

Universidad de Costa Rica

CIUDAD UNIVERSITARIA RODRIGO FACIO
FACULTAD DE INGENIERÍA
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA

PROYECTO DE GRADUACIÓN SOMETIDO A CONSIDERACIÓN DE LA
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA COMO REQUISITO FINAL PARA
OPTAR POR EL GRADO DE LICENCIATURA EN INGENIERÍA QUÍMICA

Proyecto final de graduación

DETERMINACIÓN DE LAS MEJORES CONDICIONES DE PREPARADO
DE MUESTRA PARA LAS PRUEBAS DE ENERGÍA SUPERFICIAL Y
ADHESIÓN NEUMÁTICA EN AGREGADO CON ANÁLISIS TOPOLÓGICO
SUPERFICIAL PARA LA GENERACIÓN DE UN PROTOCOLO.

Daybis Stuar Tencio González

San José, 2019.

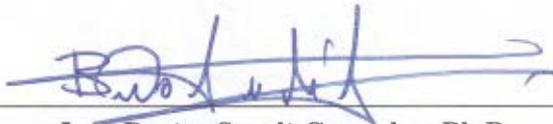
Determinación de las mejores condiciones de preparado de muestra para las pruebas de energía superficial y adhesión neumática en agregado con análisis topológico superficial para la generación de un protocolo.

Informe del proyecto de graduación presentado ante la Escuela de Ingeniería Química de la Universidad de Costa Rica como requisito final para optar por el grado de Licenciado en Ingeniería Química.

Sustentante:

Daybis Stuar Tencio González

Tribunal examinador:



Ing. Benito Stradi Granados, Ph.D
Profesor Catedrático
Escuela de Ingeniería Química

Presidente del tribunal



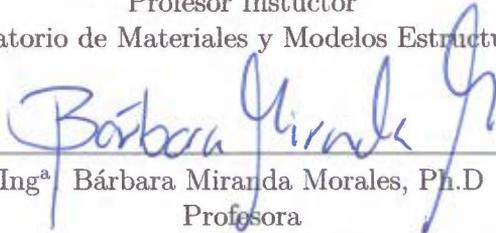
Quím. Alejandra Baldi Sevilla, M.Sc
Profesora
Laboratorio de Materiales y Modelos Estructurales

Directora del proyecto



Ing. José Pablo Aguiar Moya, Ph.D
Profesor Instructor
Laboratorio de Materiales y Modelos Estructurales

Miembro lector



Ing^a Bárbara Miranda Morales, Ph.D
Profesora
Escuela de Ingeniería Química

Miembro lector



Ing. Erick Solano Carmona
Profesor
Escuela de Ingeniería Química

Miembro lector

RESUMEN

Mediante el uso de un diseño factorial se estudió el efecto de las variables de preparado superficial en dos tipos de agregados utilizados en la construcción de carreteras donde el mismo permite determinar las mejores condiciones de preparado de muestra para las pruebas de energía superficial y adhesión neumática.

El diseño experimental sugiere que para agregados calizos, en la prueba de energía superficial, se debe obtener un nivel de acabado de banda abrasiva de # 320 y una cantidad de carreras de 1 paso mientras que para agregado silíceo se debe preparar a un nivel de #120 con una cantidad de carreras de 1 paso.

El análisis topológico superficial de las muestras se realizó por dos métodos distintos, microscopía de fuerza atómica y perfilometría de contacto (AFM y SCP, por sus siglas en inglés), donde los factores de corrección sobre la energía superficial afectan para los agregados calizos y silíceos de forma promedio correspondientemente -0.459% y -0.735%, lo anterior quiere decir que la energía reportada sin este factor se encuentra aumentado.

La identidad del agregado calizo de Río Claro es mayoritariamente 56.82 %mol/mol O, 20.35 %mol/mol Ca, 10.08 %mol/mol Si, 5.64 %mol/mol Fe, 1.40 %mol/mol C y el resto de componentes se consideran misceláneos (3.71 %mol/mol), esto sugiere que el agregado puede ser una mezcla de carbonato de calcio, óxido de calcio, cuarzo, alúmina, hematita o magnetita lo que la hace susceptible a la absorción de agua dentro de su matriz mineral.

