EFECTO DEL RADIO DEL INDENTADOR EN LA MEDICIÓN DE PROPIEDADES MECÁNICAS POR MEDIO DE ENSAYOS DE INDENTACIÓN

Tip roundness effect in mechanical properties measured by instrumented indentation

RESUMEN

En éste trabajo se realizaron experimentos de indentación instrumentada, *DSI,* en sílice fundida con indentadores Berkovich, uno con radio en la punta de 122 nm y otro con radio de 370 nm. Los resultados sugieren que la constante β^* necesaria para corregir las ecuaciones de Sneddon, en las cuales están basados los modelos para la interpretación de los resultados obtenidos en ensayos *DSI*, debe ser modificada dependiendo no sólo de la geometría del indentador y del radio de la punta como hasta ahora ha sido considerado sino también de la profundidad máxima. Algunas implicaciones en la medición de dureza y el efecto del tamaño de indentación, *ISE,* también son discutidas.

PALABRAS CLAVES: β, dureza, ISE, nanoindentación, radio del indentador, sílice fundida.

J. M. Meza Ingeniero Mecánico, *M. Sc.*
Profesor Auxiliar
Universidad Pontificia Bolivariana
juan.meza@upb.edu.co

J. Cruz Ingeniero Mecánico, *Ph. D.*
Profesor Titular
Universidad Pontificia Bolivariana
luis.cruz @upb.edu.co

ABSTRACT

Displacement sensing instrumented indentation experiments, DSI, were conducted onto fused silica using two Berkovich indenters with different tip radii. Results suggest that the β factor which appears to correct Sneddon's equations, which in turn are the cornerstone to extract mechanical properties from DSI experiments, cannot be considered only a material property and tip roundness function, instead results suggests that β* also depends on the maximum depth. Some implications on the hardness measurement and on the indentation size effect, ISE, are also discussed.*

KEYWORDS: *β, fused silica, hardness, ISE, tip roundness, nanoindentation.*

1. INTRODUCCIÓN

La extracción de propiedades mecánicas a partir de ensayos de indentación instrumentada está fundamentada en la ecuación de Sneddon para un indentador cónico rígido presionando una superficie elástica y plana [1]:

$$P = \frac{2E\tan\theta}{\pi(1-\nu^2)}h^2, \quad (1)$$

en la que E es el modulo de elasticidad, ν la relación de Poisson, θ el semi-ángulo del indentador, P y h la carga y profundidad respectivamente. A partir de la ecuación (1) se puede obtener la relación entre la rigidez de contacto, S_u, el área de contacto, A_c, y el módulo de elasticidad reducido, E_r, el cual considera las deformaciones elásticas del indentador:

$$S_u = \frac{2}{\sqrt{\pi}}E_r\sqrt{A_c} \quad (2)$$

King [2] usando elementos finitos, *FE*, para modelar el comportamiento elástico, mostró que en el caso de indentadores no simétricos, como los tipo pirámide, la ecuación (2) debe ser modificada introduciendo el factor β:

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

que para el caso de indentadores piramidales con base triangular, como el indentador Berkovich, es igual a 1.034. Estudios posteriores conducidos por Hendrix [3] mostraron que este valor es de aproximadamente 1.028.

Los estudios de elementos finitos en la zona elástica conducidos por Hay et al. [4] mostraron que la ecuación de Sneddon no debe ser corregida solamente por la pérdida de simetría, sino también debido a desplazamientos radiales sufridos por el material en la zona de contacto. Estos autores introdujeron el factor de corrección γ. De ésta forma la ecuación (3) se reescribe como:

$$S_u = \beta\gamma\frac{2}{\sqrt{\pi}}E_r\sqrt{A_c} = \beta^*\frac{2}{\sqrt{\pi}}E_r\sqrt{A_c}. \quad (4)$$

Hay et al demostraron que el factor de corrección γ depende de la relación de Poisson y su valor promedio es aproximadamente 1.06, lo que significa que $\beta\gamma\approx1.09$. Sin embargo, después del trabajo de Hay et al ha reinado una amplia confusión respecto al origen y valor del producto $\beta\gamma$. De hecho la mayoría de las publicaciones han adoptado el valor de β^*=1.034. Más aun, es completamente desconocido el efecto que la huella producida por el indentador, i.e. flujo plástico, tiene sobre

