

EFEITO DA ESPESSURA DE CAMADAS NA DUREZA INSTRUMENTADA DE REVESTIMENTOS MULTIFUNCIONAIS¹

Luciano de Oliveira Castro Lara²
José Daniel Biasoli de Mello³

Resumo

Revestimentos multifuncionais com espessuras que variam de dezenas de nanômetros a alguns micrômetros têm sido amplamente utilizados em aplicações tribológicas e em muitas outras aplicações modernas de alta tecnologia. Com isso, uma área de investigação que tem visto uma grande quantidade de trabalho é a medição das propriedades mecânicas de revestimentos multifuncionais, um conhecimento que é crítico para compreender os mecanismos de falha e de deformação destas estruturas materiais de pequena escala. Neste trabalho revestimentos de CrN-Si-DLC com diferentes espessuras foram depositados em um substrato de aço 1020 por Deposição Química em Fase Vapor Intensificada por Plasma (PECVD). As propriedades de dureza e módulo de elasticidade do DLC foram determinadas através da técnica de indentação instrumentada e o efeito da espessura de camadas na dureza instrumentada foi avaliada. Os resultados mostram uma relação das propriedades de dureza e do módulo de elasticidade do DLC com a espessura do revestimento, de tal modo que, ambas, decrescem com o aumento da espessura desse revestimento.

Palavras-chave: DLC; Indentação instrumentada; Dureza; Módulo de elasticidade.

EFFECT OF THE THICKNESS OF LAYERS IN THE INSTRUMENTED HARDNESS IN MULTIFUNCTIONAL COATINGS

Abstract

Multifunctional coatings with thicknesses ranging from tens of nanometers to a few micrometers have been widely used in tribological applications and many other applications of modern technology. With this, an area of research that has seen a vast amount of work is the measurement of mechanical properties of multifunctional coatings, a knowledge of which is critical to understand the failure and deformation mechanisms for these small scale material structures. In this paper CrN Si rich multifunctional DLC coating with different thicknesses were deposited on a steel substrate (AISI 1020) by Plasma Enhanced Magnetron Sputtering (PECVD). The properties of hardness and elastic modulus of DLC were determined by instrumented indentation technique and the effect of the thickness of layers in the instrumented hardness of the multifunctional coatings is evaluated. The results show a relationship of hardness and elastic modulus properties of DLC with coating thickness, so that both decrease with increasing the thickness of the coating.

Key words: DLC; Instrumented indentation; Hardness; Elastic modulus.

¹ *Contribuição técnica ao 67º Congresso ABM - Internacional, 31 de julho a 3 de agosto de 2012, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.*

² *MSc., Bolsista de Doutorado do Departamento de Engenharia Mecânica - UFU, Uberlândia - MG.*

³ *Dr., Professor Titular Emérito do Departamento de Engenharia Mecânica - UFU, Uberlândia - MG.*

1 INTRODUÇÃO

Filmes finos com espessuras que variam de dezenas de nanômetros a alguns micrômetros têm sido amplamente utilizados em microeletrônica e muitas outras aplicações modernas de alta tecnologia.⁽¹⁾ Uma área de investigação que tem visto uma grande quantidade de trabalho é a medição das propriedades mecânicas de filmes finos, um conhecimento que é crítico para compreender os mecanismos de falha e de deformação destas estruturas materiais de pequena escala.

As propriedades mecânicas, térmicas, elétricas, óticas etc., de um determinado filme são fortemente influenciadas pelas características de interação do sistema revestimento/substrato, delimitando assim as potencialidades de aplicação tecnológica deste revestimento. O estudo de revestimentos multifuncionais é uma área de investigação que tem crescido e que tem originado inúmeras publicações, sendo recomendadas estas estruturas para aplicações tribológicas.⁽²⁾ O desempenho desse sistema revestimento/substrato depende não só das propriedades do revestimento, mas essencialmente do compromisso entre as propriedades do sistema revestimento/substrato. Contudo, a espessura do revestimento tem mostrado forte influência na determinação das propriedades desse sistema.

Com o advento tecnológico surgiram novas técnicas de caracterização de propriedades mecânicas de materiais, sendo uma delas a indentação instrumentada. A indentação instrumentada é uma das técnicas mais simples e rápidas de obtenção de uma variedade de dados experimentais acerca das propriedades mecânicas dos materiais sólidos. A notoriedade desta técnica está no fato que as propriedades mecânicas do revestimento podem ser obtidas sem a necessidade de remoção do substrato.

O modelo de análise de dados da indentação instrumentada, onde os dados do descarregamento resultam de um contato puramente elástico (contato hertziano) é de longe o mais bem sucedido e difundido. Esta abordagem foi desenvolvida durante 40 anos, com contribuições de vários grupos ao redor do mundo. A forma mais utilizada é aquela apresentada por Oliver e Pharr,⁽³⁾ e é conhecido como o método de Oliver e Pharr.