El agregado silíceo de Río Claro se estima que su identidad química mayoritaria es 35.03 %mol/mol O, 13.61 %mol/mol Ca, 22.69 %mol/mol Si, 17.71 %mol/mol Fe, 1.15 %mol/mol C, 6.66 %mol/mol Al y el resto de componentes se consideran misceláneos (3.15 %mol/mol). Esta composición elemental promueve la idea de que su composición mineral pueda ser una mezcla de granito, dolomita, carbonato de calcio y óxido de calcio, minerales que hacen que el agregado sea poco denso y resistente a la abrasión.

Con el fin de estimar el ángulo de contacto en un punto reproducible para el ensayo de energía superficial se realizó una modificación del método gráfico de Metcalf & Eddy para poder determinar un valor de estabilidad que en conjunto con lo reportado por Extrand, permite fundamentar el uso del método. A partir de lo anterior se utilizan pruebas estadísticas para poder eliminar datos atípicos y disminuir la variación del trabajo de adhesión por presencia de datos extraños, ya que el método propuesto por Della Volpe y Siboni es sensible a cambios pequeños en el ángulo de contacto.

Adicionalmente se recomienda generar un modelo que permita estimar el ángulo de contacto en el cual tome en cuenta los cambios volumétricos de la gota de líquido de prueba en el ensayo de energía superficial, y que se base en las fuerzas gravitacional, capilaridad, viscosidad y disipación por fricción con el fin de encontrar el mejor ajuste para los perfiles de ángulo de contacto en el tiempo.

Con los resultados de topología del ensayo SCP se determinó adicionalmente que la capacidad volumétrica de los vacíos e imperfecciones superficiales de las muestras

afectan de forma importante el ensayo de energía superficial, ya que el mismo inicia con gotas de 20 mm^3 de cada líquido de prueba y se asume que el mismo no varía a través del ensayo, lo cual no es cierto ya que la superficie caliza y silícica tienen capacidad volumétricas promedio de 6.029% y 6.893% respectivamente.

Las mejores condiciones para las muestras de agregado calizo, en el ensayo de resistencia a la tracción uniaxial neumática, fueron un nivel de acabado de # 320, con una cantidad de carreras de 10 pasos y un tiempo de trabajado de 60s, mientras que el agregado silícico se debe preparar a un nivel de #120, cantidad de carreras de 10 pasos y un tiempo de trabajado de 60s.

Este ensayo de tracción debe ser catalogado como ensayo destructivo, ya que la identidad superficial de la muestra se ve afectada con cada réplica realizada y es por ello que el acabado superficial de la muestra debe ser repetido una vez terminado el ensayo a la muestra. Pruebas de lo anterior son los mapeos superficiales de las muestras mediante el uso del SCP donde las superficies presentan daños permanentes sobre la superficie donde el asfalto tuvo contacto con el agregado.

ÍNDICE

	<i>Página</i>
RESUMEN	iii
CAPÍTULO 1	
INTRODUCCIÓN	1
1.1 Alcance del proyecto	1
CAPÍTULO 2	
ASPECTOS GENERALES	3
2.1 Criterios de selección	3
2.2 Propiedades de consenso	5
2.2.1 Graduación	6
2.2.2 Tamaño máximo nominal	7
2.2.3 Porcentaje de relleno mineral	7
2.2.4 Angularidad	8
2.2.5 Sanidad	8
2.3 Proceso de conminución	9
2.4 Propiedades fisicoquímicas	10
2.4.1 Esfericidad	10
2.4.2 Redondez	11
2.4.3 Vesicularidad	11
2.4.4 Fragmentación	12
2.4.5 Micro rugosidad	12
2.4.6 Porosidad	15
2.4.7 Dureza	15
2.4.8 Energía superficial	16
2.4.9 Adhesión	20
2.4.10 Cohesión	21
2.4.11 Relación de vacíos superficiales	21

CAPÍTULO 3

MÉTODOS TOPOGRÁFICOS	23
3.1 Microscopía de Fuerza Atómica (AFM)	23
3.2 Microscopía electrónica de barrido (SEM)	25
3.3 Perfilometría	27

CAPÍTULO 4

PRUEBAS FISICOQUÍMICA Y MECÁNICA	29
4.1 Prueba de energía superficial mediante goniometría	29
4.2 Prueba de adhesión neumática	30