Fecha de Recepción. 30 julio de 2007
Fecha de Aceptación. 10 Agosto de 2007

esta constante. Estudios teóricos y de elementos finitos como los conducidos por Cheng and Cheng [5], Dao et al. [6] y Woirgard [7], han reportado valores para β^* que varían entre 1.062 y 1.12, mientras que estudios experimentales detallados en sílice fundida conducidos por Strader et al [8] reportan un valor de β^*=1.055±0.021, enfatizando la incertidumbre en la medición de esta variable.

Reemplazando en la ecuación (4) la dureza $H = P / A_c$, se obtiene la siguiente expresión:

$$H = \frac{4\beta^{*2} Er^2}{\pi} \frac{P_m}{S_u^2}, \quad (5)$$

Esta ecuación indica que es de suma importancia conocer el valor real de β^* para obtener valores reales de H. Sin embargo, es bien conocido que a bajas profundidades (pequeña escala) los materiales presentan un comportamiento mecánico diferente del observado a grandes profundidades (macro escala). En el caso de la mecánica de contacto, dicho efecto es conocido como *efecto del tamaño de la identación* "*ISE*" [9], que es ilustrado en la figura 1 en términos de la dureza, en la cual el signo de interrogación muestra que en la escala nanométrica no es claro el comportamiento ni las leyes que lo gobiernan. En general los modelos desarrollados para explicar el efecto *ISE* han supuesto indentadores cónicos perfectos y se han concentrado en el estudio de materiales metálicos [10]. Por esto, el efecto *ISE* ha sido atribuido sólo a variaciones en la microestructura, más aun, estos los modelos predicen un aumento continuo de la dureza al disminuir la profundidad (curva para metales en la figura 1). Sin embargo, cuando el indentador es esférico o cónico terminado en esfera, se ha encontrado una disminución de la dureza en la escala nanométrica, en especial para materiales cerámicos [11, 12].

La figura 2 compara un indentador cónico perfecto con uno real, en el cual las imperfecciones del indentador como el inevitable arredondamiento que una pirámide sufrirá en su ápice durante el proceso de fabricación (y que será incrementado con el uso debido al desgaste natural que sufre cualquier material) son inevitables.

Solamente en los seis últimos años se ha comenzado a prestar atención al efecto que estas imperfecciones puede tener sobre el factor β^*, lo que además es curioso, ya que es justamente a pequeñas profundidades en donde la técnica *DSI* es más útil. Por ejemplo, estudios recientes conducidos por Troyon y Huang [13-15] han demostrado experimentalmente que el factor de corrección β^* depende fuertemente del radio del indentador así como también de las propiedades mecánicas del material indentado, reportando valores de 1.2 para sílice fundida, utilizando un indentador con R= 105 nm y una carga de 10 mN. Por otra parte Chen et al [16], han demostrado mediante análisis de elementos finitos, que para un material isotrópico, homogéneo e idealmente elastoplástico y sin tener en cuenta posibles efectos de la microestructura a escala atómica, como lo son las generación de dislocaciones, la disminución en la dureza a escala nanométrica tiene una componente debida al arredondamiento del indentador. Uno de los modelos más recientes desarrollados por Nicola M. [9] para explicar el fenómeno *ISE*, claramente muestra como éste está directamente relacionado con la competencia entre la superficie a través de la cual se transfiere la energía de contacto y volumen en el que esta es disipada, de lo que se puede concluir que el arredondamiento del indentador contribuye al efecto *ISE*.

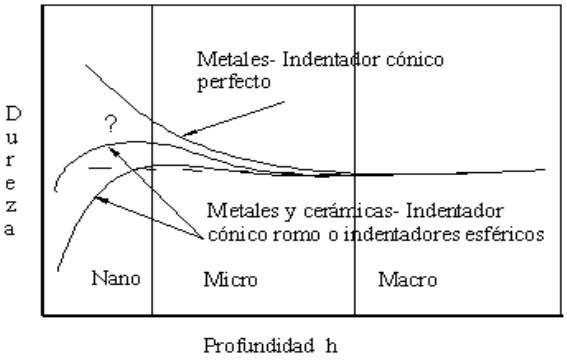

Figura 1. Variación de la dureza con la profundidad de indentación. Se diferencia tres regímenes: de indentación.