A importância desse método deriva em grande parte do fato de que as propriedades mecânicas podem ser determinadas diretamente a partir de medidas de carga e deslocamento sem a necessidade da imagem da impressão de dureza com equipamentos de teste de alta resolução,⁽⁴⁾ o que facilita a medição das propriedades de materiais em escala micrométrica e nanométrica. Por esta razão, o método tornou-se a principal técnica para determinar as propriedades mecânicas de filmes finos. Filmes com dimensões características da ordem de 1 μm são agora rotineiramente medidos, e com boa técnica, o método pode ser usado para caracterizar, pelo menos em um sentido comparativo, as propriedades de filmes tão finos como alguns nanômetros.

Existem vários estudos relacionados à análise de sistemas multifuncionais, contudo, as propriedades são tratadas como constantes, independentemente da espessura do revestimento, negligenciando assim o efeito que esta pode causar nas propriedades desse sistema.

Neste trabalho revestimentos de CrN-Si-DLC com diferentes espessuras foram depositados em um substrato de aço 1020 por Deposição Química em Fase Vapor Intensificada por Plasma (PECVD). As propriedades de dureza e módulo de elasticidade do DLC foram determinadas através da técnica de indentação

instrumentada e o efeito da espessura das camadas na dureza instrumentada de revestimentos multifuncionais foi avaliada.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

2.1 MATERIAIS

Foram utilizadas amostras de um sistema de multicamadas (CrN-Si-DLC depositada num substrato de aço 1020) com diferentes espessuras. Além da variação da espessura total do revestimento multifuncional, ocorre a variação da espessura entre as camadas de DLC e de CrN. A Figura 1 mostra como estão distribuídas as camadas de DLC e de CrN sobre o substrato.

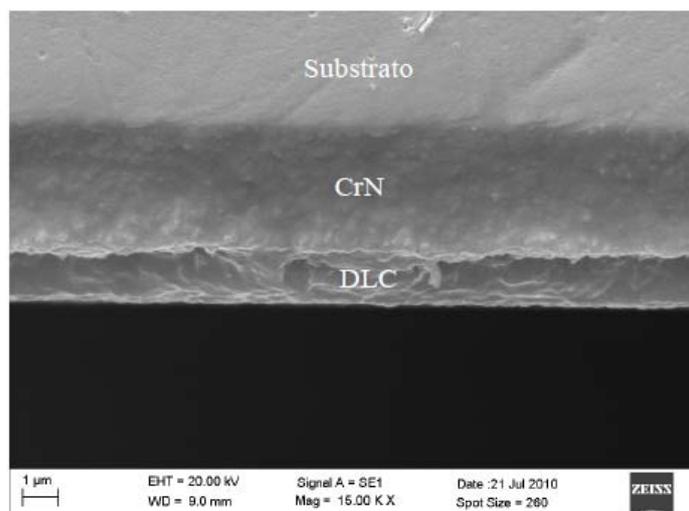


Figura 1. Seção de corte da amostra A3.

Cinco amostras preparadas e com espessura média dos filmes de DLC/CrN já determinados, conforme mostrado na Tabela 1, foram utilizadas.

Tabela 1. Espessura média dos filmes de DLC/CrN

Amostras	Espessura do filme de DLC (μm)	Espessura do filme de CrN (μm)
A1	$1,36 \pm 0,05$	$2,72 \pm 0,07$
A2	$1,78 \pm 0,07$	$3,19 \pm 0,05$
A3	$1,53 \pm 0,05$	$3,49 \pm 0,09$
A4	$1,14 \pm 0,06$	$1,44 \pm 0,08$
A5	$1,23 \pm 0,05$	$1,38 \pm 0,05$

Foram realizados os ensaios utilizando o penetrador Vickers. O equipamento utilizado para o ensaio de indentação instrumentada é um durômetro Fischerscope modelo H100V. Esse equipamento permite a aplicação de cargas variando de 1 mN a 1.000 mN e registra a profundidade de penetração em função da carga aplicada. Para cada amostra foi realizado um total de 20 indentações com uma carga de 20 mN. Os valores da dureza e do módulo de elasticidade foram calculados utilizando a curva carga-deslocamento para carregamento elasto-plástico seguido por descarga elástica.

2.2 Indentação Instrumentada

2.2.1 Curva de carregamento-descarregamento

Doerner e Nix⁽⁵⁾ elaboraram um método para determinar a dureza e o módulo elástico através de dados da curva de carregamento-descarregamento (Figura 2). Porém, o método desenvolvido por Oliver e Pharr⁽³⁾ é o mais utilizado, difundido e citado na literatura para determinar a dureza e o módulo elástico.

