



EVALUACIÓN DE LA DUREZA MEDIANTE ENSAYOS DE PERFORACIÓN CON TALADRO AUTOMATIZADO EN RECUBRIMIENTOS DE $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ ELABORADOS POR PROYECCIÓN TÉRMICA OXIACETILÉNICA

M. Barreto^{1,*}, F. Vargas¹

1: Ingeniería de Materiales, Grupo GIMACYR, Universidad de Antioquia, Medellín, Colombia.

* Angelica.barreto@udea.edu.co

PALABRAS CLAVE	RESUMEN
Recubrimientos, proyección térmica oxiacetilénica, resistencia a la perforación, dureza.	En este trabajo, se hicieron mediciones de dureza en recubrimientos de alúmina con 13 % y 43 % en peso de TiO_2 , elaboradas mediante proyección térmica por llama oxiacetilénica, utilizando un taladro de perforación automatizado. Sobre la superficie de los recubrimientos se realizaron indentaciones con broca de carburo de tungsteno-cobalto, aplicando una fuerza por pasos de ~20 N hasta aproximadamente 140 N. Posteriormente, se retiró de forma progresiva y por pasos de ~20N, la fuerza aplicada hasta alcanzar el punto de inicio, midiendo para cada paso la profundidad de la broca respecto a la superficie del recubrimiento. A partir de estas medidas se recolectaron datos de la curva de histéresis (carga/descarga de la fuerza vs profundidad de penetración) y se calculó la dureza por perforación, usando las ecuaciones propuestas para tal fin por otros investigadores, quienes realizaron estudios similares sobre muestras de recubrimientos cerámicos, pero elaborados mediante proyección térmica por plasma atmosférico. Los resultados demostraron que el método de perforación con taladro automatizado es útil para la medida de la dureza de recubrimientos cerámicos depositadas mediante proyección térmica por llama oxiacetilénica, lo cual complementa los hallazgos de los otros investigadores que habían realizado estudios similares sobre muestras de recubrimientos cerámicos pero elaboradas mediante proyección térmica por plasma.

EVALUATION OF HARDNESS USING DRILLING TESTS WITH AUTOMATED DRILL ON $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ COATINGS MANUFACTURED BY OXY-ACETYLENE THERMAL SPRAYING PROCESS

KEYWORDS	ABSTRACT
Coatings, oxy-acetylene thermal spraying, drilling resistance, hardness.	In this work, the hardness of alumina coatings with 13 wt.% and 43 wt.% titania, thermally sprayed by oxy-acetylene flame was measured using an automated drilling system. Indentations was produced on the surface of each coating, applying loads by steps of around 20 N to ~140 N, using a tungsten carbide-cobalt drill bit.



Subsequently, the load was progressively withdrawn in steps of ~20 N until the applied force was completely discharged. During each step of loading and unloading of the applied force, as well as the depth of the drill bit with respect to the surface of the coating were measured, and then, the hysteresis curve (force load/unload vs. penetration depth) was constructed and from this data the drilling hardness was calculated. The drilling hardness was calculated from equations proposed previously by others researchers for ceramic coatings thermally sprayed using an atmospheric plasma jet. The results demonstrated that this method is useful to measure the hardness of ceramic coatings thermally sprayed with oxy-acetylene flame, supplementing the findings of other researchers who had carried out similar studies on ceramic coatings thermally sprayed by atmospheric plasma jet.

1. INTRODUCCIÓN

Históricamente, las técnicas de evaluación de materiales basadas en ensayos de perforación han tenido un papel crucial en la exploración, explotación y estudio de los suelos. La implementación de estas, ha permitido el acceso a recursos subterráneos, investigar la composición de las rocas y llevar a cabo proyectos de construcción e ingeniería [1, 2]. Esta práctica ha sido esencial para comprender y aprovechar los recursos, así como para garantizar la estabilidad y la seguridad de edificaciones y estructuras [3].

A partir de los resultados obtenidos por Julius Hirschwald en 1908, se han realizado múltiples trabajos con el fin de mejorar la técnica de medición, mediante la automatización del proceso, dejando atrás los métodos manuales y utilizando equipos de perforación controlados por computadora para realizar perforaciones de alta precisión [2, 4-7]. Esto permitió realizar estudios de la estructura de las rocas, de su comportamiento y realizar mediciones del punto más débil, información que permite determinar su grado de deterioro.

Por consiguiente, los resultados de la automatización generaron interés por el uso de esta técnica en el campo de la construcción, donde a través de ensayos de perforación, otros autores lograron caracterizar morteros y materiales para fachadas de monumentos arquitectónicos estableciendo valores de resistencia a la perforación a partir de la profundidad perforada, con el fin de identificar y prevenir posibles vulnerabilidades. Esto contribuyó al análisis estructural en pro de la preservación y mitigación de riesgos del patrimonio cultural construido [8-10].

