



UNIVERSIDAD DE
COSTA RICA



LABORATORIO NACIONAL
DE MATERIALES Y MODELOS ESTRUCTURALES

Programa de Infraestructura del Transporte (PITRA)

Proyecto: LM-PI-UMP-059-R4

METODOS INSTRUMENTALES DE ENSAYO PARA LA DETERMINACIÓN DE LAS PROPIEDADES MICROMECAÑICAS Y TERMICAS DE LIGANTES ASFÁLTICOS

INFORME FINAL

Preparado por:

Unidad de Materiales y Pavimentos

San José, Costa Rica
Diciembre, 2018

Documento generado con base en el Art. 6, inciso g) de la Ley 8114 y lo señalado en el Cap. IV, Art. 47 Reglamento al Art. 6 de la precitada ley, publicado mediante decreto DE-37016-MOPT.

Preparado por: Unidad de Materiales y Pavimentos del PITRA-LanammeUCR Jorge.salazardelgado@ucr.ac.cr



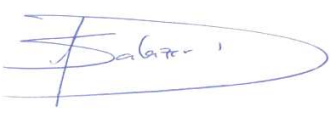
1. Informe LM-PI-UMP-059-R4		2. Copia No. 1
3. Título y subtítulo: Métodos instrumentales de ensayo para la determinación de las propiedades micro-mecánicas y térmicas de los ligantes asfálticos		4. Fecha del Informe Diciembre, 2018
7. Organización y dirección Laboratorio Nacional de Materiales y Modelos Estructurales Universidad de Costa Rica, Ciudad Universitaria Rodrigo Facio, San Pedro de Montes de Oca, Costa Rica Tel: (506) 2511-2500 / Fax: (506) 2511-4440		
8. Notas complementarias		
9. Resumen Para poder entender los materiales con el fin de optimizarlos en las aplicaciones posibles, es necesario utilizar todas las herramientas disponibles por la ciencia de forma que existan explicaciones a nivel micro, y extrapolar al comportamiento macro y a escala natural. Este estudio se centra en métodos instrumentales que permiten obtener información para determinar las propiedades micro-mecánicas y térmicas de los ligantes asfálticos. Durante las últimas décadas la capacidad de analizar el ligante asfáltico utilizando diversos métodos instrumentales ha dado lugar a mejoras considerables en la comprensión de la microestructura y el comportamiento micromecánico del ligante. La composición del asfalto es una enciclopedia de química orgánica, por lo cual las teorías más recientes clasifican el asfalto como una matriz continua donde asociaciones de moléculas polares (asfaltenos y resinas) se dispersan en un fluido de moléculas de menor polaridad (aromático y saturado). Para comprender el comportamiento del asfalto y sus componentes (asfaltenos y maltenos) se analizaron los cambios morfológicos y las propiedades micro mecánicas en condiciones normales, de laboratorio a corto y largo plazo, y envejecido a largo plazo en campo, mediante el microscopio de fuerza atómica (AFM) en el modo de fuerza pulsada (PFM), el cual permite realizar mediciones nano-mecánicas al material. El análisis corresponde dos fuentes de asfalto PG64-22-S y otra PG 64-25-H, comúnmente utilizado en Costa Rica. En el análisis se observó que el equilibrio coloidal de las fracciones de asfalto se ve afectado por una pérdida significativa de componentes de bajo peso molecular, y a su vez el aire oxida el asfalto. Para cada condición se determino: la rigidez y la adhesión y modulo de elasticidad. Se observó que la mayor contribución en rigidez está asociada a los componentes polares, mientras que la adhesividad se asocia principalmente a componentes no polares. Sin embargo, los componentes polares también aportan a esta propiedad del asfalto. Seguidamente, para relacionar el proceso de envejecimiento con los cambios químicos, y el modulo de elasticidad se determinaron las curvas maestras en el DSR. Este documento es el cuarto informe para mas información puede ser consultados los reportes anteriores.		
10. Palabras clave Morfología del asfalto, AFM, modo fuerza pulsada, DSR,, modulo de elasticidad, CM, curvas maestras.	11. Nivel de seguridad: Ninguno	12. Núm. de páginas 79
13. Preparado por: Quím. Jorge Salazar Delgado Investigador UMP  Fecha: 15 / 12 / 2018	Asistentes UMP que apoyaron: Ing. Adriana García Asistente de Investigación UMP	
14. Revisado por: Ing. José Pablo Aguiar Moya, Ph.D. Coordinador Unidad de Materiales y Pavimentos Fecha: 15 / 12 / 2018		15. Aprobado por: Ing. Guillermo Loria Salazar, Ph. D. Coordinador General PITRA Fecha: 15 / 12 / 2018



TABLA DE CONTENIDO

1. MARCO CONCEPTUAL.....7
1.1 INTRODUCCIÓN 7
1.2 OBJETIVOS 9
1.2.1 OBJETIVO PRINCIPAL 9
1.2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS 9
1.3 MARCO TEÓRICO 9
1.3.1 TÉCNICA DE AFM 10
1.3.2 TÉCNICA DE INDENTACIÓN..... 11
1.3.3 DIFICULTADES PRESENTES EN LOS ENSAYOS DE INDENTACIÓN 15
1.3.3.1 VELOCIDAD DE CARGA..... 15
1.3.3.2 RECUPERACION ELASTICA..... 16
1.3.3.3 AREA Y EFECTO DEL TAMAÑO DE LA INDENTACION..... 16
1.3.4 MODULO DINAMICO..... 18
1.3.5 ANALISIS REOLOGICO DEL LIGANTE ASFALTICO..... 20
1.3.6 CURVAS MAESTRAS..... 21
1.3.6.1 FACTORES DE AJUSTE..... 22
1.3.6.2 ECUACION DE ARRHENIUS..... 22
1.3.6.3 ECUACION DE WILLIAM LANDEL FERRY..... 23
1.3.7 ECUACIONES DE LA CURVA MAESTRA..... 23
1.3.7.1 ECUACION SIGMOIDAL..... 24
1.3.7.2 ECUACION DE CHRISTENSEN ANDERSON..... 24
1.3.7.3 ECUACION DE CHRISTENSEN ANDERSON MARASTEANU..... 25
1.3.7.4 ECUACION DE CHRISTENSEN ANDERSON SHARROCK..... 26
1.4 HIPÓTESIS 26
2. MÉTODOS Y RESULTADOS27
2.1 INSTRUMENTOS DE MEDICIÓN..... 28
2.1.1 ANÁLISIS DE MICROSCOPIA DE FUERZA ATÓMICA 28
2.1.1.1 MODO DE CONTACTO (CM) Y NANOINDENTACION..... 32
2.1.2 ENSAYOS REOLOGICOS REALIZADOS CON EL DSR..... 39
3. RESULTADOS.....43
3.1 RESULTADOS DEL ENSAYO DE PFM EN EL AFM..... 44
3.2 RESULTADOS DEL ENSAYO DE NANOINDENTACION EN EL CM DEL AFM 50



UNIVERSIDAD DE
COSTA RICA



LABORATORIO NACIONAL
DE MATERIALES Y MODELOS ESTRUCTURALES

3.3	RESULTADOS DE CURVAS MAESTRAS.....	54
3.4	ANÁLISIS DE FTIR	66
3.5	ENSAYOS CONVENCIONALES	66
3.6	CLASIFICACIÓN BÁSICA POR GRADO DE VISCOSIDAD.	66
3.7	REOLOGÍA(CLASIFICACIÓN POR GRADO DE DESEMPEÑO).....	66
3.8	ENSAYOS NO CONVENCIONALES.....	67
3.8.1	ENSAYO DE GONIOMETRÍA	67
3.8.1.1	Análisis de Adhesión del asfalto mediante Goniometría.....	67
3.8.1.2	Cálculo de Energía Superficial Libre (ESL) mediante Goniometría	67
3.8.2	Adhesión del asfalto (ABS PATTI).	67
3.8.3	... MICROSCOPIA DE BARRIDO ELECTRÓNICO CON DETECCIÓN DE FLORESCENCIA DE RAYOS X (SEM-XRF).....	68
4.	DISCUSIÓN.....	70
4.1	CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES	74
5.	BIBLIOGRAFÍA	76



ÍNDICE DE FIGURAS

FIGURA 1. ESQUEMA BASICO DEL FUNCIONAMIENTO DEL MICROSCOPIO DE FUERZA ATOMICA, AFM.	10
FIGURA 2.A) MICROSCOPIO DE FUERZA ATÓMICA (LANAMMEUCR, WITECALPHA 300), B) INTERACCIÓN PUNTA-MUESTRA.	11
FIGURA 3.A) ESQUEMA DE INDENTACIÓN INSTRUMENTADA.	12
FIGURA 4. COMPORTAMIENTO DE DUREZA AL DISMINUIR EL TAMAÑO DE LA HUELLA DE INDENTACION EN MATERIALES RIGIDOS.	16
FIGURA 5. PROCESO DE DEFORMACIÓN ELASTOPLÁSTICO EN MATERIALES ENDURECIDOS POR DEFORMACIÓN. LA GEOMETRÍA QUE SE PRESENTA ES TIPO VICKERS QUE PUEDE RESULTAR EN “HUELLA EN FORMA DE BARRIL O ALFILER” DEPENDIENDO EL MATERIAL A INDENTAR.	18
FIGURA 6. MODULO DINAMICO.	19
FIGURA 7. ANGULO DE FASE Y CARGA CICLICA.	20
FIGURA 8. MODULACIÓN SINUSOIDAL PFM.	28
FIGURA 9. RESPUESTA MICROMECAÁNICA DEL ASFALTO Y SUS COMPONENTES.	29
FIGURA 10. RESPUESTA MICROMECAÁNICA DEL ASFALTO EN FUNCIÓN DEL ENVEJECIMIENTO, MEDIDAS DE A) RIGIDEZ Y B) ADHESIÓN.	29
FIGURA 11. CAMBIOS DE ADHESIÓN (IZQUIERDA) Y RIGIDEZ (DERECHA) EN LA MICROESTRUCTURA DEL ASFALTO A) ASFALTO ORIGINAL, B) ASFALTO ENVEJECIDO EN RTFO, C) ASFALTO ENVEJECIDO EN PAV Y D) ASFALTO A 6 MESES EN CAMPO.	31
FIGURA 12. ADHESIÓN/RIGIDEZ EN LA SECCIÓN TRANSVERSAL DE LA CATANA FASE OBTENIDA DEL ASFALTO ORIGINAL.	31
FIGURA 13. ADHESIÓN (IZQ) Y RIGIDEZ (DER) ASOCIADA A LOS COMPONENTES DEL ASFALTO ORIGINAL A) ASFÁLTENOS Y B) MALTENOS.	32
FIGURA 14. CURVA TÍPICA DE VOLTAJE EN EL FOTODETECTOR VS DESPLAZAMIENTO.	35
FIGURA 15. PENDIENTE OBTENIDA DE LA CURVA DE CARGA Y DESCARGA SOBRE LA MUESTRA DE ASFALTO.	36
FIGURA 16. CURVA FUERZA DISTANCIA OBTENIDA ANTES DE INDENTAR LA MUESTRA DE ASFALTO.	37
FIGURA 17. CALCULO PARA DETERMINAR LA PROFUNDIDAD DE LA HUELLA DE INDENTACION.	38
FIGURA 18. NANO INDENTACIÓN SOBRE ASFALTO A) IMAGEN AFM B) PERFIL TOPOGRÁFICO.	39
FIGURA 19. DSR TA INSTRUMENTS ARG2.	42
FIGURA 20. RESPUESTA MICROMECAÁNICA DEL ASFALTO PG64-22-S.	46
FIGURA 21. RESPUESTA MICROMECAÁNICA DEL ASFALTO PG64-25-H.	47
FIGURA 22. RESPUESTA MICROESTRUCTURAL DEL ASFALTO PG64-22-S.	48
FIGURA 23. RESPUESTA MICROESTRUCTURAL DEL ASFALTO PG64-25-H.	50
FIGURA 24. RESPUESTA DEL MÓDULO DE ELASTICIDAD PARA EL ASFALTO PG64-22-S.	52



FIGURA 25. RESPUESTA DEL MODULO DE ELASTICIDAD PARA EL ASFALTO PG64-25-H 53

FIGURA 26. PERFIL TOPOGRÁFICO DE SEIS INDENTACIONES REALIZADAS EN EL CM DEL AFM..... 54

FIGURA 27. COMPARACION DE CURVAS MAESTRAS DE MD SIGMOIDAL-ARRHENIUS, MUESTRA PG64-22-S.55

FIGURA 28. COMPARACION DE CURVAS MAESTRAS DE MD SIGMOIDAL WLF, MUESTRA PG64-22-S 56

FIGURA 29. COMPARACION DE CURVAS MAESTRAS DE MD CA ARRHENIUS, MUESTRA PG64-22-S 56

FIGURA 30. COMPARACION DE CURVAS MAESTRAS DE MD CA- WLF, MUESTRA PG64-22-S 57

FIGURA 31. COMPARACION DE CURVAS MAESTRAS DE MD CAM- ARRHENIUS, MUESTRA PG64-22-S 58

FIGURA 32. COMPARACION DE CURVAS MAESTRAS DE CAM- WFL, MUESTRA PG64-22-S..... 58

FIGURA 33. COMPARACION DE CURVAS MAESTRAS DE MD CAS ARRHENIUS, MUESTRA PG64-22-S 59

FIGURA 34. COMPARACION DE CURVAS MAESTRAS DE MD CAS WLF, MUESTRA PG64-22-S 60

FIGURA 35. COMPARACION DE CURVAS MAESTRAS DE MD SIGMOIDAL-ARRHENIUS, MUESTRA PG64-25-H61

FIGURA 36. COMPARACION DE CURVAS MAESTRAS DE MD SIGMOIDAL WLF, MUESTRA PG64-25-H 61

FIGURA 37. COMPARACION DE CURVAS MAESTRAS DE MD CA ARRHENIUS, MUESTRA PG64-25-H..... 62

FIGURA 38. COMPARACION DE CURVAS MAESTRAS DE MD CA- WLF, MUESTRA PG64-25-H..... 63

FIGURA 39. COMPARACION DE CURVAS MAESTRAS DE MD CAM- ARRHENIUS, MUESTRA PG64-25-H..... 63

FIGURA 40. COMPARACION DE CURVAS MAESTRAS DE CAM- WFL, MUESTRA PG64-25-H 64

FIGURA 41. COMPARACION DE CURVAS MAESTRAS DE MD CAS ARRHENIUS, MUESTRA PG64-25-H 64

FIGURA 42. COMPARACION DE CURVAS MAESTRAS DE MD CAS WLF, MUESTRA PG64-25-H..... 65

ÍNDICE DE TABLAS

TABLA 1. RESULTADOS DE LA FUERZA MAXIMA OBTENIDA PARA CADA CURVA 36

TABLA 2. PROPIEDADES MECANICAS DEL ASFALTO Y DEL INDENTADOR SEGÚN LA LITERATURA..... 40

TABLA 3. ENSAYOS DEL DSR DEL ASFALTO PG64-22-S..... 43

TABLA 4. ENSAYOS DEL DSR DEL ASFALTO PG64-25-H. 44

TABLA 5. RESUMEN DE LOS RESULTADOS DEL ENSAYO DE NANOINDENTACION EN EL CM DEL AFM.....¡ERROR!

MARCADOR NO DEFINIDO.

TABLA 6. RESUMEN R² Y EL % DE ERROR PARA CADA ECUACIÓN Y F DE AJUSTE DEL ASFALTO PG64-22-S60

TABLA 7. RESUMEN R² Y EL % DE ERROR PARA CADA ECUACIÓN Y F DE AJUSTE DEL ASFALTO PG64-25-H ...65



1. MARCO CONCEPTUAL

1.1 Introducción

Durante los últimos años el estudio del asfalto ha mostrado avances importantes debido a la implementación de técnicas instrumentales modernas que ha permitido la comprensión de este material y de esta forma optimizar su uso para la construcción de carreteras. Técnicas como XRF-SEM, Tomografía de rayos X, RMN, HPLC, figuran como nuevas alternativas de análisis explicativo debido a la complejidad de la matriz asfáltica y su naturaleza compleja. Estos estos esfuerzos se realizan para obtener un diseño optimo que permita brindar un mayor desempeño de la carretera durante su vida de servicio. Como parte de estos estudios se dio la caracterización por grado de viscosidad, la cual comprende una serie de parámetros físicos de uso práctico que garantizan la trabajabilidad, pero poco predice sobre desempeño y nada sobre los problemas como: la susceptibilidad a la fatiga, la deformación permanente, el daño por humedad entre otros.

Por lo anterior, se destaca la metodología por grado de desempeño la cual ha permitido predecir de forma más real el comportamiento del ligante asfáltico con proyección a futuro cercano al total de vida útil de la carretera según diseño, incluyendo información para relacionar algunos de los problemas anteriormente expuestos. No obstante, se ha hecho necesario estudiar el comportamiento del ligante asfáltico de forma multidisciplinaria, analizando el material desde un nivel micro a nano con el fin de comprender las propiedades micromecánicas, para esto es indispensable trabajar de la mano del comportamiento térmico y analizar su comportamiento reológico.

El efecto del envejecimiento y oxidación unido con la humedad, precipitación y radiación ultravioleta en mezclas de asfalto son los principales factores asociados a la disminución en el desempeño del pavimento. Sus consecuencias incluyen una reducción de las condiciones de confort y la seguridad, así como el impacto financiero asociado con frecuentes estrategias de mantenimiento y rehabilitación. El envejecimiento puede ocurrir desde la producción de mezcla de asfalto (envejecimiento a corto plazo) hasta la vida útil del campo (a largo plazo), y puede aumentar en este último de forma vertiginosa debido a la oxidación, donde la pérdida de componentes más ligeros en el asfalto y como una combinación de varios procesos (Masson, J., Leblond, V., y Margeson J. 2006). El proceso de envejecimiento tiende a ser dominante debido a la formación de grupos funcionales: compuestos químicos con alguna polaridad y un alto contenido de oxígeno dentro de las moléculas de asfalto, dando lugar a un incremento en la interacción molecular que a su vez resulta en un material más rígido que a su vez es más propenso a la fatiga (Pauli *et*



UNIVERSIDAD DE
COSTA RICA



LABORATORIO NACIONAL
DE MATERIALES Y MODELOS ESTRUCTURALES

al., 2011). Con este último y un agrietamiento importante el ingreso de agua al sistema es una realidad que finalmente destruye la carpeta de ruedo.

En las últimas décadas, el envejecimiento controlado se ha caracterizado ampliamente a escala de laboratorio mediante pruebas que intentan acelerar los mecanismos que en última instancia afectan el rendimiento (Gamarra, E., 2014). Los mecanismos se han asociado a cambios en los tamaños moleculares, la polaridad y la aromaticidad que finalmente afectan el balance coloidal del asfalto. Entre los procedimientos de envejecimiento controlado más típicos se encuentran los métodos diseñados de por NCHRP USA; el Horno de película delgada rotacional, RTFO (ASTM D2872) y el Recipiente envejecimiento presurizado, PAV (ASTM D6521), que han sido ampliamente utilizados para simular el envejecimiento a corto y largo plazo, respectivamente, desde la introducción de la técnica para clasificar y predecir el desempeño de los ligantes asfaltos según la tecnología Superpave.

El estudio utiliza la microscopía de fuerza atómica (AFM, por sus siglas en inglés) en modo de fuerza pulsada (PFM, por sus siglas en inglés); modo de contacto (CM, por sus siglas de en inglés) y modo acústico (AC-M, por sus siglas en inglés), para analizar los cambios morfológicos y micro-mecánicos además de la determinación del módulo de elasticidad de los asfaltos en estudio, estos se somete a un envejecimientos acelerados en laboratorio. Además, el asfalto también se envejeció en condiciones de campo (exposición al clima) durante un período de 6 meses para comparar con los procedimientos de envejecimiento en laboratorio.

Una técnica relativamente nueva en el estudio de materiales asfálticos es la nanoindentación, dicha técnica se ha utilizado para medir las propiedades nano-mecánicas de capas superficiales de materiales con películas delgadas, en este estudio se desarrolla una metodología para nanoindentar y obtener el módulo de elasticidad a partir de los datos de las curvas fuerza distancia en diferentes niveles de profundidad.

Informe LM-PI-UMP-059-R4	Fecha de emisión: Diciembre 2018	Página 8 de 93
--------------------------	----------------------------------	----------------



UNIVERSIDAD DE
COSTA RICA



LABORATORIO NACIONAL
DE MATERIALES Y MODELOS ESTRUCTURALES

1.2 Objetivos

1.2.1 Objetivo Principal

El estudio busca determinar las propiedades micro-mecánicas del asfalto cuando se somete a diferentes condiciones de envejecimiento, según mediciones de topografía, adhesión y rigidez, utilizando el PFM, y la determinación del módulo de elasticidad.

1.2.2 Objetivos Específicos

Los objetivos específicos planteados para esta etapa del proyecto se listan a continuación:

- Cuantificar la respuesta del asfalto a escala nanométrica, se busca también determinar el comportamiento en condiciones de envejecimiento.
- Determinar en las condiciones de estudio el módulo de elasticidad según la metodología propuesta.
- Generar curvas maestras a partir de mediciones de módulo dinámico realizadas en el DSR para diferentes estados de acondicionamiento.
- Comparar los resultados de módulo obtenido mediante la técnica del AFM con el análisis reológico.

1.3 Marco Teórico

El asfalto es considerado una mezcla compleja de una gran variedad de moléculas orgánicas que difieren en su forma, tamaño polaridad y composición química. Además, es un material de color marrón oscuro a negro sólido o semi-sólido según la temperatura ambiente. Este se produce de forma natural o se obtienen del procesamiento (refinación) del crudo de petróleo (ASTM D6521-13 2013).

La estructura del asfalto es generalmente considerada como un sistema coloidal donde componentes de alto peso molecular (asfáltenos) son disueltos en una matriz aceitosa de menor peso molecular (maltenos) (Aguilar *et al.*, 2015). Los maltenos normalmente se subdividen en saturados, aromáticos y resinas con base en la composición y polaridad del material. Para estudiar estas fases del asfalto se utiliza el fraccionamiento cromatográfico SARA, una técnica cromatográfica donde se utilizan solventes específicos de diferentes polaridades y como fase estacionaria óxido de aluminio activado térmicamente para separar la muestra por peso molecular y polaridad, en las cuatro familias.

Informe LM-PI-UMP-059-R4	Fecha de emisión: Diciembre 2018	Página 9 de 93
--------------------------	----------------------------------	----------------



1.3.1 Técnica de AFM

Con el fin de analizar la topografía y la microestructura del asfalto y sus componentes se ha implementado el Microscopio de Fuerza Atómica (AFM), un equipo instrumental fiable y de fácil implementación que ha permitido a la tecnología moderna analizar materiales complejos como es el ligante asfáltico a escalas nanométricas, además permite generar imágenes mediante el barrido e interacción de una pequeña punta (Tip) sobre la superficie de la muestra, logrando así determinar las características topográficas y de fases del material (Loeber *et al.*, 1996) sin necesidad de tratamientos de muestra. Además de la información topográfica de alta resolución, las propiedades del material tales como la adhesión y la rigidez, así como otras propiedades pueden ser investigadas mediante la interacción punta-muestra (Aguiar et al, 2015). En la Figura 1, se puede observar el funcionamiento básico del equipo.

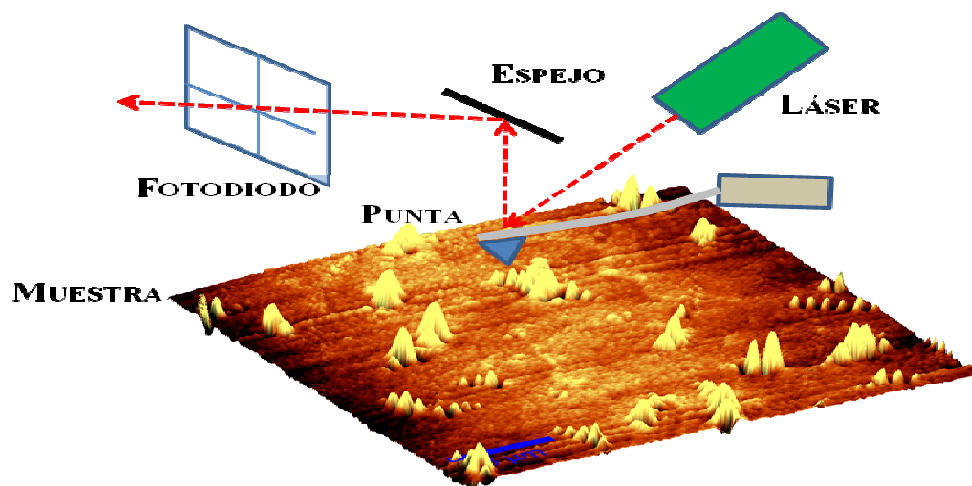


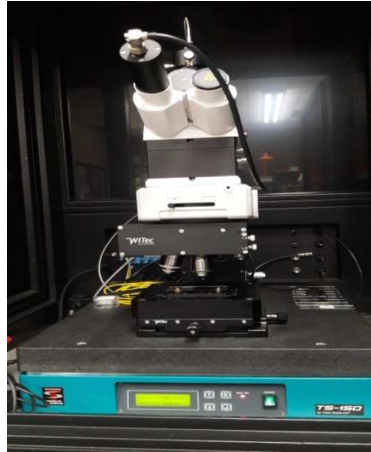
Figura 1. Esquema básico del funcionamiento del Microscopio de fuerza atómica, AFM.

Fuente: Elaboración propia de los autores.

El sistema del AFM permite desarrollar un perfil en tres dimensiones de la superficie tal como se ve en la Figura 1, lo que resulta en un ensayo de topografía. El microscopio de fuerza atómica se encuentra sujeto a una mesa anti-vibratoria y dentro de una cámara diseñada para reducir la interacción del entorno (Figura 2). El equipo se complementa con una herramienta de software específica (Witec control) para el almacenamiento de la medición completa y el post-procesamiento de datos y análisis.



(a)



(b)

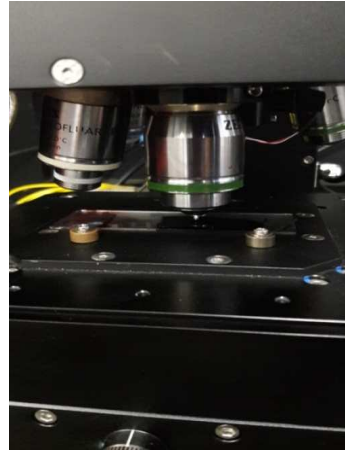


Figura 2. a) Microscopio de Fuerza Atómica (LanammeUCR, WitecAlpha 300),
interacción punta-muestra.

b)

1.3.2 Técnica de indentación

La nanociencia y la nanotecnología se presentan como un área nueva de investigación en el estudio de los materiales donde convergen diversas ramas del conocimiento que permiten estudiar fenómenos que ocurren a nivel atómico y molecular. La importancia de la nanotecnología radica en que los materiales pueden adquirir o realzar propiedades diferentes a las que tienen a escala macroscópica. A raíz de esto nace la nanoindentación como una técnica relativamente nueva que ha venido siendo utilizada para medir las propiedades nanométricas de la capa superficial de un material (Arias *et al.*, 2015).

Es a partir de los últimos años muchos estudios han utilizado la microscopía de fuerza atómica (AFM) como una técnica novedosa para medir fuerzas extremadamente pequeñas y se ha convertido en una poderosa herramienta no sólo para estudiar la morfología de la superficie, sino también las propiedades nanomecánicas de materiales. Por tanto, el AFM se puede utilizar como un nanoindentador capaz de proporcionar imágenes en situ de la indentación sin equipos de conmutación, mientras que la obtención de valores cuantitativos de módulo de elasticidad (E), la adhesión, y propiedades viscoelásticas (Roa, Oncins, Díaz, Sanz y Segarra, 2010).

El ensayo de nanoindentación consiste en someter a deformación controlada un material cuyas propiedades mecánicas como el módulo de elasticidad y dureza no se conocen; para lo cual se utiliza un indentador del que se conocen las propiedades mecánicas. La nanoindentación es una prueba en la cual las escalas de deformación están en el orden de los nanómetros (10^{-9} m) (Arias *et al.*, 2015). La alta sensibilidad del actuador y el sensor son usados simultáneamente para almacenar los datos experimentales de desplazamiento contra carga aplicada durante el recorrido de carga y descarga (como se muestra en la Figura 3).