A Figura 2 mostra um registro do ensaio, o qual geralmente consiste de um único ciclo de carregamento-descarregamento. Em carga máxima P_{max} , a profundidade de penetração máxima h_{max} alcançada pelo indentador será:

$$h_{max} = h_c + h_s = h_f + h_e. \quad (1)$$

Onde h_c é a profundidade de penetração de contato, h_s é o deslocamento da superfície no perímetro de contato, h_f é a profundidade de penetração permanente após o completo descarregamento do indentador e h_e é a recuperação elástica.

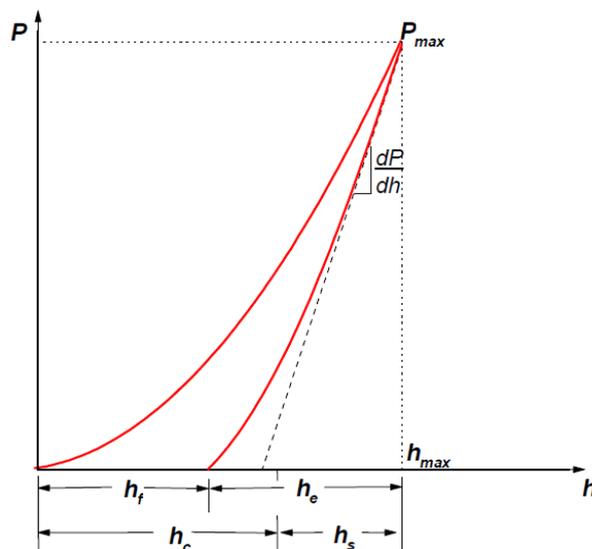


Figura 2. Curva carga-deslocamento para carregamento elasto-plástico seguido por descarga elástica.⁽³⁾

Existem quatro quantidades importantes que devem ser obtidas através da curva carga-deslocamento, são elas a carga máxima (P_{max}), o deslocamento máximo (h_{max}), a rigidez do contato (dP/dh) e a profundidade final, h_f .

A análise usada para determinar a dureza, H , e módulo de elasticidade, E , é essencialmente uma extensão do método proposto por Doerner e Nix.⁽⁵⁾ Experiências têm mostrado que as curvas de descarga são nitidamente curvadas e geralmente bem aproximadas pela relação:⁽⁶⁾

$$P = \alpha_1 (h - h_f)^m \quad (2)$$

Onde α_1 e m são constantes.

Oliver e Pharr^(3,6) propuseram uma melhoria do método proposto por Doerner e Nix⁽⁵⁾ utilizando a relação acima obtida devido aos trabalhos desenvolvidos por Sneddon.⁽⁷⁾

A Figura 3 mostra uma representação esquemática da superfície de um material antes, durante e após a penetração de um indentador carregado por uma carga P .

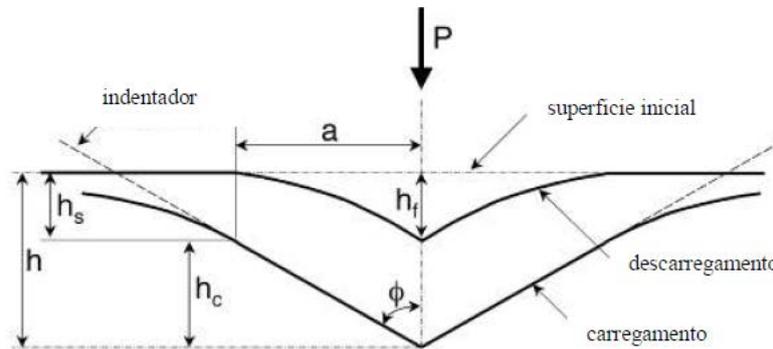


Figura 3. Representação esquemática da geometria da superfície da amostra nas situações de carga máxima e após a retirada do indentador.⁽³⁾

Durante o carregamento do indentador para dentro do material a uma carga pré estabelecida, em qualquer instante de tempo uma profundidade de penetração h é alcançada e dada por:⁽³⁾

$$h = h_c + h_s. \quad (3)$$

Em um ensaio de indentação instrumentada, a carga P e a profundidade de penetração h são registradas em função do tempo, de modo a fornecer a relação carga em função da profundidade.

