS EXPERIMENTAIS.....	15
6. ANÁLISE DOS RESULTADOS EXPERIMENTAIS	18
7. COMENTÁRIOS FINAIS E CONCLUSÃO	19
8. ANEXO A – Curvas de indentaçao para os pontos da amostra 2.....	20
9. LISTA DE REFERÊNCIAS	28

1. INTRODUÇÃO

Um dos fatores freqüentemente considerados na seleção de materiais para ferramentas de corte é a resistência ao desgaste que as mesmas apresentam. O estudo do desgaste é de extrema importância para a indústria, uma vez que o mesmo representa perdas de produtividade, aumento de custos e comprometimento da qualidade das peças. Desta forma, torna-se útil o conhecimento dos mecanismos de desgaste, assim como dos fatores que o influenciam.

Entretanto, este comportamento tribológico das ferramentas é extremamente complexo, pois é determinado por diversos fatores, como, por exemplo, as propriedades mecânicas dos corpos em contato e as características (carga, velocidade) da aplicação à qual a ferramenta se destina.

Além disso, um outro fator que exerce um efeito importante sobre o comportamento tribológico de ferramentas de corte é a presença de tensões residuais. No caso de ferramentas revestidas por um filme (ou filmes) cerâmico, as tensões residuais podem ser de três tipos principais: (i) tensão epitaxial; (ii) tensão intrínseca e (iii) tensão térmica. As duas primeiras são geradas durante o processo de deposição do filme. Já a tensão térmica é gerada durante o resfriamento da ferramenta, após a deposição, e é devida à diferença entre os coeficientes de dilatação térmica do filme e do substrato. Para revestimentos da ordem de micrometros, as tensões epitaxiais normalmente são de baixa intensidade e, a princípio, podem ser desprezadas [1]. Entretanto, para os outros dois casos, o módulo das tensões residuais pode atingir valores elevados, principalmente em situações onde os filmes são obtidos via deposição física do vapor (PVD – Physical Vapor Deposition). Por exemplo, no caso de ferramentas recobertas por PVD, tensões residuais compressivas com módulo superior a 1 GPa são freqüentemente observadas nos filmes finos. Esse fato torna particularmente importante a influência das tensões residuais no desgaste das ferramentas [2].

Na maioria das vezes, as tensões residuais em filmes produzidos por PVD são compressivas. Porém, sua magnitude pode variar ao longo de uma ampla faixa, podendo chegar a valores de tração [1].

Quanto à sua relação com o desgaste, acredita-se que tensões residuais compressivas podem aumentar a resistência ao desgaste de ferramentas. A literatura apresenta algumas explicações para esta correlação entre tensões residuais compressivas e boa resistência ao desgaste. Em alguns casos [3], admite-se apenas que a penetração de uma partícula abrasiva é tanto menor quanto mais compressivas forem as tensões residuais do revestimento. Sendo assim, esta menor penetração leva apenas à deformação plástica do revestimento, que é um mecanismo associado a taxas de desgaste cerca de dez vezes inferiores às apresentadas em casos onde a penetração é mais profunda e associada a mecanismos de fratura do revestimento.

Outro modelo, proposto por Gunnars e Alahelisten [3], é ligeiramente diferente. Por este modelo, o desgaste de revestimentos submetidos a tensões compressivas ocorre progressivamente ao longo das etapas I, II e III indicadas na Fig. 1 [3]. No início (etapa I), a existência de asperezas na superfície das amostras leva à concentração de tensões e ao aparecimento de trincas superficiais que tendem a se propagar para dentro da amostra. Porém, quando a trinca inicia sua propagação, passa a encontrar regiões submetidas a tensões de compressão, que tendem a redirecionar a propagação para uma direção paralela à superfície (etapa II). Como resultado, a propagação de trincas paralelas à superfície provoca o aparecimento de superfícies cada vez mais livres de asperezas e que, portanto, devido à diminuição dos fatores concentradores de tensão, apresentam menor probabilidade de nucleação de novas trincas.

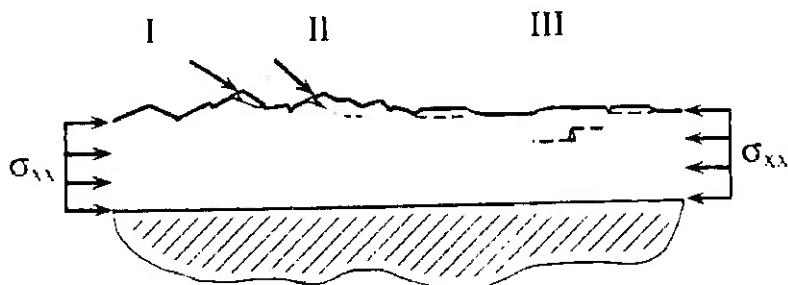


Fig. 1 – Evolução do desgaste de revestimentos frágeis submetidos a tensões residuais compressivas, de acordo com o modelo proposto por Gunnars e Alahelisten [3].

É errado supor, porém, que não haja um limite para o aumento das tensões residuais compressivas, a partir do qual a resistência ao desgaste das amostras ficaria prejudicada. Resultados da literatura mencionam o fato de altas tensões residuais compressivas próximas à interface entre filme e substrato estarem associadas à flambagem do revestimento (Fig. 2 [4]), comprometendo a adesão e diminuindo a resistência ao desgaste. Portanto, pode-se supor que uma representação apropriada para a relação entre tensões residuais e desgaste deva ser conforme a esquematizada na Fig. 3 [5].

Desta forma, torna-se de estrema importância a avaliação das tensões residuais presentes em ferramentas revestidas. Tradicionalmente, duas técnicas têm sido mais utilizadas para essas avaliações. A primeira dessas técnicas é um método baseado na medida de deformações macroscópicas devido às tensões residuais. Por se tratar de tensões de módulo elevado, as tensões presentes nos filmes são, por vezes, capazes de ocasionar uma curvatura da amostra com um todo, a qual é medida para fornecer um valor médio da tensão residual presente em todo o filme [2, 6].

Alternativamente, as tensões residuais têm sido calculadas utilizando-se a difração de raios-X. Neste caso, aplicam-se as técnicas conhecidas por $\text{sen}^2\psi$, nas quais altera-se a inclinação da amostra em relação ao feixe de raios-X que incide sobre a mesma, de forma que a difração passa a ser obtida a partir de planos cristalinos que não estão paralelos à superfície da amostra. Teoricamente, além de possibilitar uma maior precisão nas medidas, as técnicas de difração permitem identificar a presença de tensões de cisalhamento, ou ainda a presença de gradientes de tensão ao longo da direção perpendicular à interface entre o filme e o substrato [2].

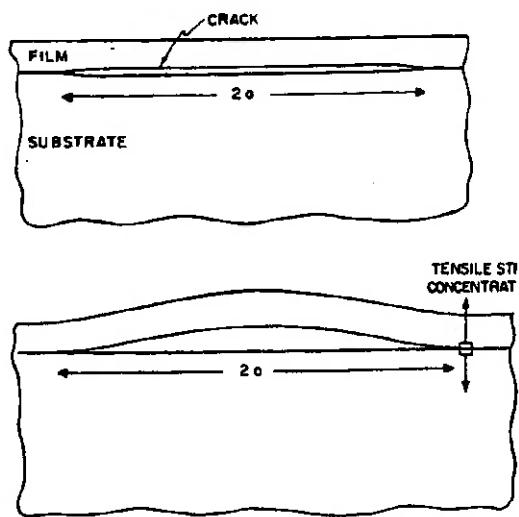


Fig. 2 – Flambagem do revestimento devido à forte tensão residual [4].