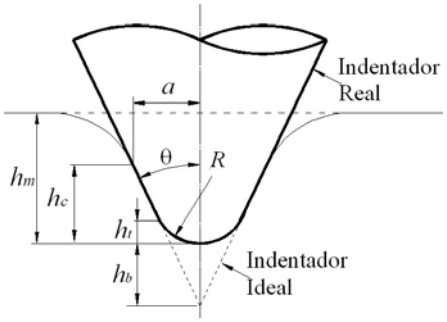

Figura 2. Indentador cónico real vs. Ideal. h_t es la altura de truncamiento, h_b es la altura de transición de la parte esférica a la parte cónica, h_m es la altura máxima de penetración y h_c la altura de contacto relacionada con el radio de contacto a, también se muestran otros parámetros como el semi- ángulo θ y el radio R de la punta del cono.

La ecuación (5) también se puede expresar de la siguiente forma:

$$\beta^* = \frac{\sqrt{\pi H}}{2E_r \sqrt{\frac{P_m}{S_u^2}}}, \quad (6)$$

la cual muestra que para el caso de un material homogéneo, y con propiedades mecánicas constantes (escala macro), tanto el parámetro P_m/S_u^2 como β^* deberán ser también constantes. Sin embargo, debido al

fenómeno *ISE*, en la escala nanométrica la relación entre H, P_m/S_u^2 y β^* no es conocida.

Resumiendo, la literatura muestra que tanto el efecto *ISE* como β^* no solamente depende de la geometría del indentador sino también de las propiedades mecánicas del material. Además, β^* no es una constante única para un indentador en particular. El presente trabajo estudia experimentalmente la dependencia de H y β^* con la profundidad de penetración, en especial a bajas profundidades.

2. DESARROLLO EXPERIMENTAL

El equipo utilizado en este estudio fue un *Nano Indenter XP* (*Nanoinstruments Innovation Center, MTS systems, TN, USA*) completamente calibrado, capaz de medir la rigidez de contacto (técnica *CSM*), S_u, de forma continua. Se utilizaron dos indentadores tipo Berkovich con radios en la punta de 122 ± 15 nm (h_b=8nm) y 370 ± 22 nm (h_b=22nm), establecidos mediante el método de Hertz [17]. Para esto se utilizó sílice fundida con módulo de elasticidad, 72.5±0.3 Gpa (Er=70.06 GPa) medido mediante técnicas acústicas. En este caso la carga máxima fue lo suficientemente baja para mantener el contacto en el régimen elástico. Éste método consiste en ajustar los datos *P-h* a la ecuación, $P = \left(16RE_r^{\ 2}/9\right)^{1/2} h^{3/2}$, para así obtener R.

Para la recolección de los datos de carga, profundidad y rigidez de contacto se realizaron 8 indentaciones a cargas máximas de 2 mN, 10 mN, 50 mN. La secuencia de carga y las correcciones de profundidad inicial y oscilaciones térmicas fue diseñada de acuerdo a las recomendaciones dadas en la referencia [18]: La velocidad de aproximación a la superficie fue de 10 nm/s, el desplazamiento armónico de 2 nm a una frecuencia de 45 *Hz*, lo que permite una cuidadosa detección del punto inicial de contacto. Una vez detectada la superficie, el indentador es cargado hasta alcanzar la carga máxima programada a un valor constante de $(dP/dt)/P$=0.3 (la velocidad de carga dividida por la carga) hasta que la carga máxima programada es alcanzada. En este punto la carga máxima es mantenida durante 15 *s*. después de lo cual la descarga inicia hasta un valor de $0.1P_{max}$, carga a la cual se añade un periodo de 50 *s*. para considerar los efectos de oscilación térmica. Los datos fueron analizados mediante el programa *TestWorks TM*. y un programa escrito en *Matlab TM*.