2.2.1 Determinação das propriedades mecânicas

Num ciclo completo de penetração, é necessário medir a rigidez elástica do contato S_c , a fim de determinar a área de contato projetada. Matematicamente ela é dada por:

$$S_c = \frac{dP}{dh} = \alpha m (h - h_f)^{m-1} \quad (4)$$

A partir da aplicação da componente elástica da solução da relação de força deslocamento de Sneddon,⁽⁷⁾ Oliver e Pharr⁽³⁾ obtiveram o deslocamento do perímetro de contato:

$$h_s = \epsilon \frac{P_{\max}}{S} \quad (5)$$

Onde ϵ é uma constante que depende da geometria do penetrador. Usando a equação que descreve o deslocamento vertical da periferia de contato, tem-se a partir da geometria da Fig. 3, a profundidade de contato h_c .

$$h_c = h_{\max} - h_s. \quad (6)$$

Logo:

$$h_c = h_{\max} - \epsilon \frac{P_{\max}}{S}. \quad (7)$$

Uma vez que a área de contato A é determinada, a dureza H é definida como a pressão média que o material suporta sob carregamento, e é calculada por:

$$H = \frac{P_{\max}}{A} \quad (8)$$

Onde a área de contato A é:

$$A = F(h_c) \quad (9)$$

O módulo de elasticidade pode ser estimado a partir de uma relação bem conhecida entre a área verdadeira de contato projetada A , a rigidez de contato S_c , e do módulo de elasticidade efetivo E_{ef} .⁽⁶⁾ A medição do módulo de elasticidade decorre da sua relação com a área de contato e a rigidez de contato medida através da relação.

$$S_c = \beta \frac{2}{\sqrt{\pi}} E_{ef} \sqrt{A} \quad (10)$$

Onde β é um parâmetro adimensional.

Essa relação foi apresentada por Sneddon.⁽⁷⁾ Mais tarde, Pharr, Oliver e Brotzen⁽⁸⁾ mostraram que a equação anterior é uma equação que se aplica a indentadores com uma grande variedade de formas, onde E_{ef} é o módulo de elasticidade efetivo definido por:

$$\frac{1}{E_{ef}} = \frac{1-\nu^2}{E} + \frac{1-\nu_i^2}{E_i} \quad (11)$$

E e ν são o módulo de elasticidade e coeficiente de Poisson da amostra, E_i e ν_i constantes elásticas do indentador. A Eq. (11) é uma relação muito geral que se aplica a qualquer indentador axissimétrico.⁽⁸⁾ Apesar de originalmente obtida para o contato elástico, tem demonstrado que se aplica igualmente ao contato elasto-plástico,^(9,10) e que não é afetada por pequenas perturbações da geometria puramente axissimétrica e também pelo efeito de empilhamento (pile-up) e rebaixamento (sink-in).

No fenômeno de empilhamento, o material plasticamente se levanta ao redor da impressão de contato. Já no contato predominantemente elástico, o fenômeno que ocorre é o de rebaixamento, onde o material ensaiado sofre um “afundamento” ao redor da impressão de contato. Ambos os fenômenos estão mostrados esquematicamente na Figura 4.

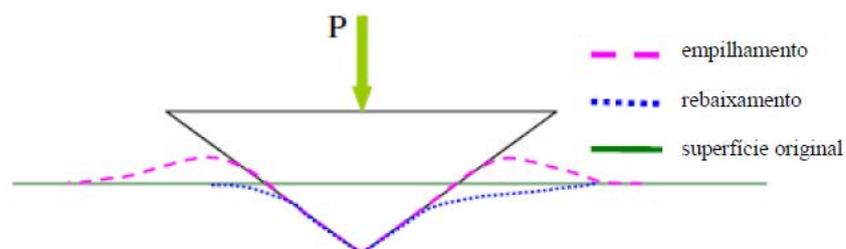


Figura 4. Representação esquemática dos efeitos de empilhamento e de rebaixamento durante uma indentação.⁽¹¹⁾

Durante a ocorrência do empilhamento, a área de contato é maior do que a prevista na teoria do contato elástico.^(3,6) Com isso, a dureza e o módulo de elasticidade são superestimados quando não se considera esse aumento de área conforme descrito no trabalho de Pharr.⁽⁴⁾ As principais características que influenciam a ocorrência do empilhamento são a relação entre tensão de escoamento e módulo de elasticidade e o expoente de encruamento do material.

Comumente o empilhamento ocorre em materiais com baixa relação σ_y/E ou com baixa ou não capacidade de encruamento. Oliver e Pharr⁽³⁾ indicaram que para $\sigma_y/E > 0,03$ o empilhamento não é significativo. Geralmente não se conhece σ_y/E , no entanto, trabalhos têm mostrado que existe grande correlação entre σ_y/E e a relação entre a profundidade final e máxima de indentação (h_f/h_{max}). Segundo Oliver e Pharr⁽³⁾, o empilhamento é insignificante para $h_f/h_{max} < 0,7$, caso contrário, o empilhamento pode ou não ser significativo dependendo do encruamento.