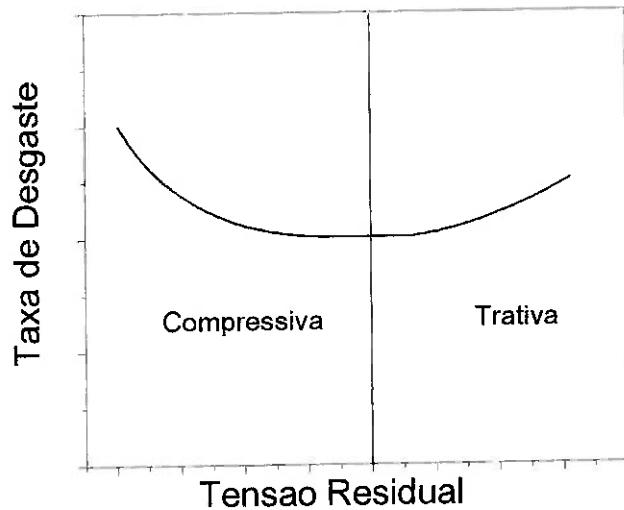


Fig. 3 – Representação esquemática da taxa de desgaste em função da tensão residual [5].

Recentemente, um novo método para medida de tensões residuais foi proposto por Suresh e Giannakopoulos [7, 8]. Neste caso, as tensões residuais podem ser medidas a partir de curvas de indentaçāo dinâmica, nas quais monitora-se a carga aplicada em função da profundidade de penetração de um indentador com geometria conhecida. O mesmo monitoramento é feito durante o descarregamento da amostra.

Desta forma, obtém-se curvas semelhantes à da Figura 4 [9]. A vantagem, neste caso, é a possibilidade teórica de que as indentações sejam realizadas em diferentes pontos da amostra, possibilitando um mapeamento das mesmas ao longo da superfície.

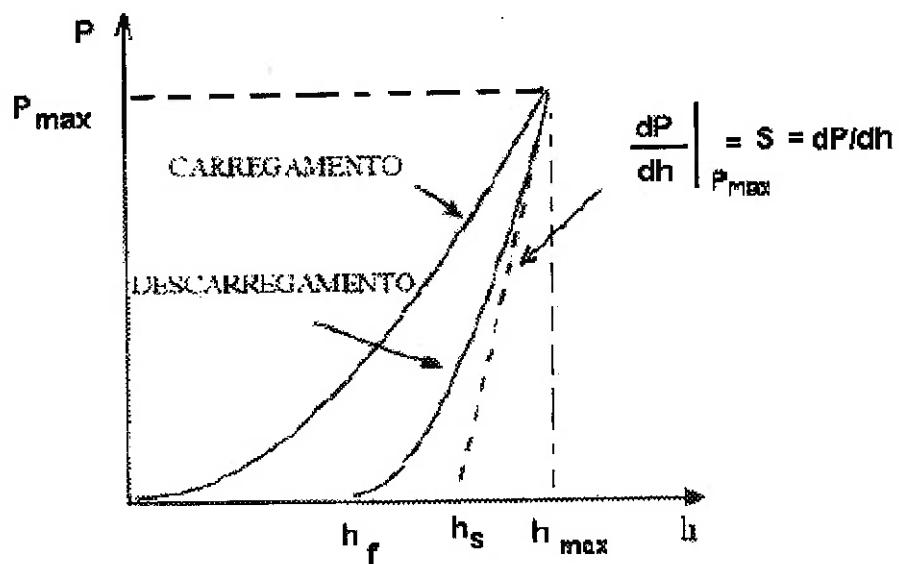


Figura 4 – Curva característica de indentações dinâmicas [9]

Sendo assim, o objetivo deste trabalho é estudar e desenvolver uma metodologia para a avaliação qualitativa de tensões residuais em ferramentas de corte revestidas com filmes finos através do método de indentações dinâmicas.

2. DETERMINAÇÃO DAS PROPRIEDADES DOS MATERIAIS POR NANOINDENTAÇÃO

Diversas propriedades mecânicas dos materiais, como a dureza e o módulo de elasticidade, podem ser obtidas através da nanoindentação. Por permitir a realização de testes em escalas bastante pequenas, esta técnica é bastante empregada quando se deseja obter as propriedades de filmes finos, revestimentos, mídias de disco rígido para gravação magnética, etc. Isto porque, por permitir que se trabalhe com profundidades reduzidas, de até 20 nm, o efeito do substrato é isolado, não sendo necessária a remoção do mesmo.

Além disso, o método dispensa a utilização da microscopia eletrônica para medição de parâmetros geométricos da impressão digital.

2.1. Determinação do módulo de elasticidade E

Para a determinação da dureza e do módulo de elasticidade do material, a parte da curva de indentação a ser analisada é a de descarregamento.

Considerando-se que durante o alívio inicial a área de contato entre o penetrador e a amostra permaneça constante, o módulo de elasticidade E do revestimento pode ser calculado diretamente a partir da tangente de descarregamento inicial, dP/dh , desde que conhecido o coeficiente de Poisson ν e a área de contato A_c , que pode ser determinada independentemente em função da profundidade de contato h_c . A equação que relaciona a tangente de descarregamento e o módulo E é a equação de Sneddon [9]:

$$\frac{dP}{dh} = \frac{2}{\pi} \sqrt{A_c} \frac{E}{(1-\nu^2)} \quad (1)$$

Entretanto, o módulo de elasticidade do indentador não é infinito. Sendo assim, a equação acima deve ser expressa em termos do conjunto amostra/indentador (E_r), relacionados pela equação de Herz [9]:

$$\frac{1}{E_r} = \frac{(1-\nu^2)}{E} + \frac{(1-\nu_i^2)}{E_i} \quad (2)$$

Além disso, a equação de Sneddon é válida para o caso de indentações de um plano por punção cilíndrico. Para penetradores de simetria não axial, R. B. King, com o auxílio de elementos finitos, determinou um fator de correção β para ser aplicado na equação de Sneddon [9]. Esse fator assume valores que dependem da geometria do punção, sendo $\beta=1.0124$ para penetrador Vickers, 1.034 para indentador Berkovich e 1 para penetradores de base circular, como esferas e cones. Com isso, a equação 1 pode ser reescrita como:

$$E_r = \beta \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{S}{\sqrt{A_c}} \quad (3)$$

onde $S = dP/dh$ é chamado de Rigidez de Contato

Para a determinação da área de contato A_c , é necessário primeiro conhecer os principais parâmetros geométricos que são utilizados nas análises. As Figuras 5 e 6 [9] mostram esses parâmetros:

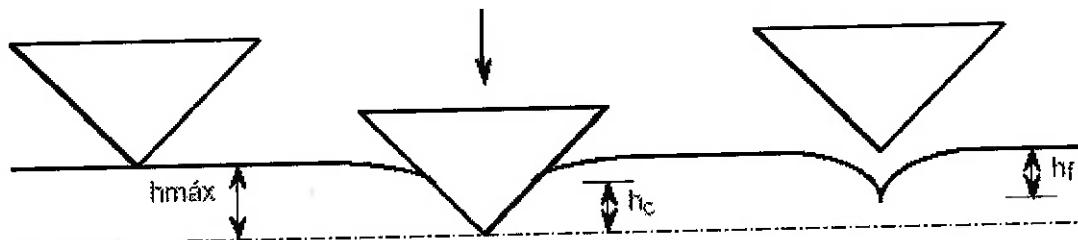


Figura 5 – Perfis da superfície antes, durante e após as indentações [9].

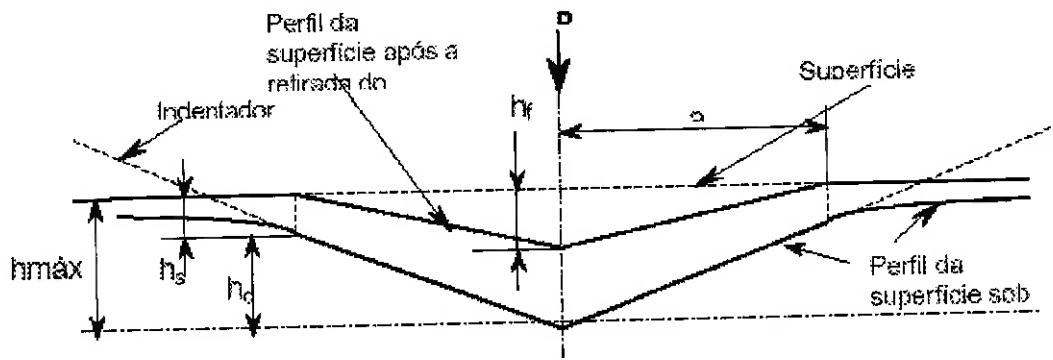


Figura 6 – Principais parâmetros geométricos utilizados nas análises das curvas de nanoindentação [9]

Nas figuras acima, “hmáx” corresponde à profundidade máxima de indentação, “a” à semi-diagonal residual projetada na superfície, “hf” à profundidade residual, “hc” à profundidade de contato e “hs” à profundidade de deflexão da superfície ao redor do perímetro de contato penetrador/superfície da amostra.