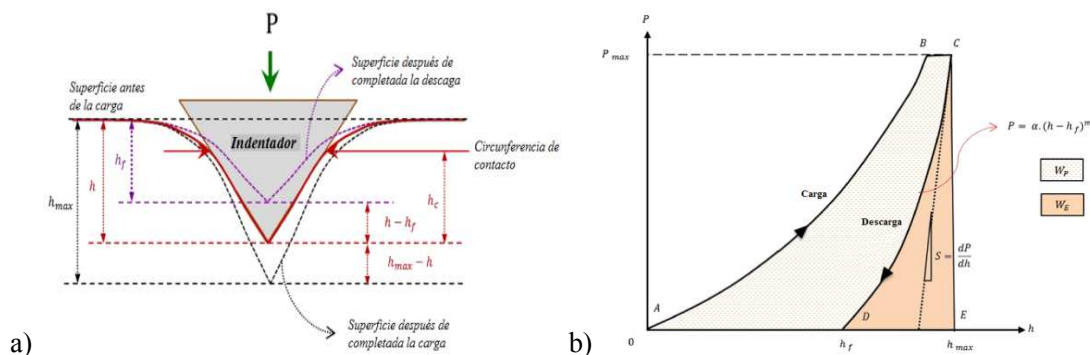


Figura 3. a) Esquema de indentación instrumentada, donde: h es la profundidad del indentador, h_c es la profundidad de contacto, h_{\max} es la profundidad máxima, h_f es la profundidad residual, P es la fuerza aplicada al indentador y b) curva típica de carga versus desplazamiento requeridas para determinar la dureza y el módulo de elasticidad, donde: S es la tangente a la curva de descarga, W_e es el trabajo elástico realizado durante la indentación, W_p el trabajo plástico.

Fuente: Karki *et al* 2016.

En 1948 Tabor presento uno de los primeros trabajos sobre la determinación de módulo de elasticidad utilizando la nanoindentación, prediciendo que la recuperación elástica durante la descarga de una indentación podría ser aprovechada. En los años 70 investigadores rusos implementaron sensores de desplazamiento y de carga en equipos de microindentación, logrando la medida de profundidad de indentación (Pharr, G.M., Oliver, W.C y Brotzen, F.R., 1992). Por otra parte Gane dio como resultado la obtención de dureza en materiales metálicos a cargas del orden de los 20 μ N. En los años 80 se inició el desarrollo de equipos con capacidad para detectar desplazamientos del orden de los 2nm y aplicar cargas del orden de 1 μ N (Meza, 2004).

A partir de esto, investigadores como Loubet (1984,1986) y Oliver (1986) desarrollaron modelos elásticos semiempíricos utilizando como indentador un prisma de base cuadrada, similar al modelo de Sneddon



(1965) el cual estableció un procedimiento analítico, en donde supone que el área de contacto permanece constante. Por su parte Doerner y Nix (1986) utilizaron estos resultados y generaron un modelo más refinado, a partir de esto Oliver y Pharr 1992 buscaron mejorar la capacidad de predicción de estos modelos, suponiendo que el comportamiento de indentadores piramidales era similar al de un paraboloide de revolución y que el área de contacto varía durante la descarga, en consecuencia las curvas de descarga para los tres modelos predicen diferentes alturas de contacto como se ilustra en la Figura 3. (Meza, 2004). Los modelos fueron basados en la teoría de la elasticidad y plasticidad, suponiendo que el contacto es producido sin apilamiento y que ocurre un fenómeno de hundimiento.

Como generalidad, la forma de esta curva durante la carga y la descarga se puede expresar como:

donde b y k son parámetros del ajuste, el exponente m es una constante que indica el grado de endurecimiento por deformación durante la carga y es igual a 2 para sólidos rígidos plásticos y menor que 2 para cerámicas, sin embargo en la descarga m es aproximadamente 1,4 y depende del grado de elasticidad del material y del tipo de indentador.

Por tanto, a partir de esas curvas pueden ser obtenidas el modulo de elasticidad y la altura de contacto h_s , a través de las siguientes ecuaciones:

—
— — —
—

Donde C es una constante que indica las deformaciones elásticas producidas por distintos tipos de indentadores, utilizadas comúnmente 1 para un prisma cuadrado, 0,75 para una esfera y 0,72 para un sistema conico.



En la Figura 3 muestra un diagrama esquemático de la curva de carga-profundidad registrada durante la indentación.

El modelo de Oliver y Pharr, señala que al someter un material a la acción de una carga P a través de un indentador hasta alcanzar una altura h se supera el límite elástico del material, presentando una deformación permanente la cual permite calcular el valor de dureza a partir de la carga máxima ($P = P_{max}$) y el área de contacto (A_c). Si posteriormente se retira el indentador el material se recupera elásticamente hasta una altura hf (Tabor, 1948). Por lo anterior, las ecuaciones de la teoría de Hertz y Sneddon son validadas dado que la descarga, es elástica con lo que se puede calcular el módulo de elasticidad E y la dureza H .

En tanto, el modelo de *Oliver y Pharr* establece la función de área del indentador y las contribuciones de la rigidez del equipo que se utilice, después de eliminar factores como la profundidad inicial de contacto, la dilatación térmica y la fluencia las cuales involucra las ecuaciones (1.1 a 1.3) para calcular H y E .

En 1988 King estableció que el comportamiento en descarga requiere un factor de corrección β , que varían si el indentador es circular, triangular o cuadrado que van en magnitudes de: 1; 1,034; 1,012 respectivamente, en el caso de indentadores tridimensionales como los Vickers y Berkovich el valor de β sea aproximadamente 0.9671 resultando la ecuación 1.2 en (Meza, 2004):

—
— — — — —

Empíricamente Pharr et al., (1992) demostraron que el comportamiento real de un indentador piramidal se asemeja más a un paraboloides de revolución y no a un cónico, ya que los valores empíricos de m (ecuación 1.2) están cerca de 1,40 para distintos materiales, siendo $m = 1; 2$ y $1,5$ para cilindros, conos y paraboloides de revolución respectivamente. Dado que el valor de 1,4 está más próximo al correspondiente a un paraboloides de revolución, se modela la pendiente de descarga con $= 0,75$, quedando la ecuación (1.3) en:

—



Debido a que el modelamiento teórico de contacto con indentadores es complicado, se han realizado correcciones a partir de modelamiento de elementos finitos dado que en muchos casos las ecuaciones 1.2 y 1.3 generan errores sistemáticos debido a que la extrapolación de un indentador cónico o paraboloide de revolución a indentador piramidal no es estrictamente válida; dichas correcciones logran mejorar la precisión de los valores calculados de dureza y módulo de elasticidad. Como ya se mencionó el modelo que se utiliza en las técnicas de nanoindentación solo contempla la posibilidad de “deformación” puesto que proviene de un modelo completamente elástico. Sin embargo, el comportamiento de los materiales es elastoplástico, lo que en algunos casos produce apilamiento alrededor del indentador.

1.3.3 Dificultades presentes en los ensayos de indentación.

1.3.3.1 Velocidad de carga.

En el proceso de deformación plástica durante la indentación estática se asume una velocidad de aplicación de carga pequeña de forma que el proceso está en equilibrio mecánico. Para establecer el efecto de velocidad de carga se asume que se aplica rápidamente desde un valor de cero hasta $P_{m\acute{a}x}$ la cual produce una huella con una profundidad $h_{m\acute{a}x}$ y radio a_0 , por consiguiente el trabajo hecho por deformación plástica se obtiene mediante la siguiente ecuación:

—

donde:

bajo condiciones de equilibrio (para una indentación de radio a)

De las ecuaciones (1.7) y (1.8) se dice que la huella obtenida en ensayos dinámicos es de mayor tamaño que ensayos estáticos. Lo anterior, se debe a la energía cinética del sistema y a nuevos mecanismos de deformación activados fuera de equilibrio, lo que indica que el material se comporta de manera diferente a altas velocidades de deformación (Meza, 2004).

Informe LM-PI-UMP-059-R4	Fecha de emisión: Diciembre 2018	Página 15 de 93
--------------------------	----------------------------------	-----------------



1.3.3.2 Recuperación Elástica

En los ensayos de nanoindentación la recuperación elástica resulta ser más significativa en la dirección axial que en la radial, sobre todo en materiales rígidos en los cuales la relación H/E es alta. En algunos casos la recuperación elástica de la indentación es menor y permitiendo aprovecharse para la medición de área proyectada y posteriormente determinar el modulo de rigidez del material

1.3.3.3 Área y efecto del tamaño de indentación.

Las medidas de dureza presentan variaciones importantes cuando se aplican cargas bajas, a este fenómeno ha sido llamado “efecto del tamaño de la indentación” (Figura 4). La limitante de esto es la determinación de la dimensión de las diagonales de la huella, lo que conlleva a que la precisión de su valor dependa del método utilizado para su medición.

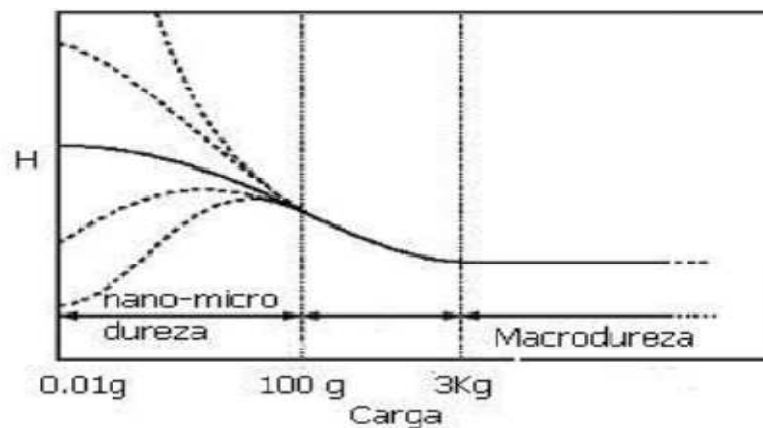


Figura 4. Comportamiento de dureza al disminuir el tamaño de la huella de indentación en materiales rígidos.

Fuente: Rincón *et al.*, 2004.

Como alternativa a lo anterior se da la medida de la profundidad de indentación. Lo cual ha generado la necesidad de conocer la geometría exacta de los indentadores, dado a la imperfección en la punta, lo que hace que el área obtenida a partir de la profundidad sea mayor que la real obteniendo valores de dureza mayores.

Investigadores como Doerner (1986), afirman que este efecto está asociado con la velocidad de aplicación de la carga. En tanto Quinn J. *et al* (1998) atribuyen que el efecto en materiales frágiles a la disipación de energía por agrietamiento, y estos poseen una relación de E/H baja lo que hace que las diagonales de la



huella se recuperen elásticamente durante la descarga. No obstante, esto se asocia con la rugosidad de la muestra.

En otras de las consideraciones con la geometría del área de contacto, está la curvatura de las caras de la indentación. Si el material es rígido-plástico en la zona adyacente al indentador se produce “apilamiento”; que para la indentación Vickers, la huella dejada tendrá comportamiento llamado “huella en forma de barril”. Por el contrario, si el material es elastoplástico la zona aledaña al indentador se rigidizara por deformación y actuará como “parte del indentador”; por tanto la zona a esta última se comportará como un colchón permitiendo que el material alrededor de la indentación forme una depresión “hundimiento o sink-in” y se apile material a alguna distancia de esta zona, en tanto la forma del comportamiento es llamado “huella en forma de alfiler”. Ambos comportamientos se deben a que la indentación está más restringida en su deformación en los vértices en el caso de indentaciones piramidales. En el caso de indentadores esféricos, la deformación será simétrica (Oliver *et al.*, 1992, Oliver *et al.*, 2004). Generalmente los materiales tienen un comportamiento elastoplástico, y que estos sufren una recuperación elástica y apilamiento, que están en función de su rigidez e índice de endurecimiento respectivamente (ver la Figura 5).

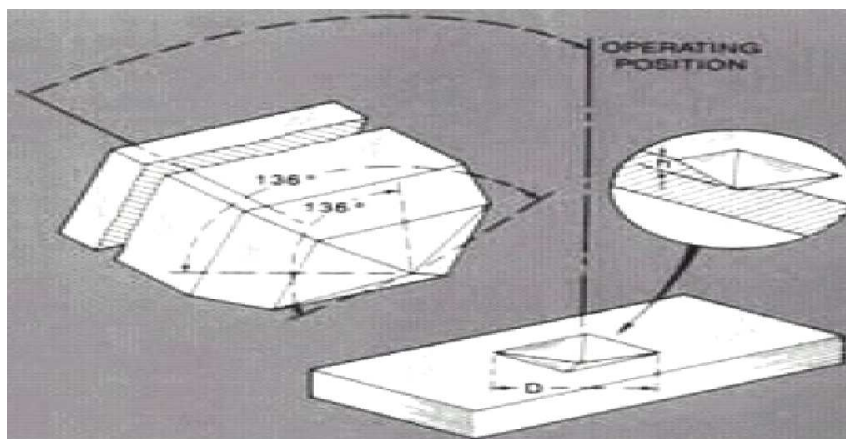


Figura 5. Proceso de deformación elastoplástica en materiales endurecidos por deformación. La geometría que se presenta es tipo Vickers que puede resultar en “huella en forma de barril o alfiler” dependiendo el material a indentar.

Fuente: Rincón *et al.*, 2004.



Si bien es cierto que existen diversos modelos que predicen el comportamiento por contacto de cuerpos sólidos, queda por aclarar cuál es el efecto real de la recuperación elástica que además está asociada a la rigidez del material. Dado a lo anterior se producen los fenómenos de apilamiento y hundimiento que hacen que el tamaño de la indentación en la descarga deba ser correlacionado cuidadosamente con la carga máxima. Aunque, las propiedades y variables que definen el comportamiento del material están relacionadas con: la geometría del indentador, el módulo de elasticidad, la dureza, etc.

1.3.4 Modulo dinámico

La definición de módulo dinámico para la mezcla asfáltica se conoce como el valor absoluto de la relación entre el esfuerzo máximo y la deformación unitaria máxima, obtenido mediante el ensayo a compresión (uniaxial o triaxial), a flexión y tracción indirecta, utilizando una carga de tipo sinusoidal (Espin, R. E. y Jaramillo, G. F, 2016). Según la norma American Association of State Highway and Transportation Officials (AASHTO, TP 62), especifica tres conceptos relacionados con el estudio de módulo dinámico:

- 1- Módulo dinámico: No es más que el valor absoluto del Módulo Complejo que define las propiedades elásticas de un material de viscosidad lineal sometido a una carga sinusoidal $|E^*|$.
- 2- Módulo Complejo: Es un número complejo que define la relación entre el esfuerzo y deformación para un material visco-elástico lineal, E^* .
- 3- Angulo de fase: el ángulo en grados entre los picos de las funciones sinusoidales de esfuerzo y deformación en un ensayo controlado de esfuerzos.

Por lo anterior se puede decir que el módulo dinámico de una mezcla asfáltica en caliente se obtiene mediante la relación del esfuerzo y deformación unitaria producidos en los picos de la curva de carga continua sinusoidal, lo cual se conoce como material visco-elástico dado que su comportamiento es de tipo reológico (un estudio de los principios físicos que regulan el movimiento de los fluidos) y exhibe propiedades viscosas como elásticas cuando sufre una deformación. Siendo la viscosidad, la propiedad que permite al material resistir deformaciones ante cargas transversales y la elasticidad es la propiedad que permite al material deformarse proporcionalmente al esfuerzo aplicado.

En lo que respecta a materiales visco-elásticos lineales en mezclas asfálticas, la relación esfuerzo-deformación bajo una carga sinusoidal continua, es definida como el módulo complejo dinámico (E^*).

Informe LM-PI-UMP-059-R4	Fecha de emisión: Diciembre 2018	Página 18 de 93
--------------------------	----------------------------------	-----------------



Dicho módulo es la razón de la amplitud del esfuerzo sinusoidal en un tiempo dado (t), y la frecuencia angular de carga (ω). Como se muestra en la Figura 6.

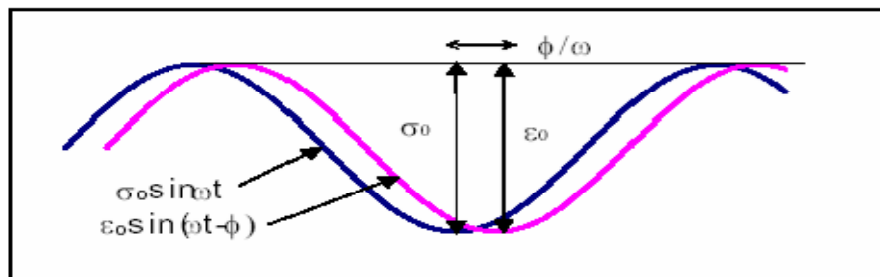


Figura 6. Módulo Dinámico

Fuente: Leiva, 2006.

De la Figura 6 se puede decir que existe un desfase entre la respuesta de deformación con respecto al esfuerzo aplicado al mismo, esta variación es lo que se denomina ángulo de fase y el mismo tendrá valores entre 0° y 90° .

Dicho ángulo es un indicador de las propiedades visco elásticas de un material, es así que los límites mencionados nos dan a conocer que para un valor de 0° un material se comportará de manera totalmente elástica mientras que para un valor de 90° su comportamiento será totalmente viscoso.

El término dinámico viene dado por la naturaleza de la carga aplicada a las muestras de laboratorio, la cual es cíclica (Ver Figura 7.).

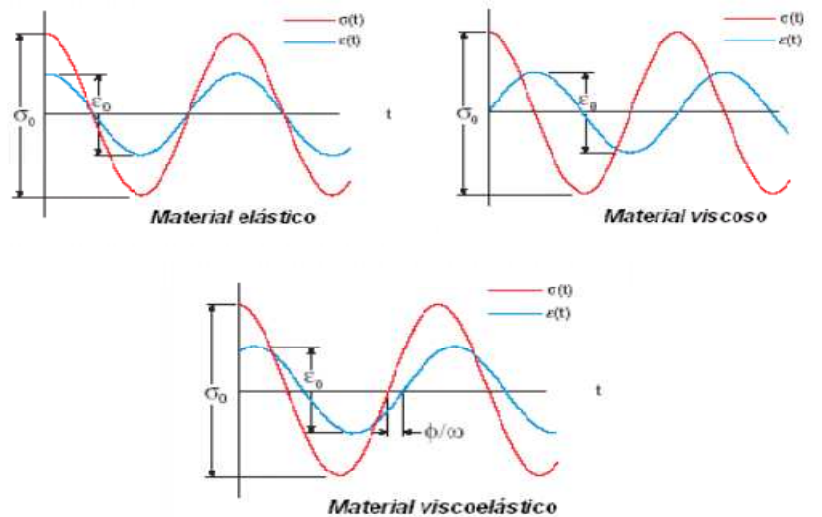


Figura 7. Ángulo de Fase y Carga Cíclica

Fuente: Espin, R. E. y Jaramillo, G. F, 2016.

Para la obtención de módulo dinámico se debe considerar: la temperatura, la magnitud, la frecuencia de carga y las características de la mezcla como el contenido de ligante asfáltico y la viscosidad, la granulometría de los agregados y el porcentaje de vacíos.

1.3.5 Análisis reológico del ligante asfáltico

La reología es la ciencia que estudia la respuesta mecánica del material como propiedad visco-elástica. El comportamiento reológico del ligante asfáltico varía en función de la temperatura y el tiempo de aplicación de carga. Siendo que a altas temperaturas y cargas lentas el asfalto se comporta como un líquido viscoso, cuya viscosidad varía con las condiciones específicas de carga y temperatura. A bajas temperaturas y cargas rápidas el asfalto se comporta como un sólido elástico, cuya rigidez depende de las condiciones específicas de temperatura y carga. A temperaturas intermedias el asfalto se comporta como un material viscoelástico. Este comportamiento se caracteriza por una respuesta combinada ante carga, con una componente viscosa y una componente elástica.



UNIVERSIDAD DE
COSTA RICA



LABORATORIO NACIONAL
DE MATERIALES Y MODELOS ESTRUCTURALES

Para mejorar el comportamiento de los asfaltos y evitar que se produzcan en los pavimentos deformaciones permanentes, agrietamientos por fatiga y agrietamiento por bajas temperaturas, se desarrollo una serie de ensayos en el reómetro de corte dinámico (DSR) y el reómetro de viga flexible (BBR).

1.3.6 Curvas maestras.

El desarrollo de las curvas maestras parte de la consideración de los efectos de temperatura y razón de carga que intervienen en el módulo complejo de la mezcla asfáltica, para esto se utiliza el principio de superposición de frecuencia de carga y temperatura; permitiendo así caracterizar el comportamiento de las mezclas en función del tiempo. Las curvas maestras asocian frecuencias de cargas baja con temperaturas altas y frecuencias cortas con temperaturas bajas (Elizondo, F., Ulloa, A., & Badilla, G., 2007).

La determinación de la curva maestra consiste en realizar un ensayo de módulos dinámicos a diferentes temperaturas y frecuencias de carga, posteriormente se selecciona una temperatura de referencia (en este caso 21 °C), donde las isotermas de diferentes temperaturas son desplazados mediante la aplicación de un factor de corrimiento a la frecuencia o al tiempo, de forma que diferentes isotermas se combinan para formar una sola curva suavizada, es decir que existe un valor equivalente de módulo para ciertas combinaciones de frecuencia-temperatura. A este procedimiento se le conoce como “principio de superposición tiempo-temperatura”.

En general la curva maestra puede ser caracterizada por dos parámetros: el primero denota el tipo y ancho de espectro de relajación reológica y el otro de localización, el cual puede ser como una indicación de la rigidez del asfalto a una temperatura seleccionadas (Cuadro, C. & Osorio, E, 2012). La construcción de la curva maestra es una de las técnicas primarias usadas en el análisis de los datos mecánicos dinámicos por el Programa de Investigación Estratégica en Carreteras (SHRP, por sus siglas en inglés) a través del programa SuperPave e implementada en la Guía de Diseño de Mecánico-Empírica (MEPDG, por sus siglas en ingles). Por tanto, el módulo dinámico obtenido mediante la curva maestra, es una propiedad fundamental tanto del ligante asfáltico como de la mezcla asfáltica. La determinación de la curva maestra proporciona una herramienta efectiva a los profesionales en ingeniería de pavimentos asfálticos en lo que respecta al análisis y diseño.

Informe LM-PI-UMP-059-R4	Fecha de emisión: Diciembre 2018	Página 21 de 93
--------------------------	----------------------------------	-----------------



1.3.6.1 Factores de ajuste

Para generar una curva maestra donde se vean las propiedades reológicas, es decir el comportamiento viscoelásticos de los materiales sometidos a cargas mecánicas, se presenta el cambio en la posición de cada isoterma en el cual se analiza la determinación de un factor de cambio, donde es posible interpolar el módulo a un amplio rango de frecuencias y temperaturas específicas. Actualmente existen varios modelos que han sido utilizados para representar el principio de superposición tiempo-temperatura y así obtener factores de ajuste de materiales viscoelásticos. El comportamiento del ligante asfáltico puede ser expresado mediante las ecuaciones de Arrhenius y Williams Landel Ferry (WLF) (Espin, R., & Jaramillo, G, 2016)

1.3.6.2 Ecuación de Arrhenius

La ecuación Arrhenius es utilizada con la finalidad de comprobar la dependencia de la constante velocidad con respecto a la temperatura en una reacción química, donde los reactivos deben contener una cantidad de energía mínima, llamada “Energía de Activación, E_a ” para convertirse en productos a una cierta temperatura (Leiva, P., Leiva, V., Aguiar, M., & Loría, S. 2013). Por lo anterior, el factor de ajuste según la ecuación de Arrhenius se obtiene de la siguiente ecuación:

$$\text{-----}$$

Donde:

aT: Factor de ajuste

ΔE_a : Energía de activación.

T: Temperatura del ensayo.

T_r : Temperatura de referencia.

1.3.6.3 Ecuación William Landel Ferry

La ecuación de ajuste desarrollada por William, Landel y Ferry (WLF) ha sido extensamente utilizada para caracterizar el factor de desplazamiento por temperatura del ligante asfáltico; dado que establece la dependencia de la temperatura con la viscosidad y el tiempo de relajación. La ecuación de WLF es

Informe LM-PI-UMP-059-R4	Fecha de emisión: Diciembre 2018	Página 22 de 93
--------------------------	----------------------------------	-----------------



UNIVERSIDAD DE
COSTA RICA



LABORATORIO NACIONAL
DE MATERIALES Y MODELOS ESTRUCTURALES

aplicable a un rango de temperaturas mayores a la transición vítrea de materiales viscoelásticos (Espin, R., & Jaramillo, G, 2016). Lo anterior se representa de la siguiente forma:

Donde:

aT: Factor de ajuste

C1 y C2: Constantes del modelo.

T: Temperatura del ensayo, °F.

Tr: Temperatura de referencia, °F.

Las constantes C1 y C2 son parámetros de ajuste empíricos que dependen del material y de la temperatura de referencia. Para la obtención de estas constantes la ecuación empírica de William Landel y Ferry, se modifica de tal forma que C1 y C2 dependerán del factor de ajuste y de la diferencia entre la temperatura de referencia y la temperatura de análisis, obteniendo los valores reales de dicho factor.

1.3.7 Ecuaciones de la curva maestra

Existen varias funciones para la representación de curvas maestras, las cuales se dividen en dos grupos: potenciales y sigmoideal este último ha sido implementado para ajustar los datos de módulo dinámico obtenidos de ensayos a temperaturas que van desde los -18 °C hasta 55 °C. Dichas funciones han sido ampliamente utilizadas para modelar la respuesta de las mezclas asfálticas (Leiva et al, 2013). De lo anterior se tiene que para ligantes asfálticos, Christensen (1992) desarrolló un modelo para la construcción de las curvas maestras, el cual fue denominado Christensen-Anderson (CA). Posteriormente, en 1999 el modelo fue modificado resultando los modelos de Christensen-Anderson-Marasteanu (CAM) y Christensen-Anderson-Sharrock (CAS). Los tres modelos antes mencionados se utilizaran para determinar el módulo dinámico del ligante asfáltico el cual se detallara posteriormente.

Informe LM-PI-UMP-059-R4	Fecha de emisión: Diciembre 2018	Página 23 de 93
--------------------------	----------------------------------	-----------------



1.3.7.1 Ecuación Sigmoidal

El uso de esta ecuación brinda una solución a los problemas generados con las funciones polinomiales y potenciales, debido a en altas y bajas temperaturas se obtienen valores irracionales del módulo dinámico. Por tanto, la función sigmoidal es la más adecuada para realizar el respectivo ajuste debido a que su aproximación asintótica a los límites de los valores del módulo dinámico permite un mejor acomodo de la curva (Leiva, P., Leiva, V., Aguiar, M., & Loría, S. 2013).

Donde:

$|E^*|$: Módulo dinámico

f_r : Frecuencia de carga a la temperatura de referencia.

δ : Valor del módulo mínimo.

$\delta + \alpha$: Valor del módulo máximo.

β, γ : Parámetros que describen la forma de la curva sigmoidal.

1.3.7.2 Ecuación Christensen Anderson

La ecuación de Christensen Anderson (CA) se derivó en base en una distribución de función logística para la descripción del espectro de relajación, la cual corresponde a la siguiente expresión:

Donde:

$|G^*(\omega)|$: Módulo complejo a cortante, Pa

G_g : Módulo límite a cortante, Pa

ω_c : Frecuencia de corte, rad/s

R: Índice reológico

ω : Frecuencia reducida, rad/s



UNIVERSIDAD DE
COSTA RICA



LABORATORIO NACIONAL
DE MATERIALES Y MODELOS ESTRUCTURALES

R: Índice reológico.

El índice reológico es determinado de la siguiente forma:

1.3.7.3 Ecuación Christensen Anderson Marasteanu

La ecuación de Christensen Anderson Marasteanu (CAM) resulta de una modificación de la ecuación CA, dado que buscaban que la ecuación pudiese ser utilizada en ligantes asfálticos modificados y sin modificar, además que se incorpora un ajuste a temperaturas altas y bajas de manera que sea posible modelar el comportamiento de asfaltos. La ecuación para el cálculo del módulo dinámico resulta de la siguiente forma:

Donde:

G^* : Módulo complejo a cortante.

G_0 : Módulo cortante vítrio.

ω : Frecuencia reducida (rad/s).

ω_0 : Frecuencia crossover, (rad/s).

β y κ : parámetros del modelo.

El modelo de CAM utiliza la norma ASTM 6816 y AASTHO PP42, para la construcción de las curvas maestras en ligantes asfálticos, y se ajustan las variables ω , β y κ , asumiendo un valor de G_0 constante (3×10^3 MPa).

1.3.7.4 Ecuación Christensen Anderson Sharrock

Tanto el modelo de CAM como este se derivan de una ecuación más general propuesta por Sharrock y Bouldin en 1999, en dicha ecuación se ajustan las siguientes variables: G_0 , w y β , asumiendo el valor de $\kappa = -1$.

Informe LM-PI-UMP-059-R4	Fecha de emisión: Diciembre 2018	Página 25 de 93
--------------------------	----------------------------------	-----------------



UNIVERSIDAD DE
COSTA RICA



LABORATORIO NACIONAL
DE MATERIALES Y MODELOS ESTRUCTURALES

LanammeUCR

Donde:

G^* : Módulo complejo a cortante.

G_0 : Módulo cortante vítrio.

ω : Frecuencia reducida (rad/s).

ω_0 : Frecuencia de corte (rad/s).

β : parámetro del modelo.

1.4 Hipótesis

La técnica del AFM realizando mediciones de PFM permite brindar propiedades nanomecánicas de los ligantes asfálticos, además es posible obtener mediciones de módulo de elasticidad mediante curvas fuerza distancia obtenidas por el modo de contacto CM y dureza del material bajo diferentes estados de acondicionamiento en PFM. Esta información puede ser correlacionada con los resultados de variables obtenidas con otras técnicas de laboratorio como las curvas maestras obtenidas con el uso del DSR.