3. RESULTADOS

La figura 3 muestra el promedio de curvas carga desplazamiento, *P-h*, en sílice fundida, obtenidas a una carga máxima de 2 mN con los dos indentadores. Esta muestra claramente el efecto que tiene el radio del indentador sobre la carga necesaria para producir la misma profundidad.

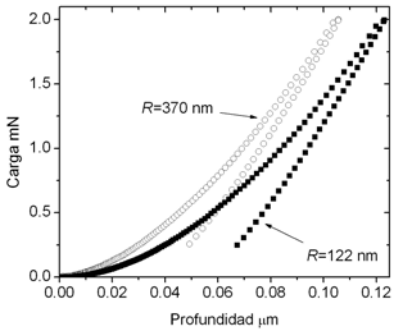

Figura 3. Curvas experimentales carga desplazamiento, *P-h*, obtenidas con dos indentadores Berkovich con diferentes radios de arredondamiento (R=122 nm y R=370 nm). El material indentado sílice fundida a una carga máxima de 2 mN.

El trabajo de Strader et al [8], es tal vez el más detallado en lo que respecta a la medición de β^* en sílice fundida a grandes profundidades. Este autor reporta un valor de β^*=1.055±0.021, y es que se adoptará en éste trabajo para la escala macro. Esto significa que la sola escogencia de β^* introduce una variación de ±4% en la medición de la dureza cuando esta es calculada mediante la ecuación (5). La figura 4 muestra los valores de dureza calculada de acuerdo a la ecuación (5) con un valor fijo de β^*=1.055. Note que a profundidades superiores a 250 nm la dureza tiene un valor constante de 10.55±0.5 GPa sin importar el indentador utilizado, i.e, a estas profundidades el arredondamiento del indentador parece no influir significativamente en la obtención de las propiedades mecánicas y por esta razón se adoptará H=10.55 como el valor de dureza de la sílice fundida a escala macro. La figura 4, muestra que la escogencia de un valor de β^* constante produce una gran disminución de la dureza a bajas profundidades, especialmente para h_m<100 nm. Estos resultados son similares a los reportados por Chen et al [16].

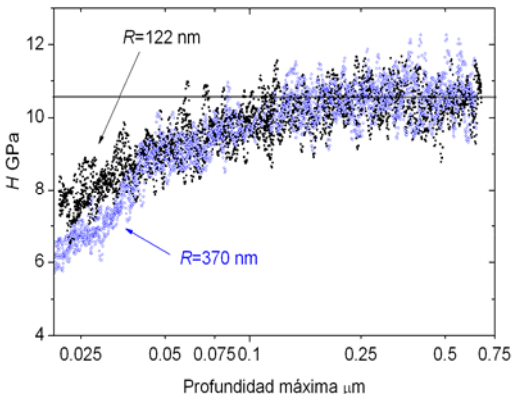

Figura 4. Dureza medida experimentalmente como función de la profundidad máxima h_m calculada mediante la ecuación (5)

4. DISCUSIÓN

Derivando la ecuación (1) se calcula la rigidez de contacto predicha por el modelo de Sneddon:

$$S_{u\,Sneddon} = \frac{dP}{dh} = \frac{4Er\tan\theta}{\pi} h \quad (7)$$

Con la cual es posible definir el valor *"real"* de β*:

$$\beta_{real} = S_{u\,medida} / S_{u\,Sneddon} \quad (8)$$

Los valores calculados mediante la ecuación (8) se reportan en la figura 5, en la cual también se reporta el valor de β* calculado de acuerdo con la ecuación (6) en la que se ha asumido un valor de H constante igual a 10.55 GPa. Este resultado es especialmente importante, ya que los valores de β* y β_{real}, siguen la misma tendencia que los calculados mediante la ecuación (5) asumiendo un valor único de dureza y además tienden a valores de 1.06 y 1.1 respectivamente a una profundidad de 600 nm. Las diferencias entre β* y β_{real} no son entendidas completamente, pero probablemente tiene origen en que el análisis de Sneddon no tiene en cuenta la fricción, ni la formación de la huella debida al flujo plástico y obviamente a que a bajas profundidades, i.e. a pequeñas distancias la sílice presenta cierta cristalinidad. Pero más importante aún es que la definición de β_{real} implica que la ecuación (1) describe el comportamiento del indentador real, es decir del indentador con imperfecciones, lo cual no es cierto. Una ecuación que ha probado describir mejor el comportamiento es [5]:

$$P = \frac{2E\tan\theta}{\pi(1-\nu^2)}(h+h_b)^2, \quad (9)$$

y

$$\bar{S}_{u\,Sneddon} = \frac{dP}{dh} = \frac{4Er\tan\theta}{\pi}(h+h_b). \quad (10)$$