Para uma curva de indentação conforme a mostrada na Figura 4, tem-se que

$$h_c = h_{máx} - h_s \quad (4)$$

onde :

$$h_s = \varepsilon \frac{P_{máx}}{dP/dh} \quad (5)$$

Uma vez obtido h_c , basta substituí-lo na função de área do indentador, que pode ser obtida por calibração [10], para se obter a área A_c .

Já a rigidez de contato S pode ser obtida ajustando-se a curva de descarregamento de $P(h)$ e calculando o valor de sua derivada no ponto $h=h_{máx}$. Substituindo os valores acima calculados na expressão 3, obtém-se o módulo E_r e, com ele, o módulo de elasticidade do revestimento da amostra.

2.2. Determinação da dureza

Dureza Vickers (HV):

A Dureza Vickers é baseada na área projetada da impressão residual A_{vickers} , determinada com base nas diagonais de indentação:

$$HV = \frac{P}{A_{\text{vickers}}} \quad (6)$$

Expressando a área projetada de contato A_c em termos da diagonal projetada d na altura de contato, tem-se:

$$A_c = \frac{1}{2} d^2 \quad (7)$$

Substitui-se então a expressão (6) em (3), isola-se d :

$$d = \beta \frac{S}{E_r} \sqrt{\frac{\pi}{2}} \quad (8)$$

Como, para o indentador Vickers, o ângulo de ponta vale 136° , a área projetada A_{vickers} é dada por:

$$A_{\text{vickers}} = \frac{d^2}{1,8544} \quad (9)$$

Dureza Universal (HU):

A Dureza Universal, também conhecida como dureza sob carregamento, pode ser determinada dinamicamente a partir das informações das curvas de indentação dinâmica.

Nesse caso, diferentemente da dureza Vickers, a área considerada no cálculo é a área projetada associada à profundidade de indentação máxima ($h_s + h_c$), sendo então dada por:

$$HU = \frac{P_{máx}}{A_{máx}} \quad (10)$$

A área máxima de contato para o cálculo de HU, por sua vez, também pode ser obtida a partir da função de área do indentador, mas em vez de “ h_c ” se utiliza “ $h_{máx}$ ” [9].

3. AVALIAÇÃO DAS TENSÕES RESIDUAIS

Com base nas curvas de indentações dinâmicas, é possível avaliar qualitativamente as tensões residuais presentes nas amostras. Isso se deve ao fato de que, para amostras com tensões compressivas, necessita-se de maiores cargas para se obter uma mesma profundidade de penetração, conforme mostrado na figura 7 [7]. Do mesmo modo, para o caso de tensões trativas, menores cargas são necessárias para se obter a mesma profundidade de penetração. Desta forma, em um grupo de amostras, é possível classificá-las na ordem da maior tensão compressiva para a maior tensão trativa.

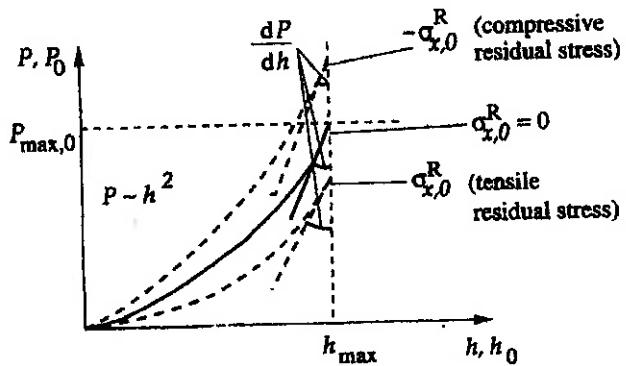


Figura 7 – Curva de nanoindentação e sua relação com tensões residuais [7]

4. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Como amostras para o desenvolvimento dos ensaios experimentais para verificação das tensões residuais, optou-se pela utilização de ferramentas comerciais de metal duro (WC-Co), na classe P20, com geometria triangular, positivas, com aresta de 16 mm, espessura de 3 mm e raio de ponta de 0,8 mm (geometria TPGN 160308).

Essas amostras foram enviadas à Brasimet Indústria e Comercio S.A., onde foram revestidas em três diferentes corridas de deposição, cada uma das quais utilizando diferentes parâmetros para deposição de filmes de nitreto de titânio (TiN) por PVD. Como o foco deste trabalho é o método de análise das amostras, e não como as tensões são obtidas, não se entrará em maiores detalhes sobre as deposições. As amostras obtidas foram denominadas amostras 2, 6 e 8, de acordo com as condições de deposição utilizadas.

Em seguida, foram realizadas as indentações dinâmicas nas superfícies de três amostras revestidas em cada uma das corridas. O equipamento utilizado nessas medidas foi o Fishescope ® HV100 (Figura 8), com indentador de geometria Vickers. A seqüência de indentação foi a mesma para todos os casos: aproximação, carregamento até a carga máxima (30mN) em sessenta incrementos de 0,1 segundo, manutenção da aplicação da carga máxima durante 20 segundos, e descarregamento total em cem incrementos de 0,1 segundo.

É importante registrar que a utilização de uma carga máxima baixa, de 30mN, é feita para que a máxima profundidade atingida pelo penetrador seja limitada em aproximadamente um décimo da espessura do revestimento, que é de 3 μm . Desta forma, evita-se que os resultados obtidos para o filme sejam influenciados pelo substrato.

Os pontos onde as indentações foram feitas nas amostras estão indicados de forma esquemática na Figura 9, sendo que nove indentações foram realizadas em cada um destes 19 pontos.

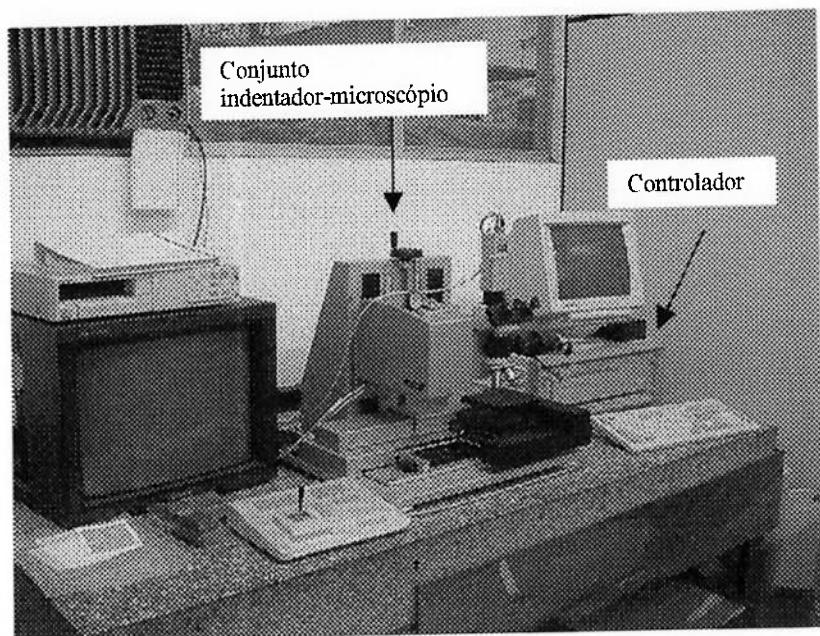


Figura 8 – Equipamento de Indentações Dinâmicas.