METODOLOGÍA EXPERIMENTAL**33**

5.1 Metodología	33
5.1.1 Peso unitario y absorción - ASTM C127 - AASHTO T85 . . .	33
5.1.2 Diagrama del equipo	35
5.1.3 Densidad e índice de vacíos - ASTM C29 - AASHTO T19 . .	35
5.1.4 Diagrama del equipo	38
5.1.5 Corte y perfilado del agregado	38
5.1.6 Diagrama de la operación de reducción de la muestra	41
5.1.7 Diagrama del equipo	42
5.1.8 Rectificación superficial	42
5.1.9 Diagrama de la operación de rectificado de la muestra	46
5.1.10 Diagrama del equipo	47
5.1.11 Determinación de la planicidad	47
5.1.12 Acabado superficial	49
5.1.13 Diagrama de la operación de acabado superficial	51
5.1.14 Diagrama del equipo	52
5.1.15 Rugosidad y topología	52
5.1.16 Diagrama del equipo	55
5.1.17 Microscopía electrónica de barrido y fluorescencia de rayos X .	55
5.1.18 Diagrama del equipo	58
5.1.19 Microscopía de fuerza atómica	58

5.1.20	Diagrama del equipo	60
5.1.21	Ángulo de contacto	60
5.1.22	Diagrama del equipo	64
5.1.23	Adhesión neumática	65
5.1.24	Diagrama del equipo	68
5.2	Factores, variables y diseño experimental	68
5.3	Diagramas de los equipos adicionales	71
5.3.1	Preparación de las condiciones experimentales	71

ANÁLISIS DE RESULTADOS 73

6.1	Caracterización de los agregados	73
6.1.1	Densidad y relación de vacíos	73
6.1.2	Peso unitario y porcentaje de absorción superficial	75
6.1.3	Gravedad específica	75
6.1.4	Análisis composicional elemental	76
6.1.5	Rugosidad superficial	79
6.2	Consideraciones durante el pretratamiento de las muestras	87
6.2.1	Muestreo	87
6.2.2	Corte	88
6.2.3	Rectificación y su importancia en la planicidad	89
6.2.4	Acabado superficial	91
6.3	Ensayo de energía superficial	92
6.3.1	Determinación experimental	92
6.3.2	Determinación del trabajo de adhesión y demás parámetro fisicoquímicos	99
6.3.3	Análisis estadístico	104
6.3.4	Complicaciones durante la prueba	110
6.3.5	Corrección por efecto rugoso	112
6.4	Ensayo de resistencia a la adhesión mediante tracción uniaxial	120
6.4.1	Determinación experimental	120
6.4.2	Análisis estadístico	124

6.4.3	Complicaciones durante la prueba	126
6.5	Análisis topológico	127
CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES		131
NOMENCLATURA		135
BIBLIOGRAFÍA		139
APÉNDICES		147
A	DATOS EXPERIMENTALES	147
B	RESULTADOS INTERMEDIOS	149
C	MUESTRA DE CÁLCULO	150
ANEXOS		157
A	Cálculo de las dimensiones características de la muestra	157
B	Código de la adaptación del método de Metcalf & Eddy	160
C	Código para la selección de datos y eliminación de valores atípicos . .	165
D	Código para los resultados del diseño factorial	168
E	Representaciones gráficas de ángulos de contacto	172
F	Representaciones gráficas de la resistencia a la adhesión	178
G	Fotografías del estado de falla de los ensayos	180
H	Topografías y perfiles de fase de las muestras de agregado mediante el uso de AFM	182
I	Topografías de las muestras de agregado mediante el uso de per- filometría de contacto	186

ÍNDICE DE CUADROS

Cuadro 2.1	Nomenclatura de agregados por tamaño de partículas de acuerdo a la norma ISO 14688.	7
Cuadro 2.2	Parámetros utilizados para la angularidad de agregado grueso (Mcgennis <i>et al.</i> , 1996)	8
Cuadro 3.3	Valores de voltaje y corriente recomendados para el uso del microscopio electrónico de barrido.	26
Cuadro 5.4	Materiales y equipos necesarios para la determinación de la gravedad específica de los agregados	33
Cuadro 5.5	Materiales y equipos necesarios para la determinación de la densidad e índice de vacíos de agregado mineral calizo y silíceo.	36
Cuadro 5.6	Materiales y equipos necesarios para el corte y perfilado de las muestras a ensayar para energía superficial y adhesión neumática.	38
Cuadro 5.7	Materiales y equipo necesarios para la rectificación de muestras de agregados calizos y silíceos.	43
Cuadro 5.8	Materiales y equipo necesarios para determinar la planicidad de las muestras de agregado calizo y silíceo.	48
Cuadro 5.9	Materiales y equipo necesarios para el preparado superficial de las muestras mediante el uso de lijadora de bandas abrasivas en agregados calizos y silíceos.	49
Cuadro 5.10	Materiales y equipo necesarios para la determinación de la rugosidad y mapeo topológico de las muestras de agregado.	53
Cuadro 5.11	Materiales y equipo necesarios para la determinación de la rugosidad y mapeo topológico de las muestras de agregado.	56
Cuadro 5.12	Materiales y equipo necesarios para la determinación de la rugosidad y mapeo topológico de las muestras de agregado con el uso del microscopio de fuerza atómica.	59
Cuadro 5.13	Materiales y equipo necesarios para la prueba de energía superficial en agregados calizos y silíceos.	61