2. MÉTODOS Y RESULTADOS

Tal como se mencionó anteriormente se evaluaron dos fuentes de asfalto de diferente naturaleza y calificación de PG una fuente de asfalto obtenido de RECOPE, este es caracterizado para conocer sus propiedades físicas básicas proveniente de RECOPE y un asfalto proveiniente de Nicaragua (Empresa Nicaragüense de Petróleo S.A. (Petronic)), el cual también fue caracterizado para conocer sus propiedades básicas. Por lo anterior, el asfalto original corresponde a un PG64-22-S, con un grado de viscosidad de AC-30 (documentado en el informe LM-PI-UMP-059-R1) y el asfalto proveniente de Nicaragua como un PG 64-25-H. El mismo es analizado por el método de cromatografía de columna, del cual se obtuvo que los componentes del asfalto corresponden a $(15 \pm 1) \%$ de asfaltenos y $(85 \pm 2) \%$ de maltenos (documentado en el informe LM-PI-UMP-059-R2). Adicionalmente, el asfalto se envejeció por medio de RTFO para simular envejecimiento a corto plazo y RTFO+PAV para simular el envejecimiento a largo plazo. Se prepararon y analizaron un mínimo de 10 muestras para cada condición. La preparación de la muestra consistió en aplicar una pequeña gota de asfalto sobre una lámina de óxido de silicio (en adelante “porta objeto”) que posteriormente se colocó en un horno a $163 \text{ }^\circ\text{C}$ durante 4 minutos para asegurar que el asfalto fuera lo suficientemente fluido para ser distribuido uniformemente en una película delgada a lo largo del porta objeto. La muestra se colocó luego en el horno a $163 \text{ }^\circ\text{C}$ durante 2 minutos adicionales para asegurar que la película delgada es uniforme. El enfriamiento de las muestras se realizó a temperatura ambiente durante un período de 24 h en un desecador, asegurando al mismo tiempo que ningún contaminante entraría en contacto con la muestra.

Seguidamente, se prepararon las muestras para el envejecimiento en el campo. Las muestras corresponden a una película de asfalto en 1 mm de espesor. Antes de exponer las muestras a condiciones de campo, el asfalto se envejeció mediante RTFO para simular el envejecimiento durante la producción y la colocación. Después de que las muestras fueron expuestas a condiciones de campo, un subconjunto de ellas se recogió cada mes durante un máximo de 6 meses para ser analizados. Finalmente, se somete la muestra a pruebas de AFM en su modo DPFM y CM. Estos resultados son documentados en el presente informe.

2.1 Instrumentos de medición

2.1.1 Análisis de Microscopía de fuerza atómica

Las mediciones se realizaron utilizando el microscopio de fuerza atómica Aleman WitecAlpha 300, en el PFM y CM. El PFM es un modo de contacto intermitente no resonante. La Figura 4 muestra el funcionamiento del AFM en el PFM, donde el voladizo oscila en frecuencias entre 0,01 kHz y 10 kHz, con

Informe LM-PI-UMP-059-R4	Fecha de emisión: Diciembre 2018	Página 27 de 93
--------------------------	----------------------------------	-----------------

amplitudes entre 50 nm y 500 nm. En la figura 8. se presenta las mismas características de interacción punta-muestra que la curva de fuerza-distancia.

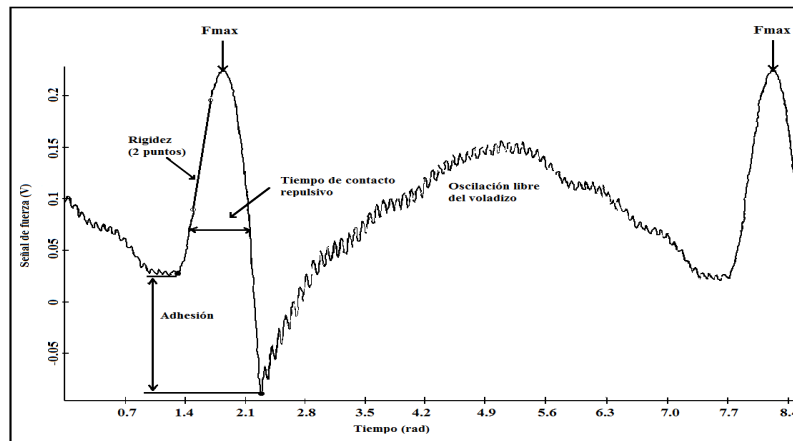


Figura 8. Modulación sinusoidal PFM para obtener información de adhesión y rigidez.

El comportamiento micromecánico del asfalto y sus componentes ante el envejecimiento se resume en la Figura 9. Puede comprobarse que a partir de los datos mostrados en la figura 9. que los asfáltenos, que corresponden a la fracción cristalina del asfalto, proporcionan la rigidez a la estructura global. Inversamente, los maltenos contribuyen relativamente menos rigidez, pero son responsables de la adhesividad del asfalto (documentado en el informe LM-PI-UMP-059-R3).

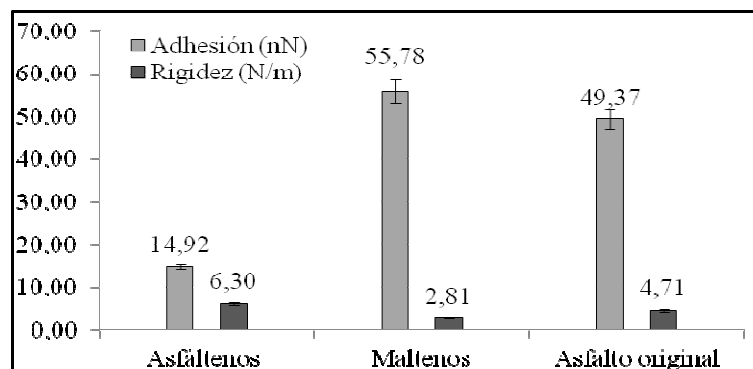


Figura 9. Respuesta micromecánica del asfalto y sus componentes



Los efectos del envejecimiento sobre la adhesión y la rigidez de los asfaltos envejecidos en el campo se muestran en la Figura 10. En general, el envejecimiento puede correlacionarse con incrementos en la rigidez y adhesividad del asfalto. Lo anterior se espera debido a cambios químicos que conducen a la formación de grupos carbonilo y sulfóxido, que afectan a los componentes del asfalto, la polaridad y el peso molecular. Además, se observó una tendencia similar con respecto a la rigidez del material: el endurecimiento de las muestras aumenta con el tiempo de exposición a las condiciones ambientales. Tal aumento de rigidez puede estar relacionado con la radiación UV, que se cree magnifica el endurecimiento del asfalto por medio de reacciones fotoquímicas (documentado en el informe LM-PI-UMP-059-R3).

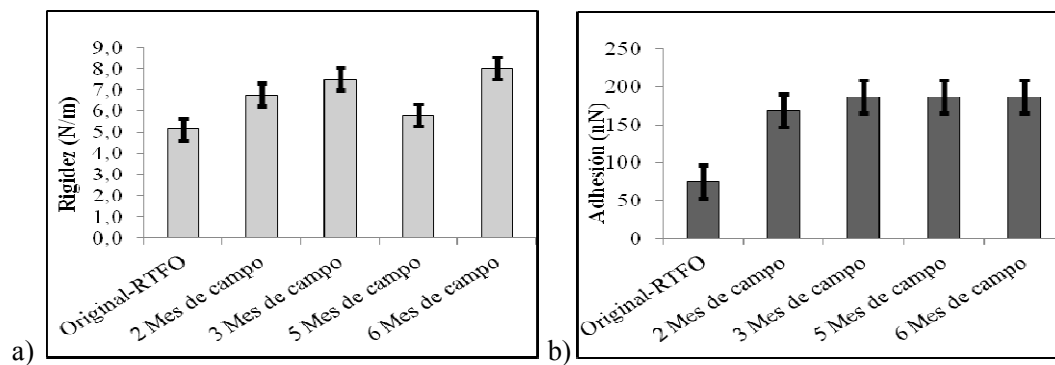


Figura 10. Respuesta micromecánica del asfalto en función del envejecimiento, parámetros de a) rigidez y b) adhesión.

La Figura 11 muestra los cambios en la microestructura del asfalto debido al envejecimiento en laboratorio y 6 meses de envejecimiento en el campo. Cada condición experimental se evaluó con un mínimo de 10 muestras para asegurar la repetibilidad de los resultados (documentado en el informe LM-PI-UMP-059-R3).

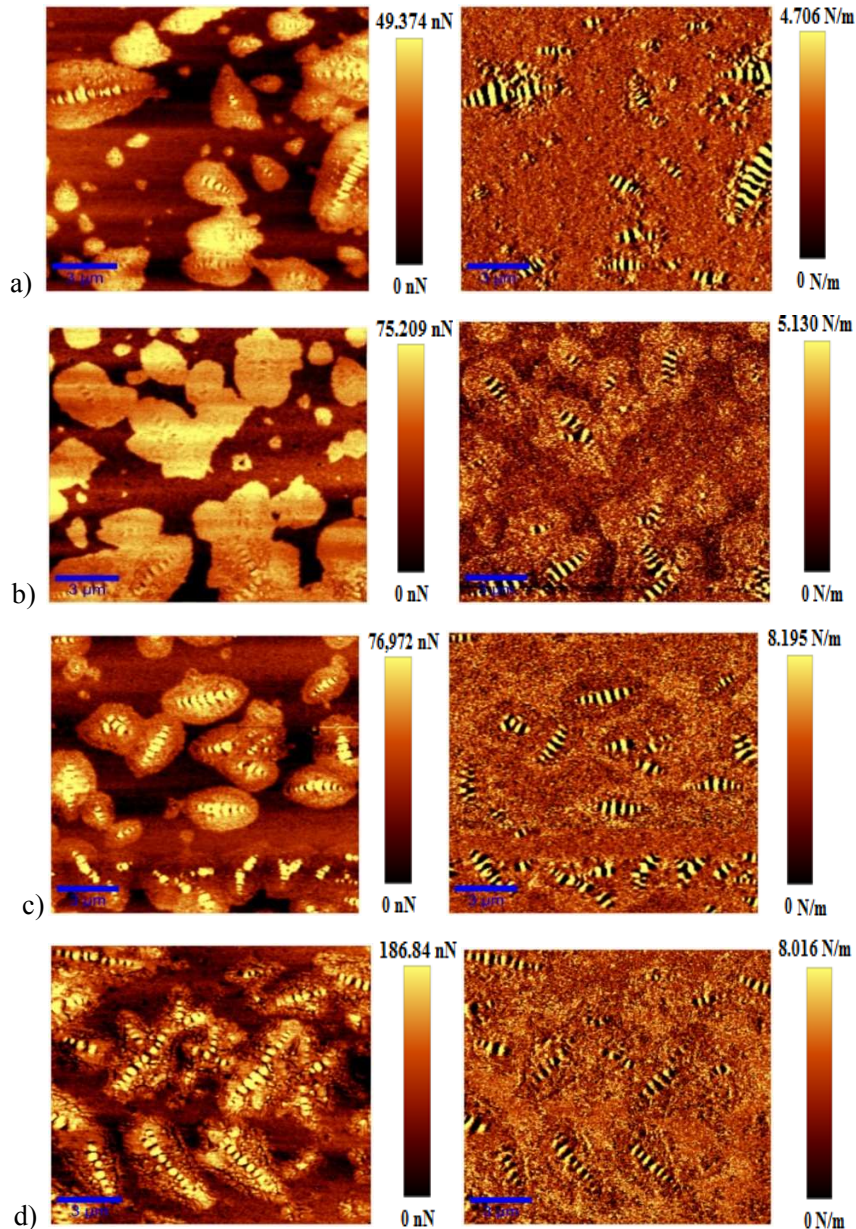


Figura 11. Cambios de adhesión (izquierda) y rigidez (derecha) en la microestructura del asfalto a) asfalto original, b) asfalto envejecido en RTFO, c) asfalto envejecido en PAV y d) asfalto a 6 meses en campo (intemperie).

Las imágenes confirman que a medida que el material envejece, gana adhesividad y rigidez. El aumento de la rigidez puede estar relacionado con cambios en la microestructura del asfalto: una disminución de rigidez relativa entre la catana-fase ("estructura de abeja") y los dominios restantes del ligante asfálticos; la



para-fase sirve de medio dispersante a la catana-fase, la per-fase (área que rodea la catana-fase) y la sal-fase (fase dispersa). Del mismo modo, el aumento de la adhesión puede ser reflejarse en una reducción en la per-fase y un cambio en el tamaño y la intensidad de la catana-fase: en el caso de las muestras envejecidas en campo, se observa un aumento en el alargamiento de la catana-fase (documentado en el informe LM-PI-UMP-059-R3).

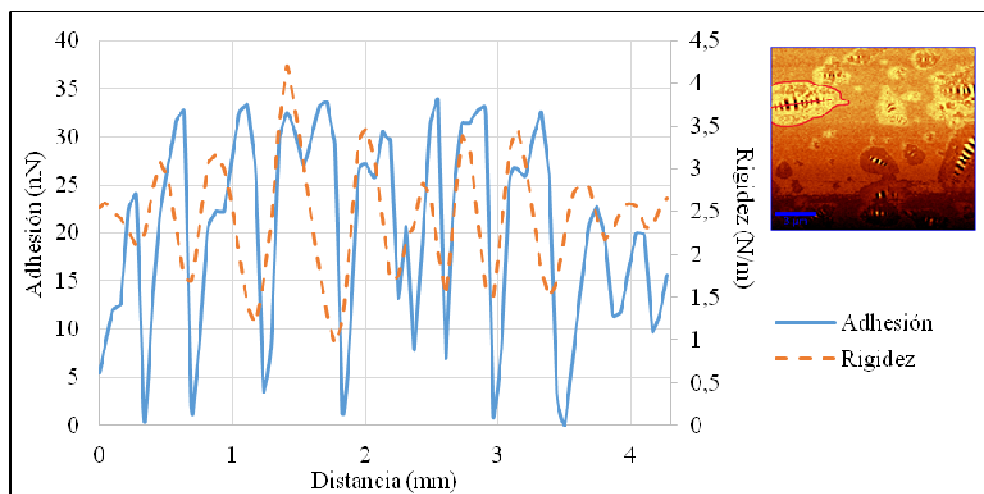


Figura 12. Adhesión/Rigidez en la sección transversal de la catana fase obtenida del asfalto en condición original.

De la Figura 12, es importante notar que la parte del dominio de la catana-fase asociada a la rigidez está parcialmente relacionada a la adhesión: las estructuras más rígidas son también altamente adhesivas, sin embargo, no todos los subdominios adhesivos en la catana-fase son siempre rígidos. Lo anterior es más probable que resulte de la combinación del alto peso molecular y polaridad en los diferentes componentes del asfalto.

Los cambios en la respuesta micromecánica están directamente asociados a la composición del asfalto. La Figura 13 muestra la morfología de los componentes del asfalto en condición original.

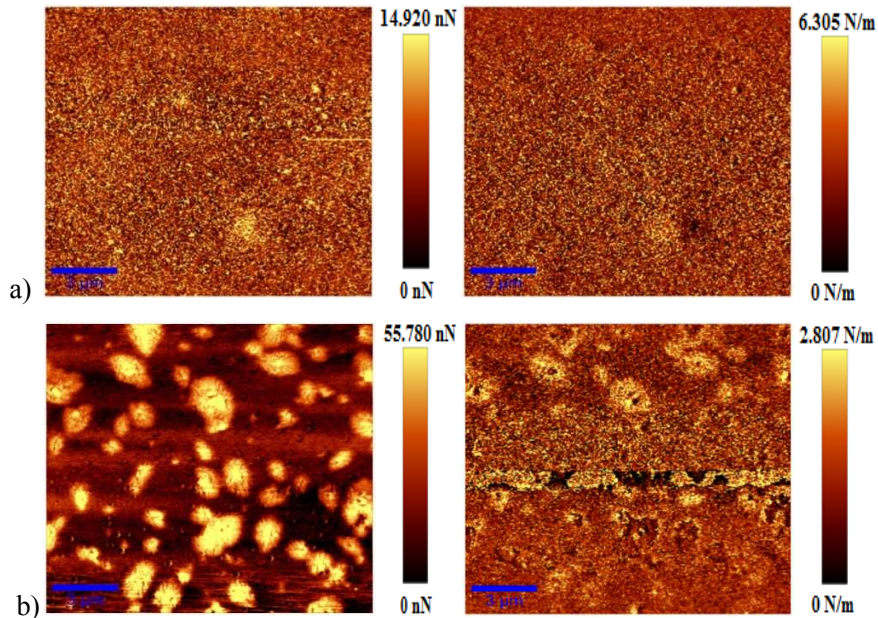


Figura 13. Adhesión (izquierda) y rigidez (derecha) asociada a los componentes del asfalto original a) asfáltenos y b) maltenos.

La detección topográfica y de fase por AFM permitió determinar las diferentes fases presentes en los diferentes componentes del asfalto. Se hizo énfasis en la observación de la posible fuente de las estructuras de tipo "abeja". Las mediciones obtenidas indican que, en el caso del tipo de asfalto evaluado, la "estructura de abeja" no está relacionada con asfáltenos, ya que no se identificaron tales estructuras en la imagen de asfáltenos en el PFM. Sin embargo, existe evidencia clara de que la temperatura de envejecimiento influye en la morfología del asfalto y, como tal, en cada una de las fases presentes en los diversos componentes SARA (Aguir et al 2015a).

2.1.1.1 Modo de contacto (CM) y nanoindentación

Para estudiar el desempeño mecánico del ligante asfáltico a nivel de nanoindentación, se utilizó el microscopio de fuerza atómica (AFM) en su modo de contacto. La nanoindentación surge de la necesidad de medir las propiedades mecánicas de volúmenes pequeños en materiales asfálticos. Las pruebas de indentación se llevaron a cabo en dos ligantes asfálticos vírgenes con grados de desempeño PG-64-22-S y PG-64-25-H respectivamente. Además, para cada fuente de asfalto se tienen muestras envejecidas mediante RTFO y PAV de I a III ciclo de envejecimiento. El desarrollo de este ensayo se detalla en los siguientes pasos:

Informe LM-PI-UMP-059-R4	Fecha de emisión: Diciembre 2018	Página 32 de 93
--------------------------	----------------------------------	-----------------



2.1.1.1.1 Preparación de la muestra.

- Debido a las propiedades viscoelástica que tiene el ligante asfáltico la recuperación del material después de una nanoindentación es muy rápida, por lo anterior se consideró realizar el ensayo a temperaturas bajas obteniendo una recuperación más lenta que permita medir la huella de indentación y tomar la imagen de la misma.
- La preparación de las muestra consistió en someterlas a enfriamiento por un periodo de 24 horas a una temperatura de 18 °C.
- Inmediatamente cumplida las 24 horas de enfriamiento, las muestras son colocadas sobre un porta objeto para realizar la prueba de nanoindentación en el CM del AFM.
- Las muestras tienen un espesor promedio de 5 mm promedio.
- Al momento de trasladar las muestras de un laboratorio a otro se debe asegurar que ningún contaminante entre en contacto con ellas.
- Se prepararon, midieron y analizaron un mínimo de 10 mediciones para cada condición y tipo de asfalto lo que corresponde a un total de 100, esto con el objetivo de contar con un número de ensayos que garantice las propiedades nanomecánicas del asfalto.

2.1.1.1.2 Mediciones.

Para la realización del ensayo de nanoindentación se utilizó puntas de contacto con baja rigidez (0,2 N/m) y mayor longitud del cantiléver (450 μ m). Dichas puntas se consideraron como un indentador piramidal de tres caras (tipo Berkovich), hechas de silicio monolítico. Primeramente son ajustados los parámetros correspondientes al modo de contacto del AFM. Mediante el software WITec Control se monitorea: la iluminación apropiada para la medición, la altura mínima entre la punta y la muestra que permita el adecuado posicionamiento del láser sobre la punta y alineamiento del fotodetector de cuatro cuadrantes.

Luego de ajustado estos parámetros se coloca la muestra sobre un porta objeto para el ensayo de nanoindentación en el CM del AFM. Debido a que las muestras se encuentran en acondicionamiento de baja temperatura, esta es monitoreada mediante una termocupla laser donde se obtienen variaciones desde 18 °C hasta 24 °C, esto debido a la pérdida de calor de las muestras. Una de las principales variantes en la temperatura de las muestras es el acondicionamiento del laboratorio, por lo cual se recomienda mantenerlo a una temperatura promedio de 20 °C a 22 °C.

Informe LM-PI-UMP-059-R4	Fecha de emisión: Diciembre 2018	Página 33 de 93
--------------------------	----------------------------------	-----------------



Teniendo en cuenta lo anterior, el ensayo de nanoindentación se inicia realizando la curva fuerza distancia sobre la muestra de asfalto, seguidamente se realiza un set cero en la posición de altura y se inicia con la indentación a $-20 \mu\text{m}$ de profundidad con una velocidad de $0,26 \mu\text{m/s}$. Por indicaciones del fabricante se sabe que la altura máxima de la punta es de $17 \mu\text{m}$, lo cual permitió tener una aproximación de profundidad máxima a la que se puede indentar sin dañar la punta y la muestra, en lo que respecta a la velocidad el AFM cuenta con un potenciómetro con límites de $0,01$ y $500 \mu\text{m/s}$, la utilización de esta velocidad va depender del tipo de ensayo.

Una vez indentada la muestra se sube con una velocidad de $0,10 \mu\text{m/s}$, a una altura de -10 , -5 y $0 \mu\text{m}$ se realiza la curva fuerza distancia, a fin de tener un promedio de la fuerza aplicada antes y después de la nanoindentación. Este proceso fue realizado para todas las muestras analizadas.

En la Figura 14 se observa la curva típica de voltaje en el fotodetector vs desplazamiento que no es más que la distancia entre la punta del AFM y la superficie, tomada sobre la muestra de asfalto. Además se puede observar la interacción del régimen atractivo (carga) y del régimen repulsivo (descarga) entre la punta y la muestra.

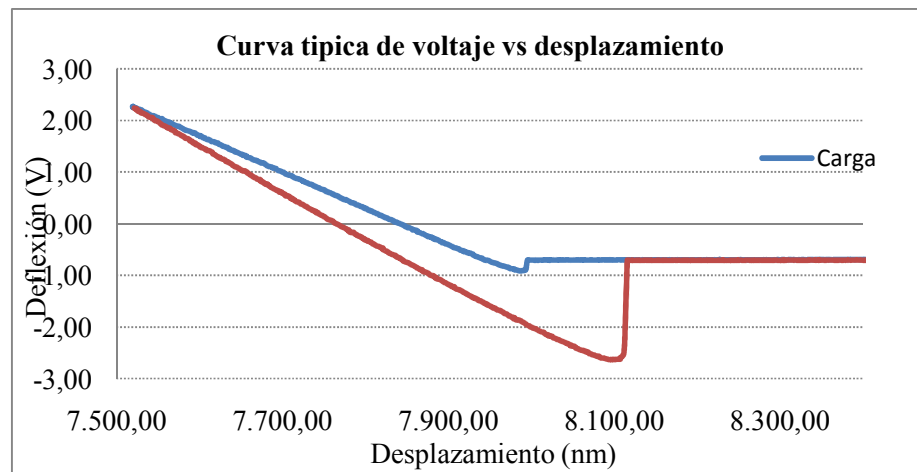


Figura 14. Curva típica de voltaje en el fotodetector vs desplazamiento tomada sobre la muestra de asfalto.



2.1.1.2.3 Determinación del módulo de elasticidad

Mediante el modo de contacto del AFM se desarrolló la técnica de nanoindentación, la cual ha permitido medir las propiedades nanomecánicas del ligante asfáltico. El ensayo de nanoindentación, consta de un indentador que penetra la muestra de asfalto y mediante la curva fuerza distancia se obtiene la fuerza máxima aplicada (nN). En el escaneo del CM se obtiene la imagen topográfica de la muestra y la profundidad de indentación. Estas imágenes son guardadas y evaluadas usando el software WITec Project. Utilizando este software y aplicando el método de Oliver y Pharr es posible determinar el módulo de elasticidad del asfalto.

Tal como se mencionó en la sección anterior, se obtiene un promedio de las mediciones de la curva fuerza distancia antes y después de indentar las muestras de asfalto. Para este cálculo se determina el valor máximo de pendiente de cada curva de carga como de descarga realizando un promedio de ambas, cuyo valor se representa por Σ . El promedio de la pendiente en la Figura 15 es de 0,0078 v/nm, este varía de \pm 0,0009 v/nm con respecto a la condición y tipo de asfalto.

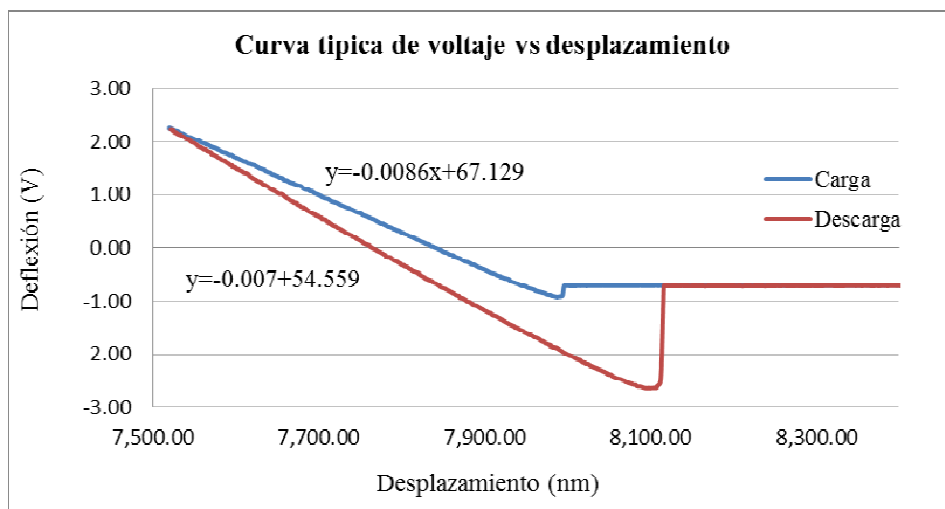


Figura 15. Pendiente obtenida de la curva de carga y descarga sobre la muestra de asfalto.



Con este valor se determina la fuerza aplicada por la punta del AFM a la muestra. Para esto se requiere de la transformación de señales de voltaje a fuerza, lo cual permite establecer la relación entre el ensayo de nanoindentación y el modo de contacto del microscopio de fuerza atómica (ver ecuación 2.1):

—

Donde

K_c : Constante de fuerza de la punta del AFM

V_p : Voltaje obtenido en la curva fuerza distancia (Ver Figura 14)

F: Fuerza aplicada de la punta a la muestra

A partir de la curva generada por el AFM y aplicando la ecuación 2.1, se obtiene la Tabla 1 la cual presenta un ejemplo de datos para determinar la fuerza máxima aplicada en cada medición, partiendo de la curva antes y después de indentar, el promedio de la pendiente de cada curva, la constante de la punta.

Tabla 1. Resultado de la fuerza máxima obtenida para cada curva.

Curva Fuerza Distancia	Σ (vol/nm)	K_c (N/m)	Fuerza Máx (nN)
Antes de indentar	0,0063	0,2	58,0708
Después de indentar a 0	0,0062		54,7440
Después de indentar a -5	0,0061		71,9793
Después de indentar a -10	0,0076		48,2444
		Promedio	58,2596

En la Figura 16 se muestra la fuerza máxima obtenida luego de realizar la transformación de señales de voltaje a fuerza. Cabe destacar que está solo corresponde a la curva antes de la indentación, por lo cual el promedio de todas las curvas será la fuerza aplicada durante la indentación.

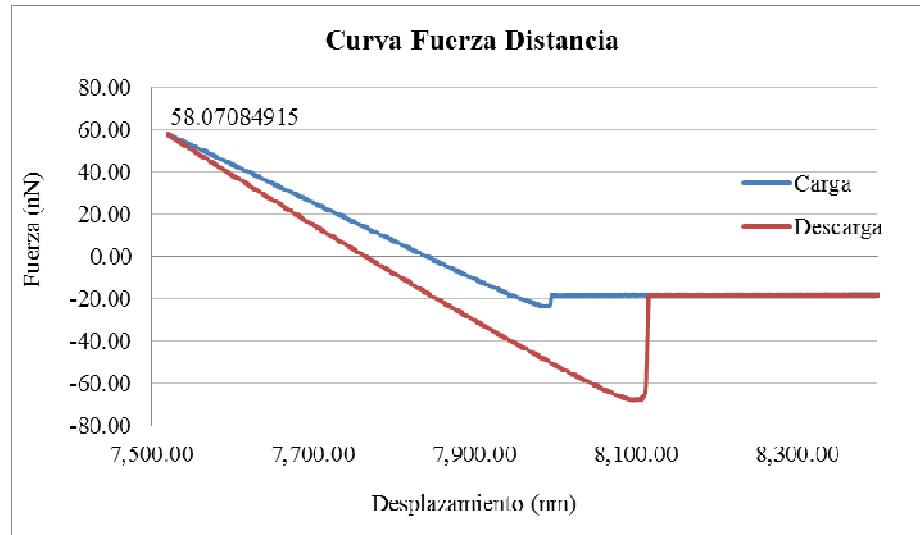


Figura 16. Curva fuerza distancia obtenida antes de indentar la muestra de asfalto.