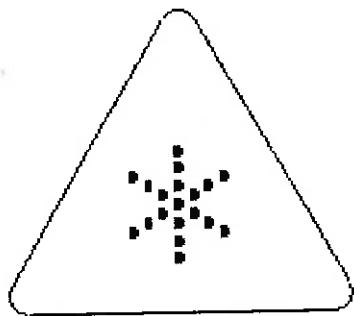


Figura 9 – Desenho esquemático da localização dos pontos onde foram feitas as indentações

Os pontos estão distribuídos sobre as mediatrizes de cada um dos lados e, consequentemente, também sobre as bissetrizes, em três diferentes distâncias a partir do centro. O objetivo de se fazer mais de uma medida para cada ponto a ser avaliado é possuir mais dados para um tratamento estatístico, permitindo uma maior confiabilidade nos resultados obtidos.

5. RESULTADOS EXPERIMENTAIS

Os ensaios com as três amostras foram realizados conforme os procedimentos acima, e as curvas obtidas foram colocadas em gráficos para cada um dos pontos, em cada uma das amostras. Os gráficos com as curvas de indentação para cada um dos pontos da amostra 2 estão no *Anexo A* deste trabalho. Foram obtidos ainda, o valor da profundidade máxima de penetração, em micrometros, e do Módulo de Elasticidade reduzido $E/(1-v^2)$, em GPa, e do trabalho elástico realizado na indentação (W_e). Os valores de $H_{máx}$ e de W_e foram fornecidos diretamente pelo equipamento, enquanto os valores do módulo elástico do material foram calculados conforme a teoria apresentada anteriormente (Equação (3)). As médias desses resultados para cada amostra, em função da distância do ponto em relação ao centro, são apresentados na Tabela 1:

Tabela 1 – Resultados das indentações dinâmicas

Amostra #	Dist. ao centro [d/a]	hmáx [μm]		E/(1-v ²) [Gpa]		W _e	
		média	Incerteza	média	Incerteza	média	Incerteza
2	0	0,233	0,083	458,9	113,3	1,446	0,253
2	0,33	0,231	0,018	451,6	44,6	1,505	0,320
2	0,66	0,240	0,015	451,0	63,9	1,469	0,237
2	1	0,226	0,017	504,7	124,5	1,442	0,201
6	0	0,275	0,046	375,3	52,2	1,378	0,124
6	0,33	0,281	0,017	361,0	22,5	1,393	0,164
6	0,66	0,283	0,026	364,1	41,9	1,386	0,181
6	1	0,274	0,027	399,0	64,9	1,350	0,169
8	0	0,247	0,008	382,4	73,0	1,542	0,189
8	0,33	0,277	0,035	398,2	52,5	1,417	0,268
8	0,66	0,265	0,029	440,6	84,9	1,371	0,255
8	1	0,255	0,037	443,8	37,6	1,509	0,235

Os valores mostrados na tabela acima foram colocados em um gráfico de *Profundidade Máxima de Penetração do Indentador X Distância em Relação ao Centro* (Figura 10), em outro *Módulo de Elasticidade X Distância em Relação ao Centro* (Figura 11), e por último em um de *Trabalho Elástico X Distância em Relação ao Centro* (Figura 12), e são mostrados abaixo:

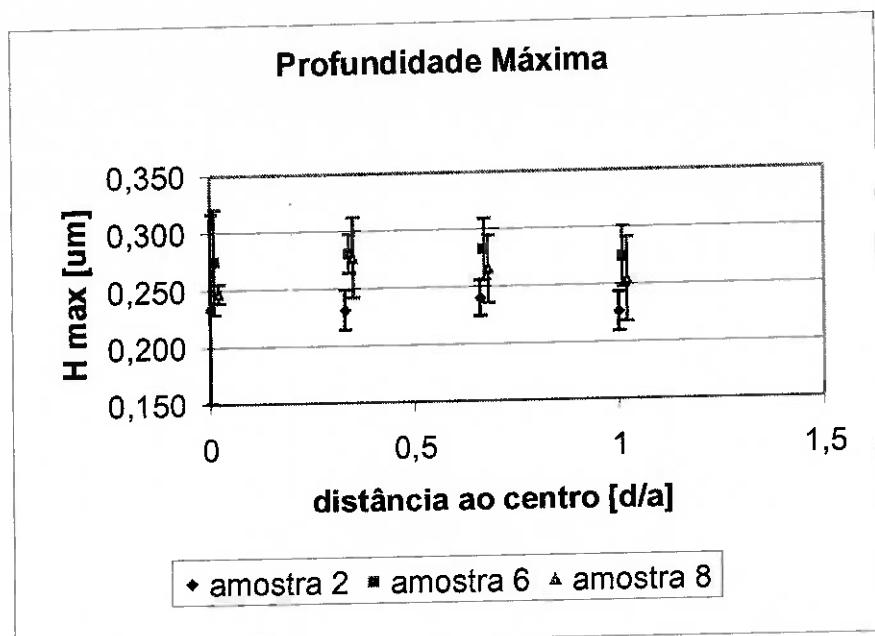


Figura 10 – Profundidade de Penetração X Distância ao Centro.

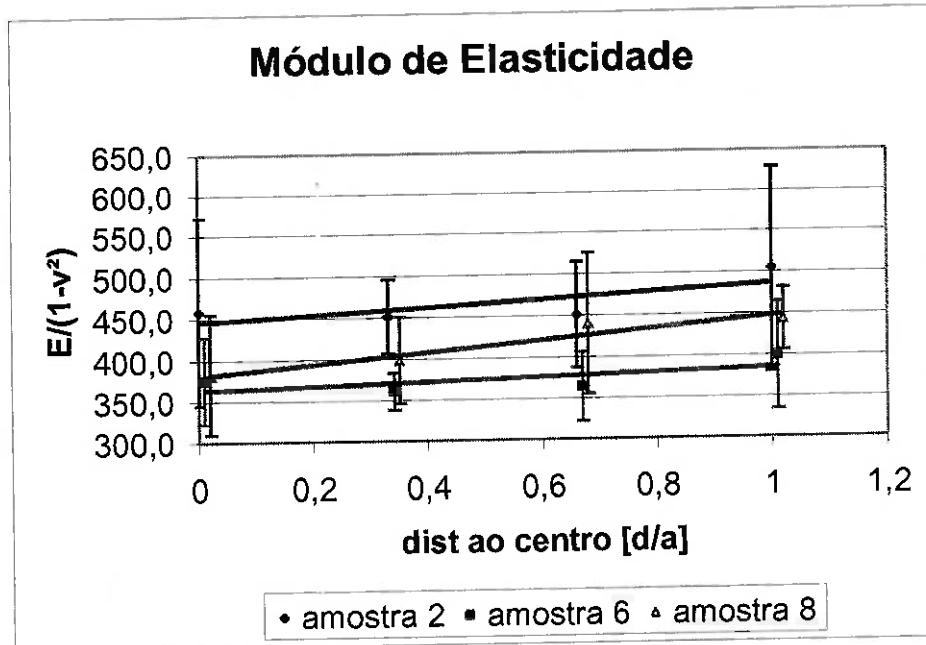


Figura 11 – Módulo de Elasticidade X Distância ao Centro.