La capacidad de los materiales para resistirse a su deformación localizada y permanente generalmente se suele deducir a partir de los resultados de ensayos de indentación, que consisten en aplicar una carga en la superficie de una muestra y medir la huella residual producida por el contacto entre el indentador y la superficie. Esto incluye las pruebas de caracterización mecánica convencionales como dureza Vickers y Knoop. Sin embargo,



otros autores han propuesto la evaluación de la dureza mediante ensayos de perforación a través de ecuaciones que relacionan la equivalencia de los resultados de perforación con datos conocidos como dureza Vickers, para recubrimientos cerámicos depositados mediante proyección térmica por plasma atmosférico [11].

Investigaciones recientes han abordado el estudio de la resistencia a la perforación en recubrimientos hechos a partir de proyección térmica por plasma y por combustión oxiacetilénica, por considerar este método como una valoración no destructiva, que permitiría evaluar la dureza de las superficies recubiertas in situ sin necesidad de realizar cortes en la muestra, como se haría con otros métodos tradicionales como Vickers y Knoop [11-13].

Exploraciones previas han verificado la eficacia de la técnica de perforación con taladro automatizado en recubrimientos cerámicos elaborados mediante proyección térmica por plasma [11]. Estos avances son particularmente relevantes ya que la aplicación de técnicas de evaluación no destructiva evita interrupciones en la producción, lo que tiene un impacto positivo en la eficiencia de los procesos y reduce sus desventajas económicas. Por lo anterior, la resistencia a la perforación se presenta como una herramienta confiable y sensible que proporciona mediciones precisas de la dureza de los materiales, facilitando así el mantenimiento y la toma de decisiones en entornos industriales críticos.

Por consiguiente, es de interés en esta investigación conocer si los resultados obtenidos por estos otros investigadores en

recubrimientos depositados por plasma [11], son aplicables y/o comparables a recubrimientos depositados mediante llama oxiacetilénica, con el fin de contribuir a establecer los alcances del uso del método de perforación para la medida no destructiva de la dureza en recubrimientos depositados mediante proyección térmica.

2. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

Con el fin de llevar a cabo este trabajo, se utilizaron las muestras preparadas por Rémy Belon y sus colaboradores para una investigación previa [13], consistentes en sustratos de acero al carbono AISI 1020 recubiertos mediante proyección térmica por llama oxiacetilénica utilizando los polvos Saint-Gobain 107[®] y Saint-Gobain 109[®], constituidos por Al₂O₃ con aproximadamente 13 % y 43% en peso de TiO₂, respectivamente. Los recubrimientos fueron denominados AT-13 y AT-43, respectivamente.

A los recubrimientos obtenidos se les realizó análisis de difracción de rayos X, con el fin de identificar las fases cristalinas presentes en su estructura.

Tanto la sección transversal, como la superficie de los recubrimientos fue desbastada y pulida de acuerdo con lo establecido en la norma ASTM E1920-03(2021) [14], hasta obtener una rugosidad media aritmética (Ra) inferior a 0,1 μm. Posteriormente, la estructura de los recubrimientos fue analizada mediante Microscopía Electrónica de Barrido (MEB), usando un microscopio JEOL JSM-6490LV.



Finalmente, sobre la superficie pulida de los recubrimientos se llevaron a cabo las pruebas de indentación, tanto con el taladro automatizado, como con el indentador Vickers. Las pruebas de indentación con el taladro automatizado se llevaron a cabo empleando 3 brocas de WC-Co con microdureza en la punta de $17,6 \pm 0,4$ GPa. El diámetro máximo de las brocas fue 3,0; 6,3 y 7,9 mm. Este tipo de brocas es comúnmente utilizado para perforar azulejos para baños y vidrios (Figura 1).

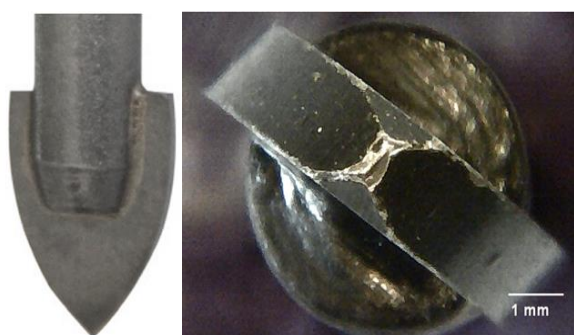


Figura 1. Broca de WC-Co utilizada en los ensayos de indentación con taladro automatizado [11]

El taladro automatizado, construido por el Grupo GIPIMME de la Universidad de Antioquia, está provisto de un servomotor, encargado de aplicar fuerza a velocidad controlada sobre la superficie de la muestra. Además, consta de una celda de carga que mide la fuerza aplicada, así como de un indicador digital que muestra en tiempo real la profundidad de penetración de la broca en la muestra, con una sensibilidad de $1 \mu\text{m}$, ver Figura 2. Este equipo cuenta con un programa computacional que permite configurar la velocidad y ejecución de movimientos para aplicar y retirar la fuerza aplicada por la broca a la muestra.

El tipo de broca utilizada, el taladro automatizado y el proceso de aplicación, sostenimiento y retiro de la fuerza aplicada a la superficie de la muestra a través de la broca son similares a los utilizados previamente por Claudia C. Palacio y sus colaboradores [11].