Cuadro 5.14	Materiales y equipo necesarios para la prueba de adhesión neumática en agregados calizos y silíceos.	66
Cuadro 5.15	Resumen del diseño factorial para las variables involucradas en la preparación de muestras de agregados calizos y silíceos proveniente de Río Claro.	69
Cuadro 6.16	Determinación del porcentaje másico de agregado fracturado según la norma ASTM D5821.	73
Cuadro 6.17	Determinación de la masa seca, saturada y aparente de agregados según ASTM C29.	74
Cuadro 6.18	Determinación del peso unitario del agregado a diferentes condiciones según ASTM C127.	75
Cuadro 6.19	Determinación de la gravedad específica de muestras de agregado a condiciones estándar (4 °C, 101.325 kPa) reportados por el NIST.	76
Cuadro 6.20	Determinación de las propiedades físicas de textura de las muestras de agregado mineral con muestras de control adicional.	80
Cuadro 6.21	Determinación de los estadígrafos de forma y textura de las muestras de agregado mineral con muestras de control adicional.	83
Cuadro 6.22	Determinación de la planicidad de las muestras de agregado según el diseño experimental a dos condiciones, cortadas y rectificadas.	90
Cuadro 6.23	Tiempo máximo necesario para establecer el equilibrio termodinámico de los ensayos de energía superficial.	95
Cuadro 6.24	Determinación de los ángulos de contacto promedio para el estado de equilibrio termodinámico para cada uno de los líquidos de prueba.	97
Cuadro 6.25	Determinación de las componentes de la energía superficial del trabajo de adhesión entre los agregados muestrales y el ligante asfáltico virgen M2119.	99
Cuadro 6.26	Trabajo de adhesión y relaciones energéticas entre los agregados muestrales y el ligante asfáltico virgen M2119.	100

Cuadro 6.27	Componentes superficiales, trabajos de cohesión y desplazamiento de la interacción de agregado-agua (AW), ligante-agregado (AB) y agregado-agregado (AA).	102
Cuadro 6.28	Desviación estándar relacionada al ángulos de contacto promedio para el estado de equilibrio termodinámico para cada uno de los líquidos de prueba con su corrección mediante SCP. . .	105
Cuadro 6.29	Determinación del coeficiente de variación relativo a los ángulos de contacto promedio para el estado de equilibrio termodinámico para cada uno de los líquidos de prueba.	106
Cuadro 6.30	Modelo lineal del diseño factorial para el ensayo de energía superficial con interacciones de tercer orden.	107
Cuadro 6.31	Estadígrafos relacionados al diseño factorial para el ensayo de energía superficial.	109
Cuadro 6.32	Factor de corrección por efecto rugoso utilizando los métodos de AFM y SCP a las muestras de agregado mineral.	113
Cuadro 6.33	Estadígrafos de la determinación del factor rugoso de las muestras de agregado mediante AFM y SCP.	114
Cuadro 6.34	Determinación del cambio porcentual del trabajo de adhesión crudo y el corregido por el factor rugoso medido mediante AFM y SCP.	117
Cuadro 6.35	Capacidad volumétrica de los vacíos superficiales y porcentaje relativo al volumen de líquido de prueba (20 mm ³) por medio de SCP.	119
Cuadro 6.36	Determinación de la resistencia a la tracción uniaxial y estadígrafos de las muestras preparadas de agregado con un asfalto virgen M2119.	121
Cuadro 6.37	Modelo lineal del diseño factorial para el ensayo de adhesión neumática con interacciones de tercer orden.	124
Cuadro 6.38	Estadígrafos relacionados al diseño factorial para el ensayo de adhesión neumática.	125