Con lo que se puede definir:

$$\bar{\beta}_{real} = S_{u\,medida} / \bar{S}_{u\,Sneddon} \quad (11)$$

La figura 6 compara los resultados β* y $\bar{\beta}_{real}$, los cuales permiten apreciar que aún teniendo en cuenta el radio del indentador, para el cálculo de la rigidez de contacto predicha por la ecuación de Sneddon, los valores de $\bar{\beta}_{real}$ difieren de los experimentales. Incluso con estas discrepancias las figuras 5 y 6 sugieren fuertemente que el valor de β* no puede ser asumido como constante y además que éste tiende a incrementar a bajas profundidades. Note que hasta profundidades de unos 10 y 20 nm el contacto para los indentadores con R=122 y 370 nm, respectivamente, se da en la parte esférica, por lo que los resultados hasta estas profundidades, y tal vez profundidades un poco mayores, no pueden ser tenidos en cuenta es este análisis.

De acuerdo con análisis dimensionales y de elementos finitos realizados en conos perfectos por Cheng et al [5] y y en esferas perfectas por Wangyang et al [19], $H = H_{cheng} = kE_r(1-(1+W_e/W_p)^{-1})$, en la que k=5, W_e es la energía elástica (área bajo la curva de descarga) y W_p es la energía plástica (área entre la curva de carga y descarga). La figura 7 muestra la relación entre la energía plástica y elástica (W_p/W_e), la cual para profundidades mayores a 150 nm, aún varía. También se muestran los valores de H_{cheng}, según los cuales la dureza aumenta a bajas profundidades. Más aun, a profundidades entre 100 nm y 600nm la relación W_p/W_e, i.e, la dureza varía significativamente. Estas tendencias coinciden con las tendencias de $\bar{\beta}_{real}$ mostrados en la figura 6, en los cuales sólo a profundidades superiores 1.5R, $\bar{\beta}_{real}$ es aproximadamentes constante.

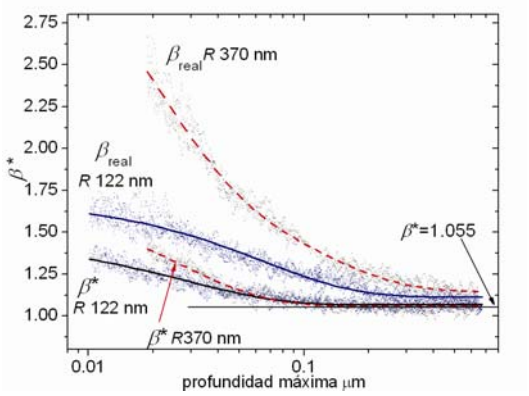

Figura 5. β* y β_{real} como función de la profundidad h, las líneas sólidas y punteadas representan el ajuste de los datos a una función de decaimiento exponencial de primer orden.

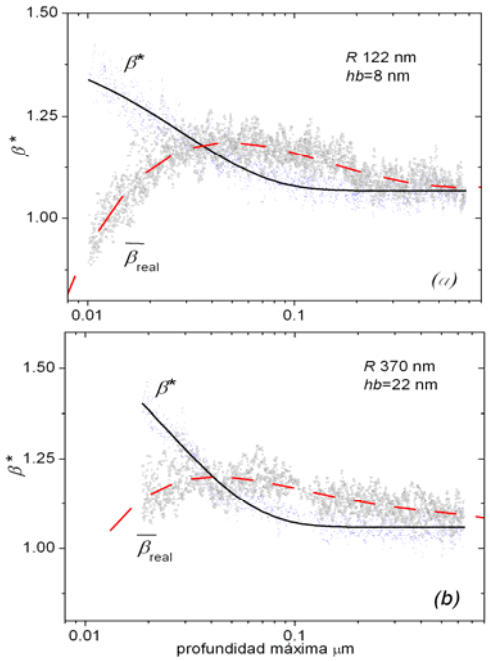

Figura 6. β* y $\bar{\beta}_{real}$ como función de la profundidad h. (*a*) para indentador con R=122 nm y (*b*) R=370nm.