Para evaluar los parámetros mecánicos del módulo de elasticidad se tomó en cuenta la profundidad de la huella y los valores de carga máxima de cada indentación, esto debido a que el método de Oliver y Pharr se basa en la curva típica de carga versus desplazamiento para obtención de los datos, y no en la profundidad de la huella indentada.

Para la obtención de la nanohuella de indentación se utilizó el software WITec Project y con la herramienta de sección transversal del mismo se determina la profundidad de indentación, tal como se muestra en la Figura 17. Esta es almacenada como un archivo de texto para posteriormente ser evaluada y analizada mediante el software Microsoft Excel. Este procedimiento se realizó para las dos fuentes de asfalto y sus respectivos acondicionamientos. De los cuales se obtuvieron variaciones significativas en las nanohuellas del asfalto original y el envejecido por ciclos.

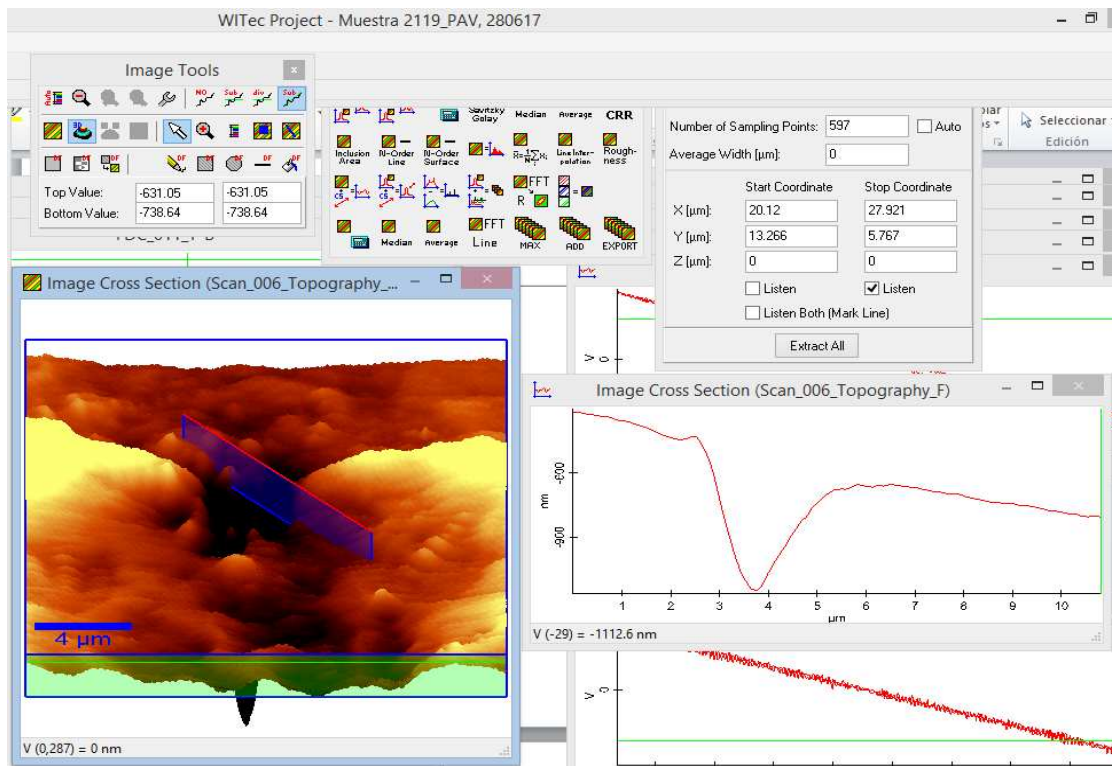


Figura 17. Calculo mediante el software WITec Project para determinar la profundidad en la huella de indentación.

En la Figura 18a se muestra el detalle de una nanohuella de indentación sobre la superficie de asfalto y en la Figura 18 b. se detalla el resultado de la profundidad de indentación, siendo para este ejemplo de 390,6 nm.

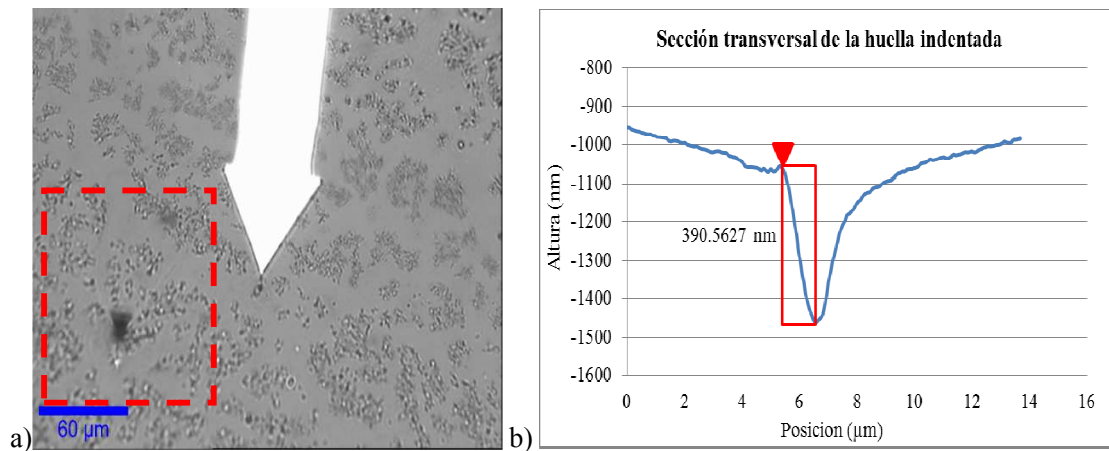


Figura 18. Nano indentación sobre asfalto a) imagen AFM de la nanohuella b) perfil topográfico de la huella ($h = 390.6 \text{ nm}$).

Siguiendo con los parámetros para determinar el módulo de elasticidad del ligante asfáltico, se requiere calcular el área proyectada de la huella de indentación. Misma que se puede obtener usando el AFM, dado que este permite suministrar características interesantes como la imagen correcta de la indentación y la profundidad de la misma después de la aplicación de la carga. Además, es posible estudiar la morfología exacta de la impresión de la indentación con alta resolución a nanoscala.

Las pruebas de nanoindentación se hicieron con puntas piramidales de tres caras (tipo Berkovich), debido a que permiten determinar el área de contacto entre la punta del AFM y la superficie del ligante asfáltico en el punto de indentación. Para el indentador tipo Berkovich la función de área de contacto que relaciona el área de la sección transversal del indentador con la altura de contacto, está dada por la siguiente ecuación:

—

Donde:

A_c = área de contacto

h_p = profundidad plástica de penetración

θ = ángulo del medio cono de la punta utilizada (30° según indicaciones del fabricante)



UNIVERSIDAD DE
COSTA RICA



LABORATORIO NACIONAL
DE MATERIALES Y MODELOS ESTRUCTURALES

Además, la determinación de la presión media de contacto del material bajo carga o dureza (H) puede ser obtenida usando la siguiente ecuación:

Donde:

P= carga o fuerza aplicada en nano Newtons

Ac= área de contacto

Una vez determinado el área de contacto y la dureza o rigidez de cada indentación es posible determinar el módulo de elasticidad del ligante asfáltico, para el cual se cuenta con la ecuación 2.4.

Donde

E_1 y E_2 = modulo elástico de la muestra y del indentador respectivamente

ν_1 y ν_2 : relación de Poisson de la muestra y el indentador respectivamente

E_r : módulo reducido

El módulo reducido o de elasticidad tiene en cuenta las deformaciones elásticas sufridas por el indentador y el material. En la Tabla 2 se muestran algunos valores de razón de poisson, dureza y módulo de elasticidad del asfalto utilizados en ensayos de indentación.

Informe LM-PI-UMP-059-R4	Fecha de emisión: Diciembre 2018	Página 40 de 93
--------------------------	----------------------------------	-----------------



Tabla 2. Propiedades mecánicas del asfalto y el indentador según literatura.

Indentador	Indentador		Referencia
	Módulo	Razón de Poisson	
Berkovich	Módulo	Razón de Poisson	
SiO ₂	76 Gpa	0,17	Roa, J et al., (2010).
Si	170 Gpa	0,2	Grover, Allen et al., (2013)
Diamante	1,141 Gpa	0,07	Rafiqul, A et al., (2010).
Muestra	Módulo	Razón de Poisson	Referencia
Asfalto modificado con polímeros, PG 70-22 y PG-76-28	0,76 MPa	0,4	Tarefder et al., (2010).
	5,22 MPa		
Dureza, PG 70-22 y PG-76-28	0,17 MPa		
	0,47 MPa		
Asfalto Virgen	2,10 MPa	0,5	Nazzal et al., (2014), Dourado et al., (2011)
Asfalto Compuesto	9,269 MPa		
Asfalto RAP	27,927 MPa		

2.1.2 Ensayos reologicos realizados con el DSR

Las muestras fueron evaluadas en el Reómetro de Corte Dinámico TA INSTRUMENTS AR-G2 (ver Figura 19), este permite medir propiedades a temperaturas que simulan las temperaturas altas y medias del pavimento, además de simular las tasas de carga típicas de tráfico (Cuadro, C. & Osorio, E, 2012), para esta investigación se realizó el ensayo de curva maestra, el cual requirió de una rampa de frecuencia de 0,1; 0,5; 1; 1,5; 5; 10 y 25 rad/s para geometría de torsión, a temperatura de -4, 10, 21, 38, 54 y 64°C para la superposición tiempo-temperatura, lo anterior se hizo para los dos tipos de asfaltos utilizados en sus estados original, RTFO y RTFO+PAV I, II y III ciclo de envejecimiento. La geometría utilizada fue de 8 mm de diámetro para todos los estados del asfalto debido a las rampas de barridos de frecuencia y temperatura.



Figura 19. DSR TA Instruments-AR-G2 propiedad del LanammeUCR.

La geometría de los platos paralelos se rota de forma sinusoidal uno con respecto al otro, el ligante asfáltico intercalado entre los platos, es sujeto a esfuerzos y a deformación alternados. Por tanto, la razón entre el esfuerzo y la deformación es llamada Módulo Complejo de Corte $G^*(\omega)$ y se calcula mediante la siguiente ecuación:

Dónde:

$G^*(\omega)$ = Módulo complejo dinámico de corte a frecuencia ω , Pa,

$\tau(\omega)$ = Magnitud absoluta de la respuesta dinámica al esfuerzo de corte, Pa,

$\gamma(\omega)$ = Magnitud absoluta de la deformación dinámica de corte aplicada, Pa.

Las variables utilizadas en la ecuación 2.5, como el módulo complejo dinámico es medido y reportado en términos de la respuesta al corte y el ángulo de fase indica el desfase en la respuesta al esfuerzo comparada con la tensión aplicada. Así, el ángulo de fase es un parámetro importante para describir las propiedades viscoelásticas de un material como un ligante asfáltico (Cuadro, C. & Osorio, E, 2012). En las Tablas 6 y 7 se muestran los resultados de las curvas maestras.

Informe LM-PI-UMP-059-R4	Fecha de emisión: Diciembre 2018	Página 42 de 93
--------------------------	----------------------------------	-----------------



Tabla 3. Ensayo del DSR al asfalto PG64-22-S, en sus diferentes estados.

Original		RT		PAV I		PAV II		PAV III	
Módulo complejo	Ángulo de fase	Módulo complejo	Ángulo de fase	Módulo complejo	Ángulo de fase	Módulo complejo	Ángulo de fase	Módulo complejo	Ángulo de fase
Pa	°	Pa	°	Pa	°	Pa	°	Pa	°
2.44E+07	45.1812	2.34E+07	44.7106	7.83E+07	32.8696	3.22E+07	35.093	3.59E+07	38.6432
5.16E+07	37.0552	4.75E+07	36.9059	2.03E+07	56.8543	5.71E+07	32.1494	6.37E+07	33.4523
6.64E+07	34.8406	6.03E+07	35.0395	6.88E+07	29.1321	7.26E+07	28.3625	8.78E+07	24.835
7.56E+07	32.6393	7.15E+07	34.8219	8.08E+07	28.563	8.04E+07	26.9496	9.98E+07	24.451
7.83E+07	44.2844	8.40E+07	42.3754	8.21E+07	40.2629	8.33E+07	40.0919	6.06E+07	44.3693
1.32E+08	25.7601	1.21E+08	28.594	1.43E+08	23.3493	1.30E+08	23.3566	1.64E+08	20.6797
9.21E+07	45.4752	1.06E+08	45.2296	8.36E+07	44.91	1.08E+08	42.7938	5.65E+07	50.5452
2.02E+06	60.6384	2426560	56.7072	5099830	47.6335	6799450	44.2816	1.38E+07	34.9623
5.53E+06	53.5721	6008750	50.7747	1.05E+07	42.5366	1.42E+07	37.7044	2.39E+07	31.8042
8.16E+06	50.6957	8708560	48.1456	1.47E+07	40.51	1.93E+07	35.7777	3.10E+07	30.7195
1.03E+07	48.8642	1.14E+07	47.3959	1.73E+07	38.4591	2.27E+07	33.9056	3.59E+07	29.6155
1.89E+07	44.5376	1.95E+07	42.9307	2.75E+07	36.1141	3.46E+07	30.0513	5.32E+07	27.5458
2.63E+07	41.7567	2.71E+07	40.442	3.75E+07	34.1536	4.45E+07	30.4263	6.46E+07	26.3691
3.88E+07	38.6743	3.90E+07	37.4789	5.00E+07	32.1874	5.72E+07	28.949	8.34E+07	25.1029
1.79E+05	71.9339	304136	66.145	864287	57.7301	1679820	50.1238	3044220	43.8077
6.28E+05	65.9735	871778	61.3237	2185060	52.4615	3624350	46.1739	6186110	40.4552
1.04E+06	64.0996	1420840	59.7611	3243330	50.5654	5059760	44.2788	8605820	38.7732
1.40E+06	62.5502	1903690	58.9975	4059490	48.896	6290150	43.599	9892600	37.7654
3.13E+06	58.4516	3893780	54.6672	7381920	45.7329	1.03E+07	40.2852	1.54E+07	35.2504
4.88E+06	55.6748	5961870	52.002	1.06E+07	43.6284	1.41E+07	38.4696	2.06E+07	33.8367
8.33E+06	52.1359	9549250	49.0114	1.58E+07	41.1679	2.00E+07	36.5386	2.81E+07	32.2632
5.57E+03	82.5321	9064.16	77.5739	32456.1	71.8485	73842.6	65.9309	197136	57.2179
2.37E+04	77.2257	37387.1	76.0431	108608	66.9083	223698	60.0609	512164	53.3371
4.48E+04	77.2009	65136.1	73.5169	188421	65.4301	366737	58.6012	789563	52.1471
6.31E+04	76.0444	89555.4	72.0836	250211	63.9157	484662	57.8999	986027	50.8207
1.72E+05	73.1366	235416	69.2891	565031	61.0573	985808	54.4561	1853640	47.9867
3.02E+05	70.9515	398310	66.9459	924147	59.0465	1526450	52.4507	2741680	46.2823
6.20E+05	68.1234	791580	63.5166	1632730	55.9776	2517920	49.6954	4232110	44.0663
2.73E+02	88.3171	492.637	79.2076	1657.69	83.3247	4494.77	77.7729	14966.6	70.2757
1.33E+03	85.8632	2283.77	82.2715	7308.46	78.3364	17615.6	71.2451	48006.5	65.037
2.62E+03	84.5947	4373.23	81.6075	13276.8	76.5085	30779.6	69.8612	82462	63.2833



3.80E+03	82.9082	6330.97	80.4863	19061.3	76.0205	42112.5	68.5907	108745	61.7868
1.18E+04	79.8045	18743.9	77.7791	49592.6	71.5107	103027	65.0044	236043	58.5218
2.23E+04	78.645	34308	76.3775	87412.8	69.3917	169956	62.4702	378095	56.4613
5.07E+04	76.2684	73884.7	72.9363	176425	66.766	321766	60.24	656201	53.9645
6.70E+01	89.8896	113.001	56.0648	300.152	87.5633	812.611	81.5407	2855.24	78.8081
3.25E+02	88.9369	477.292	80.0131	1438.76	83.9577	3581.92	77.9106	11552.9	72.962
6.58E+02	87.5931	935.594	81.9943	2736.32	81.9806	6537.7	76.179	19682.5	70.1421
9.79E+02	86.9725	1381.94	81.999	4006.83	81.1011	9242.61	74.9391	26488.1	67.7405
3.17E+03	84.9284	4373.51	78.885	11726.9	76.355	24497.8	70.1279	62885.8	64.3182
6.08E+03	85.9595	8461.17	76.3106	21345.9	74.3923	42441.5	68.1502	105871	62.0056
1.41E+04	90.6436	20207.8	63.5882	45977.1	67.6629	85972.9	64.1435	196159	59.531

Fuente: Laboratorio de Ligantes Asfálticos LanammeUCR, 2017.

Tabla 4. Ensayo del DSR al asfalto PG64-25-H, en sus diferentes estados.

Original		RT		PAV I		PAV II		PAV III	
Módulo complejo	Ángulo de fase	Módulo complejo	Ángulo de fase	Módulo complejo	Ángulo de fase	Módulo complejo	Ángulo de fase	Módulo complejo	Ángulo de fase
Pa	°	Pa	°	Pa	°	Pa	°	Pa	°
1.47E+07	47.6696	1.54E+07	46.9361	2.36E+07	40.4673	2.92E+07	36.3591	3.42E+07	36.5518
3.17E+07	40.7728	3.27E+07	39.2294	4.59E+07	35.0243	5.46E+07	38.5899	6.04E+07	33.1863
4.00E+07	37.979	4.28E+07	37.2128	5.53E+07	33.6526	6.69E+07	32.545	8.34E+07	25.6109
4.96E+07	35.8375	5.00E+07	35.7534	6.26E+07	32.9092	7.64E+07	32.8127	9.29E+07	25.5362
7.51E+07	32.0623	6.12E+07	41.0509	5.41E+07	41.9045	4.01E+07	51.4988	5.58E+07	41.1419
9.31E+07	29.8259	8.94E+07	34.9758	1.19E+08	26.1598	1.22E+08	23.8873	1.60E+08	21.4925
1.20E+08	30.1808	6.19E+07	43.3764	4.99E+07	50.8735	5.82E+07	45.4804	4.94E+07	49.8116
1148170	64.3898	1322540	60.4053	3862150	49.601	5714610	43.5467	9478060	37.5619
3520830	57.0768	3866180	53.7295	8716530	44.3562	1.22E+07	39.151	1.77E+07	34.4006
5133590	54.0334	5543480	51.1009	1.11E+07	42.134	1.58E+07	37.3758	2.25E+07	32.8285
6750420	53.303	7068930	49.3704	1.38E+07	40.7112	1.87E+07	36.1894	2.63E+07	31.9098
1.26E+07	47.7414	1.35E+07	45.6771	2.30E+07	37.5514	2.90E+07	33.8321	4.04E+07	30.1858
1.80E+07	44.9855	1.87E+07	43.2674	3.01E+07	35.7667	3.75E+07	32.1937	4.96E+07	28.5434
2.72E+07	41.7285	2.86E+07	40.3046	4.23E+07	33.5316	5.03E+07	30.2591	6.46E+07	27.1673
144237	72.6057	181747	68.4509	511536	60.7469	1178300	52.7911	2131380	46.7259
503112	67.6872	626367	63.1224	1598780	54.6347	3014800	47.7889	4459640	42.1313



805322	65.0899	983631	61.0558	2277170	52.0559	4036990	45.6686	6393390	40.6157
1103370	64.3849	1320640	59.6232	2940760	50.5518	4778170	44.0426	7677270	39.412
2406370	59.6952	2998460	55.9424	5725210	47.4756	8311850	42.1352	1.26E+07	37.0457
3820330	57.1061	4629700	53.485	8049130	45.2729	1.14E+07	40.1673	1.65E+07	35.6209
6553800	53.6474	7911610	50.3669	1.25E+07	42.8916	1.66E+07	38.2147	2.30E+07	34.1764
3877.74	83.277	5631.3	79.7717	24827.6	73.3904	52643.4	65.8549	145651	58.4763
16643	77.9486	23253.5	74.7023	91388.1	67.1251	167217	62.2731	370513	54.7663
31310.3	77.8453	42043	73.8548	149513	65.0781	263559	59.9248	592198	53.4167
44453.7	76.8009	59517.5	73.8288	203011	63.9211	344198	58.6716	745889	52.058
121319	73.6654	158995	69.9178	471931	61.0734	729075	55.9983	1464760	49.4693
214046	71.8478	268580	67.5382	748562	59.0735	1135630	54.084	2153700	47.8091
443159	69.519	543080	64.8701	1358220	55.8678	1926150	51.1985	3455450	45.6594
227.693	88.2674	342.328	87.2172	1594.79	82.9248	3451.2	78.6795	10829.8	71.8782
1098.82	86.2627	1618.18	83.8618	6923.85	78.3971	13817.8	72.6574	36744.6	66.5783
2144.72	84.6411	3084.4	81.9789	12406.5	75.955	24177.1	70.9839	62176.6	64.3926
3135.78	83.569	4555.76	81.3727	16988.1	73.7288	32436.7	69.1496	81988.9	62.922
9687.94	80.0119	13545.4	76.1235	45020.1	70.7837	79117.8	65.735	181590	59.6954
18287.6	78.6066	25283.3	74.7473	78748	68.6421	134113	63.2887	291022	57.6982
41127.2	73.3387	55342.3	72.1948	158081	65.8741	255390	61.1748	514673	55.7931
51.8015	93.3165	73.9559	85.9099	316.171	85.0117	686.83	84.0046	2101.86	79.946
250.503	88.3865	368.039	86.6031	1446.16	83.2053	3063.47	79.6659	8644.6	74.0959
491.715	87.6171	717.332	85.0825	2775.84	81.3727	5637.5	77.473	14997.2	71.4023
737.136	86.6187	1079	83.8853	4002.92	79.8402	7955.64	75.8182	20488.7	69.4356
2423.84	83.5464	3523.38	78.2455	11719.3	75.3163	21504.8	71.3533	49382	65.6081
4589.22	81.4001	6909.93	77.5306	21146.8	73.2239	37480.2	69.8631	82963.4	63.7609
10949.8	77.3062	15518.2	68.5647	45069.8	67.6455	74521.2	67.5209	155138	61.8285

Fuente: Laboratorio de Ligantes Asfálticos LanammeUCR, 2017

3 Resultados

Los resultados obtenidos de la fase experimental se centran principalmente en las propiedades nano y micro mecánicas del ligante asfáltico, con ellos se busca comprender el comportamiento estructural y mecánico que presenta el material bajo diferentes estados de acondicionamiento. Inicialmente se muestra los resultados del ensayo en el AFM usando el modo de fuerza pulsada lo cual corresponde a las principales propiedades micromecánicas del asfalto, seguidamente se tienen lo obtenido en la técnica de

Informe LM-PI-UMP-059-R4	Fecha de emisión: Diciembre 2018	Página 45 de 93
--------------------------	----------------------------------	-----------------



nanoindentación del AFM en el modo de contacto del AFM y finalmente se muestran los resultados del ensayo en el DSR bajos el modo de cortante.

3.1 Resultados del ensayo PFM del AFM

A partir de este ensayo se obtuvo el comportamiento micromecánico del asfalto en su estado original y envejecido a corto y largo plazo tal como se muestra en la Figura 4. 1 y 4.2, las cuales permiten demostrar el aumento significativo en las propiedades de rigidez y adhesión conforme los diferentes acondicionamientos a los que se sometió cada fuente de asfalto.

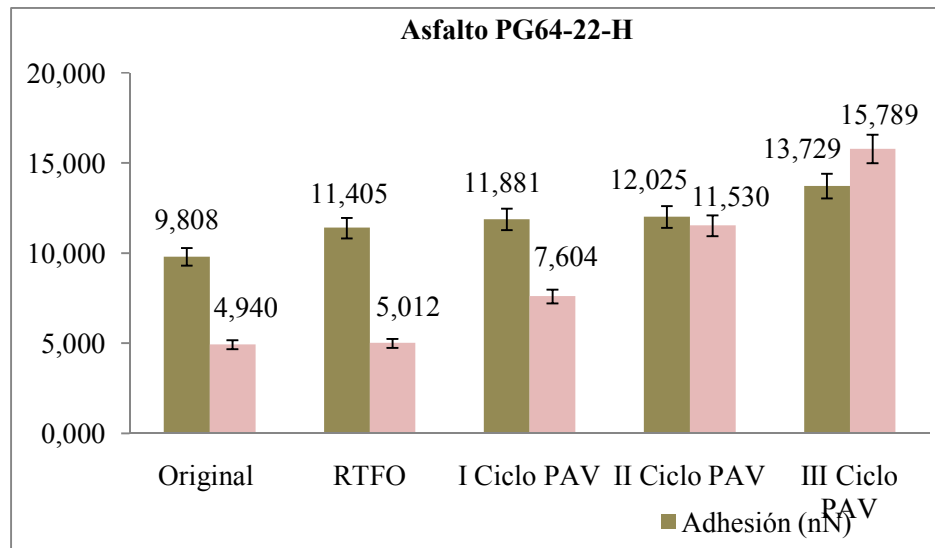


Figura 20. Respuesta micromecánica del asfalto PG64-22-S.

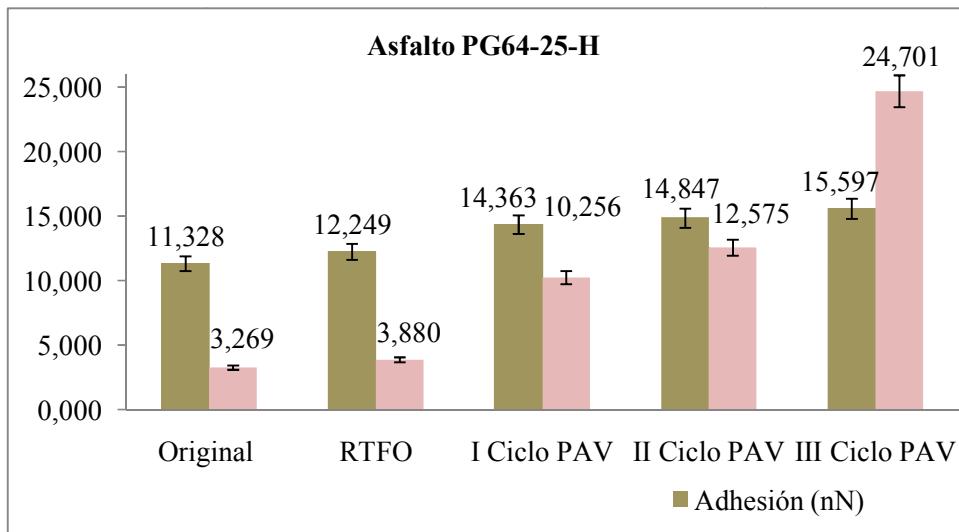


Figura 21. Respuesta micromecánica del asfalto PG64-25-H.

En la Figura 22 y 23 se muestran los cambios morfológicos que presenta la microestructura del asfalto PG64-22-S y PG64-25-H debido al proceso de envejecimiento en laboratorio.