3 RESULTADOS E DISCUSSÕES

A Figura 5 mostra o comportamento da dureza do DLC em função da espessura total dos filmes DLC/CrN. A dureza decresce com o aumento da espessura total da camada. O mesmo ocorre com módulo de elasticidade, calculado através do método de Oliver e Pharr⁽³⁾ como mostrado na Figura 6.

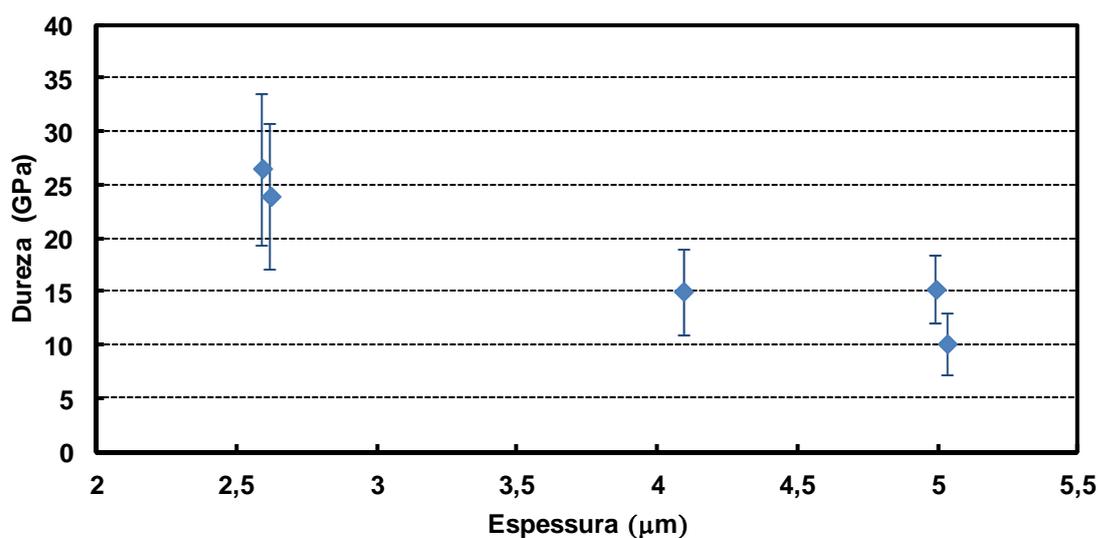


Figura 5. Variação da dureza em função da espessura total da camada.

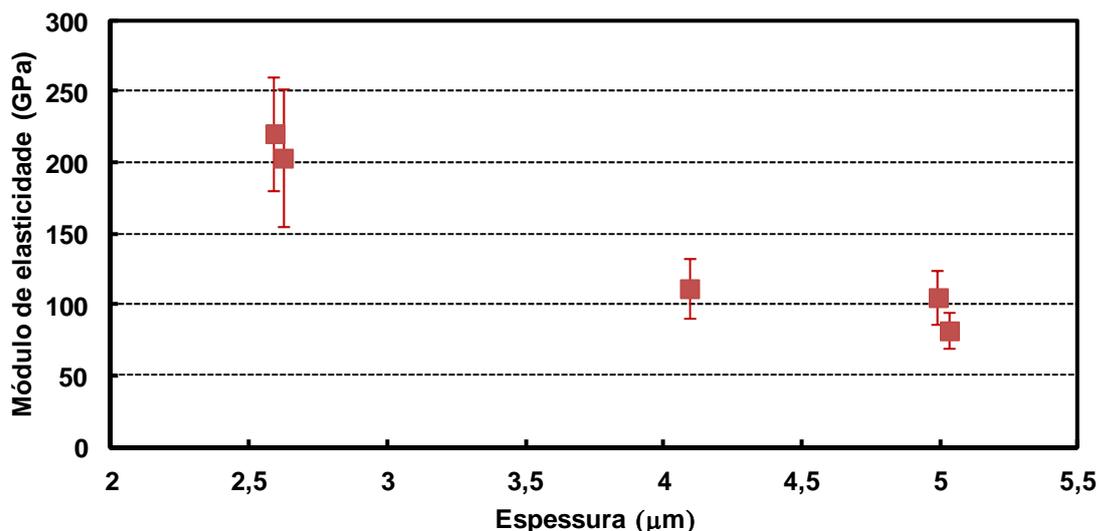


Figura 6. Variação do módulo de elasticidade em função da espessura total da camada.