La implicación más importante de este hallazgo recae sobre el bien conocido método de Oliver y Pharr (*O&P*) [18] para la calibración de la función de área de indentadores y la extracción del módulo de elasticidad y dureza en ensayos *DSI*. Este método utiliza la sílice fundida como material de referencia, entre otras razones porque se supone que este material no presenta efecto *ISE*. Realizando distintas indentaciones, o alternativamente utilizando la técnica *CSM,* se puede obtener la rigidez de contacto, S_u (pendiente de la curva de descarga), con lo que se puede obtener el área de contacto con la ecuación (4), $A_c = \frac{\pi S_u^{\ 2}}{4\beta^{*2} Er^2}$, y al mismo tiempo calcular la profundidad de contacto, $h_c = h_m - 0.75\frac{P}{S_u}$. Las parejas de datos h_c y A_c se ajustan a una ecuación de la forma:

$$A_{O\&P} = A_0 h_c^2 + A_1 h_c + A_2 h_c^{1/2} + ... + A_8 h_c^{1/128} \quad (12)$$

Así se establece la geometría de indentador. Posteriormente ésta ecuación permite obtener el área de contacto en cualquier material y así obtener su dureza y módulo de elasticidad. La figura 8 muestra los datos originales del área de contacto, A_c, calculada mediante la ecuación (4) y la predicción de la ecuación (12), después de hallados los coeficientes A_o,..,A_8, de la cual se puede establecer que para el intervalo de entre 15 y 600 nm las funciones de área predicen correctamente área de contacto hallada mediante la ecuación (4).

Generalmente la capacidad del método de *O&P* es accedida utilizando la función de área para calcular el módulo de elasticidad. La figura 9, muestra los resultados para E_r usando la función de área $A_{O\&P}$, la que claramente predice correctamente dicho valor. Sin embargo, esto es solamente un artilugio del método, pues sin importar si β^* es o no constante ni su valor, la ecuación (12) producirá valores del área de contacto A_C ó $A_{O\&P}$, para los que E_r sea el valor del material patrón utilizado en la calibración. Esto se muestra en la Figura 9 en la que se ha incluido E_r calculado utilizando una función de área asumiendo β^* variable (para el indentador con R=122nm y calculado a través de la ecuación (6) con H=10.5); de esta forma los resultados son prácticamente los mismos que los obtenidos con β^* constante. Es importante anotar que la verificación experimental de la dependencia entre E_r y β^* es difícil ya que para profundidades mayores a 100nm: (a) $\beta^* \approx 1.055 \pm 4\%$; (b) experimentalmente, en el mejor de los casos, E_r sólo se puede predecir con un error del orden del 5% y E_r depende linealmente de β^*, mientras que en la dureza depende de β^{*2}, lo que hace más fácil la detección de variaciones de β^* en las mediciones de dureza.

Esto no quiere decir que el método de *O&P* no sea válido, todo lo contrario, pues este ha sido probado con éxito, lo que sí es importante remarcar es que a bajas profundidades la medición de dureza utilizando éste método debe realizarse con mucho cuidado. Por ejemplo, para obtener mediciones confiables de dureza en capas cerámicas, i.e. para no tener influencia del sustrato, se recomienda una profundidad máxima no superior a 1/10 de su espesor [20,21]. Dado que estas capas generalmente tienen menos de 1 μm, el indentador utilizado deberá tener menos de 50 nm de radio, lo cual en la mayoría de los casos no es verificado.