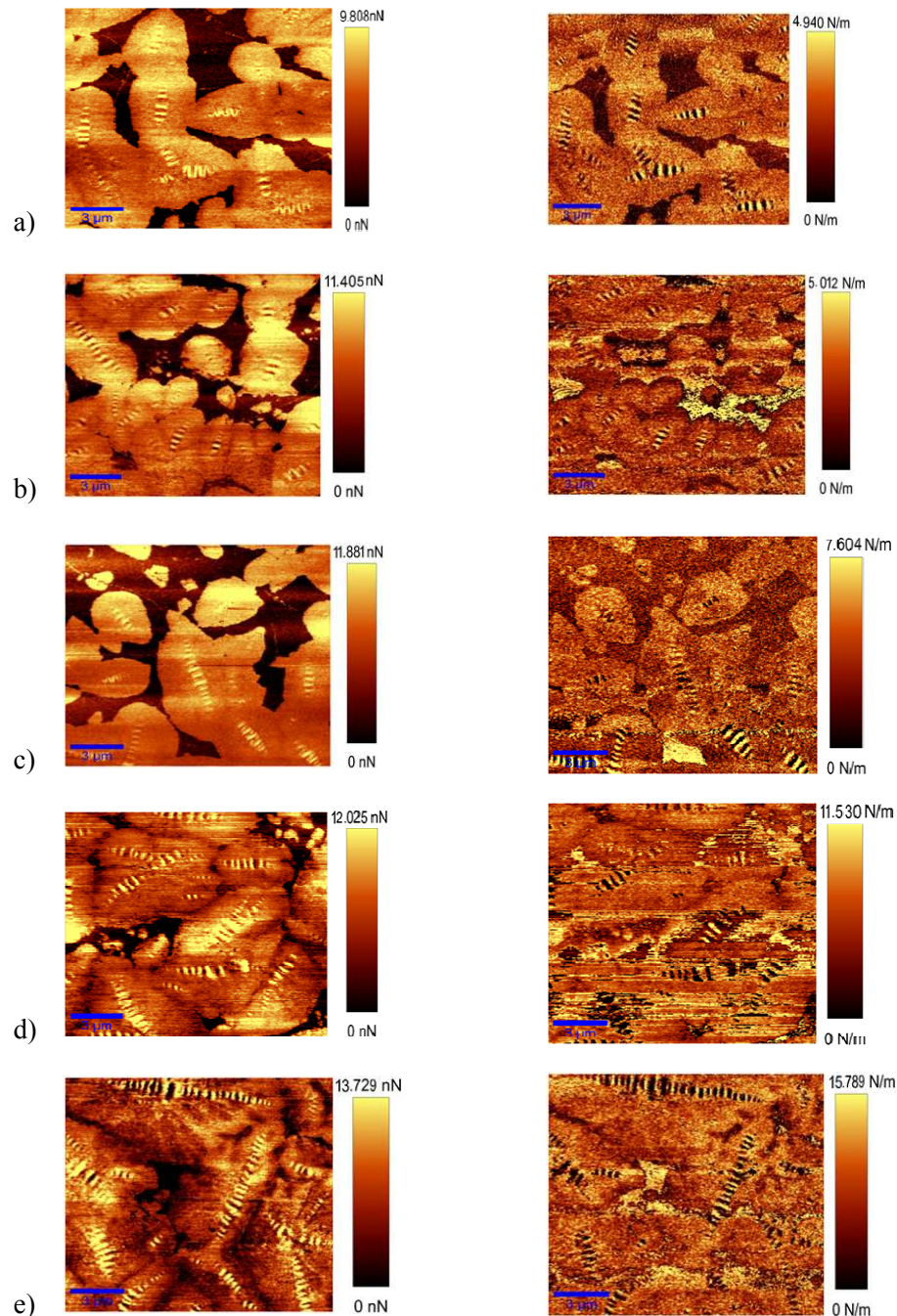


Figura 22. Respuesta microestructural del asfalto PG64-2S-S (15x15 μm): a la izquierda se muestra la adhesión y a la derecha la rigidez a) original, b) envejecido en RTFO, c) envejecido en PAV I ciclo, d) envejecido en PAV II ciclo y e) envejecido en PAV III ciclo.

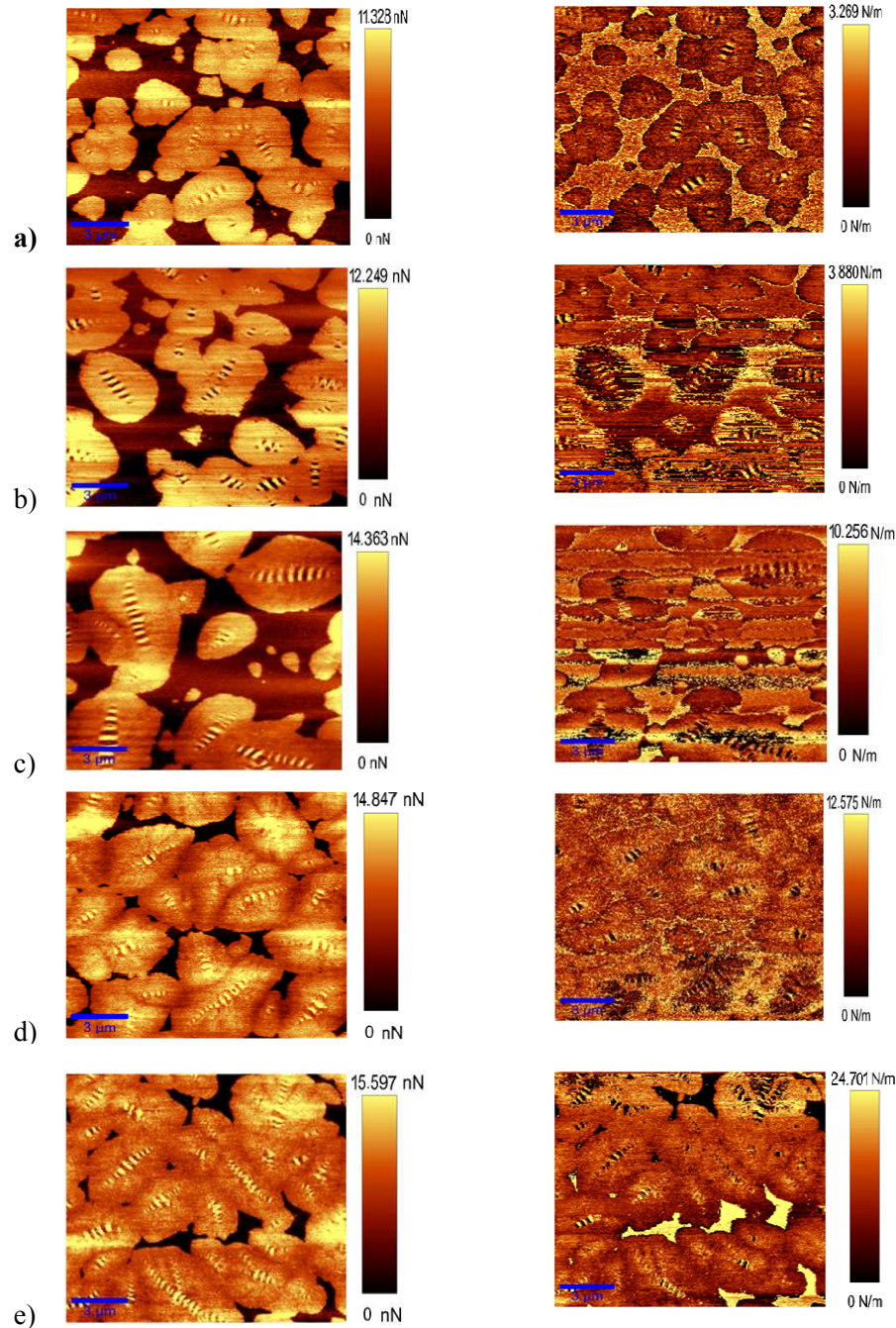


Figura 23. Respuesta microestructural del asfalto PG64-25-H (15x15 μm): a la izquierda se muestra la adhesión y a la derecha la rigidez a) original, b) envejecido en RTFO, c) envejecido en PAV I ciclo, d) envejecido en PAV II ciclo y e) envejecido en PAV III ciclo.



3.2 Resultados del ensayo de nanoindentación en el CM del AFM

Para cada condición y tipo de asfalto se presenta en la Tabla 5 un resumen de los resultados del ensayo de nanoindentación.

Tabla 5. Resumen de los resultados del ensayo de nanoindentación en el CM del AFM.

	F _{máx} promedio (nN)	Profundidad de Indentación (nm)	Ángulo medio θ	Área de contacto (μm^2)	Dureza ($\mu\text{N}/\mu\text{m}^2$)	Módulo reducido ($\mu\text{N}/\mu\text{m}^2$)	Módulo reducido (MPa)
Original PG64-22-S	99.645	579.673	30	0.582	0.171	0.204	0.204
	151.972	1275.740	30	2.819	0.054	0.064	0.064
	137.477	728.563	30	0.919	0.150	0.178	0.178
	130.435	617.427	30	0.660	0.198	0.235	0.235
	145.211	985.765	30	1.683	0.086	0.103	0.103
RTFO PG64-22-S	68.782	796.179	30	1.098	0.063	0.075	0.075
	71.216	531.018	30	0.488	0.146	0.174	0.174
	73.361	522.115	30	0.472	0.155	0.185	0.185
	72.263	307.010	30	0.163	0.443	0.527	0.527
	72.782	268.406	30	0.125	0.583	0.694	0.694
PAV PG64- 22-S	100.654	399.640	30	0.277	0.364	0.433	0.433
	81.433	838.846	30	1.219	0.067	0.080	0.080
	86.473	388.555	30	0.261	0.331	0.394	0.394
	84.771	744.271	30	0.959	0.088	0.105	0.105
	104.538	262.404	30	0.119	0.877	1.043	1.043
PAV II PG64-22-S	97.452	364.852	30	0.231	0.423	0.503	0.503
	68.469	440.605	30	0.336	0.204	0.242	0.242
	69.127	256.035	30	0.114	0.609	0.725	0.725
	70.430	221.188	30	0.085	0.831	0.989	0.989
	73.968	242.606	30	0.102	0.726	0.864	0.864
PAV III PG64-22-S	64.738	207.680	30	0.075	0.867	1.032	1.032
	113.312	324.876	30	0.183	0.620	0.738	0.738
	78.643	227.706	30	0.090	0.876	1.042	1.042
	114.360	261.619	30	0.119	0.965	1.148	1.148



	68.549	291.314	30	0.147	0.466	0.555	0.555
Original PG64-25-H	76.386	486.856	30	0.411	0.186	0.222	0.222
	79.943	931.042	30	1.501	0.053	0.063	0.063
	79.452	430.290	30	0.321	0.248	0.295	0.295
	79.507	390.563	30	0.264	0.301	0.358	0.358
	77.709	397.327	30	0.273	0.284	0.338	0.338
RTFO PG64-25-H	116.586	790.868	30	1.083	0.108	0.128	0.128
	125.717	407.236	30	0.287	0.438	0.521	0.521
	132.681	384.521	30	0.256	0.518	0.617	0.617
	77.365	519.413	30	0.467	0.166	0.197	0.197
	78.723	209.291	30	0.076	1.038	1.235	1.235
PAV PG64- 25-H	126.688	508.458	30	0.448	0.283	0.337	0.337
	131.196	594.228	30	0.612	0.215	0.255	0.255
	125.852	356.280	30	0.220	0.572	0.681	0.681
	127.001	519.571	30	0.468	0.272	0.323	0.323
	81.411	411.753	30	0.294	0.277	0.330	0.330
PAV II PG64-25-H	74.524	541.158	30	0.507	0.147	0.175	0.175
	79.495	308.037	30	0.164	0.484	0.576	0.576
	93.163	309.748	30	0.166	0.561	0.667	0.667
	87.114	586.177	30	0.595	0.146	0.174	0.174
	80.485	334.046	30	0.193	0.416	0.496	0.496
PAV III_ PG64-25-H	79.753	258.738	30	0.116	0.688	0.819	0.819
	68.091	244.458	30	0.104	0.658	0.783	0.783
	70.088	259.894	30	0.117	0.599	0.713	0.713
	76.445	272.105	30	0.128	0.596	0.710	0.710
	67.930	248.607	30	0.107	0.635	0.755	0.755

El ensayo de nanoindentación por AFM muestra un aumento significativo de módulo de elasticidad conforme el envejecimiento del asfalto, tal como se observa en la Figura 24 y 25.

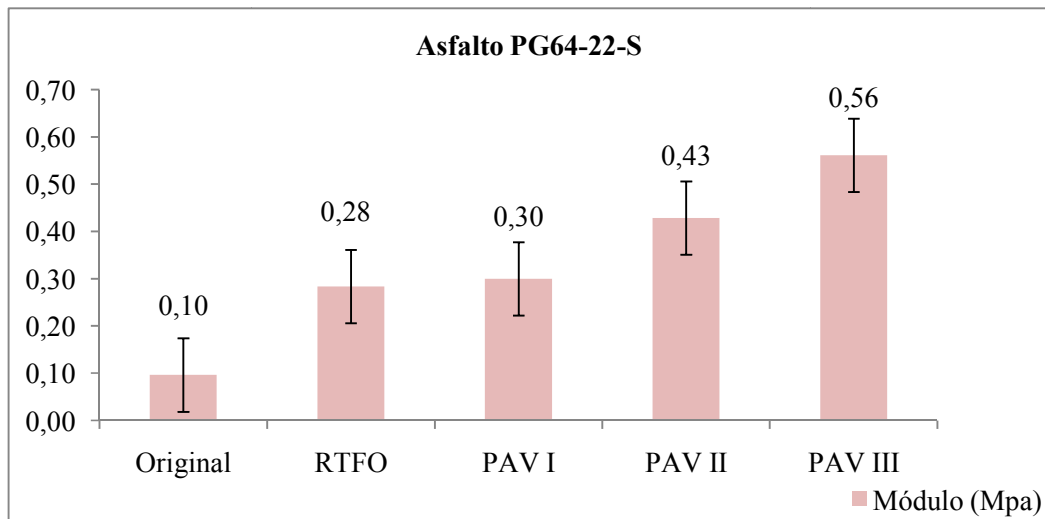


Figura 24. Respuesta del módulo de elasticidad para el asfalto PG64-22-S.

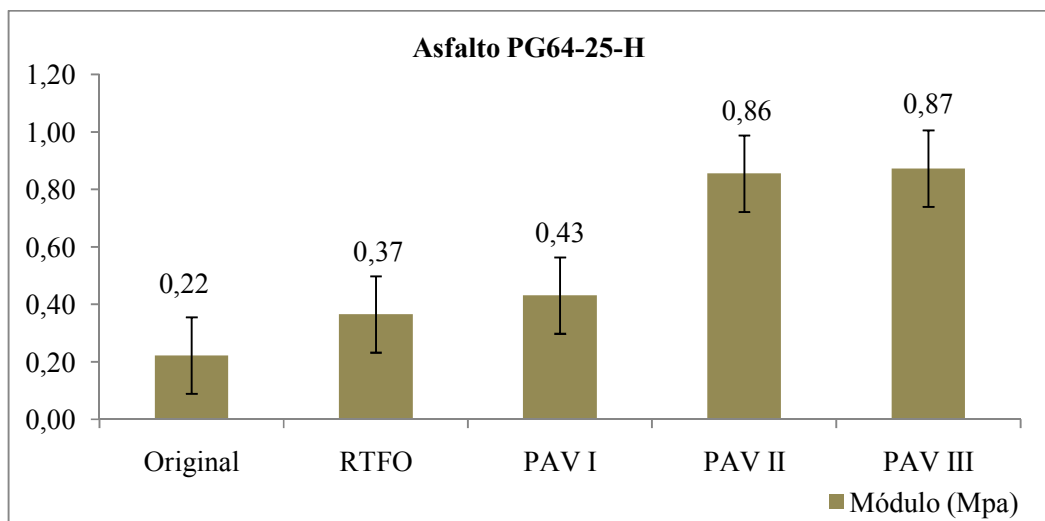


Figura 25. Respuesta del módulo de elasticidad para el asfalto PG64-25-H.

En la Figura 26 se evidencia la nanohuella dejada por seis indentaciones que se realizó sobre la misma muestra de asfalto variando la posición de la punta del AFM después de cada indentación, esto fue posible debido al efecto de baja temperatura en el que se realizó el ensayo.

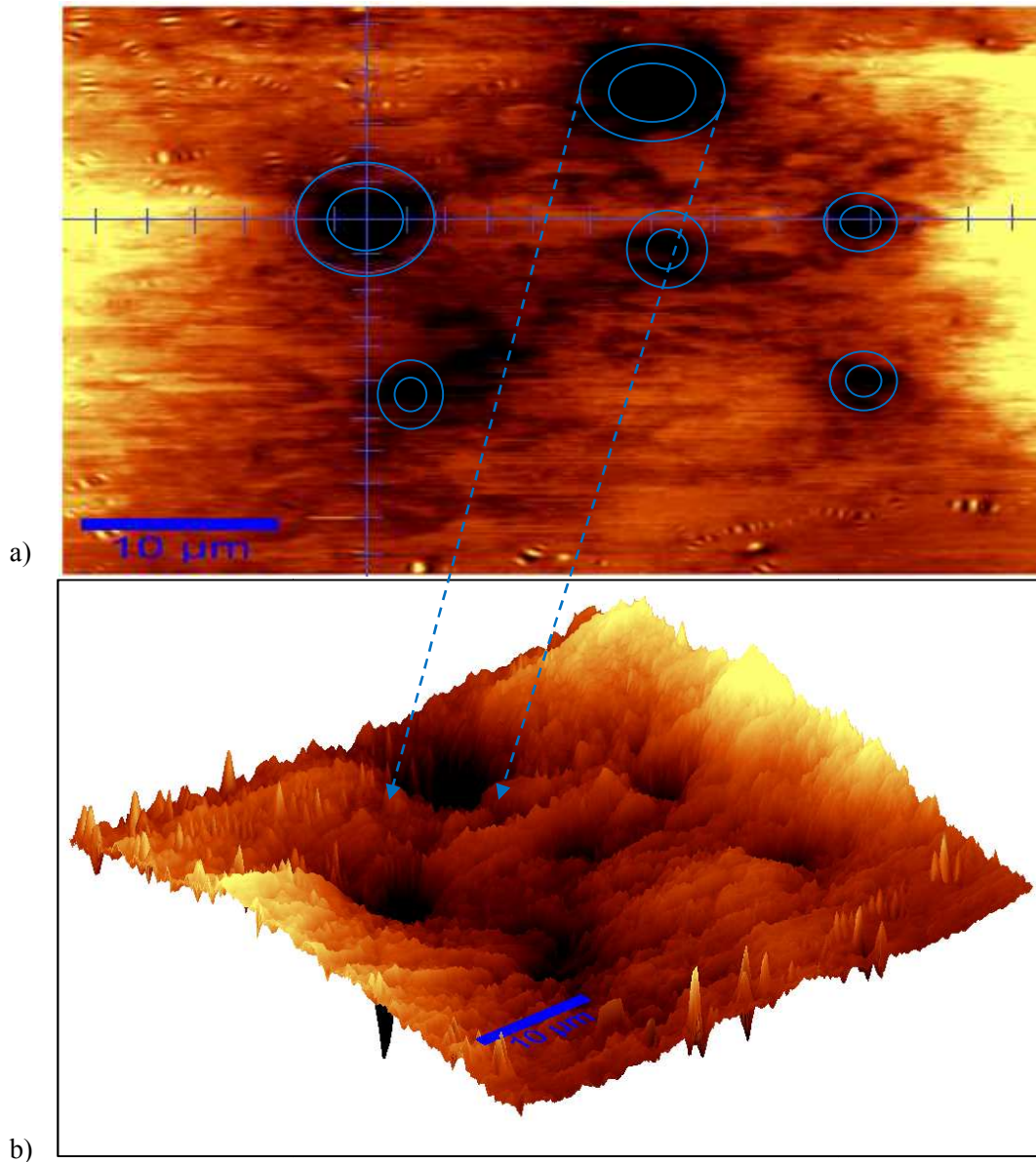


Figura 26. a) Perfil topográfico de seis indentaciones realizadas en el CM del AFM ($50\ \mu\text{m} \times 50\ \mu\text{m}$) y b) perfil en 3D de las indentaciones (cada ensayo de indentación es $15\ \mu\text{m} \times 15\ \mu\text{m}$).



3.3 Resultados de curvas maestras

Se generaron las curvas maestras del módulo complejo a partir del principio de superposición tiempo-temperatura. Además, se utilizaron las ecuaciones generales de las curvas maestras como son: Sigmoidal, CA, CAM y CAS; así como el desplazamiento horizontal de cada uno de los grupos de datos correspondientes a una temperatura de referencia, tal como lo exige los factores de ajuste de Arrhenius y WLF.

Las curvas maestras fueron realizadas para cada muestra de asfalto y sus diferentes acondicionamientos. En las siguientes figuras se presentan el conjunto de las curvas maestra obtenidas por las diferentes ecuaciones y factores de ajuste. Para esto se utilizó el Solver del programa Microsoft® Excel 2010 y se ajustó la curva maestra para cada uno de los datos después de un determinado número de iteraciones.

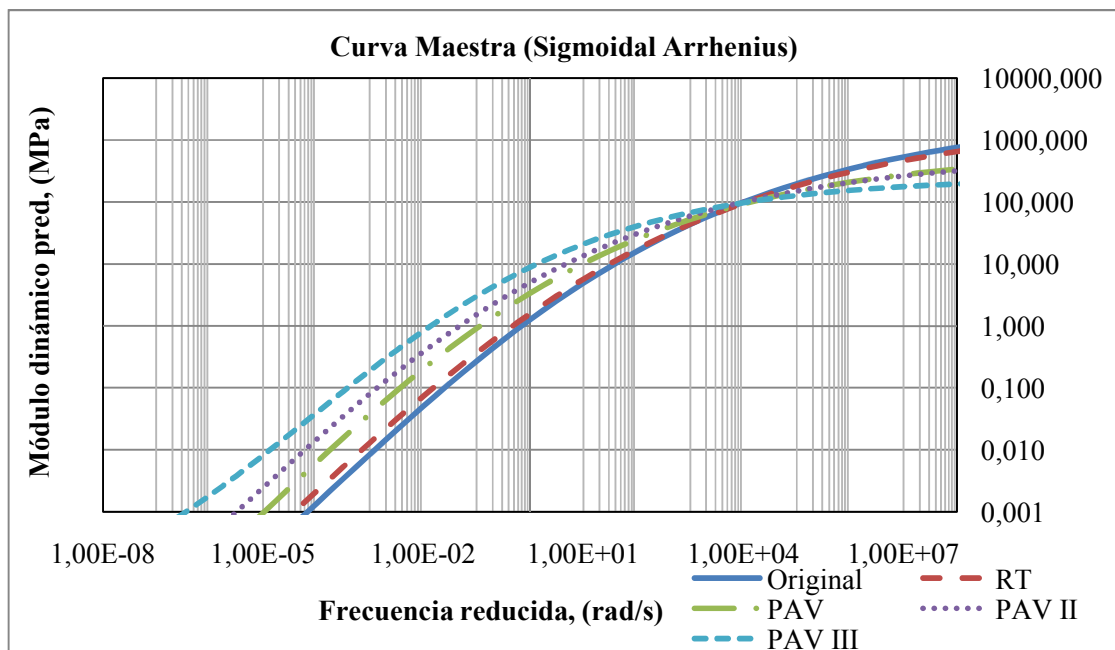


Figura 27. Comparación de curvas maestras de módulo dinámico Sigmoidal-Arrhenius para la muestra PG64-22-S.

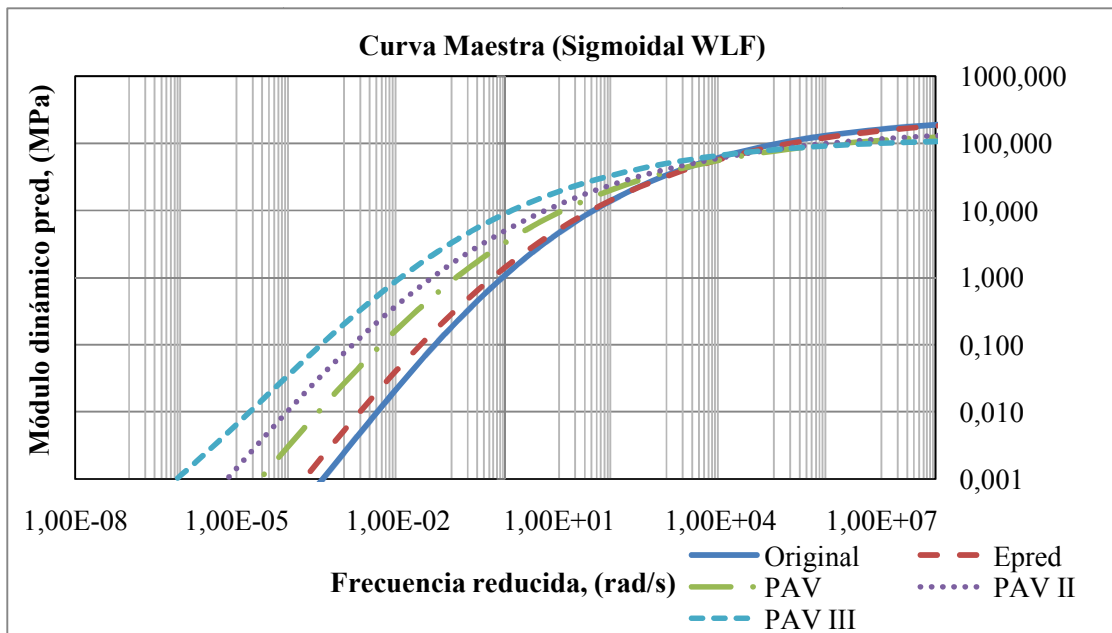


Figura 28. Comparación de curvas maestras de módulo dinámico Sigmoidal WLF para la muestra PG64-22-S.

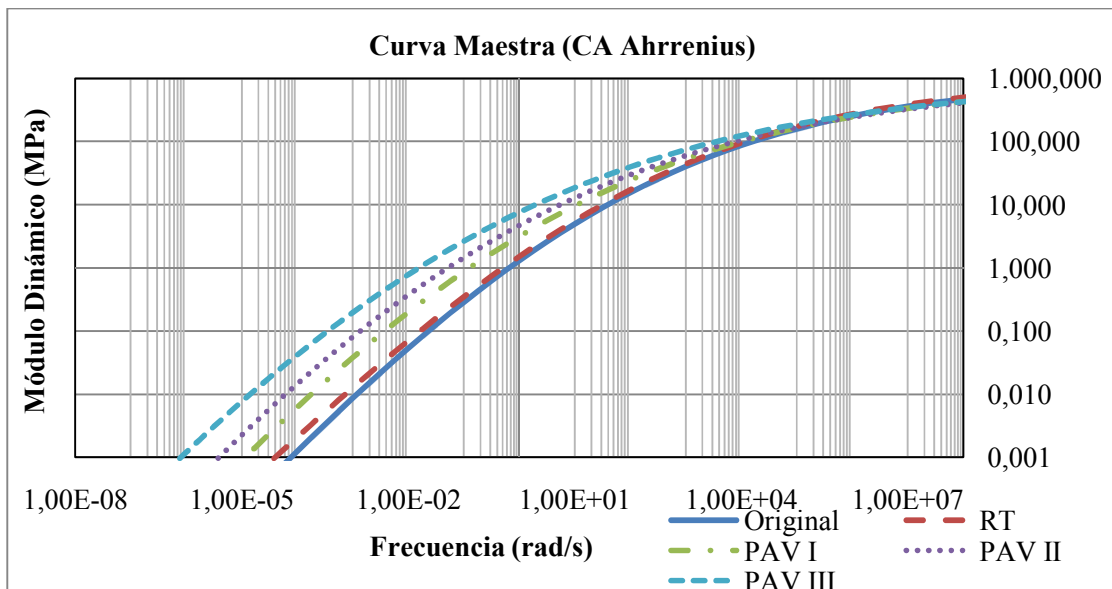




Figura 29. Comparación de curvas maestras de módulo dinámico CA Arrhenius para la muestra PG64-22-S.

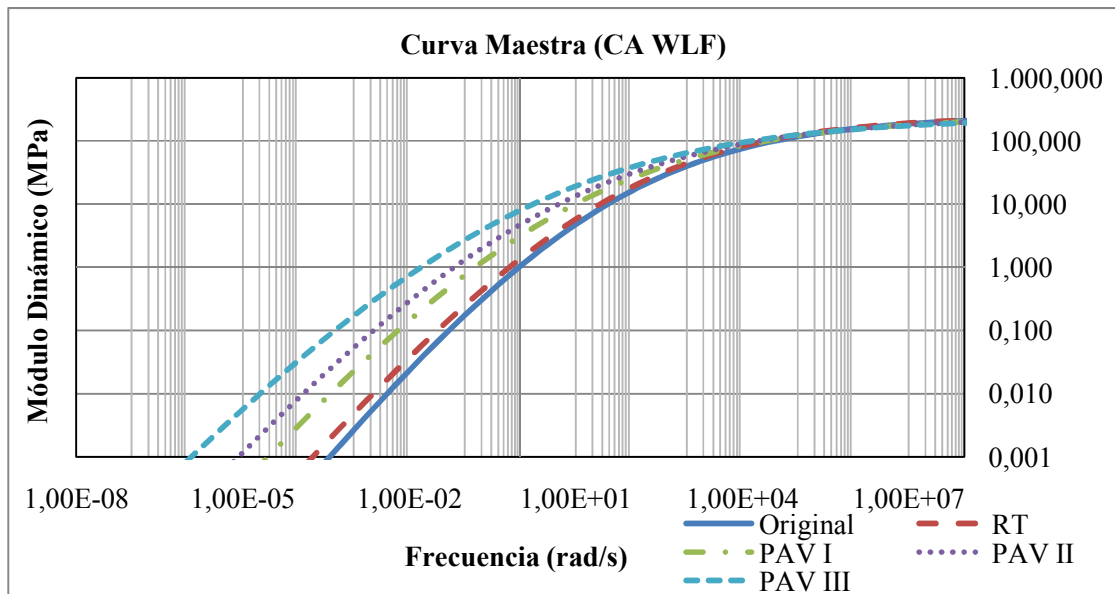


Figura 30. Comparación de curvas maestras de módulo dinámico CA WLF para la muestra PG64-22-S.