Cuadro A.1	Determinación de la densidad y en condiciones saturadas de humectación y relación de vacíos para cada agregado según ASTM C29.	147
Cuadro A.2	Determinación gravimétrica del agregado según ASTM C127.	147
Cuadro A.3	Determinación del contenido elemental molar, mediante fluorescencia de rayos X, de los agregados calizo y silíceo de Río Claro usados en pavimentos.	148
Cuadro B.1	Determinación del volumen de agua para la calibración del recipiente usado en la norma ASTM C29.	149
Cuadro B.1	Componentes dispersivos y polares de energía superficial reportados por Della Volpe y Siboni.	149

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 2.1	Distribución de planta de quebrado de agregado de "Las flores del Chirripó" (Araya, 2010).	10
Figura 2.2	Perfil de un material que presenta rugosidad y porosidad simultáneas (Elaboración propia, 2019).	12
Figura 2.3	Representación gráfica del trabajo de adhesión de un material expuesto a un agente humectante.	18
Figura 2.4	Representación gráfica de la adhesión de dos materiales (Elaboración propia, 2019).	20
Figura 2.5	Representación gráfica de la cohesión de un material (Elaboración propia, 2019).	21
Figura 3.6	Diagrama del funcionamiento básico del microscopio de fuerza atómica (Elaboración propia, 2019).	24
Figura 3.7	Infógrafo de la energía interna en función de la distancia interatómica (Elaboración propia, 2019).	24
Figura 3.8	Diagrama del funcionamiento básico del microscopio electrónico de barrido (Elaboración propia, 2019).	25
Figura 3.9	Diagrama del funcionamiento básico del perfilómetro (Elaboración propia, 2019).	28
Figura 4.10	Equipo utilizado en la determinación de la resistencia a la tracción uniaxial neumática con ligante asfáltico como agente adhesivo.	30
Figura 5.11	Equipo utilizado en la determinación de la gravedad específica con su aditamento de sujeción a la balanza y eliminación de burbujas (Elaboración propia, 2019).	35
Figura 5.12	Equipo utilizado en la determinación de la densidad del agregado. a) Balanza granataria. b) Recipiente de 2.48L con lámina de vidrio. c) Vista lateral de la cuchara pulpera mediana (Elaboración propia, 2019).	38

- Figura 5.13** Diagrama detallado de la operación de corte de agregado mineral. a) Primera carga neumática de la roca, b) Corte basal, c) Primera descarga neumática y rotación de la muestra, d) Segunda carga neumática de la muestra, e) Corte lateral, f) Segunda descarga neumática y rotación manual, g) Última carga neumática de la muestra, h) Corte frontal e i) Última descarga neumática y desacople manual de la muestra (Elaboración propia, 2019). 41
- Figura 5.14** Equipo utilizado en el perfilado de las rocas minerales (Elaboración propia, 2019). 42
- Figura 5.15** Diagrama detallado de la operación de rectificado de agregado mineral. a) Fase inicial de colocación de la muestra y encendido del disco abrasivo, b) Rectificado de la superficie superior de la muestra, c) Fase final de salida del disco abrasivo, d) Fase inicial de colocación de la muestra y encendido del disco abrasivo, e) Rectificado de la superficie inferior de la muestra, f) Fase final de salida del disco abrasivo (Elaboración propia, 2019). 46
- Figura 5.16** Equipo utilizado en la operación de rectificado y sujeción de la muestra (Elaboración propia, 2019). 47
- Figura 5.17** Diagrama detallado de la operación de acabado superficial para agregados minerales: a) Montaje de la muestra, b) Proceso de acabado mediante bandas abrasivas, c) Desmontaje de la muestra (Elaboración propia, 2019). 51
- Figura 5.18** Equipo utilizado en la preparación superficial de las muestras de agregado mineral (Elaboración propia, 2019). 52
- Figura 5.19** Equipo de sujeción utilizado para las muestras de agregado (Elaboración propia, 2019). 52
- Figura 5.20** Equipo utilizado en el perfilado topológico de las muestras de agregado mineral mediante contacto directo (Elaboración propia, 2019). 55
- Figura 5.21** Equipo utilizado en la determinación del contenido elemental del agregado mineral (Elaboración propia, 2019). 58