A técnica de indentação instrumentada permitiu obter os valores de dureza e módulo de elasticidade. Apesar da baixa rigidez do substrato, encontrou-se valores para a dureza da ordem de 10 Gpa a 26,5 GPa para o DLC. O módulo de elasticidade para o DLC foi da ordem de 81 GPa a 220 GPa e o coeficiente de Poisson considerado 0,30. De Mello et al.,⁽¹²⁾ analisaram um sistema, similar a este aqui tratado, de multicamadas (CrN-Si-DLC depositada num substrato de aço 1020). Os valores de dureza encontrados variaram de 12 GPa a 19 GPa.

Alguns fatores que podem causar essa diferença de propriedades do revestimento multifuncional são o efeito de empilhamento, o efeito de tamanho de indentação, variações morfológicas e químicas. Logo, uma exigência do método é que o material não apresente o fenômeno de empilhamento que afeta área de contato. A área de contato é o principal parâmetro para calcular dureza e módulo de elasticidade dos resultados provenientes do ensaio de indentação.

A Tabela 2 mostra a relação h_f/h_{max} obtida no ensaio de indentação para as cinco amostras analisadas. Para todas as amostras a relação h_f/h_{max} é menor que 0,7. Como já comentado, segundo Oliver e Pharr,⁽³⁾ o empilhamento é insignificante para uma relação $h_f/h_{max} < 0,7$, caso contrário, o empilhamento pode ou não ser significativo dependendo do encruamento. Materiais típicos que possuem $h_f/h_{max} < 0,7$ são cerâmicas e metais duros. Conforme mostrado na Tabela 2 as relações h_f/h_{max} são bem menores que 0,7, evidenciando a não influência do empilhamento na área de contato formada durante a indentação.

Tabela 2. Relação h_f/h_{max} obtida no ensaio de indentação

Amostras	h_f/h_{max}
A1	0,37±0,09
A2	0,32±0,10
A3	0,23±0,13
A4	0,45±0,04
A5	0,44±0,04

A profundidade de indentação ficou em aproximadamente 1/20 da espessura da camada do filme. Pesquisadores mostram que a dureza de uma camada dura sobre um substrato macio é influenciada pelo substrato se a profundidade de penetração é

muito superior a 1/20 da espessura da camada dura.⁽¹³⁻¹⁶⁾ Neste trabalho, entre o substrato macio e a camada de DLC existe uma camada intermediária de CrN que funciona como suporte para a camada de DLC, proporcionando que profundidades da ordem de 1/20 da espessura do filme não afetem as propriedades determinadas neste ensaio. A Figura 7 mostra a dispersão do valor de dureza em função da carga aplicada e a estabilização da mesma para cargas de até 20 mN.

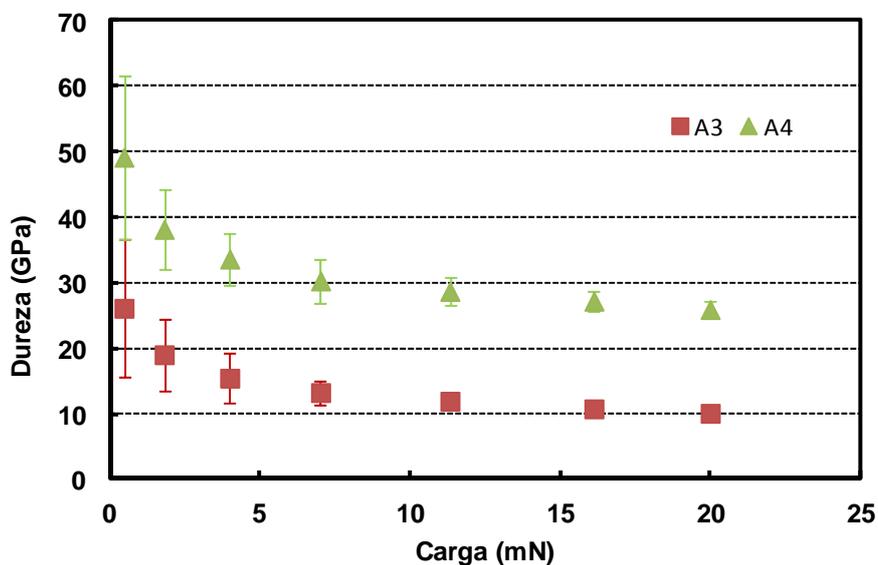


Figura 7. Dureza em função do carregamento.