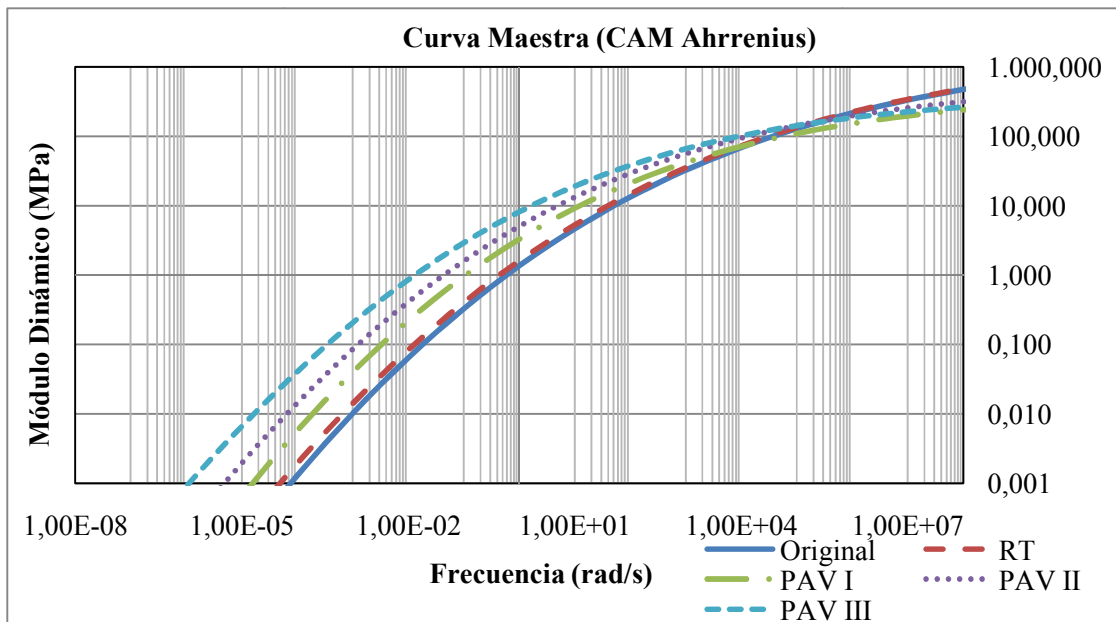


Figura 31. Comparación de curvas maestras de módulo dinámico CAM Arrhenius para la muestra PG64-22-S.

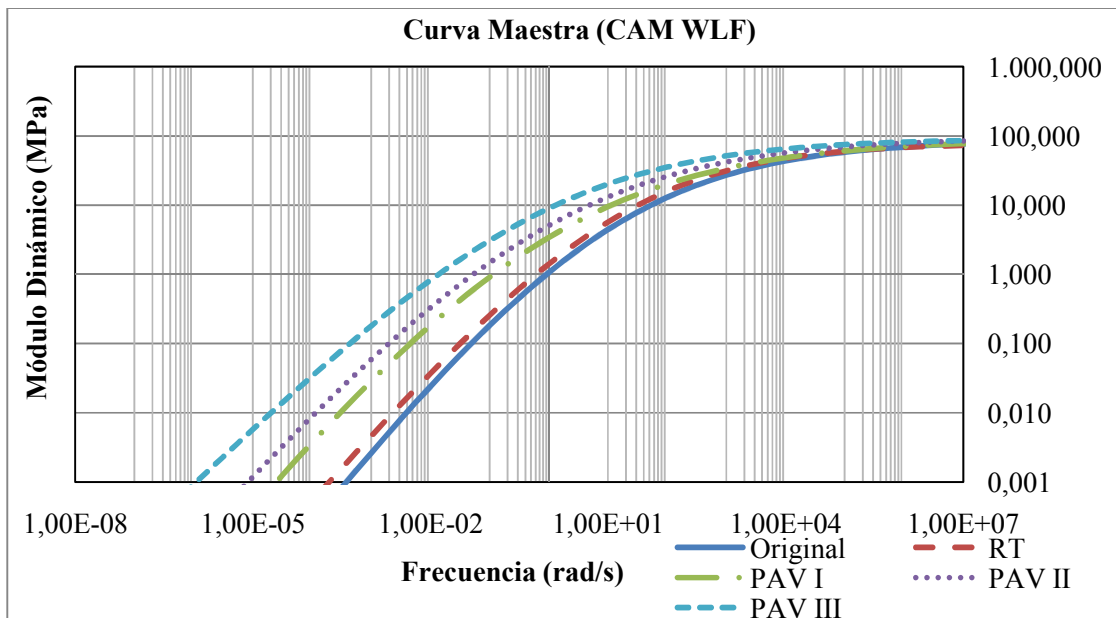


Figura 32. Comparación de curvas maestras de módulo dinámico CAM WLF para la muestra PG64-22-S.

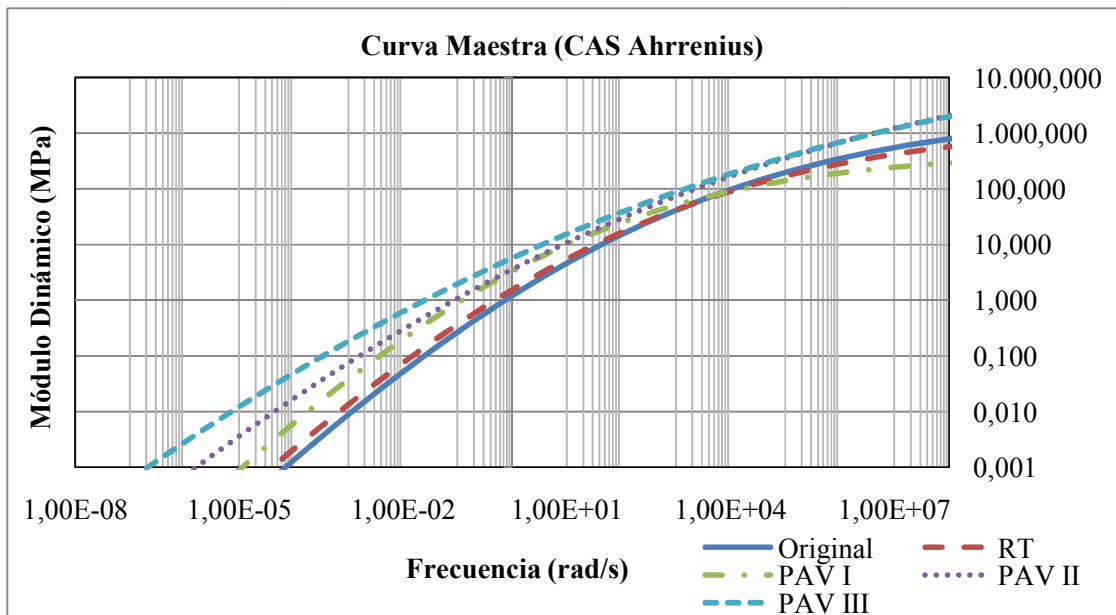


Figura 33. Comparación de curvas maestras de módulo dinámico CAS Arrhenius para la muestra PG64-22-S.

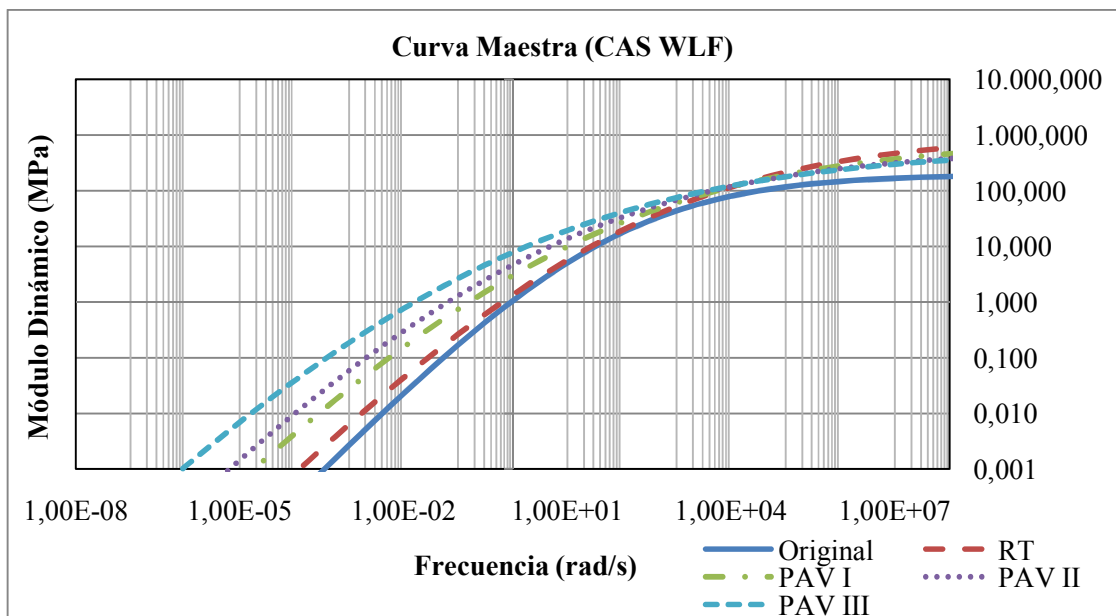


Figura 34. Comparación de curvas maestras de módulo dinámico CAS WLF para la muestra PG64-22-S.



Tabla 6. Resumen del R^2 y el porcentaje de error para cada ecuación y factor de ajuste del asfalto PG64-22-S.

Ecuaciones y factores de ajuste utilizados	Sigmoidal		Christensen Anderson (CA)		Christensen Anderson Marasteanu (CAM)		Christensen Anderson (CAS)	
	R2	Error (%)	R2	Error (%)	R2	Error (%)	R2	Error (%)
Original								
William Landel Ferry	0.996	0.070	0.997	0.054	0.986	0.125	0.998	0.051
Arrhenius	0.973	0.174	0.971	0.180	0.953	0.230	0.973	0.174
RTFO								
William Landel Ferry	0.995	0.077	0.998	0.043	0.984	0.134	0.995	0.078
Arrhenius	0.982	0.142	0.983	0.137	0.971	0.181	0.983	0.139
RTFO+PAV I Ciclo								
William Landel Ferry	0.977	0.162	0.978	0.156	0.972	0.178	0.970	0.183
Arrhenius	0.969	0.187	0.969	0.188	0.957	0.220	0.970	0.184
RTFO+PAV II Ciclo								
William Landel Ferry	0.988	0.115	0.996	0.067	0.982	0.143	0.994	0.080
Arrhenius	0.992	0.094	0.992	0.095	0.989	0.110	0.946	0.246
RTFO+PAV III Ciclo								
William Landel Ferry	0.972	0.177	0.974	0.171	0.972	0.178	0.966	0.195
Arrhenius	0.971	0.179	0.962	0.207	0.967	0.192	0.883	0.362

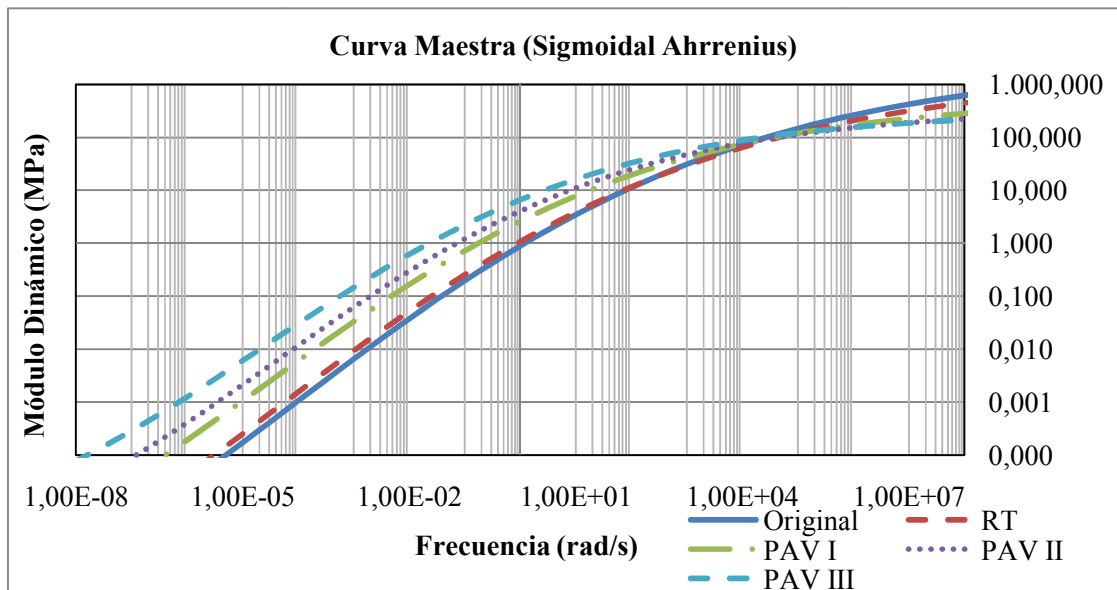


Figura 35. Comparación de curvas maestras de módulo dinámico Sigmoïdal Arrhenius para la muestra PG64-25-H.

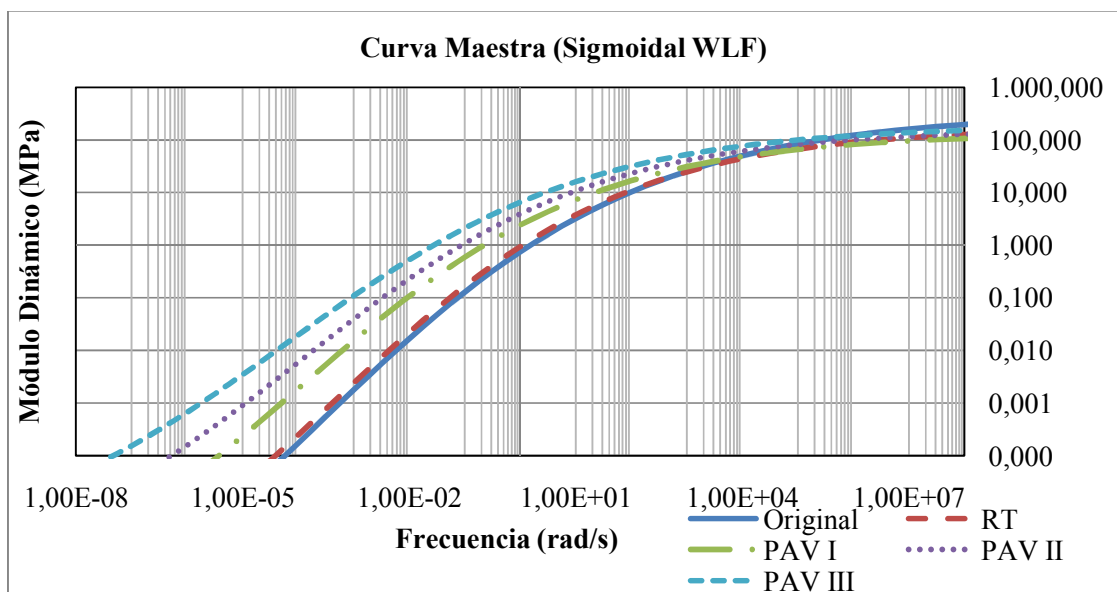


Figura 36. Comparación de curvas maestras de módulo dinámico Sigmoïdal WLF para la muestra PG64-25-H.

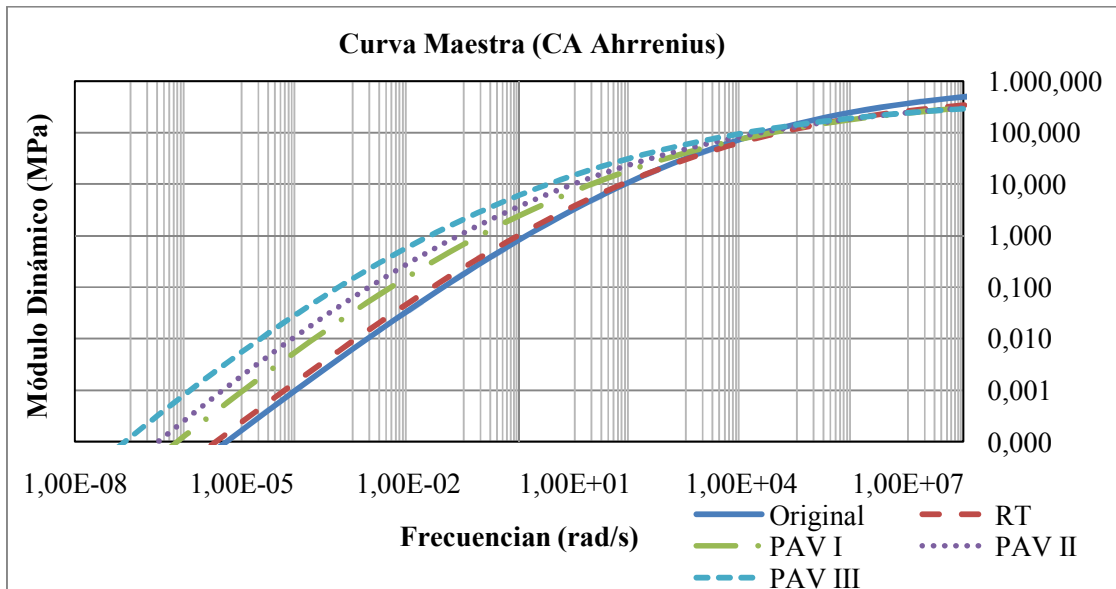


Figura 37. Comparación de curvas maestras de módulo dinámico CA Ahrrenius para la muestra PG64-25-H.

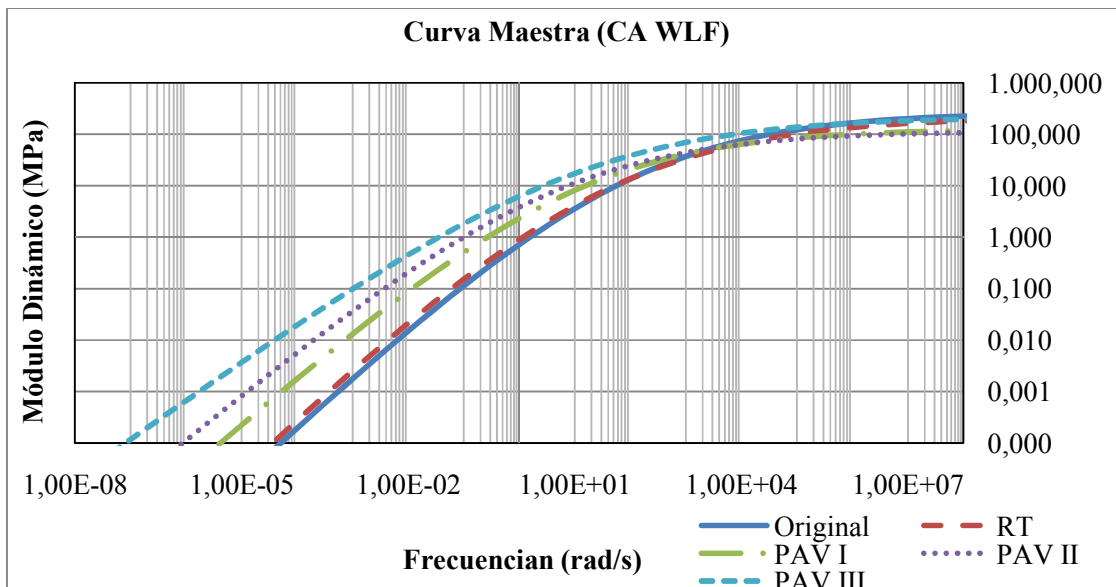


Figura 38. Comparación de curvas maestras de módulo dinámico CA WLF para la muestra PG64-25-H.

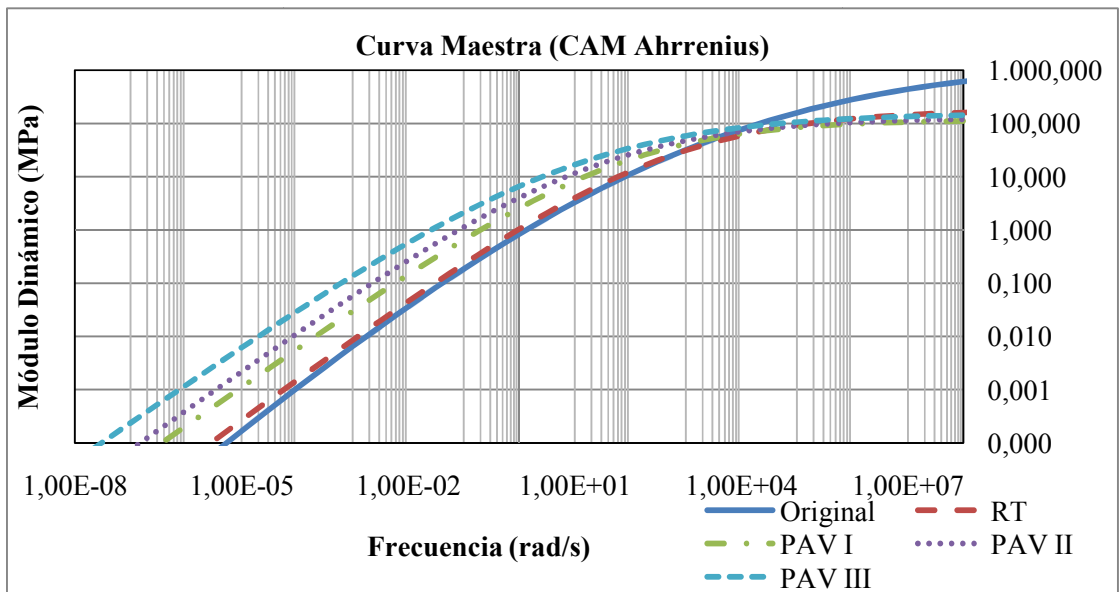


Figura 39. Comparación de curvas maestras de módulo dinámico CAM Arrhenius para la muestra PG64-25-H.

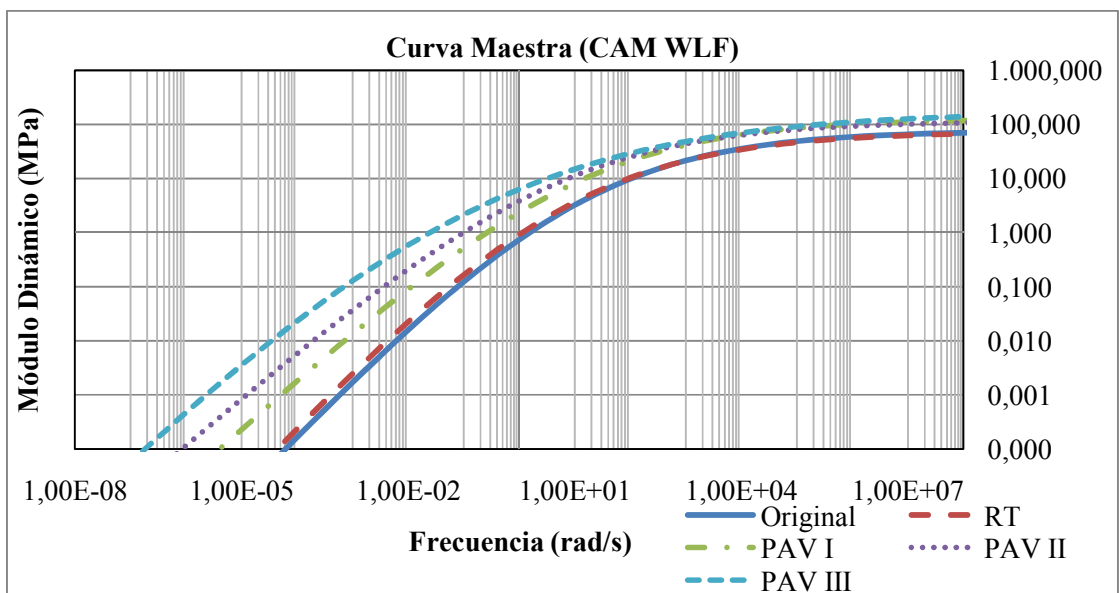


Figura 40. Comparación de curvas maestras de módulo dinámico CAM WLF para la muestra PG64-25-H.

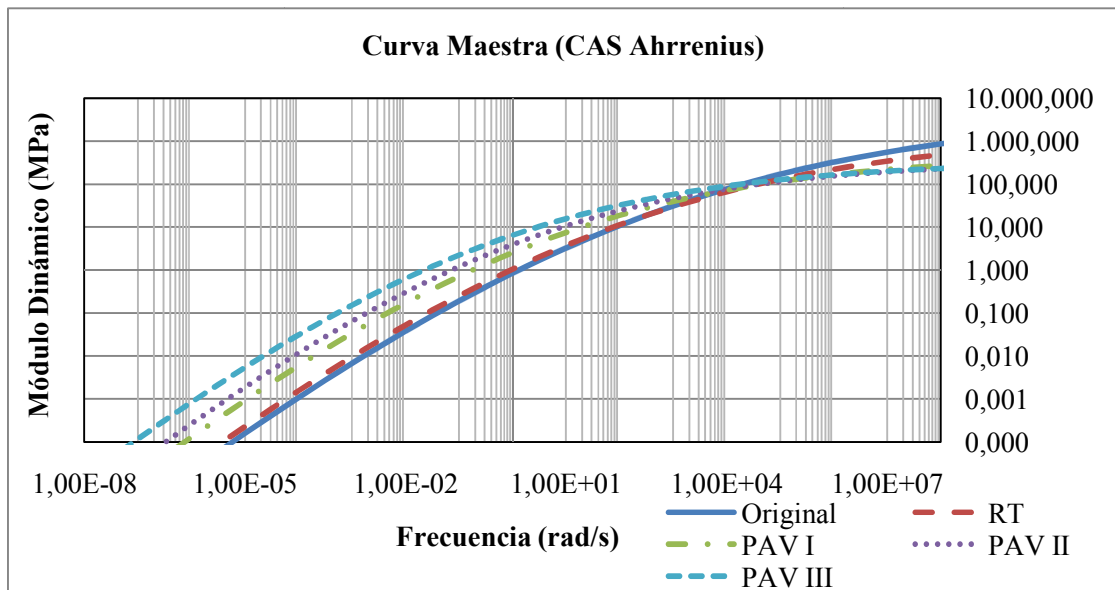


Figura 41. Comparación de curvas maestras de módulo dinámico CAS Ahrrenius para la muestra PG64-25-H.

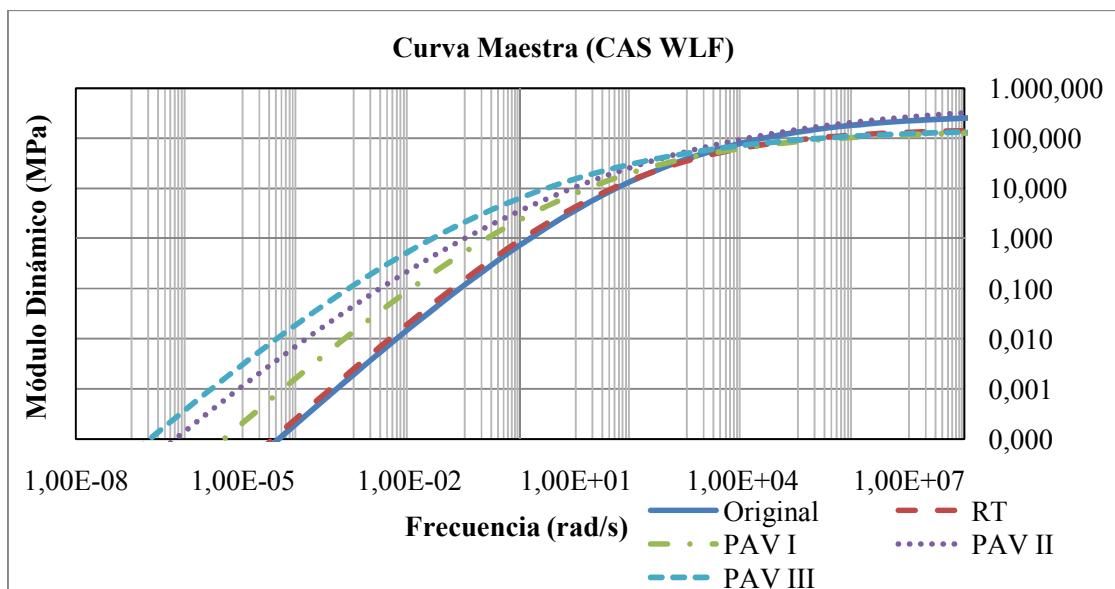


Figura 42. Comparación de curvas maestras de módulo dinámico CAS WLF para la muestra PG64-25-H.



Tabla 7. Resumen del R^2 y el porcentaje de error para cada ecuación y factor de ajuste del asfalto PG64-25-H.

Ecuaciones y factores de ajuste utilizados	Sigmoideal		Christensen Anderson (CA)		Christensen Anderson Marasteanu (CAM)		Christensen Anderson (CAS)	
	R2	Error (%)	R2	Error (%)	R2	Error (%)	R2	Error (%)
Original								
William Landel Ferry	0.993	0.089	0.998	0.051	0.980	0.149	0.998	0.048
Arrhenius	0.976	0.165	0.977	0.161	0.977	0.161	0.977	0.161
RTFO								
William Landel Ferry	0.992	0.097	0.996	0.068	0.985	0.131	0.997	0.062
Arrhenius	0.970	0.184	0.971	0.179	0.971	0.180	0.971	0.181
RTFO+PAV I Ciclo								
William Landel Ferry	0.988	0.118	0.992	0.093	0.992	0.093	0.992	0.094
Arrhenius	0.975	0.169	0.976	0.165	0.976	0.164	0.976	0.165
RTFO+PAV II Ciclo								
William Landel Ferry	0.985	0.129	0.987	0.122	0.987	0.122	0.977	0.159
Arrhenius	0.975	0.168	0.974	0.171	0.978	0.158	0.976	0.166
RTFO+PAV III Ciclo								
William Landel Ferry	0.978	0.158	0.975	0.168	0.978	0.159	0.979	0.155
Arrhenius	0.972	0.176	0.971	0.181	0.975	0.167	0.973	0.175

3.4 Análisis de FTIR

Los resultados obtenidos, analizados y discutidos se encuentran disponibles y documentado en el informe LM-PI-UMP-059-R2.