Figura 5.22	Equipo utilizado en la determinación de la rugosidad y topología a escala microscópica (Elaboración propia, 2019).	60
Figura 5.23	Equipo utilizado para nivelar la superficie durante las prueba de ensayo (Elaboración propia, 2019).	64
Figura 5.24	Equipo utilizado en la determinación del ángulo de contacto para agregado mineral calizo y silíceo (Elaboración propia, 2019).	65
Figura 5.25	Equipo utilizado en la determinación de la resistencia a la tracción uniaxial neumática con ligante asfáltico (Elaboración propia, 2019).	68
Figura 5.26	Detalle del equipo utilizado en la determinación de la adhesión neumática con ligante asfáltico (Elaboración propia, 2019).	68
Figura 5.27	Equipo utilizado para extraer la humedad del laboratorio (Elaboración propia, 2019).	71
Figura 5.28	Equipo utilizado para monitorear la temperatura ambiente y la humedad relativa del ambiente de laboratorio (Elaboración propia, 2019).	71
Figura 6.29	Determinación elemental de las muestras de agregado mineral con fotografía de las muestras calizas y silíceas, de izquierda a derecha correspondientemente, obtenidos de Río de Claro mediante el uso de fluorescencia de rayos X.	77
Figura 6.30	Estructura tetraédrica de coordinación del silicio en matrices minerales.	78
Figura 6.31	Topografías y vistas de planta por triplicado, de izquierda a derecha, de la muestra B8.	81
Figura 6.32	Topografías y vistas de planta por triplicado, correspondientemente, de la muestra B6.	82
Figura 6.33	Representación física de los parámetros estadísticos relacionados al acabado superficial de las muestras de agregado mineral.	82
Figura 6.34	Topografías y vistas de planta por triplicado, correspondientemente, a la muestra de agregado mineral control de tipo calizo.	84

- Figura 6.35** Topografías y vistas de planta por triplicado, correspondientemente, a la muestra de agregado mineral control de tipo silíceo. 84
- Figura 6.36** Comparación de rugosidades según el método de determinación y tipo de agregado con muestras de control rectificadas. . . 85
- Figura 6.37** Diagrama de bloques del protocolo de pretratamiento y ensayo de las muestras de agregado mineral. 87
- Figura 6.38** Diagrama de corte de agregados con planos específicos de sedimentación. a) Roca mineral, b) Corte transversal, c) Primer y segundo corte perpendicular a los planos de sedimentación primarios, d) Tercer y cuarto corte paralelo a los planos de sedimentación primarios y e) Perfil transversal de la muestra 89
- Figura 6.39** Infógrafo del esparcimiento dinámico de la gota de líquido de prueba en la determinación del ángulo de contacto. a) Condición inicial ($t = 0$ s), b) Condición pseudo-equilibrio termodinámico ($t = t_{eq}$) y c) Condición final ($t = 60$ s). 93
- Figura 6.40** Determinación del perfil del ángulo de contacto como función del tiempo de esparcimiento dinámico para la muestra A1 para el agua (13 corridas, A1 a A13), formamida (12 corridas, F1 a F12) y etilenglicol (10 corridas, E1 a E10) de izquierda a derecha correspondientemente. 96
- Figura 6.41** Porcentaje relativo de energía a diferentes ángulos de contacto determinados a condición inicial ($t = 0$ s), equilibrio ($t = t_{eq}$) y final ($t = 60$ s $\rightarrow \infty$). 104
- Figura 6.42** Representación gráfica de la significancia de cada una de los efectos individuales estudiados en la preparación de muestra en: a) El ensayo de energía superficial. b) Desviación estándar del ángulo de contacto promedio del agua. 107
- Figura 6.43** Diagrama de cubo de las condiciones de preparado de muestra en la determinación de trabajo de adhesión. 110