El proceso se llevó a cabo en dos etapas, la primera de ellas denominada etapa de carga, en la que se aplicó una fuerza de aproximadamente 140 N en 6 pasos sucesivos de casi 20 N cada uno de ellos.

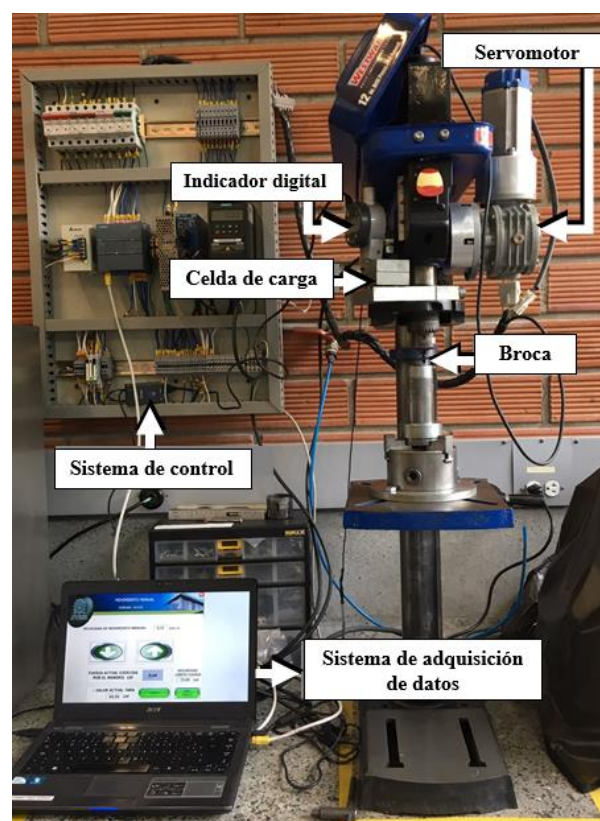


Figura 2. Taladro automatizado

En la segunda etapa, denominada etapa de descarga, se fue retirando progresivamente la fuerza que se aplicó sobre la muestra en pasos sucesivos de aproximadamente 20 N, cada uno de ellos hasta que se retiró completamente la broca de la superficie de la

muestra. La velocidad de aplicación y de retiro de la fuerza en cada paso fue de aproximadamente 0,15 mm/s y el tiempo de sostenimiento de la fuerza aplicada en cada paso fue de 15 segundos. Una vez alcanzados los 15 segundos de sostenimiento de la fuerza aplicada o retirada en cada uno de los pasos de la etapa de carga y de descarga, el indicador digital mide la profundidad de penetración o de retirada de la broca. Con los resultados de fuerza en la etapa de carga y descarga vs la profundidad de penetración de la broca en la muestra se construyó la curva de histéresis.

Con el fin de verificar la reproducibilidad de los resultados, se llevaron a cabo tres medidas sobre cada una de las dos muestras estudiadas, siguiendo el mismo procedimiento ya descrito. El tratamiento de los datos obtenidos en este estudio se realizó de manera similar a lo planteado por Claudia C. Palacio y sus colaboradores, quienes realizaron un trabajo similar, pero con recubrimientos cerámicos elaborados mediante proyección térmica por plasma [11]. Lo anterior, con el fin de comparar y/o complementar los resultados obtenidos previamente por estos investigadores.

Por su parte, la medida de la microdureza Vickers de los recubrimientos fue llevada a cabo aplicando sobre la superficie de los recubrimientos una carga de 5 kgf (49 N), utilizando el equipo Novotest de referencia TB-BRV-D.

3. RESULTADOS Y ANÁLISIS

3.1 Caracterización de fases cristalinas

Los resultados de la identificación de las fases cristalinas presentes en los recubrimientos

son presentados en las Figuras 3 a-b. De acuerdo con lo mostrado en la Figura 3a en el recubrimiento de Al_2O_3 -13 % en peso de TiO_2 predomina la fase Al_2O_3 - γ , la cual es común en recubrimientos de esta composición química elaborados mediante proyección térmica [15, 16]. Adicionalmente, el amplio ensanchamiento de un pico con baja intensidad (a manera de joroba), que se presenta a un ángulo entre 30 y 40 grados 2 theta evidencia la presencia de una fase amorfa, la cual es común en este tipo de recubrimientos con altos contenidos de alúmina [15, 17].