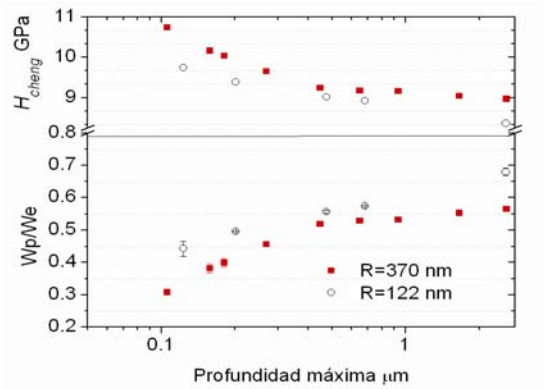

Figura 7. Variación de la relación *Wp/We* y la dureza calculada mediante el modelo de Cheng et al [5]. Las barras denotan una desviación estándar.

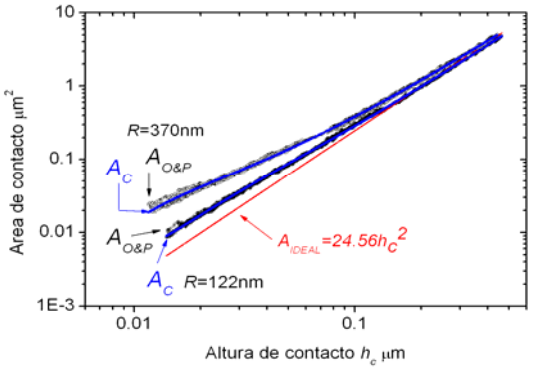

Figura 8. Comparación entre el área de contacto experimental, A_c, y la predicha mediante la ecuación (12) $A_{O\&P}$. También se incluye el área para un indentador perfecto, A_{IDEAL}.

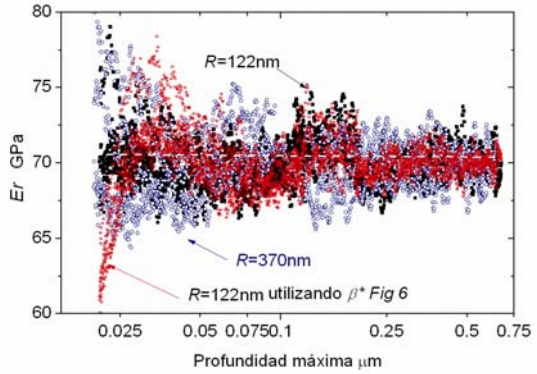

Figura 9. Módulos de elasticidad reducidos calculado utilizando las dos funciones de área $A_{O\&P}$ con β^*=1.055. También se muestra E_r calculado utilizando la función de área obtenida utilizando β^* variable (el mostrado en la Fig. 6), i.e asumiendo H constante= 10.55 GPa

5. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

Los resultados sugieren fuertemente que el factor β^* que corrige la ecuación de Sneddon, no es una constante y que esta se ve influenciada por el radio del indentador y la profundidad. Esto hace que el método de Oliver y Pharr produzca valores no confiables de dureza a bajas profundidades relativas al radio del indentador.

Aunque el efecto del tamaño de la indentación *ISE*, se presenta en la sílice fundida, no es clara la magnitud del mismo ya que este fenómeno tiene relación directa con la variación de β^* para la cual no hay una función predefinida. La única forma en que se puede hallar los valores verdaderos de H a bajas profundidades, i.e. estudiar el fenómeno *ISE,* es adquiriendo imágenes de microscopía de fuerza atómica, con las cuales se puede establecer el área real de contacto. Esta es también la única forma de verificar la dependencia real de β^* con el radio del indentador y la profundidad de indentación.

Agradecimientos

Este trabajo fue parcialmente financiado por el Instituto Colombiano para las Ciencias (*COLCIENCIAS*) mediante su programa de apoyo a doctorados nacionales, y por la Universidad Pontificia Bolivariana, contrato 823-11/05-18. Los autores especialmente agradecen al Departmento de ciencia de Materiales, The University of Tennessee – Knoxville, TN. USA, por permitir el uso de su laboratorio.

BIBLIOGRAFÍA

[1] I. N. Sneddon, "The relationship between load and penetration in the axisymmetric Boussinesq problem for a punch of arbitrary profile," *Int. J. Eng. Sci*. vol. 3, pp.47 57, 1965.