Como mostrado na Figura 7, as menores cargas apresentam uma grande dispersão devido aos efeitos de superfície e de geometria do penetrador. Com o aumento da carga obtém-se resultados de dureza com uma dispersão menor apresentando valores mais estáveis de dureza.⁽¹⁷⁾

A dispersão do valor de dureza em função da carga aplicada e a estabilização da mesma para cargas de até 20 mN é um fenômeno conhecido como efeito de tamanho de indentação, ISE (*Indentation Size Effect*). Este fenômeno geralmente envolve um aumento no valor de dureza com a diminuição da carga aplicada ou do tamanho da indentação. O valor de dureza deveria ser independente da carga aplicada ou do tamanho da indentação, com isso este efeito foi atribuído a diversos fenômenos incluindo o atrito entre o indentador e a amostra, presença de camadas superficiais deformadas, a presença de camadas superficiais de óxidos e contaminações químicas, endurecimento de materiais durante a indentação, deformações elásticas, o tamanho das discordâncias geradas, entre outros.⁽¹⁸⁾

Begley e Hutchinson⁽¹⁹⁾ dizem que a dureza é mostrada como dependente do tamanho da indentação quando sua profundidade é menor que aproximadamente 50 μm e as medidas de dureza podem aumentar progressivamente com a diminuição dessa profundidade de indentação.

Outra explicação para a variação das propriedades do DLC poderia estar relacionada a morfologia e composição química desse elemento. Contudo, Lara, De Mello e Costa⁽²⁰⁾ mostraram que os espectros Raman obtidos para o DLC para as várias espessuras apresentam bandas largas com picos centrados na região das bandas D e G do grafite, comprovando que trata-se de um filme de carbono amorfo (Figura 8).

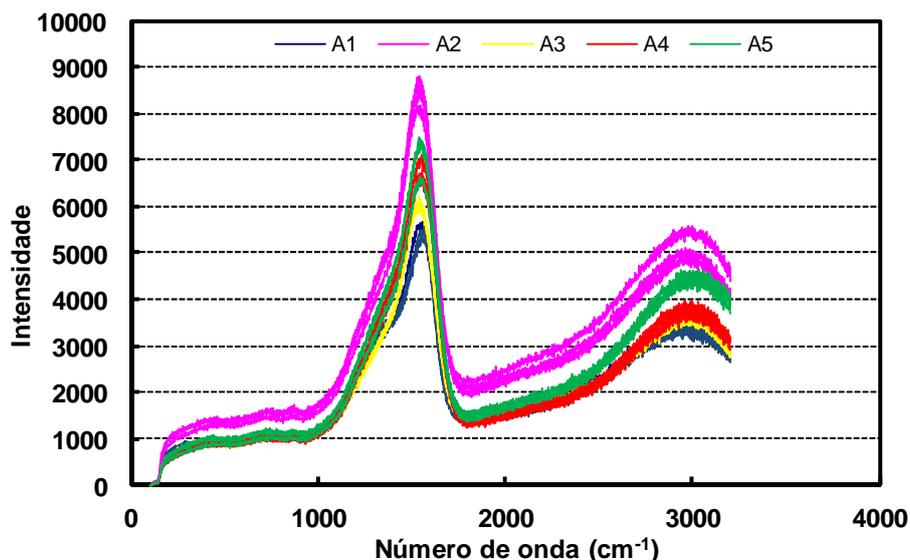


Figura 8. Micro-espectroscopia Raman.⁽²⁰⁾

As diferenças entre os espectros Raman para os filmes DLC não são significativas. Eles apresentam dois picos típicos para o DLC (banda G em cerca de $1.555 \pm 7 \text{ cm}^{-1}$ e banda D em $1.380 \pm 7 \text{ cm}^{-1}$). A razão de intensidade da banda D para G, I_D/I_G , sofre pequenas variações (0.60 ± 0.08). Não houve deslocamento considerável do pico G, o que sugere que não houve variação no grau de desordem das ligações entre os carbonos. Variações consideráveis foram notadas nas intensidades dos picos, que podem estar ligadas as diferentes espessuras do filme de DLC.

5 CONCLUSÃO

Consideráveis variações da dureza e do módulo de elasticidade em função da espessura do revestimento foram encontrados no ensaio de indentação instrumentada.

Foi evidenciado através da relação h_f/h_{max} proposta por Oliver e Pharr a não influencia do efeito de empilhamento na estimação das propriedades de dureza e módulo de elasticidade.

Este trabalho mostra que a espessura do revestimento tem um papel importante na resposta do sistema tribológico revestido. E estas variações advêm provavelmente de aspectos estruturais e morfológicos.

Agradecimentos

Os autores gostariam de agradecer a Leandro Justino, Escola Politécnica da Universidade de São Paulo - Laboratório Fenômeno de Superfície, Brasil, pelo auxílio no ensaio de indentação instrumentada.

Esta pesquisa foi apoiada pela Fundação Capes (Brasil).

REFERÊNCIAS

- 1 GAO, Y. F.; XU, H. T.; OLIVER, W. C.; PHARR, G. M. Effective elastic modulus of film-on-substrate systems under normal and tangential contact, **Journal of the Mechanics and Physics of Solids**, v. 56, p. 402–416, 2008.