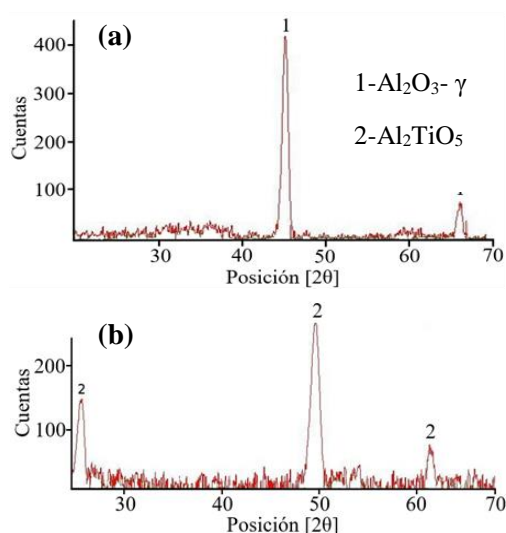


Figura 3. Difractograma de los recubrimientos.
(a) AT-13. (b) AT-43

La Al_2O_3 - γ es una fase metaestable que se produce a partir de la fusión y solidificación rápida de la alúmina, la cual podría haber estado como Al_2O_3 - α antes de la fusión. Durante el proceso de deposición la fase Al_2O_3 - α , característica de recubrimientos con alto contenido de alúmina se transforma en Al_2O_3 - γ , debido a que esta última tiene menor energía de nucleación [18-21]. En este recubrimiento no se identificaron fases



asociadas al Ti, a pesar de que el contenido de TiO_2 fue de 13 % en peso. Como lo han indicado otros investigadores, en los recubrimientos de composición química AT-13 elaborados mediante proyección térmica, la alúmina en estado líquido forma una solución con el TiO_2 , que conlleva a la formación de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\gamma$ saturada en Ti^{+4} [17, 22, 23]. Por su parte, el recubrimiento de Al_2O_3 con 43 % en peso de TiO_2 está constituido por titanatos de aluminio del tipo Al_2TiO_5 , ver Figura 3 b. Estos titanatos de aluminio tienen una menor dureza que la $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\gamma$, que fue la fase predominante en el recubrimiento AT-13 [16].

3.2 Análisis de la estructura de los recubrimientos

Los resultados obtenidos en el análisis de la sección transversal de los recubrimientos, permitieron establecer que el AT-13 posee una mayor cantidad de poros que el AT-43, tanto en su superficie, como en su sección transversal. Ver Figura 4.

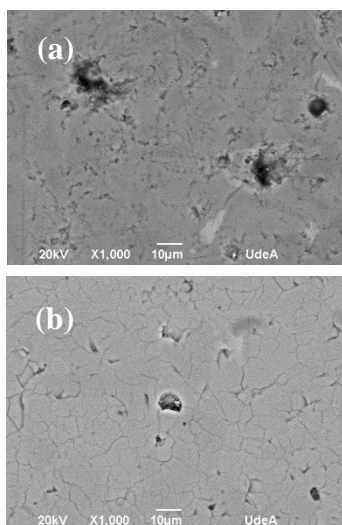


Figura 4. Estructura de la superficie de los recubrimientos. a) AT-13. b) AT-43

Además, el espesor de las dos muestras es similar ($434 \pm 18 \mu\text{m}$ para la muestra AT-13 y $437 \pm 32 \mu\text{m}$ para el recubrimiento AT-43).

3.3 Dureza de los recubrimientos

Las curvas de histéresis obtenidas a partir de las pruebas de indentación llevadas a cabo a los dos recubrimientos con el taladro automatizado, usando tanto la broca de 3,0 mm, como la de 6,3 mm y la de 7,9 mm, son mostradas en la Figura 5, en la Figura 6 y en la Figura 7, respectivamente.

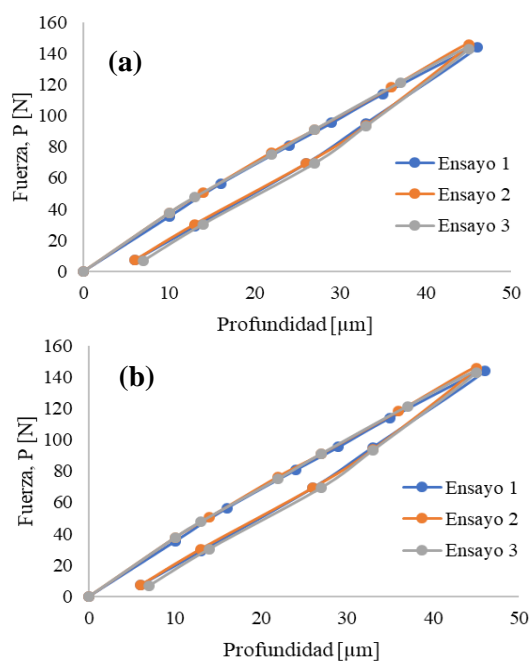


Figura 5. Gráficas de fuerza vs profundidad obtenidas con broca de 3,0 mm para el recubrimiento. (a) AT-13. (b) AT-43

En estas curvas se observa un aumento progresivo de la profundidad penetrada por la broca en el recubrimiento a medida que aumenta la fuerza aplicada durante la etapa de carga, así como la disminución de dicha profundidad a medida que se retira la fuerza

aplicada durante la etapa de descarga. La diferencia entre la profundidad en el punto de inicio de la etapa de carga y la de la profundidad en el punto final de la etapa de descarga correspondería a la deformación plástica producida en el recubrimiento.