[2] R.B. King: "Elastic analysis of some punch problems for a layered medium," *Int. J. Solids Structures* vol. 23, 1657-1664, 1987.

[2] M.T. Hendrix: "The use of shape correction factors for elastic indentation measurements," *J. Mater. Res.* Vol 10, 255-257, 1995.

[4] J.C. Hay, A. Bolshakov, and G.M. Pharr : "A critical examination of the fundamental relations used in the analysis of nanoindentation data," *J. Mater. Res.* Vol. 14, 2296-2305, 1999.

[5] Y.-T. Cheng and C.-M. Cheng: "Scaling, dimensional analysis, and indentation measurements," *Mat. Sci. Eng. R* Vol. 44, 91-149, 2004.

[6] M. Dao, N. Chollacoop, K.J. Van Vliet, T.A. Venkatesh, and S. Suresh: "Computational modeling of the forward and reverse problems in instrumented sharp indentation," *Acta Mater.* Vol. 49, 3899-4918, 2001.

[7] J. Woirgard: "Some results on the indentation of an elastic half space," *Phil. Mag.* Vol 86, 5199-5217, 2006.

[8] J. H. Strader; S. Shim; H. Bei; W. C. Oliver; G. M. Pharr, "An experimental evaluation of the constant β relating the contact stiffness to the contact area in nanoindentation," *Phil. Mag.* Vol. 86, 5285-5298, 2006.

[9] M. Nicola, "A general shape/size-effect law for nanoindentation," Acta Materialia. Vol. 55, 1947–1953, 2007.

[10] Nix, W.D., Gao, H., "Indentation size effects in crystalline materials: a law for strain gradient plasticity," *J. Mech. Phys. Sol.* Vol. 46, 411–425. 1998.

11] J. Swadener, E.P. George, G.M. Pharr; "The correlation of the indentation size effect measured with indenters of various shapes," *J. Mech. Phys. Sol.* Vol.50, 681 – 694, 2002.

[12] Z. Xue, Y. Huang, K. Hwang, M. Li, "The influence of indenter tip radius on the micro-indentation hardenss," J. Eng. Mat. Technol, Vol. 124, 371-379, 2002.

[13] M. Troyon and L. Huang: "Correction factor for contact area in nanoindentation measurements," *J. Mater. Res.* Vol. 20, 610-617, 2005.

[14] M. Troyon and L. Huang: "Comparison of different analysis methods in nanoindentation and influence on the correction factor for contact area," *Surf. Coat. Technol*. Vol. 201, 1613-1619, 2006.

[15] M. Troyon and S. Lafaye: "About the importance of introducing a correction factor in the Sneddon relationship for nanoindentation measurements," Phil. Mag. Vol. 86, 5299-5307, 2006

[16]W. Chen, M. Li, Z. Taihua, Y.-T. Cheng, C.-M. Cheng, "Influence of indenter tip roundness on hardness behavior in nanoindentation," *Mater. Sci. Eng. A*. Vol. 445, pp. 323-327, 2007.

[17] K.L. Johnson, "Contact Mechanics," Ed. Cambridge University Press, 1985, pp. 84-94.

[18] W. C. Oliver, G. M. Pharr: "Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: advances in understanding and refinements to methodology," *J. Mater. Res*. Vol. 19, 3-20, 2004.

[19] N. Wangyang, Y. -T. Cheng and C. -M. Cheng, Cheng cheng, C. David, "An energy-based method for analyzing instrumented spherical indentation experiments," J. Mater. Res. Vol. 19, 149-157, 2004.

[20] J. M. Meza, J. M. Vélez, A. Devia, "The importance of RID and P Vs hn curves on the indentation studies of TiN films deposited onto M2 and 304L steels," *Revista de Igenieria de la Universidad de Antioquia*, Vol. 37, 107-120, 2006

[21]J. M. Meza, C. A. Chaves, J. M. Vélez., "Técnicas De Indentación: Medición De Propiedades Mecánicas En Cerámicas," *Dyna*, Vol. 73, 81-93, 2006.