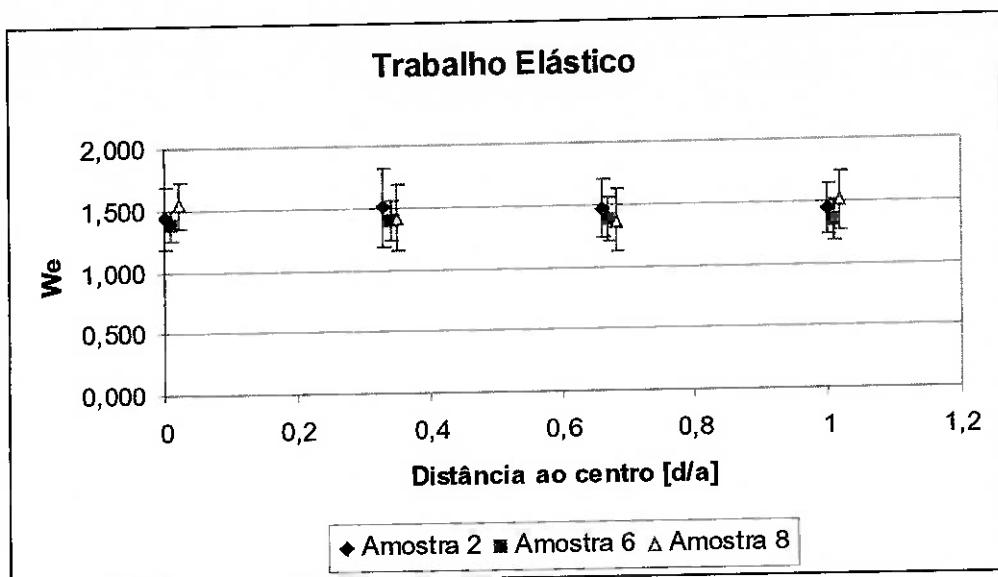


Figura 12 - Trabalho Elástico X Distância em Relação ao Centro

6. ANÁLISE DOS RESULTADOS EXPERIMENTAIS

Inicialmente, desejava-se medir as tensões residuais em regiões próximas à aresta de corte, pois é a região que efetivamente trabalha na ferramenta. Infelizmente, isto não foi possível, pois o equipamento não permite [11].

Sendo assim, optou-se por estudar o centro da amostra. Entretanto, seria de se esperar que nada ocorresse, pois alterações mais significativas das propriedades devem ocorrer em regiões próximas à borda. Isso realmente foi verificado, com exceção do módulo de elasticidade da amostra 8, que apresenta tendência de crescimento a medida que as indentações se afastam do centro da amostra.

Em termos dos valores de tensão residual, a Figura 10 indica que as profundidades de penetração foram sistematicamente menores para a amostra 2. Seguindo-se a análise mostrada na Figura 7, isso significaria tensões residuais menos compressivas nestas amostras. Entretanto, é importante observar que a análise mostrada na Figura 7 é válida para amostras com o mesmo módulo de elasticidade, o que, em parte, não ocorre neste caso. No caso de amostras com módulos de elasticidade diferentes, seria esperado que, para mesmos valores de carga e profundidade de penetração do indentador, as amostras com menor valor de E possuiriam tensões residuais mais compressivas, pois a carga necessária para a obtenção de uma mesma profundidade seria igualada devido a um acréscimo de resistência associado às tensões compressivas [11]. Seguindo esse raciocínio, os filmes da corrida 2 novamente apresentariam tensões menos compressivas, pois possuem maior valor de E . Entretanto, a profundidade de penetração do indentador para essa amostra é menor em relação às outras amostras.

Sendo assim, não é possível afirmar que a amostra 2 realmente possua tensões residuais menos compressivas, pois possivelmente a necessidade de uma carga maior para que a amostra 2 alcançasse uma mesma profundidade de indentação está relacionada ao maior módulo de elasticidade da mesma.

7. COMENTÁRIOS FINAIS E CONCLUSÃO

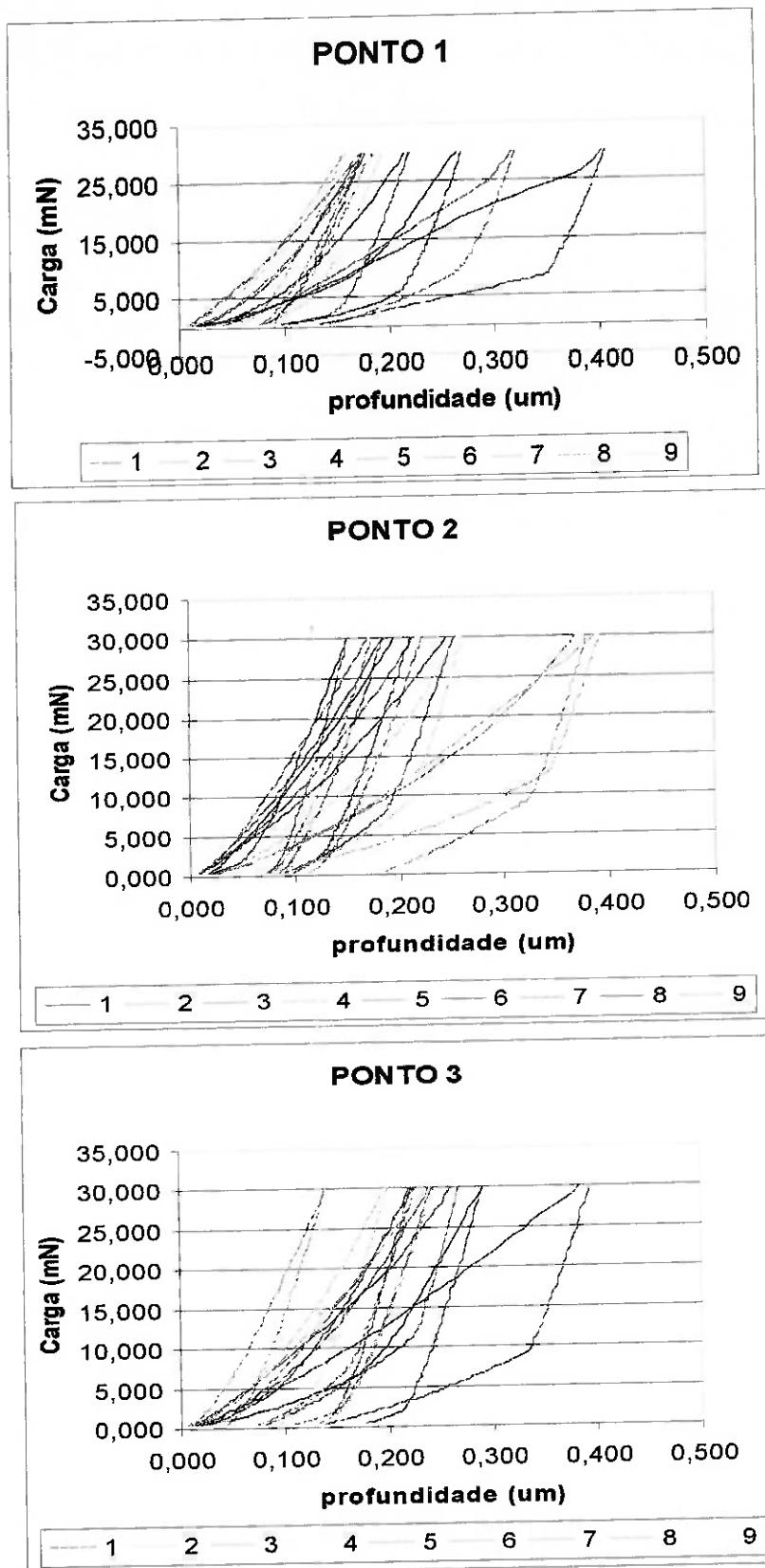
A teoria apresentada neste trabalho mostra que, a partir de resultados de nanoindentação em filmes finos, é relativamente simples a análise qualitativa de tensões residuais para uma série de amostras com mesmo módulo de elasticidade ou com módulos diferentes, mas mesma profundidade de penetração do indentador para uma mesma carga aplicada.