Las réplicas de los tres ensayos realizados sobre cada uno de los recubrimientos muestran una alta reproducibilidad de los resultados obtenidos a partir de este ensayo, especialmente, para el recubrimiento AT-43.

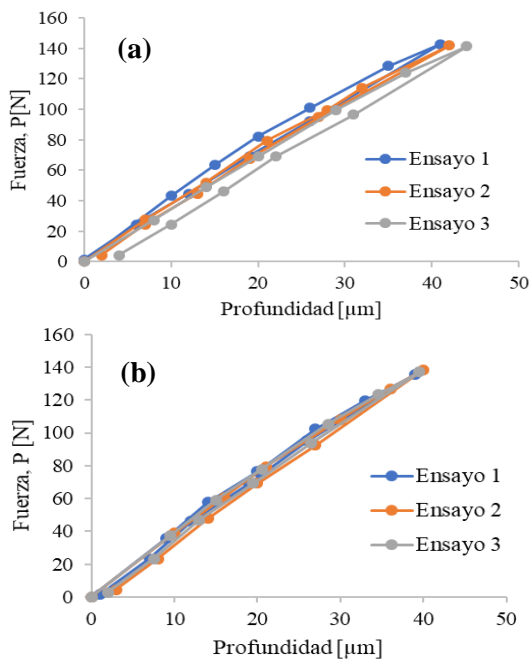


Figura 6. Gráficas de fuerza vs profundidad obtenidas con broca de 6,3 mm para el recubrimiento. (a) AT-13. (b) AT-43

La correlación entre el área transversal de la broca con la profundidad que esta logra penetrar en el recubrimiento fue propuesta por Claudia C. Palacio y sus colaboradores en la Ecuación 1 [11]:

$$Y_t = (0,066 * X - 0,2655) * 10^5 \quad (1)$$

Donde Y_t , es el área transversal de la broca (dada en μm^2) y X es la profundidad de penetración de la broca en el recubrimiento y sus unidades son en μm .

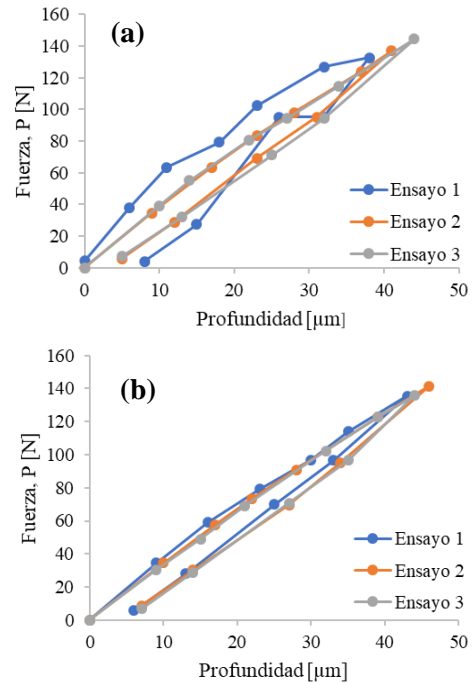


Figura 7. Gráficas de fuerza vs profundidad obtenidas con broca de 7,9 mm para el recubrimiento. (a) AT-13. (b) AT-43.

Utilizando el área transversal de la punta de la broca a la profundidad que esta logra penetrar en el recubrimiento, junto con la fuerza aplicada en la etapa de carga, se obtiene una medida de la resistencia a la deformación localizada $\frac{P_c}{A_t}$, esta relación es conocida como índice de dureza. De acuerdo con la metodología planteada previamente por Claudia C. Palacio y sus colaboradores, estos valores se representan gráficamente en relación con la fuerza aplicada, como se muestra en la Figura 8.



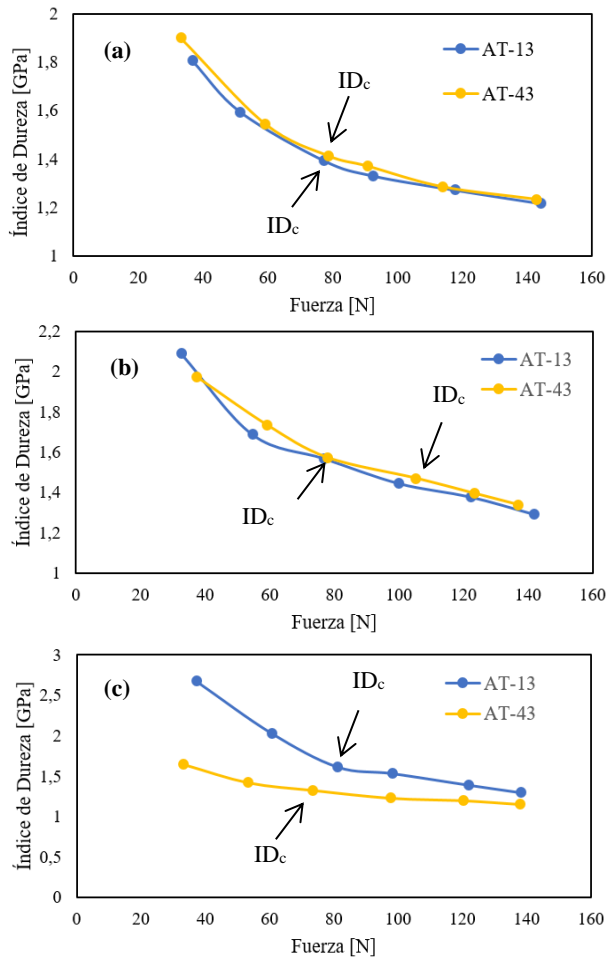


Figura 8. Índice de dureza en función de la fuerza aplicada sobre cada uno de los recubrimientos. (a) Con broca de 3,0 mm. (b) Con broca de 6,3 mm (c) Con broca de 7,9 mm