3.5 Ensayos convencionales

La caracterización por grado de viscosidad y otros ensayos relacionados al grado de desempeño, se encuentran detallado en el informe LM-PI-UMP-059-R1.



3.6 Clasificación básica por grado de viscosidad.

Uno de los principales parámetros de control de calidad para clasificación del asfalto en Costa Rica es la metodología por grado de viscosidad, regido por el reglamento técnico vigente RTCA 75.01.22:047 para asfaltos y sus derivados, por tanto, que la información de viscosidad es la prueba más importante para verificar que sea el asfalto utilizado en Costa Rica y clasificado como AC-30.

3.7 Reología (Clasificación por grado de desempeño)

La clasificación por grado de desempeño se encuentra dentro de los ensayos de las especificaciones Superpave, desarrolladas por el Programa Estratégico de Investigación en Carreteras (SHRP, por sus siglas en inglés) a partir de 1987. Estos ensayos buscan caracterizar el asfalto en las diferentes etapas del proyecto, desde la perspectiva del asfalto como materia prima hasta predecir su comportamiento durante el servicio de la carretera. La caracterización por grado de viscosidad y otros ensayos relacionados al grado de desempeño, se encuentran detallado en el informe LM-PI-UMP-059-R1.

3.8 Ensayos no convencionales

Los ensayos no convencionales han venido siendo una herramienta fundamental en el estudio del comportamiento mecánico del ligante asfáltico, tanto desde la óptica química como de la física. Por tanto, estos permiten complementar la información básica que aportan los ensayos mencionados en el apartado anterior.

3.8.1 Ensayo de goniometría

En los últimos años se ha venido utilizando el ensayo de goniometría para ligantes asfálticos, donde básicamente se busca medir el ángulo de contacto entre el asfalto y la superficie del agregado, lo cual corresponde a una medida de adherencia entre ambos materiales. La descripción del ensayo tanto operacional como funcional del Goniómetro Rame-Hart propiedad del LanammeUCR, se encuentra documentado en el informe LM-PI-UMP-059-R3.

3.8.1.1 Análisis de adhesión del asfalto mediante Goniometría

El goniómetro permite obtener el ángulo de contacto que se forma entre una gota de un líquido y un sustrato sólido a una temperatura determinada. La forma de la gota se relaciona directamente con la mojabilidad del líquido en la superficie de un material determinado, y es función directa de la afinidad

Informe LM-PI-UMP-059-R4	Fecha de emisión: Diciembre 2018	Página 65 de 93
--------------------------	----------------------------------	-----------------



UNIVERSIDAD DE
COSTA RICA



LABORATORIO NACIONAL
DE MATERIALES Y MODELOS ESTRUCTURALES

química entre ambos materiales (Clegg, 2013). En términos prácticos ángulos cercanos a 45° implican buena mojabilidad y ángulos mayores de 110° poca mojabilidad, durante el análisis hay que considerar la forma de la gota y el ángulo obtenido para comparar resultados a una temperatura determinada

3.8.1.2 Cálculo de Energía Superficial Libre (ESL) mediante goniometría

Los resultados de ESL obtenidos de se encuentra documentado en el informe LM-PI-UMP-059-R3.

3.8.2 Ensayo de ABS PATTI

Al igual que el ensayo anterior, el ABS se ha venido utilizando como parte de la caracterización de propiedades mecánicas del asfalto, este busca evaluar la fuerza de adherencia entre el asfalto con el agregado. En cuanto a la descripción de la parte operacional y funcional del ensayo PATTI Gold se encuentra descrito en el informe LM-PI_UMP-R3.

3.8.3 Microscopía de barrido electrónico con detección de fluorescencia de rayos X (SEM-XRF).

Los resultados de SEM-XRF obtenidos de se encuentra documentado en el informe LM-PI-UMP-059-R3.

4. DISCUSIÓN

Análisis del ensayo de PFM en el AFM

Mediantes las ultimas investigaciones desarrolladas en LanammeUCR utilizando el AFM han sido posible determinar las diferentes fases presentes en los componentes del asfalto, asi como estudiar con detalle el comportamiento microestructural que presenta el material cuando se somete a cambios en su estado original o modificacion de sus componentes. De acuerdo a esto, la presente investigacion se enfoco en determinar las propiedades micromecánicas del dos fuentes de asfalto y el comportamiento de las estructuras tipo “abeja”.

El ensayo en el PFM del AFM ha permitido evaluar las propiedades micromecánicas que estan directamente asociadas a la composicion del asfalto, tales como la adhesion y rigidez del material bajo ciertas condiciones de envejecimiento en laboratorio. En las Figuras 20 y 21 se observa que el comportamiento de ambas fuentes de asfalto es similar debido a que presenta un aumento significativo de

Informe LM-PI-UMP-059-R4	Fecha de emisión: Diciembre 2018	Página 66 de 93
--------------------------	----------------------------------	-----------------



rigidez y adhesión. El promedio de desviación estándar de rigidez para la muestra PG64-22-S es de 4,659 N/m y de adhesividad de 1,405 nN, en cuanto la muestra PG64-25-H el promedio de desviación de rigidez es de 8,677 N/m y la adhesividad de 1,808 nN. Claramente se puede notar el incremento significativo de rigidez y adhesión en la muestra PG64-25-H principalmente a partir del primer ciclo de envejecimiento. Esto se puede atribuir a los cambios químicos que conlleva la composición morfológica de cada ligante asfáltico y a la formación de grupos carbonilo y sulfóxido, los cuales afectan directamente a los componentes del asfalto, su polaridad y el peso molecular. En lo que respecta a las Figuras 22 y 23 se muestra un alargamiento de la microestructura tipo abeja conforme el envejecimiento del asfalto. Este alargamiento varía desde 2 μm para el original, de 3 a 4 μm para el RTFO y de 5 a 7 μm para el I, II y III ciclo de RTFO+PAV. Por lo anterior, se puede decir que el aumento de la rigidez está relacionado con los cambios en la microestructura del asfalto debido a que la catana-fase (“estructura abeja”) presenta un alargamiento significativo al envejecimiento del material y los dominios restante del asfalto como la per-fase evidencian un aumento en el área que rodea a la catana fase, lo cual conlleva a una reducción de los espacios en la para-fase que es el medio dispersante en la matriz del ligante, de la misma forma la sal-fase se observó una disminución de partículas las cuales se encuentran segregadas en la para-fase.

En cuanto al estudio de la química en ligantes asfálticos, se ha demostrado que el efecto de oxidación incide directamente en la energía superficial de la muestra, lo cual conlleva a un aumento en los componentes polares y no polares. El componente no polar se relaciona con la adhesión y cohesión del asfalto, por lo cual el aumento de este resulta en un asfalto altamente cohesivo con propiedades de adhesión mejoradas (Baldi *et al*, 2016). Debido a los resultados de esta investigación e investigaciones anteriores en la misma línea se ha demostrado que el comportamiento micromecánico y estructural de los dos tipos de asfaltos evaluados indican la llamada “estructura tipo abeja” desde su morfología original al envejecido; lo cual difiere con la hipótesis de que las “estructuras de abeja” son el resultado de procesos de oxidación, modificación de asfalto con polímeros o cristalización de ceras parafina dentro del asfalto. No obstante, el efecto de la temperatura de envejecimiento influye en la morfología del asfalto y en cada una de las fases presentes en los diversos componentes SARA (Aguiar *et al*, 2015a).

Análisis del ensayo de nanoindentación

El ensayo de nanoindentación implementado en la presente investigación ha permitido mostrar la versatilidad del Microscopio de Fuerza Atómica del LanammeUCR en el campo de la nanomecánica. Esto

Informe LM-PI-UMP-059-R4	Fecha de emisión: Diciembre 2018	Página 67 de 93
--------------------------	----------------------------------	-----------------



debido a que permite la determinación cuantitativa del módulo de elasticidad, la dureza del material, la medición de fuerza máxima y los mecanismos de deformación.

En la implementación de la técnica de indentación se consideró que la muestra debe ser no mayor a 5 mm de espesor, esto debido a que se busca medir la nanohuella dejada por el indentador de forma que permita determinar la profundidad de la misma, además las muestras fueron sometidas al efecto de baja temperatura previo y durante su medición en el AFM, lo cual permitió que el comportamiento viscoelástico del material asfáltico prolongue su recuperación, logrando de esta forma medir la nanohuella. Por el contrario, si la muestra resulta ser una película delgada el efecto de recuperación y obtención de la profundidad de indentación no se logra adecuadamente.

A partir de los resultados de la sección 3.2 se puede inferir que el ensayo de nanoindentación depende de la preparación de la muestra, la temperatura, la destreza en la aplicación de la técnica y el uso adecuado del equipo. Los resultados de fuerza máxima que se muestran en la Tabla 5 están ligados a la profundidad de indentación, dado que después que el indentador ha perturbado la muestra se realiza un registro de curva fuerza distancia a cada 5 μm de profundidad hasta llegar a la altura inicial de cero, obteniendo de esta forma el promedio de la fuerza máxima reportado en la tabla para cada indentación. Además, se puede observar una disminución significativa de profundidad de indentación en las muestras con III ciclo de envejecimiento PAV tanto para el asfalto PG64-22-S como para el PG64-25-H, esto se puede atribuir que el envejecimiento oxidativo en el ligante asfáltico produce un aumento de rigidez y adhesividad en el material, así como cambios microestructurales. Esto resulta congruente a nivel de nano escala dado que a medida que el material se envejece presenta mayor resistencia a la deformación, lo que implica una reducción de profundidad de indentación. Cabe destacar que la determinación de la profundidad de indentación no se fundamentó en el método de Oliver y Pharr, debido a que la estimación de este resulta ser subjetiva con respecto a la profundidad real.

Respecto al ángulo de inclinación utilizado para determinar el módulo de elasticidad del asfalto se asumió de 30° debido a las especificaciones del fabricante, en el caso de otros tipos de indentadores tipo Berkovich la literatura reporta ángulos hasta de 65,27°. Para el cálculo de área de contacto proyectada se determinó que la geometría del indentador es tipo Berkovich el cual tienen una función de área expresada en la ecuación 2.2 que relaciona la sección transversal del indentador con la distancia de profundidad de indentación máxima. Los resultados de área mostrados en la Tabla 5 exhiben poca variación respecto a la

Informe LM-PI-UMP-059-R4	Fecha de emisión: Diciembre 2018	Página 68 de 93
--------------------------	----------------------------------	-----------------



UNIVERSIDAD DE
COSTA RICA



LABORATORIO NACIONAL
DE MATERIALES Y MODELOS ESTRUCTURALES

condición y muestra de asfalto lo que implica una buena uniformidad en la nanohuella dejada por el indentador.

Para la determinación de los valores de módulo reducido o módulo de elasticidad se consideró el modelo de Oliver y Pharr, el cual tienen en cuenta las deformaciones elásticas soportadas por la muestra y el indentador. Mediante las ecuaciones 2.3 y 2.4 se determinó el valor de la dureza y módulo para cada tipo de asfalto y sus acondicionamientos. El resultado de estos cálculos se resumen en la Figura 24 y 25, donde se observa un incremento significativo de módulo de elasticidad en la muestra PG64-25-H respecto a la muestra PG64-22-S.

Los valores de módulos obtenidos para el asfalto PG64-22-S van desde 0,10 MPa a 0,56 MPa y en el caso del asfalto PG64-25-H varía de 0,22 MPa a 0,87 MPa, para las muestras originales y III ciclo de PAV respectivamente. Estos valores de módulo resultan ser bajos respecto a los reportados en literatura, lo que podría atribuirse a la baja velocidad de aplicación de la carga de indentación, así como el tipo de muestra y condiciones de la misma, además se debe considerar el tipo de equipo utilizado para el ensayo y la geometría del indentador. Esto resulta consistente con el ensayo de PFM en el AFM discutidos anteriormente, debido a que la respuesta mecánica de la muestra es congruente en el aumento de rigidez y módulo de elasticidad con las perspectivas que posee cada fuente de asfalto desde caracterización de grado de desempeño. Debido a que no hay una metodología específica para determinar las propiedades nanomecánicas del asfalto, la presente investigación brinda una pauta a la utilización del AFM en ámbito de nanoindentación.

Análisis de curvas maestras

El desarrollo de las curvas maestra parte de los resultados del ensayo en el DSR bajo el modo de cortante. A partir de estos resultados se utilizaron las ecuaciones: Sigmoidal, CA, CAM y CAS definidas en la sección 1.3.7. La primera ecuación es utilizada específicamente en mezclas asfálticas por lo que se asumió que el material presentaba este comportamiento, en el caso de las tres ecuaciones siguientes han sido ampliamente utilizadas para determinar el comportamiento del ligante asfáltico. Sin embargo, para la aplicación de cada ecuación se consideraron dos factores de ajustes como son: Arrhenius y WLF detallados en la sección 1.3.6.1.

Informe LM-PI-UMP-059-R4	Fecha de emisión: Diciembre 2018	Página 69 de 93
--------------------------	----------------------------------	-----------------



En base a lo anterior, en la sección 3.3 se muestran los resultados de las curvas maestras para cada fuente de asfalto y tipo de acondicionamiento en función de cada ecuación y factor de ajuste. En las Figuras 27 y 28 se presentan una comparación de curvas maestras utilizando la ecuación Sigmoidal y los factores de ajuste de Arrhenius y WLF para el asfalto PG64-22-S. Asimismo se tiene en las Figuras 35 y 36 una comparación de curvas maestras para el asfalto PG64-25-H. Para todas las figuras se obtuvo un intervalo de módulo entre 0,001 y 1000 MPa, si bien es cierto estas curvas no presentan un comportamiento de suavizado en forma de S como se esperaría de una función Sigmoidal, pero si muestran un comportamiento coherente a la predicción de módulo que podría ser comparable con el comportamiento que tiene la mezcla asfáltica. Para cada comparación de curvas maestras en las dos fuentes de asfalto se observa una discrepancia en el extremo superior de la curva, donde el asfalto original resulta estar por encima de las muestras envejecidas a bajas temperatura y altos módulos, caso contrario se observa en el extremo inferior donde las colas muestran el incremento del asfalto envejecido respecto al original a altas temperaturas y módulos bajos. Desde el punto de la mezcla asfáltica la capa estructural del pavimento esta en contacto directo con las cargas vehiculares exponiéndose a variaciones de temperatura durante toda su vida en servicio, por tanto, el aumento de las curvas ante el envejecimiento tiene una relación aceptable a las curvas obtenidas. Cabe destacar que debido al ajuste de temperatura los resultados de las mediciones a considerar se encuentran en un rango de frecuencia entre $1,00E^{+5}$ a $1,00E^{-6}$.

En las Tablas 6 y 7 se detallan las bondades de ajuste para cada ecuación y factor de corrección considerado en el análisis de curvas maestras. Por lo anterior, para la función Sigmoidal y los ajustes de Arrhenius como WLF en ambas fuentes de asfalto se reportaron valores de R^2 mayores e iguales a 0,95 y porcentajes de errores menores e iguales a 0,18%.

Para las Figuras 29 y 30 del asfalto PG64-22-S y las Figuras 37 y 38 del asfalto PG64-25-H se muestran una comparación de curvas maestras utilizando la ecuación CA bajo los mismos factores de ajuste considerados anteriormente. Los resultados de estas curvas se muestran en un rango de 0,001 a 1000 MPa, además es importante enfatizar que los valores de las mediciones se encuentran en un rango de frecuencia de $1,00E^{+5}$ a $1,00E^{-6}$. En la Tabla 6 y 7 se presentan los valores de R^2 mayores e iguales a 0,96 y los porcentajes de errores menores a 0,21% esto de forma general para ambos ajustes y muestras de asfalto. En cuanto al comportamiento observado en las curvas maestras ajustadas con WLF en la parte superior muestran un mejor ajuste a bajas temperaturas, mientras que para el extremo inferior las muestras presentan un aumento significativo respecto a altas temperaturas y el envejecimiento. En el caso del ajuste de

Informe LM-PI-UMP-059-R4	Fecha de emisión: Diciembre 2018	Página 70 de 93
--------------------------	----------------------------------	-----------------



Arrhenius en la parte superior hay una discrepancia entre el asfalto original y los envejecidos en la muestra PG64-25-H, lo que respecta al extremo inferior el comportamiento es el mismo a WLF.

Debido a que las ecuaciones CAM y CAS son el derivado de una ecuación general sus resultados resultan ser muy similares. Para el caso de la muestra PG64-22-S analizada mediante las ecuaciones CAM y CAS con sus respectivos factores de ajuste, se presentan las Figuras desde 31 a la 34. Las Figuras 31 y 32 corresponden a la ecuación CAM donde se puede observar un comportamiento similar al discutidos en las otras ecuaciones, para ambos ajustes se obtuvieron valores de R^2 mayores e iguales a 0,95 y un porcentaje de error menor e igual a 0,23 % (Tabla 6). En el caso de las Figuras 33 y 34 correspondientes a la ecuación CAS, donde se observó una alta discrepancia en el extremo superior a bajas temperaturas en ambos ajustes, en cambio para el extremo inferior su comportamiento es de esperarse debido al acondicionamiento del material. Los valores de R^2 para CAS resultaron ser mayores e iguales a 0,88 con porcentajes de error menores e iguales a 0,36 %. El comportamiento de estas últimas curvas maestras presenta una tendencia más lineal que depende del factor de ajuste, tal como se observa en la Figura 33.

Para la muestra PG64-25-H los resultados de las curvas maestras bajo las ecuaciones CAM y CAS con sus factores de ajustes resultan en un comportamiento similar a la muestra PG64-22-S. En el caso de CAM los valores de R^2 va de 0,97 a 0,99 y porcentajes de errores entre 0,09 % hasta 0,18 %. En lo que respecta CAS se obtuvieron valores de R^2 desde 0,97 hasta 0,99 con porcentajes de errores entre 0,04 % hasta 0,18% (Tabla 7).

Teniendo en cuenta que CA es un modelo sencillo que se diseñó específicamente para asfaltos convencionales y que de este parten los modelos CAM y CAS para asfaltos modificados. Los resultados de módulos dinámicos obtenidos bajo estas tres ecuaciones resultan ser acordes a los obtenidos en la función Sigmoidal, debido a que no se muestran grandes diferencias entre curvas. De acuerdo al análisis de resultados discutidos anteriormente se puede inferir que a nivel general todas las ecuaciones presentan un mejor ajuste con el factor de corrección WLF. Esto debido a que los valores de R^2 son cercanos a 1 lo que resulta ser satisfactorios debido a que se considera el mejor ajuste (Tabla 6 y 7). En la sección de Anexos se presentan el resultado independiente de cada curva maestra de acuerdo al tipo de muestra y el estado de acondicionamiento.



De acuerdo a los resultados con el ensayo a cortante se tiene que el módulo a una temperatura de 21 °C y frecuencias de cargas que van desde 0,1 hasta 25 rad/s, responde a valores desde 8,33 MPa hasta 28,09 MPa para el asfalto de Costa Rica y de 6,55 MPa hasta 22,98 MPa para el asfalto de Nicaragua. El incremento o reducción de módulo está en dependencia de las interacciones moleculares que presenta el material ante la oxidación, misma que incide en el aumento de la viscosidad y la rigidez en los asfaltos envejecidos. Este comportamiento es consistente a los resultados obtenidos en el AFM tanto para los ensayos del PFM como para la técnica de indentación. Sin embargo, las magnitudes de módulo en AFM resultan ser menores, lo cual se puede atribuir que el ensayo se realiza en una área puntual y velocidades de 0,26 $\mu\text{m/s}$.

6 Conclusiones y Recomendaciones

6.1. Conclusiones

- En esta investigación se realizaron ensayos a macro, micro y nano escala para evaluar las propiedades mecánicas de dos fuentes de asfalto comúnmente utilizados en Costa Rica y Nicaragua respectivamente.
- El ensayo a micro escala consistió en la aplicación del PFM en el AFM, donde se logró estimar la respuesta micromecánica del asfalto relacionada a la morfología del mismo. Asimismo, se observó un aumento en la rigidez y la adhesión conforme el proceso de envejecimiento.
- Se identificó un incremento significativo en los valores de rigidez y adhesión en el asfalto PG64-25-H con respecto al asfalto PG64-22-S, lo cual es consistente al grado de desempeño de cada muestra. Además, ambas muestras presentan un comportamiento acorde a su estado de acondicionamiento y morfología.
- El aumento de estas propiedades ante el envejecimiento se relaciona con los procesos de oxidación, lo cual incide en el contenido de carbonilos y sulfóxidos.
- Con base al ensayo a escala nano se realizó la técnica de nanoindentación mediante el CM en el AFM para las mismas fuentes de asfaltos. El tratamiento de las muestras para realizar el ensayo permitió la determinación de las propiedades nanomecánicas del material.
- La implementación de la nanoindentación en el AFM permitió obtener: las fuerzas máximas antes y después mediante la curva de carga vs desplazamiento en cada indentación, así como la profundidad máxima, la dureza del material y el módulo de rigidez.

Informe LM-PI-UMP-059-R4	Fecha de emisión: Diciembre 2018	Página 72 de 93
--------------------------	----------------------------------	-----------------



- El análisis se realizó utilizando el método de Oliver y Pharr, el cual permite determinar el módulo de rigidez del asfalto mediante el acondicionamiento a baja temperatura, esto debido a que comportamiento viscoelástico del ligante tiende a darse una recuperación rápida en el material indentado.
- En cuanto a los resultados del módulo de rigidez por nanoindentación se pudo observar un aumento significativo conforme el envejecimiento. Por lo anterior, el ligante PG64-25-H resulta ser más rígido en comparación con el PG64-22-S. Estos resultados son consistentes con las características del PG de cada muestra y con el ensayo del PFM.
- El ensayo a macro escala incluye el reómetro de corte dinámico en el modo cortante, la principal aplicación en esta investigación fue el desarrollo de curvas maestras. Las cuales permitieron determinar el módulo dinámico del asfalto según el acondicionamiento.
- De las ecuaciones utilizadas para desarrollar las curvas maestras se obtuvieron excelentes resultados de módulo para la ecuación Sigmoidal, CA y CAM utilizando el factor de ajuste WLF, donde se obtuvieron ajuste entre 0,96 a 0,99 y errores menores e iguales al 0,18 %.
- En cuanto a los resultados de módulo homologados a una misma temperatura resultaron ser consistente con el envejecimiento de las muestras, a pesar de mostrar módulos bajos en la cola inferior.
- En resumen, las diferencias observadas entre los ensayos de AFM y DSR pueden estar relacionadas al tipo de ensayo. Debido a que en el AFM se ejerce una carga puntual en el material a velocidades muy bajas ($\mu\text{m/s}$) para obtener la respuesta de módulo a escala nanométrica, en cambio en el DSR se ejerce un modo cortante sobre el material para obtener el módulo dinámico a una escala macro. No obstante, ambas respuestas mecánicas resultan satisfactorias debido a su comportamiento ante el envejecimiento.
- Esta investigación, brinda una primera aproximación en el estudio de nanoindentación de materiales asfálticos en el LanammeUCR, mediante la implementación del AFM.

6.2. Recomendaciones y oprotunidades futuras

- El desarrollo de la técnica de nanoindentación por AFM brinda un primer avance al análisis de ligantes asfáltico a escala macro, micro y nano mecánica de materiales, por tanto se

Informe LM-PI-UMP-059-R4	Fecha de emisión: Diciembre 2018	Página 73 de 93
--------------------------	----------------------------------	-----------------



recomienda que las futuras investigaciones amplíe el estudio actual a fin de incluir otros tipos de ligantes asfálticos en condiciones originales, modificado y envejecidos de ser posible.

- Para la determinación de las propiedades micro y nano mecánicas del material por medio del AFM se recomienda agregar la variable de temperatura (altas y bajas), a fin de poder estudiar y correlacionar el efecto de temperatura con el comportamiento que presenta el material a escala natural.
- El tema de susceptibilidad a la humedad en ligantes asfálticos no se aborda en esta investigación, sin embargo por las altas capacidades que presenta el AFM se recomienda incursionar en el tema.
- Si bien es cierto la versatilidad de AFM permitió realizar el ensayo de nanoindentación y se obtuvieron resultados acordes con las otras técnicas, es necesario realizar este ensayo con un equipo especializado de nanoindentación.

4. BIBLIOGRAFÍA

Aguiar, M. J., Salazar, D. J., García, A., Baldi, S. A., Bonilla, M. V. y Loría, S. L. (2017). Effect of ageing on micromechanical properties of bitumen by means of atomic force microscopy. *Road Materials and Pavement Design*, 18, 203-215. doi.org/10.1080/14680629.2017.1304 , 203-215.

Aguiar, J. P., Baldi, A., Salazar, J., Pacheco, J., Loria, L., Reyes, F., & Cely, N. «Adhesive Properties of Asphalt and Aggregates in Tropical Climates.» *Transportation Research Board (TRB)*, 2016: pp. 3-13.

Aguiar, J.P., Salazar, J., Bonilla, V., Rodríguez, E., Leiva, F., Loria, L. «Morphological analysis of asphalt phases using AFM.» *Road Materials and Pavement Design*, Vol. 16, , 2015: pp. 138-152.

Allen, R., Little, D. y Bhasin, A. (2012). Structural Characterization of Micromechanical Properties in Asphalt Using Atomic Force Microscopy. *J. Mater. Civ. Eng., Vol. 24, pp. 1317–1327* .

Allen, R., Little, D., Bhasin, A. y Lytton, R. (2013). Identification of the Composite Relaxation Modulus of Asphalt Binder Using AFM Nanoindentation. *Journal of Materials in Civil Engineering*, Vol. 25, pp. 530–539 .

Arias, D., Pérez, D., González, J. (2015). A review of the state of the art when measuring the nanohardness using the Atomic Force Microscope.

Informe LM-PI-UMP-059-R4	Fecha de emisión: Diciembre 2018	Página 74 de 93
--------------------------	----------------------------------	-----------------



UNIVERSIDAD DE
COSTA RICA



LABORATORIO NACIONAL
DE MATERIALES Y MODELOS ESTRUCTURALES

Asphalt Institute. *Superpave*. Lexington, Kentucky, 1998.

ASTM,. *ASTM D8 Standard Terminology Relating to Materials for Roads and Pavements*. USA: ASTM Internacional, West Conshohocken, PA, 2013.

ASTM D6521-13. (2013). Standard Practice for Accelerated Aging of Asphalt Binder Using a Pressurized Aging Vessel (PAV). *ASTM International, West Conshohocken, PA, doi: 10.1520/D6521* .

ASTM D2872-12. (2012). Standard Test Method for Effect of Heat and Air on a Moving Film of Asphalt (Rolling Thin-Film Oven Test). *ASTM International, West Conshohocken, PA, doi: 10.1520/D2872-12E01*.

Baldi, S. A., Montero, L. M., Aguiar, M. J., y Loría, S. L. (2016). Influence of nanosilica and diatomite on the physicochemical and mechanical properties of binder at unaged and oxidized conditions. *Construction and Building Materials, 127, 177-182. doi: 10.1016/j.conbuildmat.2016.09.140* .

Cuadro, C. & Osorio, E. (2012). Construcción de las curvas maestras del Mástic a partir del análisis reológico de muestras elaboradas en laboratorio y de muestras recuperadas de mezclas en servicio. *Tesis de grado. Pontificia Universidad Javeriana* .

Espin, R. E. y Jaramillo, G. F. (2016). Caracterización de mezclas asfálticas en caliente mediante la obtención de curvas maestras de módulo dinámico. *Pontificia Universidad Católica Del Ecuador, Quito*.

Elizondo, F., Ulloa, A., & Badilla, G. (2007). Predicción de módulos resilientes en mezclas asfálticas mediante el modelo de witzak. .

Gamarra, A. (2014). Envejecimiento Termo-Oxidativo de Asfaltos. Tesis de Maestría. Universidad EAFIT. Colombia.

Jäger, A., Lackner, R. y Eberhardsteiner, J. (2007). Identification of viscoelastic properties by means of nanoindentation taking the real tip geometry into account. *Meccanica, 42, 293–306* .

Loeber, L., Muller, G., Morel, J, y Sutton, O. (1998). Bitumen in colloid science: a chemical, structural and rheological approach. *Fuel, Vol. 77, pp. 1443-1450*.

Loubet, J., Georges, J. y Meille, G. (1986). Vickers Indentation Curves of elastoplastic Materials, In: Blau P. J., Lawn B.R. (Eds.). *Microindentation Techniques in Materials science an Engineering ASTM STP 889*, American Society for testing and Materials, Philadelphia, PA, p. 72-89.