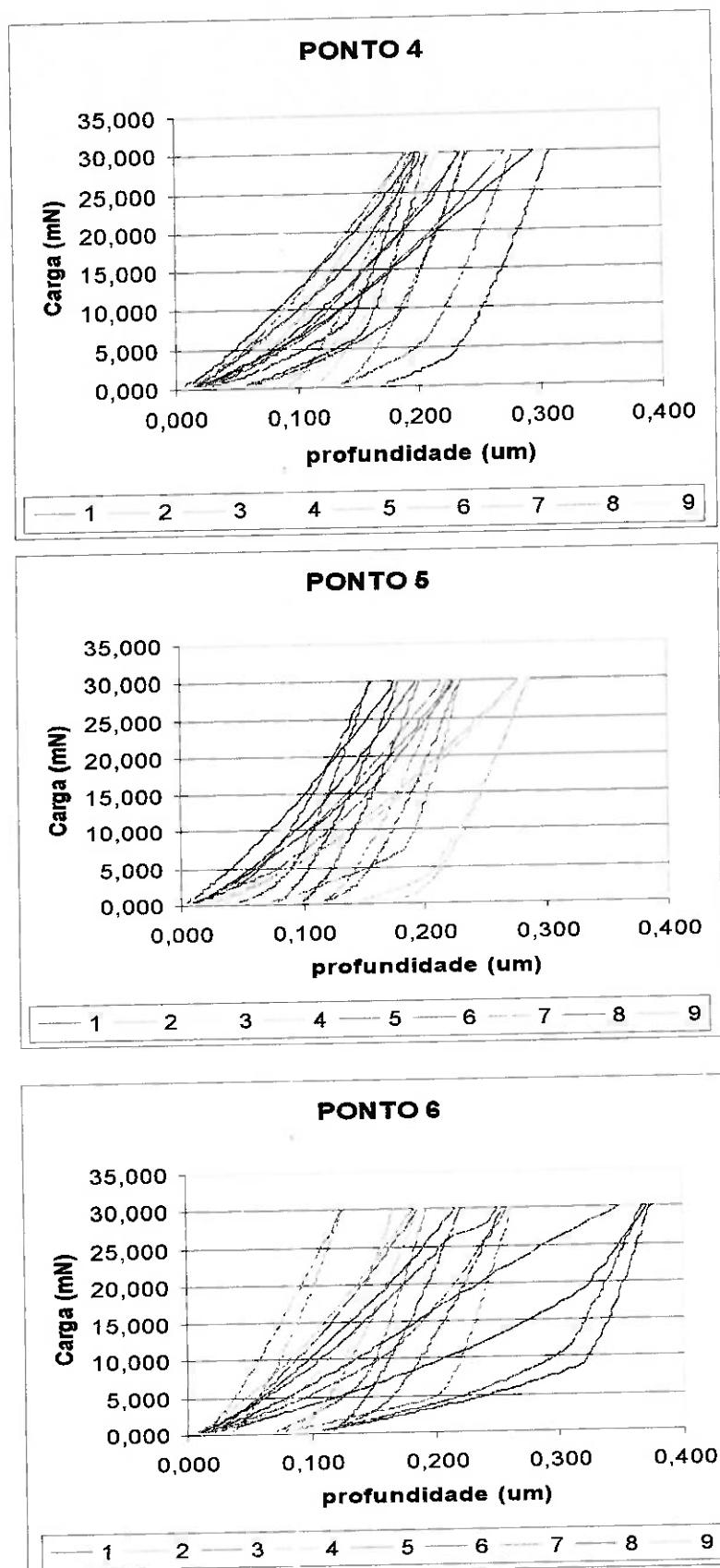
A grande dificuldade, porém, está na realização dos ensaios experimentais para a obtenção das curvas de indentação dinâmica. A experiência mostra que, para a obtenção de resultados confiáveis, devem ser utilizados insertos cuja superfície seja bastante regular e limpa. Além disso, devido às grandes incertezas dos resultados, recomenda-se realizar uma grande quantidade de indentações para a avaliação de cada ponto, pois dessa forma é possível a obtenção de valores médios que apresentem uma maior confiabilidade em seus valores.

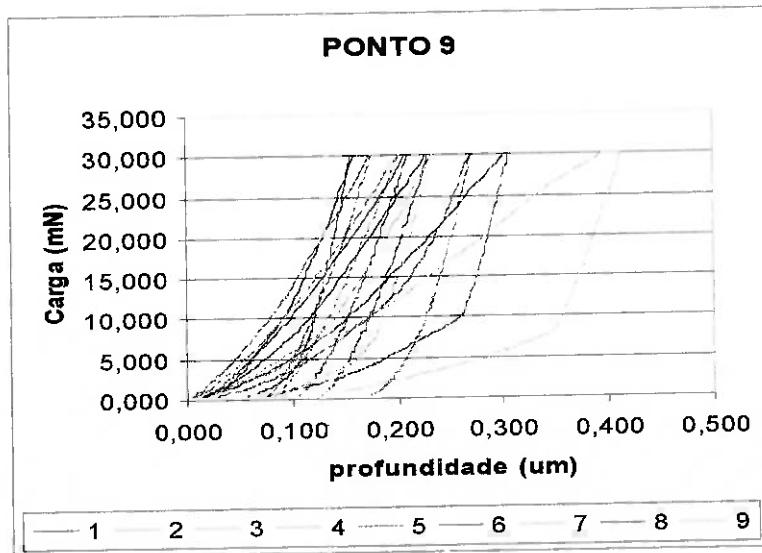
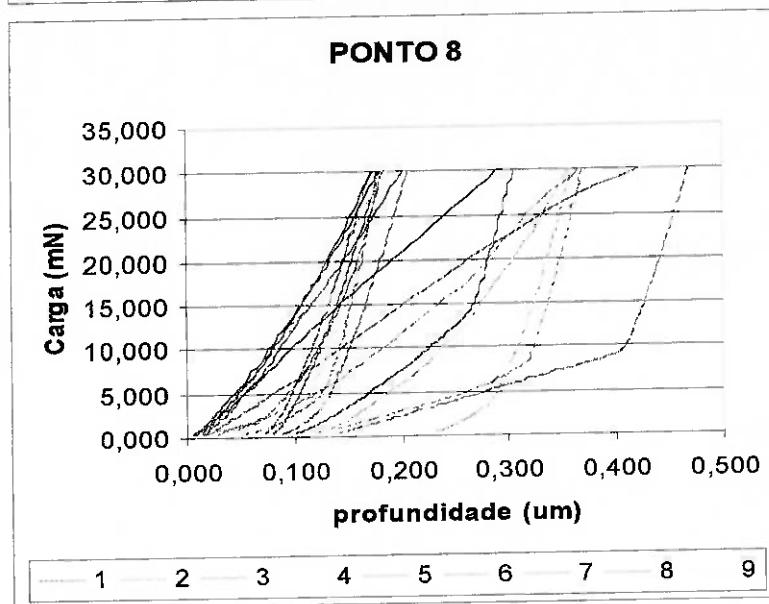
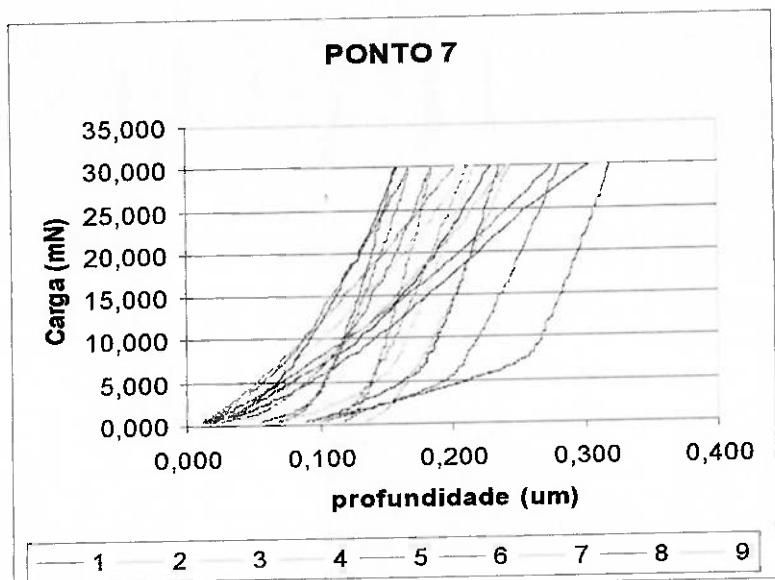
De qualquer forma, esse trabalho mostrou ser possível a avaliação de tensões residuais através de indentações dinâmicas e forneceu algumas diretrizes para a realização dos ensaios experimentais e posterior análise dos resultados.