Se observa que el índice de dureza es inversamente proporcional a la carga aplicada es por ello que al inicio del ensayo con cargas más bajas se obtienen índices de dureza más altos. Luego, estos índices disminuyen de manera continua hasta alcanzar valores casi constantes, independientemente de la carga y finalmente vuelven a disminuir a causa de la fractura del recubrimiento o del efecto del sustrato en la resistencia a la penetración de

la broca. El índice de dureza que es independiente de la carga se denomina índice de dureza crítico (ID_c), y se obtiene a partir de la medida de deformación localizada en la carga correspondiente a este índice. Este valor de ID_c se utiliza para calcular la dureza $HD_t^{s'}$, como se describe en la Ecuación 2 [11].

$$HD_t^{s'} = K \left(\frac{P_c}{A_t} \right) \quad (2)$$

Donde $HD_t^{s'}$ representa la dureza calculada a partir de los ensayos de perforación instrumentada y sus unidades son GPa y K es una constante de proporcionalidad con la microdureza Vickers, que depende del diámetro de la broca.

Los resultados de los índices de dureza crítico para cada recubrimiento se presentan en la Tabla 1.

Tabla 1. Resultados del índice de dureza crítico (ID_c) obtenido con brocas de diferente diámetro

Código de la muestra	Diámetro de la broca [mm]		
	3,0	6,3	7,9
AT-13	$1,39 \pm 0,03$	$1,57 \pm 0,14$	$1,53 \pm 0,24$
AT-43	$1,41 \pm 0,03$	$1,47 \pm 0,06$	$1,23 \pm 0,24$

De acuerdo con los resultados presentados en la Tabla 1, es evidente que en la medida que aumenta el diámetro de la broca, la diferencia entre los índices de dureza para los dos recubrimientos también aumenta. Esto puede estar asociado a la relación de tamaño entre el área del recubrimiento afectado por la punta de la broca durante la indentación, y el tamaño de los poros identificados en la superficie de la muestra y que fueron mostrados en la Figura 4. Si bien entre el recubrimiento AT-13 hay diferencias sustanciales entre las fases cristalinas que los constituyen y el tamaño y cantidad de poros



presentes en su estructura (tanto en la superficie, como en la sección transversal), el índice de dureza crítico (IDc) determinado a partir de la broca de menor diámetro no refleja las diferencias existentes entre los dos recubrimientos. No obstante, el IDc obtenido con la broca de 6,3 mm para el recubrimiento AT-13 es 10% mayor que el del AT-43 y con la broca de 7,9 mm, esta diferencia aumenta al 24%.

Claudia C. Palacio y sus colaboradores determinaron el valor de K usando brocas de 6,3 mm, obteniendo la Ecuación 3 [11].

$$HD_t^{S'} = 5,3 \left(\frac{P_c}{A_t} \right) \quad (3)$$

La dureza $HD_t^{S'}$ calculada para cada uno de los recubrimientos, a partir de los ensayos de indentación realizados con la broca de 6,3 mm son mostrados en la Tabla 2, junto con los resultados de la microdureza Vickers.

Tabla 2. Dureza por perforación $HD_t^{S'}$ y dureza Vickers de los recubrimientos

Código de la muestra	$HD_t^{S'}$	Vickers ¹
AT-13	8,31 ± 0,72	8,66 ± 1,15
AT-43	7,79 ± 0,33	7,39 ± 0,61

¹ Microdureza Vickers.

Los valores de dureza $HD_t^{S'}$ calculados son representativos de las fases cristalinas y de los poros presentes en la estructura de cada uno de los recubrimientos. De acuerdo con lo reportado en la literatura, la fase $Al_2O_3-\gamma$, presente predominantemente en el recubrimiento AT-13, posee una dureza de 14 GPa [24], mientras que la fase amorfa de la alúmina también presente en este recubrimiento tiene una dureza de 12 GPa [25]. Por su parte, el titanato de aluminio del tipo Al_2TiO_5 , que fue la única fase

identificada en el recubrimiento AT-43, posee una dureza de 700 HV [26], que corresponde a aproximadamente 7 GPa.

La alta porosidad superficial identificada en el recubrimiento AT-13 reduce sustancialmente la dureza proporcionada por la $Al_2O_3-\gamma$ y por la fase amorfa [27].