Informe LM-PI-UMP-059-R4	Fecha de emisión: Diciembre 2018	Página 75 de 93
--------------------------	----------------------------------	-----------------



UNIVERSIDAD DE
COSTA RICA



LABORATORIO NACIONAL
DE MATERIALES Y MODELOS ESTRUCTURALES

Leiva, F. (2006). Estudio del módulo dinámico complejo de mezclas asfálticas desarrollo de curvas maestras 1ra parte. . *Universidad de Costa Rica Laboratorio Nacional de Materiales y Modelos Estructurales*.

Leiva, F., Villegas, E., Aguiar, J.P., Salazar, J., Loria, L. «Effect of aging on Rheological, Chemical and Thermodynamic Properties of Asphalt Components.» *Submitted to the 93th Annual Meeting of the Transportation Research Board, 2013.*

Leiva, P., Leiva, V., Aguiar, M., & Loría, S. (2013). Herramienta de cálculo de la curva maestra de módulo dinámico. *LanammeUCR* .

Masson, J., Leblond, V. y Margeson, J. (2006). Bitumen morphologies by phase-detection atomic force microscopy. *Journal of Microscopy, Vol. 221, pp. 17-29.*

Meza, M. (2004). Técnicas de indentación aplicadas al estudio de propiedades mecánicas de recubrimientos cerámicos de nitruro de titanio. *Tesis de magíster en Ingeniería de Materiales. Universidad Nacional de Colombia* .

Oliver W., Hutchings R. y Pethica J. (1986). Measurement of Hardness at Indentation as Low As 20 nanometers. In: *Blau P. J.; Lawn B.R. (Eds.), Microindentation Techniques in Materials science and Engineering ASTM STP 889, American Society for Testing and Materia Philadelphia, PA* , p. 90-108.

Oliver, W. C., y Pharr, G.M. (1992). An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *J. Mater. Res., 7 No.6* , 1564-1583.

Oliver, W. C., & Pharr, G.M. (2004). “Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology. *Journal of Materials Research, Vol. 19, No. 1* , pp. 3-20.

Pharr, G.M., Oliver, W.C y Brotzen, F.R. (1992). On the generality of the relationship among contact stiffness, contact area, and elastic modulus during indentation. *J. Mater. Res., 7 No. 3* , 613-617.

Rincón, C., Toro, B. y Vélez, R. (2004). Técnicas de indentación aplicadas al estudio de propiedades mecánicas de recubrimientos cerámicos de nitruro de titanio. Tesis de maestría. Universidad Nacional de Colombia. Facultad de Minas. Escuela de ingeniería de materiales.

Informe LM-PI-UMP-059-R4	Fecha de emisión: Diciembre 2018	Página 76 de 93
--------------------------	----------------------------------	-----------------



UNIVERSIDAD DE
COSTA RICA



LABORATORIO NACIONAL
DE MATERIALES Y MODELOS ESTRUCTURALES

Roa, J., Oncins, G., Díaz, J., Sanz, F. y Segarra, M. (2011). Calculation of Young's Modulus Value by Means of AFM. *University of Barcelona, Faculty of Chemistry. Department of Materials Science and Metallurgical Engineering* .

Pauli, A.T., Grimes, R.W., Beemer, A.G., Turner, T.F. y Branthaver, J. F. (2011). Morphology of Asphalts, and asphalt fractions and model wax-doped asphalts studied by atomic force microscopy. *International Journal of Pavement Engineering, Vol. 12, pp. 291-309.*

Tabor, D. (1948). A Simple Theory of Static and Dinamic Hardness . *Proc. R. Soc., A192, 247-274.*

Informe LM-PI-UMP-059-R4	Fecha de emisión: Diciembre 2018	Página 77 de 93
--------------------------	----------------------------------	-----------------



ANEXO A
UNIVERSIDAD DE COSTA RICA
VICERRECTORÍA DE INVESTIGACIÓN
Unidad de Gestión de Proyectos
INFORME FINAL

1. Información básica:

Código:	B5A39
Nombre del proyecto, actividad o programa:	Métodos instrumentales de ensayo para la determinación de las propiedades micro-mecánicas y térmicas de los ligantes asfálticos
Programa de adscripción:	Ley 8114 Impuesto a combustibles
Unidad base	LanammeUCR
	Escuela de Ingeniería Civil
Período vigencia:	2014-2018
Fecha de presentación:	Diciembre 2018

2. Descripción general:

Para poder entender los materiales con el fin de optimizarlos en las aplicaciones posibles, es necesario utilizar todas las herramientas disponibles por la ciencia de forma que existan explicaciones a nivel micro, y extrapolar al comportamiento macro y a escala natural. Este estudio se centra en métodos instrumentales que permiten obtener información para determinar las propiedades micro-mecánicas y térmicas de los ligantes asfálticos. Durante las últimas décadas la capacidad de analizar el ligante asfáltico utilizando diversos métodos instrumentales ha dado lugar a mejoras considerables en la comprensión de la microestructura y el comportamiento micromecánico del ligante. La composición del asfalto es una enciclopedia de química orgánica, por lo cual las teorías más recientes clasifican el asfalto como una matriz continua donde asociaciones de moléculas polares (asfaltenos y resinas) se dispersan en un fluido de moléculas de menor polaridad (aromático y saturado). Para comprender el comportamiento del asfalto y sus componentes (asfaltenos y maltenos) se analizaron los cambios morfológicos y las propiedades micro mecánicas en condiciones normales, de laboratorio a corto y largo plazo, y envejecido a largo plazo en campo, mediante el microscopio de fuerza atómica (AFM) en el modo de fuerza pulsada (PFM), el cual permite realizar mediciones nano-mecánicas al material. El análisis corresponde dos fuentes de asfalto PG64-22-S y otra PG 64-25-H, comúnmente utilizado en Costa Rica. En el análisis se observó que el equilibrio coloidal de las fracciones de asfalto se ve afectado por una pérdida significativa de componentes de bajo peso molecular, y a su vez el aire oxida el asfalto.

Para cada condición se determino: la rigidez y la adhesión y modulo de elasticidad. Se observó que la mayor contribución en rigidez está asociada a los componentes polares, mientras que la adhesividad se asocia principalmente a componentes no polares. Sin embargo, los componentes polares también aportan a esta propiedad del asfalto. Seguidamente, para relacionar el proceso de envejecimiento con los cambios químicos, y el modulo de elasticidad se determinaron las curvas maestras en el DSR. Este documento es el cuarto informe para mas información puede ser consultados los reportes anteriores.

Informe LM-PI-UMP-059-R4	Fecha de emisión: Diciembre 2018	Página 78 de 93
--------------------------	----------------------------------	-----------------



3. Desarrollo y ejecución (qué se hizo y cómo):

Objetivos específicos y metas	% de logro	Actividades desarrolladas	Dificultades y formas de resolverlas
<p>OBJETIVOS ESPECÍFICOS</p> <p>1- Evaluar las muestras por microscopia de fuerza atómica mediante la técnica de PFM, para obtener información de rigidez y adhesión de las muestras y comparar el envejecimiento en el laboratorio y a la intemperie.</p> <p>METAS:</p> <p>1) Asfalto sin cambios y asfaltos envejecidos de forma controlada. Se determino la adhesión, rigidez y fuerza máxima de las muestras.</p> <ul style="list-style-type: none"> • Indicador: Cambios en la morfología y efecto de oxidación y la respuesta a fatiga del material al comparar el envejecimiento en el laboratorio. 	100%	<ul style="list-style-type: none"> • Lecturas de AFM y cálculos de las magnitudes físicas. 	Ninguna
<p>2- Desarrollar y determinar en las condicione de estudio el modulo de elasticidad según la metodología propuesta.</p> <p>METAS:</p> <p>1) Asfalto sin cambios y asfaltos envejecidos de forma controlada. Se determino la adhesión, rigidez y fuerza máxima de las muestras.</p> <p>Indicador: Se detemino el modulo de elasticidad de las muestras propuetas en todas las condiciones que se estudiaron</p>	100%	<ul style="list-style-type: none"> • Lecturas de AFM y nanoindentacion y cálculos de las magnitudes físicas como el modulo de elasticidad. 	Ninguna



Objetivos específicos y metas	% de logro	Actividades desarrolladas	Dificultades y formas de resolverlas
<p>3- Generar curvas maestras a partir de mediciones de módulo dinámico realizadas en el DSR para diferentes estados de acondicionamiento.</p> <p>META:</p> <ul style="list-style-type: none"> • Se realizaron mediciones y se calcularon las curvas maestras utilizándolos criterios mas actuales de ajuste para para estos materiales. • Indicador: Se cosntruyeron las curvas naestras de las muestras propuetas en todas las condiciones que se estudiaron con conclusiones interesantes. 	100%	<ul style="list-style-type: none"> • Se calculan las curvas maestras en todas sus posibilidades. 	Ninguna
<p>4- Comparar los resultados de módulo obtenido mediante la técnica del AFM con el análisis reológico.</p> <p>META:</p> <ul style="list-style-type: none"> • Se realizan comparaciones entre el modulo y el micromódulo de elasticidad de los materiales. • Indicador :Se concluye considerando que los materiales se están midiendo en diferente nivel. 	100%	<ul style="list-style-type: none"> • Se realzan mediciones en el DSR y se calculan las curvas maestras según las normativas internacionales y se correlaciona con el módulo obtenido por nanoindentación. 	Ninguna



4. Resultados globales:

<p>Resultados principales: Los resultados principales de esta investigación son determinar que las herramientas utilizadas son muy útiles para determinar el comportamiento micro mecánico de los materiales bituminosos evidenciando las implicaciones de que el material se oxide de forma controlada y en condiciones de campo (intemperie), de esta forma el material es mejor caracterizado para predecir mejor su desempeño en mezcla.</p>
<p>Impacto del proyecto en los ámbitos que corresponda: Se espera que el impacto del proyecto corresponda a una contribución al estado de conocimiento existente en oxidación de asfalto. Con esto, podrían generarse soluciones a la problemática causada por este proceso. Y prevenir mediante algún tratamiento químico su deterioro paulatino.</p>
<p>Beneficios para la unidad académica y la Universidad de Costa Rica: Los beneficios se dirigen al sector investigación a través de la generación de conocimiento y técnicas novedosas que puedan ser aplicadas en proyectos nacionales en el ámbito de Acción social. A su vez, la generación de especificaciones corresponde un elemento fundamental en las labores de transferencia de tecnología encomendadas al LanammeUCR.</p>
<p>Interrogantes y nuevas investigaciones: Continuar con el análisis de la oxidación a la intemperie de materiales asfálticos, incluyendo nuevas muestras, climas variados, diferentes condiciones extremas y asfaltos modificados</p>
<p>Actividades pendientes: Ninguna Se podría continuar la evaluación con otros tipos de asfaltos en condición original y modificados además de oxidados</p>

5. Producción académica:

<p>Referencias de los artículos u otros productos que se proyectan: • Pendiente</p>
<p>Títulos de las ponencias y participación en eventos, lugar y fechas: • pendiente</p>
<p>Impacto en procesos de enseñanza aprendizaje: pendiente</p>
<p>Otros productos: NA</p>

6. Trabajos de graduación y participación estudiantil:

Asistentes	Labores ejecutadas
Ing Adriana Garcia	Desarrollo de la tecnica de nanoindentacion



Título de las tesis involucradas en el proyecto	Nombre de los/las estudiantes	Grado
Implementación de Metodología para estimación del Módulo de Young mediante AFM	Adriana García	Máster en Ciencias

7. Comentarios generales:

Ninguno

8. Informe financiero (adjuntar informe respectivo):

Comentarios:
Ley 8114 de Simplificación y Eficiencia Tributaria

9. Aspectos éticos (adjuntar la “Aplicación para revisión continua o para cerrar el estudio” del CEC):

Comentarios:

10. Autorización para incorporar el informe final ejecutivo en los repositorios de la UCR.

- (x) SI () NO Autorizo a la Vicerrectoría de Investigación para incluir en los repositorios institucionales el anterior informe.
- (x) SI () NO Autorizo a la Vicerrectoría de Investigación para incluir en los repositorios institucionales los productos académicos adjuntos al informe.



UNIVERSIDAD DE
COSTA RICA



LABORATORIO NACIONAL
DE MATERIALES Y MODELOS ESTRUCTURALES

Químico Jorge Salazar Delgado

Fecha 11/12/2018

Firma

Investigador(a) principal

11 de Diciembre de 2018

Versión 20-11-2017.

Informe LM-PI-UMP-059-R4	Fecha de emisión: Diciembre 2018	Página 83 de 93
--------------------------	----------------------------------	-----------------



UNIVERSIDAD DE
COSTA RICA



LABORATORIO NACIONAL
DE MATERIALES Y MODELOS ESTRUCTURALES

ANEXO B



UNIVERSIDAD DE COSTA RICA
VICERRECTORÍA DE INVESTIGACIÓN
COMITÉ ÉTICO CIENTIFICO

lanammeUCR

Teléfonos: (506) 2511-5006 Telefax: (506) 224-9367

Aplicación para revisión continua o para cerrar el estudio*

Por favor complete TODAS las secciones ya sea en el caso de revisión continua o cierre del estudio

Proyecto #: B5A39

Fecha de expiración de la vigencia de la revisión inicial otorgada por el CEC: 01 de diciembre de 2018

Investigador(a) principal: Jorge Alberto Salazar Delgado

Título de la investigación: Métodos Instrumentales de Ensayo para la determinación de las propiedades micromecánicas y térmicas de los ligantes asfálticos.

1. ESTADO DE LA INVESTIGACIÓN

Marque la opción que describe mejor el estado actual de esta investigación:

- A la fecha no se ha enrolado ningún participante.
- Continúa el reclutamiento de participantes nuevos / revisión de registros / recolección de muestras.
- Se acabó el reclutamiento, pero los participantes permanecen recibiendo intervenciones relacionadas con la investigación.



UNIVERSIDAD DE
COSTA RICA



LABORATORIO NACIONAL
DE MATERIALES Y MODELOS ESTRUCTURALES

Ya no se recluta más y los participantes completaron las intervenciones relacionadas con la investigación. El estudio permanece activo solamente para darles seguimiento a largo plazo.

El reclutamiento se ha cerrado permanentemente, los participantes han completado todas las intervenciones relacionadas con el estudio y se ha completado el seguimiento a largo plazo. Las actividades de investigación remanentes se limitan a análisis de datos que puede requerir contacto con información sobre la que usted normalmente no tiene acceso, tal como registros médicos, académicos, especímenes de laboratorio, patología, etc.

Estudio cerrado. El reclutamiento y el seguimiento se han completado y no se anticipa un contacto futuro con los participantes / registros / especímenes, para obtener información a la que usted normalmente no tiene acceso.

2. CANTIDAD DE PARTICIPANTES

Complete con la información correspondiente:

A. Máximo número de participantes, a quienes se les va a solicitar consentimiento para participar y que el CEC aprobó previamente, por toda la vigencia de este estudio:

Jorge Salazar Delgado, investigador principal, sin carga académica

Alejandra Baldi Sevilla, investigador asociado, sin carga académica

Adriana Garcia, Asistente de investigador, sin carga académica

Ellen Rodríguez Castro, investigador asociado, sin carga académica

Rafael Ernesto Villegas, investigador asociado, sin carga académica

José Pablo Aguiar Moya, investigador asociado, sin carga académica

Luis Guillermo Loría Salazar, investigador asociado, sin carga académica

B. Número total de participantes que han consentido a la fecha:

7

C. Número total de participantes que luego de firmar el consentimiento, se han retirado por cuenta propia o han sido retirados por no satisfacer criterios de inclusión, a la fecha:

0

D. Total que ha consentido desde la última revisión continua:

7

Informe LM-PI-UMP-059-R4	Fecha de emisión: Diciembre 2018	Página 85 de 93
--------------------------	----------------------------------	-----------------



UNIVERSIDAD DE
COSTA RICA



LABORATORIO NACIONAL
DE MATERIALES Y MODELOS ESTRUCTURALES

E. Total que ha consentido pero se ha retirado por cuenta propia o han sido retirados por no satisfacer criterios de inclusión, desde la última revisión continua:

Ninguna

3. RESUMEN DEL AVANCE DENTRO DEL ÚLTIMO PERIODO DE APROBACIÓN DEL CEC

Conteste todas las preguntas, para las que no aplican a su estudio indique NO.

- A. SI NO ¿El estudio está en la fase de reclutamiento de participantes?
- B. SI NO ¿El estudio ha estado reclutando participantes? *Si la respuesta es NO, pero la de A. fue SI, incluya un resumen describiendo las razones por las cuales no se ha producido.*
- C. SI NO ¿Alguno de los participantes se ha retirado del estudio, ha sido sacado o se ha perdido? *Si la respuesta es SI, incluya un resumen narrativo describiendo las razones para esto.*

El Ing. Fabricio Leiva presentó su renuncia a la institución.

- D. SI NO ¿Algún participante se ha quejado de la investigación? *Si la respuesta es SI, incluya un resumen narrativo de las quejas recibidas.*
- E. SI NO ¿Se ha publicado literatura científica relevante para esta investigación, durante este periodo, que pueda alterar las apreciaciones iniciales de riesgos o de beneficios asociados a este estudio? *Si la respuesta es SI, adjunte copias de esta publicación y un resumen narrativo.*
- F. SI NO ¿Ha habido hallazgos preliminares, incluyendo informes interinos, manuscritos, resúmenes, publicaciones y hallazgos clínicos, que puedan tener impacto sobre el estudio? *Si la respuesta es SI, adjunte copias de estos informes y un resumen narrativo. Anote cualquier evento o descubrimiento que pueda alterar la razón riesgo/beneficio del estudio, incluyendo informes favorables.*
- G. SI NO ¿Se han realizado informes de avance del estudio como los que se envían a la Vicerrectoría de Investigación, a las agencias financiadoras y otros? *En caso afirmativo, adjunte las copias y un resumen narrativo.*

Informe LM-PI-UMP-059-R4	Fecha de emisión: Diciembre 2018	Página 86 de 93
--------------------------	----------------------------------	-----------------



UNIVERSIDAD DE
COSTA RICA



LABORATORIO NACIONAL
DE MATERIALES Y MODELOS ESTRUCTURALES

- H. SI NO ¿Se han realizado informes de avance del estudio por parte de otros investigadores participantes, fuera de la UCR, para enviar a sus respectivas instituciones (estudios multicéntricos y otros)? *En caso afirmativo, adjunte las copias y un resumen narrativo.*
- I. SI NO ¿Se ha descubierto alguna otra información relevante a este estudio, sobre todo relacionada con los posibles riesgos y beneficios asociados al mismo? *En caso afirmativo, adjunte copias de esta información y un resumen narrativo.*
- J. SI NO ¿Se ha detectado algún problema no anticipado, relacionado con riesgos para los participantes u otras personas, en la UCR o algún otro sitio donde se desarrolle el estudio? *En caso afirmativo, enumere y describa estos problemas en un resumen narrativo.*
- K. SI NO ¿Se han reportado al CEC todos los problemas no anticipados que conllevan riesgo para los participantes u otras personas, que requieren ser informados con prontitud? *Si la respuesta es negativa, envíe al CEC la información requerida antes de que transcurran 5 días hábiles. Indique si estos eventos o problemas cambiaron la razón riesgo/beneficio o requirieron cambios en el documento de consentimiento informado.*
- L. SI NO ¿El perfil de reacciones adversas experimentado por los participantes difiere del esperado? (reacción adversa/evento adverso significa cualquier acontecimiento desfavorable e indeseado, tanto serio como no serio, esperado o inesperado, relacionado o no con el estudio). *Si la respuesta es afirmativa, adjunte un resumen narrativo describiendo las diferencias entre el perfil de reacciones adversas esperado y el encontrado.*
- M. SI NO ¿Se ha asignado a un Comité Independiente de Monitorización de Datos la revisión periódica de los riesgos para los participantes? *Si la respuesta es afirmativa indique la frecuencia con que se realiza esta tarea y un resumen narrativo de sus informes.*
- N. SI NO ¿Los participantes han experimentado algún beneficio derivado del estudio? *En caso afirmativo, adjunte un resumen narrativo describiendo estos beneficios.*



4. INFORMACIÓN SOBRE EL DOCUMENTO DE CONSENTIMIENTO INFORMADO

SI NO ¿El CEC requiere el uso de un documento escrito de consentimiento informado para la ejecución de este estudio?

En caso afirmativo, adjunte una copia del documento aprobado y sellado que ha estado en uso Y otra copia idéntica y limpia para volver a sellar una vez aprobada la revisión continua, para ser usado durante el siguiente periodo de aprobación (excepto si ya concluyó el reclutamiento).

5. INFORMACIÓN SOBRE CONTACTOS

Investigador principal:

Nombre:	Apellido:	Cédula #	Unidad académica:
Jorge	Salazar	10900384	LanammeUCR
Teléfono:	Celular:	Fax:	Email:
2511-2593		2511-4440	Jorge.salazardelgado@ucr.ac.cr

Profesor(a) tutor(a) (complete si el investigador principal es estudiante):

Nombre:	Apellido:	Cédula #	Unidad académica:
Jose Pablo	Aguiar	Moya	LanammeUCR
Teléfono:	Celular:	Fax:	Email:
2511-2529	NA	2511-4440	jose.aguiar@ucr.ac.cr

Persona encargada del contacto con el estudio (complete si el contacto primario no es alguno de los anteriores):

Nombre:	Apellido:	Cédula #	Unidad académica:
Jose Pablo	Aguiar	Moya	LanammeUCR
Teléfono:	Celular:	Fax:	Email:
2511-2529	NA	2511-4440	jose.aguiar@ucr.ac.cr



UNIVERSIDAD DE
COSTA RICA



LABORATORIO NACIONAL
DE MATERIALES Y MODELOS ESTRUCTURALES

LanammeUCR

6. DECLARACIÓN SOBRE CONFLICTOS DE INTERESES DEL INVESTIGADOR(A)

SI NO ¿Se ha desarrollado algún nuevo conflicto de intereses para el investigador(a) principal o para el personal clave del estudio? *En caso afirmativo adjunte una narración detallada de las características del conflicto cuando los investigadores, personal clave o cualquier otra persona responsable del diseño, ejecución o reporte del estudio tiene un interés financiero en, o actúa en representación de, una entidad externa cuyos intereses financieros, pareciera razonable pensar, que podrían afectarse por la investigación.*

7. DECLARACIÓN DEL INVESTIGADOR PRINCIPAL

Lea cuidadosamente esta declaración antes de firmar.

Adicionalmente a las respuestas anteriores, yo confirmo que el documento de consentimiento informado en uso, aprobado por el CEC, ha sido firmado, fechado y guardado en mis archivos para cada participante enrolado en este estudio y una copia del mismo fue entregada a la persona que lo firmó como participante (cuando el uso de documento de consentimiento informado fue requerido). Asimismo confirmo que no se han realizado cambios en los procedimientos del estudio o en el documento de consentimiento sin previa aprobación por parte del CEC.

11 de Diciembre de 2018

Firma del investigador(a) principal

Fecha 11/12/2018

*Adaptado de las fórmulas #1101 y #1129 del IRB de la Universidad de Vanderbilt.

Informe LM-PI-UMP-059-R4	Fecha de emisión: Diciembre 2018	Página 89 de 93
--------------------------	----------------------------------	-----------------



UNIVERSIDAD DE
COSTA RICA



LABORATORIO NACIONAL
DE MATERIALES Y MODELOS ESTRUCTURALES

ANEXO C

UNIVERSIDAD DE COSTA RICA

VICERRECTORÍA DE INVESTIGACIÓN

Unidad de Gestión de Proyectos

Unidad de Gestión de Calidad

Tel.: 2511-5845

Formulario para la evaluación de informes parciales, finales y solicitud de ampliación de vigencia

Instrucciones.

Los informes parciales, finales y las solicitudes de ampliación de vigencia se consideran parte de la evaluación de seguimiento; en ellos se revisan los resultados y productos alcanzados en un momento determinado, también las circunstancias y condiciones en que se produjeron. Las evaluaciones obtenidas son utilizadas como insumos para la asignación de recursos, tanto para la continuación de ejecución como para las propuestas nuevas por parte de los(as) investigadores(as) encargados(as).

Los informes y solicitudes contemplan cuatro componentes: (I) Información sustantiva de la propuesta, (II) una autoevaluación de parte del/los(as) investigadores(as), (III) una evaluación de los alcances y logros reportados y (IV) una evaluación del informe.

Los informes parciales y las solicitudes de ampliación de vigencia deben ser evaluados por las Comisiones de Investigación y/o los Consejos Científicos y aprobados por la Dirección de la Unidad Académica. En el caso de los informes finales de los proyectos de investigación, éstos deben ser evaluados adicionalmente por pares académicos, internos y/o externos a criterio de la Comisión de Investigación o del Consejo Científico. Por su parte, la Vicerrectoría de Investigación evalúa tanto los informes parciales como los finales, siendo la entidad que en última instancia aprueba éstos y las solicitudes de ampliación de vigencia.

Las dimensiones a evaluar son las siguientes:

Informe LM-PI-UMP-059-R4	Fecha de emisión: Diciembre 2018	Página 90 de 93
--------------------------	----------------------------------	-----------------



UNIVERSIDAD DE
COSTA RICA



LABORATORIO NACIONAL
DE MATERIALES Y MODELOS ESTRUCTURALES

Autoevaluación: Evaluación de las condiciones, Evaluación de los colaboradores, Evaluación del apoyo institucional recibido.

Evaluación de alcances y logros: Solidez de las evidencias y resultados reportados, Productividad, Impacto y Visibilidad potencial.

Evaluación del informe: Exhaustividad, Claridad, Rigurosidad.

A continuación encontrará cuatro apartados con los ítems correspondientes a cada una de las dimensiones a evaluar. Para cada ítem considere el informe y califíquelo luego en una escala de 1 a 100. En donde 0 indica una muy mala calificación y 100 una excelente calificación. En caso de que al evaluar considere que el componente evaluado en el ítem no debería ser aplicado a la propuesta, marque con una X en el espacio "No aplica".

TITULO DE LA PROPUESTA:

Métodos Instrumentales de Ensayo para la determinación de las propiedades micromecánicas y térmicas de los ligantes asfálticos.

I. Autoevaluación

Este apartado debe ser llenado por el/la/las investigador(a)(as).

Criterio	Calificación	No aplica
1. Evaluación de la ejecución de la propuesta en general.	100	
2. Valoración del aporte de los colaboradores no académicos.		X
3. Evaluación del nivel de integración de los colaboradores académicos.	100	
4. Evaluación del trabajo de los/las asistentes.	100	
5. Valoración del apoyo administrativo de la unidad académica para esta propuesta.	100	
6. Valoración del apoyo de la Vicerrectoría de Investigación para esta propuesta.		X
7. Valoración del aporte de otras instancias universitarias para esta propuesta.		X
8. Valoración el apoyo de FUNDEVI para esta propuesta.		X
9. Grado de satisfacción con los resultados y logros alcanzados.	100	
Calificación promedio (sin considerar los no aplica)	100	

Informe LM-PI-UMP-059-R4	Fecha de emisión: Diciembre 2018	Página 91 de 93
--------------------------	----------------------------------	-----------------



TITULO DE LA PROPUESTA:

Métodos Instrumentales de Ensayo para la determinación de las propiedades micromecánicas y térmicas de los ligantes asfálticos.

II. Evaluación de alcances y logros

Criterio	Calificación	No aplica
10. Los logros y alcances académicos del trabajo realizado.		
11. Los productos académicos aportados.		
12. La visibilidad potencial de los resultados y productos.		
13. El impacto potencial de los resultados y productos en los procesos de enseñanza aprendizaje.		
14. El impacto potencial de los resultados y productos en la unidad académica de adscripción.		
15. El impacto potencial de los resultados y productos en el área disciplinar de adscripción del trabajo.		
16. El impacto potencial de los resultados y productos en el ámbito extraacadémico.		
Calificación promedio (sin considerar los no aplica)		

III. Evaluación del informe

Criterio	Calificación	No aplica
17. Grado de exhaustividad en la presentación de resultados y logros.		
18. Grado de claridad en la presentación de los resultados y logros.		
19. Grado de rigurosidad argumentativa en la presentación de resultados y logros.		
20. Evidencias aportadas para sustentar conclusiones y argumentos.		
Calificación promedio (sin considerar los no aplica)		

IV. Evaluación de Vicerrectoría de Investigación

Informe LM-PI-UMP-059-R4	Fecha de emisión: Diciembre 2018	Página 92 de 93
--------------------------	----------------------------------	-----------------



UNIVERSIDAD DE
COSTA RICA



LABORATORIO NACIONAL
DE MATERIALES Y MODELOS ESTRUCTURALES

Criterio	Calificación	No aplica
21. Puntualidad en la presentación de informes.		
22. Ejecución y uso de los recursos financieros.		
23. Productos académicos logrados versus proyectados.		
24. Visibilidad de resultados y logros.		
25. Impacto alcanzado versus proyectado.		
Calificación promedio (sin considerar los no aplica)		
Calificación global		

Versión 12-09-2012.

Informe LM-PI-UMP-059-R4	Fecha de emisión: Diciembre 2018	Página 93 de 93
--------------------------	----------------------------------	-----------------

Laboratorio Nacional de Materiales y Modelos Estructurales - Universidad de Costa Rica
Apartado Postal: 11501-2060, San José, Costa Rica Tel: (506) 2511-2500, Fax: (506) 2511-4440