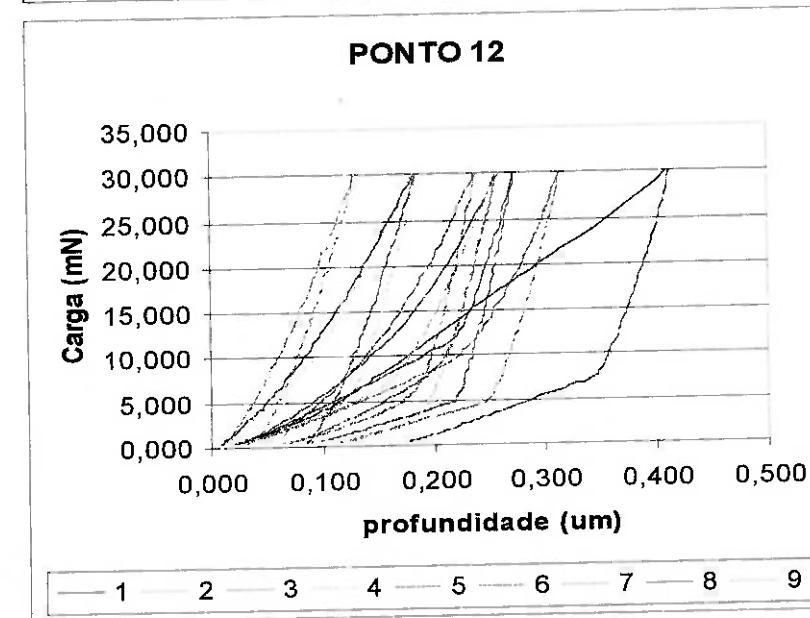
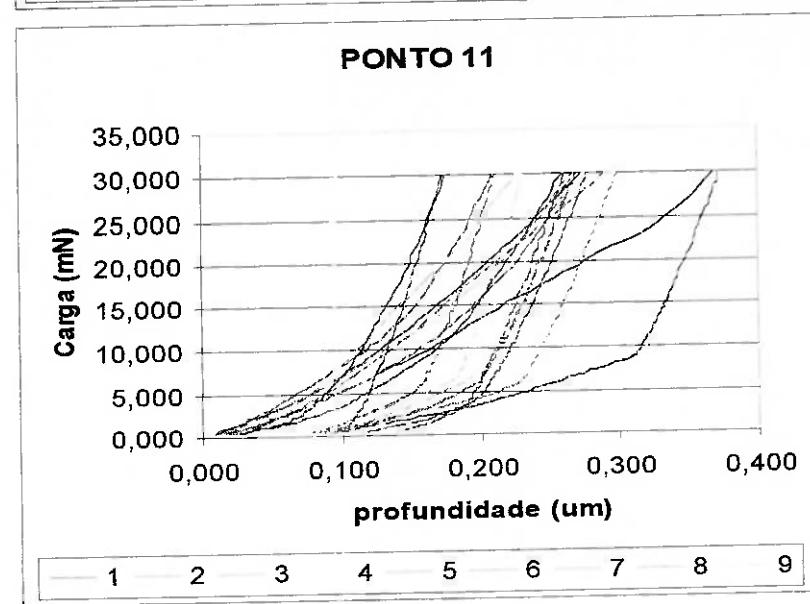
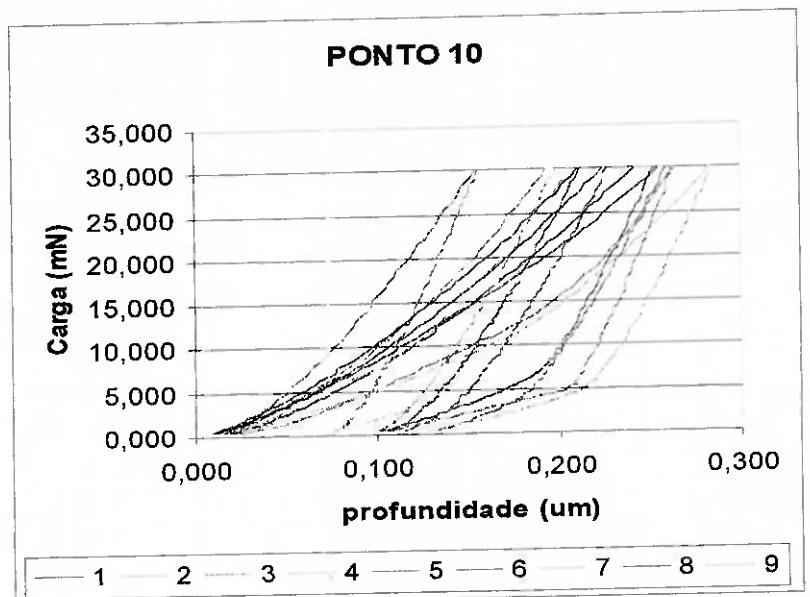
8. ANEXO A – Curvas de indentação para os pontos da amostra 2

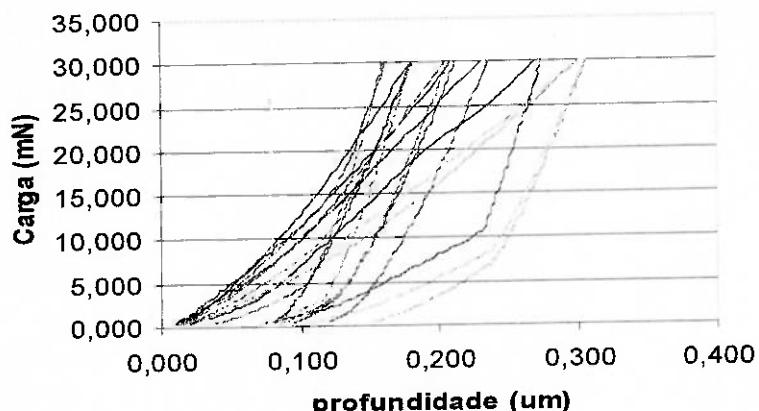
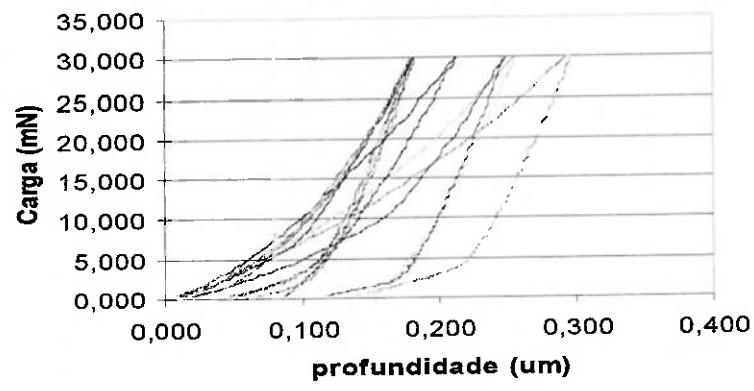
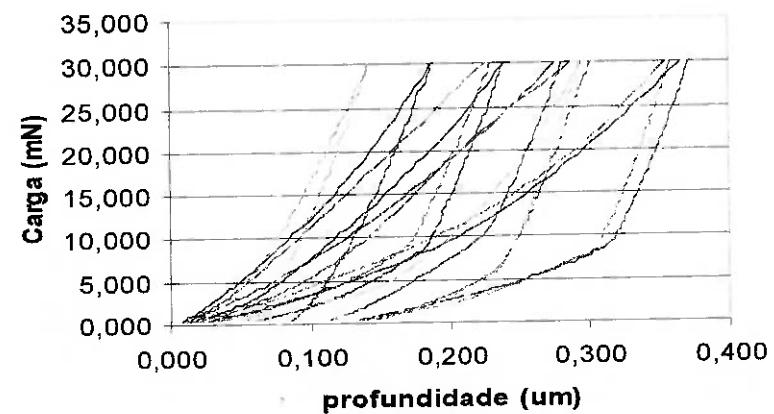
AMOSTRA 2 – Curvas de indentação