La microdureza Vickers del recubrimiento AT-13 resulta ser 17% mayor que la microdureza del AT-43, por lo que el uso del IDc obtenido a partir de las indentaciones realizadas con la broca de 6,3 mm (cuya diferencia entre la muestra AT-13 y AT-43 es del 10%), no representa toda la diferencia que existe en esta propiedad mecánica para las dos muestras estudiadas.

La diferencia entre el IDc del recubrimiento AT-13 y el AT-43 medido con la broca de 7,9 mm es del 24%, lo que indica que una evaluación con una broca de diámetro entre 6,3 mm y de 7,9 mm quizás muestre aún un mejor ajuste con los resultados de la medida de la microdureza Vickers, no obstante, no se dispone del valor de K de la Ecuación 2 para el cálculo de la dureza $HD_t^{S'}$, para brocas de diámetro diferente a 6,3 mm.

4. CONCLUSIONES

Se evaluó la dureza de recubrimientos de alúmina con 13 % y 43 % en peso de TiO_2 elaborados por proyección térmica por llama oxiacetilénica, indentando su superficie con brocas de carburo de tungsteno-cobalto, de 3,0 mm, 6,3 mm y 7,9 mm de diámetro, instaladas en un taladro de perforación automatizado. A partir de las curvas de histéresis carga/descarga de la fuerza vs profundidad de penetración, obtenidas para cada recubrimiento y con cada diámetro de



broca y usando la ecuación propuesta por C. Palacio et al., para recubrimientos elaborados por proyección térmica por plasma, se calculó la dureza por perforación ($HD_t^{S'}$) de cada recubrimiento.

Los resultados obtenidos fueron comparados con los de la microdureza Vickers (HV) medida sobre la superficie de cada recubrimiento, permitiendo concluir que con la broca de 6,3 mm se logra una buena similitud entre los valores de $HD_t^{S'}$ de cada muestra y los de la microdureza Vickers, lo que indica que la ecuación propuesta previamente por otros investigadores para recubrimientos cerámicos depositados mediante proyección térmica por plasma, es aplicable a recubrimientos depositados por proyección térmica oxiacetilénica.

Sin embargo, los resultados del índice de dureza crítico (ID_c) permiten prever que los valores de dureza $HD_t^{S'}$ calculados a partir de los resultados obtenidos con una broca de diámetro entre 6,3 y 7,9 mm, podrían llegar a tener una mayor similitud con los respectivos de HV para cada recubrimiento. No obstante, aún no se dispone de la constante de la ecuación utilizada para calcular el valor de $HD_t^{S'}$, que es asociada al diámetro de la broca.

5. AGRADECIMIENTOS

A los Ingenieros James Colorado y Walter León Cárdenas, por su colaboración en la medida de la dureza Vickers de los recubrimientos.

6. REFERENCIAS

[1] Hirschwald, J., *Die Prüfung der natürlichen Bausteine auf ihre Wetterbeständigkeit*, Wilhelm Ernst & Sohn, Berlin, 1908.

[2] Pamplona, M., Kocher M., Snethlage, R. et al., “Drilling resistance: overview and outlook”, *Zeitschrift der Deutschen Gesellschaft für Geowissenschaften*, Vol. 158, n°3, pp. 665–676, octubre 2007.

[3] Alfes, C., Breit, W., Schiessl, P., “Hardness testing for the measurement of stone degradation, In: Proceedings 7. International Congress on Deterioration and Conservation of Stone, pp. 771-780, Lisbon, Portugal 1992.

[4] Dumitrescu, T.F., Pesce, G.L.A., Ball, R.J., “Optimization of drilling resistance measurement (DRM) user-controlled variables”, *Materials and Structures*, Vol 50, n° 243, pp. 1-11, 2017.

[5] Theodoridou, M., Ioannou, I., *Dagrain, F.* “Correlation of stone properties using standardized methodologies and non-standardized micro-destructive techniques”, In: 12th International Congress on the Deterioration and Conservation of Stone Columbia University, New York, pp. 1-10, 2012.

[6] Delgado, J., Ferreira A., Rodrigues D., “Tracing of decay profiles and evaluation of stone treatments by means of microdrilling techniques”, *Journal of Cultural Heritage*, Vol. 3, n° 2, pp. 117-125, 2002.

[7] Mimoso, J. , Rodrigues-Costa, D. M., “A new DRMS technique for the laboratory”, In: *8th International Conference on Non Destructive Investigations and Micronalysis for the Diagnostics and Conservation of the Cultural and Environmental Heritage*, pp. 1-13, Lecce-Italy, Mayo 15 – 19, 2005.