- 2 MA, K. J.; BLOYCE, A.; BELL, T. Examination of mechanical properties and failure mechanisms of TiN and Ti-TiN multilayer coatings, **Surface and Coat Technology**, v. 76–77, p. 297, 1995.
- 3 OLIVER, W.C.; PHARR, G.M. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments, **Journal of Materials Research**, Vol. 7, No. 6, p. 1564, 1992.
- 4 PHARR, G.M. Measurement of mechanical properties by ultra-low load indentation, **Materials Science and Engineering**, A253, p.151–159, 1998.
- 5 DOERNER, M.F.; NIX, W.D., A method for interpreting the data from depth-sensing indentation instruments, **Journal of Materials Research**, Vol. 1, No. 4, p. 601, 1986.
- 6 OLIVER, W. C.; PHARR, G.M. Review: measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation. Advances in understanding and refinements to methodology, **Journal of Materials Research**, 19, p. 3–20, 2004.
- 7 SNEDDON, I.N., The relation between load and penetration in the axisymmetric boussinesq problem for a punch of arbitrary profile, **International Journal of Engineering Science**, Vol. 3, p. 47, 1965.
- 8 PHARR, G.M.; OLIVER, W.C.; BROTZEN, F.R. On the generality of the relationship among contact stiffness, contact area, and elastic modulus during indentation, **Journal of Materials Research**, Vol. 7, No. 3, p. 613, 1992
- 9 CHENG, C. M.; CHENG, Y. T. On the initial unloading slope in indentation of elastic-plastic solids by an indenter with an axisymmetric smooth profile, **Appl. Phys. Lett.** 71, 2623, 1997.
- 10 CHENG, Y. T.; CHENG, C. M. Scaling, dimensional analysis, and indentation measurements, **Materials Science and Engineering Reports: A Review Journal R44**, 91, 2004.
- 11 GIANNAKOPOULOS, A. E.; SURESH, S. Determination of elastoplastic properties by instrumented sharp indentation, **Scripta Materialia**, v. 40, n. 10, p. 1191–1198, 1999.
- 12 DE MELLO, J. D. B.; BINDER, R.; DEMAS, N. G.; POLYCARPOU, A.A. Effect of the actual environment present in hermetic compressors on the tribological behaviour of a Si-rich multifunctional DLC coating, **Wear**, v.267, p.907-915, 2009.
- 13 JÄGER, I. L. Comment on: “Effects of the substrate on the determination of thin films mechanical properties by nanoindentation” by Saha and Nix [Acta Mater 2002;50:23], **Scripta Materialia** 47 , p.429–432, 2002.
- 14 HAN, S. M.; SHAH, R.; BANERJEE, R.; VISWANATHAN, G.B.; CLEMENS, B.M.; NIX, W.D. Combinatorial studies of mechanical properties of Ti–Al thin films using nanoindentation, **Acta Materialia** 53 , p.2059–2067, 2005.
- 15 HAN, S. M.; SAHA, R.; NIX, W. D. Determining hardness of thin films in elastically mismatched film-on-substrate systems using nanoindentation, **Acta Materialia**, v. 54, p.1571–1581, 2006.
- 16 NASCIMENTO, F. C.; LEPIENSKI, C. M.; FOERSTER, C. E.; ASSMANN, A.; DA SILVA, S. L. R.; SIQUEIRA, C. J. M.; CHINELATTO, A. L. Structural, mechanical, and tribological properties of AISI 304 and AISI 316L steels submitted to nitrogen–carbon glow discharge, **Journal of Materials Science** , 44:1045–1053, 2009.
- 17 NASCIMENTO, F. C.; LEPIENSKI, C. M.; FOERSTER, C. E., Utilização da Técnica da Nanoindentação para Caracterização de Propriedades Mecânicas em Regiões próximas à Superfície, **XXI Encontro Nacional de Física da Matéria Condensada**. Hotel Glória - Caxambu- Minas Gerais, 06-1998.
- 18 SAHIN, O.; UZUN, O.; KOLEMEN, U.; DUZGUN, B.; UCAR, N. Indentation Size Effect and Microhardness Study of β -Sn Single Crystals, **Chin. Phys. Lett.**, v. 22, n. 12, p. 3137-3140, 2005.
- 19 BEGLEY, M. R.; HUTCHINSON, J. W. The mechanics of size-dependent indentation, **Journal of the Mechanics and Physics of Solids**, v. 46, n. 10, p. 2049-2068, 1998.

- 20 LARA, L. O. C.; DE MELLO, J. D. B.; COSTA, H. L. Influence of layer thickness on the properties of multifunctional tribological coatings, ASME 2012 11th biennial conference on engineering systems design and analysis ESDA 2012, Nantes, France, 2012.