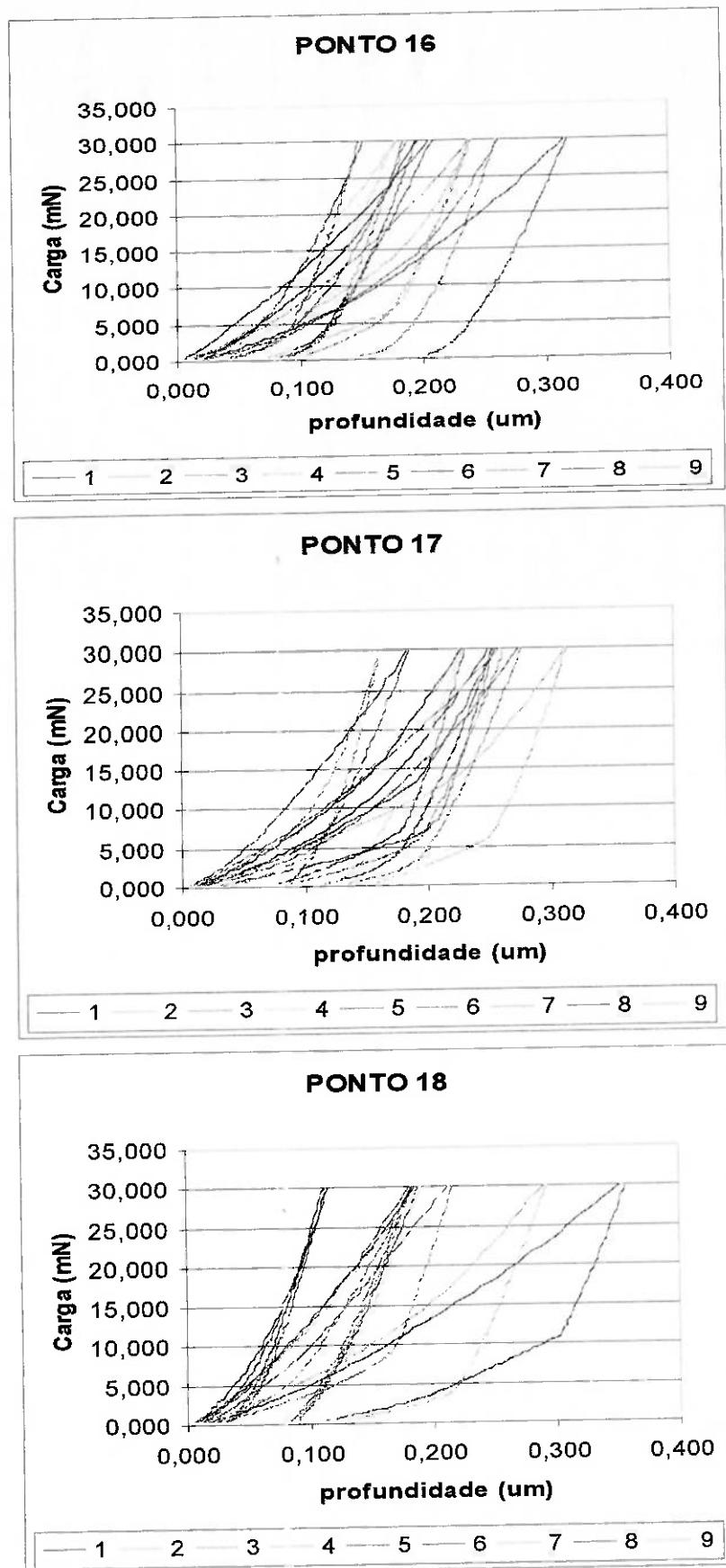


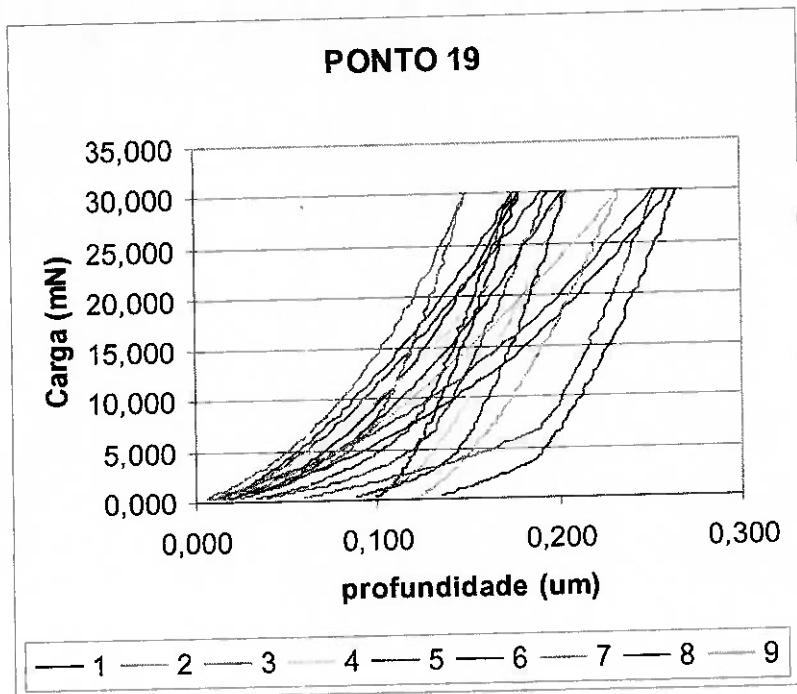






PONTO 13**PONTO 14****PONTO 15**





9. LISTA DE REFERÊNCIAS

- [1] S. Hogmark, S. Jacobson e M. Larssom; Design and evaluation of tribological coatings, *Wear*, 246 (2000) 20-33.
- [2] A.J. Perry, J.A. Sue e P.J. Martin; Practical measurement of the residual stress in coatings, *Surface and Coatings Technology*, 81 (1994) 17-28.
- [3] J. Gunnars e A. Alahelisten; Thermal stresses in diamond coatings and their influence on coating wear and failure, *Surface and Coatings Technology*, 80 (1996) 303-312.
- [4] A.G. Evans; Engineering Properties requirements for high performance ceramics, *Materials Science and Engineering* 71 (1985) 3-21.
- [5] R.M. Souza, A.A.P. Queiroz e A. Sinatora; Estudo da correlação entre as tensões residuais e o desempenho de ferramentas revestidas utilizadas em operações de torneamento. *Anais do II Simpósio de Tratamentos Superficiais para Ferramentas*, Porto Alegre, RS, 26 de outubro de 2000.
- [6] M.D. Tran, J. Poublan e J.H. Dantzenberg; A practical method for the determination of the Young's modulus and residual stresses of PVD thin films, *Thin Solid Films*, 308-309 (1997) 310-314.
- [7] S. Suresh e A.E. Giannakopoulos; A new method for estimating residual stress by instrumented sharp indentation, *Acta Materialia*, 46 (1998) 5755-5767.
- [8] A.E. Giannakopoulos e S. Suresh; Determination of elastoplastic properties by instrumented sharp indentation, *Scripta Materialia*, 40 (1999) 1191-1198.

- [9] A.R. Franco Jr. e A.P. Tschiptschin; Determinação da dureza e do módulo de elasticidade de materiais por nanoindentação, Apostila da EPUSP (2002)
- [10] W.C. Oliver e G.M. Pharr; An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments, *Journal of Materials Research*, 7 (1992) 1564-1583.
- [11] R.M. Souza, A.A.P. Queiroz e A. Sinatorta; Estudo da distribuição de tensões residuais em filmes finos resistentes ao desgaste depositados em ferramentas de corte, . *Anais do III Simpósio de Tratamentos Superficiais para Ferramentas*, Gramado, RS, 2001