- [8] Sena da Fonseca, B., Ferreira-Pinto, A. P., Rodrigues, et al., "On the estimation of marbles weathering by thermal action using drilling resistance", *Journal of Building Engineering*, Vol 42, pp.1-14 October 2021.
- [9] Nogueira, R., Ferreira, A. P., Gomes, A., "The drilling resistance measurement on the characterisation of low-strength mortars", *In: 3rd International Conference on Protection of Historical Constructions*, pp. 1-12, Lisbon, Portugal, 12 – 15, July, 2017.
- [10] Al-naddaf, M, Wakid, f., and Abu Alhassan Y., "Micro-drilling resistance measurement: A New technique to estimate the porosity of a building stone", *Mediterranean Arhaeology and Archaeometry*, Vol. 13, No 1, pp. 225-233, 2013.
- [11] Palacio-Espinosa, C. C., *Étude du Comportement Élastique et Plastique de Revêtements Élaborés par Projection Plasma : Mise au Point d'une Méthode de Caractérisation des Propriétés Mécaniques par Perforation et Comparaison Avec les Propriétés Obtenues par Indentation*, Tesis Doctoral, Université de Limoges- France, 2016.
- [12] Palacio, C. C., Ageorges, H., Vargas, F. et al., "Effect of the mechanical properties on drilling resistance of Al₂O₃-TiO₂ coatings manufactured by atmospheric plasma spraying", *Surface and Coatings Technology*, Vol, 220, pp. 144-148, April 2013.
- [13] Belon, R., Vargas, F., Ageorges, H., "Evaluation of the mechanical behaviour of Al₂O₃ and Al₂O₃-TiO₂ coatings using a benchdrill", *Revista Colombiana de Materiales*, N.5 pp. 201-207, mayo 2014.
- [14] ASTM E1920, "Standard Guide for Metallographic Preparation of Thermal Sprayed Coatings", noviembre 2021.
- [15] Zimmer, A., "The effect of cooling rate in thermally sprayed alumina Ceramic Processing Research The effect of cooling rate in thermally sprayed alumina", *Journal of Ceramic Processing Research*, Vol 11, N°2, pp. 221-224, 2010.
- [16] Vargas, F., Ageorges, H., Fournier, P., Fauchais, P., López, M. E., "Mechanical and tribological performance of Al₂O₃-TiO₂ coatings elaborated by flame and plasma spraying", *Surface and Coatings Technology*, Vol. 205, N°4, pp. 1132-1136.
- [17] Cadavid, E. H., *Efecto de las Características Estructurales en la Tenacidad a la Fractura de Recubrimientos Cerámicos Bimodales de Alúmina y Óxido de Titanio Elaborados Mediante Proyección Térmica*, Tesis Doctoral, Universidad de Antioquia, 2023.
- [18] McPherson, R., "On the formation of thermally sprayed alumina coatings", *Journal of Materials Science*, Vol 15, pp. 3141–3149, 1980.
- [19] Levin, I., Brandon, D., "Metastable Alumina Polymorphs: Crystal Structures and Transition Sequences", *Journal of the American Ceramic Society*, Vol 81, N°8, pp. 1995-2012, Enero 2005.
- [20] Prins, R., "On the structure of γ -Al₂O₃". *Journal of Catalysis*, Vol. 392, pp. 336–346, Diciembre 2020.
- [21] Yilmaz, R., Kurt, A. O., Demir, A., & Tatli, Z., "Effects of TiO₂ on the mechanical properties of the Al₂O₃-TiO₂ plasma sprayed coating", *Journal of the European Ceramic Society*, Vol. 27, N° 2–3, pp. 1319–1323, 2007.



[22] Rico, A. Múñez, C.J., Rodríguez, J., “On the relevance of microstructure in the fracture toughness of nanostructured alumina–13% titania coatings”, *Surface and Coatings Technology*, Vol. 243, pp. 46-50, Marzo 2014.

[23] Goberman, D., Sohn, Y.H., Shaw, L., Jordan, E., Gell M., “Microstructure development of Al₂O₃–13wt.%TiO₂ plasma sprayed coatings derived from nanocrystalline powders”, *Acta Materialia*, Vol. 50, N° 5, pp. 1141-1152, Marzo 2002.

[24] Edlmayr, V., Moser, M., Walter, C., Mitterer, C., “Thermal stability of sputtered Al₂O₃ coatings”, *Surface and Coatings Technology*, Vol. 204, N° 9–10, pp. 1576-1581, Enero 2010.

[25] Murray, J.W., Ang, A.S.M., Pala, Z. *et al.*, “Suspension High Velocity Oxy-Fuel (SHVOF)-Sprayed Alumina Coatings: Microstructure, Nanoindentation and Wear”. *Journal of Thermal Spray Technology*, Vol 25, pp. 1700–1710, Octubre 2016.

[26] Habib, K.A., Saura, J.J., Ferrer, C., Damra, M.S., Giméne, E., Cabedo, L., "Comparison of flame sprayed Al₂O₃/TiO₂ coatings: Their microstructure, mechanical properties and tribology behavior”, *Surface and Coatings Technology*, Vol 201, N° 3–4, pp. 1436-1443, Octubre 2006.

[27] Ghorbal, G. Ben, Tricoteaux, A., Thuault, A., Ageorges, H., Roudet, F., Chicot, D., “Mechanical properties of thermally sprayed porous alumina coating by Vickers and Knoop indentation”, *Ceramics International*, Vol. 46, N° 12, pp. 19843-19851, Agosto 2020.