Figura 6.44	Perfiles de dos gotas durante el ensayo goniométrico: a) A una condición estable. b) A condición eclipsada por la deformación parcial para la formamida.	110
Figura 6.45	Perfiles de una gota de etilenglicol deformada axialmente.	111
Figura 6.46	Perfiles de una gota afectada por introducción de aire en la interfaz líquido-agregado.	112
Figura 6.47	Determinación del factor de corrección por efecto rugoso de las muestras de agregado con muestras control rectificadas.	115
Figura 6.48	Corrección de los ángulos de contacto del agua, formamida y etilenglicol, de izquierda a derecha, para las muestras de agregado mineral.	115
Figura 6.49	Efecto del factor de corrección sobre el trabajo de adhesión.	117
Figura 6.50	Representación gráfica de la significancia de cada una de los efectos individuales estudiados en la preparación de muestra en: a) El ensayo de adhesión neumática. b) La desviación estándar de la resistencia a la adhesión.	122
Figura 6.51	Perfiles de resistencia a la adhesión con el tiempo de ensayo para la muestra B1.	122
Figura 6.52	Resistencia a la adhesión por tracción uniaxial neumática de las muestras A1.	123
Figura 6.53	Diagramas de cubo de las condiciones de preparado de muestra en la determinación de la resistencia a la tracción uniaxial neumática.	126
Figura 6.54	Topografías y perfiles de fase por duplicado de la muestra B7.	127
Figura 6.55	Topografías y vistas de planta por triplicado, correspondientemente, de la muestra B7.	128
Figura 10.56	Representación gráfica de la geometría ideal de la gota de líquido de prueba.	159
Figura 10.57	Ángulos de contacto del agua, formamida y etilenglicol para la muestra B1.	172

Figura 10.58 Ángulos de contacto del agua, formamida y etilenglicol para la muestra B2.	172
Figura 10.59 Ángulos de contacto del agua, formamida y etilenglicol para la muestra B3.	172
Figura 10.60 Ángulos de contacto del agua, formamida y etilenglicol para la muestra B4.	173
Figura 10.61 Ángulos de contacto del agua, formamida y etilenglicol para la muestra B5.	173
Figura 10.62 Ángulos de contacto del agua, formamida y etilenglicol para la muestra B6.	173
Figura 10.63 Ángulos de contacto del agua, formamida y etilenglicol para la muestra B7.	174
Figura 10.64 Ángulos de contacto del agua, formamida y etilenglicol para la muestra B8.	174
Figura 10.65 Ángulos de contacto del agua, formamida y etilenglicol para la muestra A1.	174
Figura 10.66 Ángulos de contacto del agua, formamida y etilenglicol para la muestra A2.	175
Figura 10.67 Ángulos de contacto del agua, formamida y etilenglicol para la muestra A3.	175
Figura 10.68 Ángulos de contacto del agua, formamida y etilenglicol para la muestra A4.	175
Figura 10.69 Ángulos de contacto del agua, formamida y etilenglicol para la muestra A5.	176
Figura 10.70 Ángulos de contacto del agua, formamida y etilenglicol para la muestra A6.	176
Figura 10.71 Ángulos de contacto del agua, formamida y etilenglicol para la muestra A7.	176
Figura 10.72 Ángulos de contacto del agua, formamida y etilenglicol para la muestra A8.	177

Figura 10.73	Resistencia a la adhesión por tracción uniaxial neumática de las muestras A1 a A3.	178
Figura 10.74	Resistencia a la adhesión por tracción uniaxial neumática de las muestras A4 a A6.	178
Figura 10.75	Resistencia a la adhesión por tracción uniaxial neumática de las muestras A7 y A8.	178
Figura 10.76	Resistencia a la adhesión por tracción uniaxial neumática de las muestras B1 a B3.	179
Figura 10.77	Resistencia a la adhesión por tracción uniaxial neumática de las muestras B4 a B6.	179
Figura 10.78	Resistencia a la adhesión por tracción uniaxial neumática de las muestras B7 y B8.	179
Figura 10.79	Fotografías del estado de falla de las muestras A1 y A2. . .	180
Figura 10.80	Fotografías del estado de falla de las muestras A3 y A4. . .	180
Figura 10.81	Fotografías del estado de falla de las muestras A5 y A6. . .	180
Figura 10.82	Fotografías del estado de falla de las muestras A7 y A8. . .	180
Figura 10.83	Fotografías del estado de falla de las muestras B1 y B2. . .	181
Figura 10.84	Fotografías del estado de falla de las muestras B3 y B4. . .	181
Figura 10.85	Fotografías del estado de falla de las muestras B5 y B6. . .	181
Figura 10.86	Fotografías del estado de falla de las muestras B7 y B8. . .	181
Figura 10.87	Topografías por duplicado de la muestras A1 y A2 por medio AFM, correspondientemente.	182
Figura 10.88	Topografías por duplicado de la muestras A3 y A4 por medio AFM, correspondientemente.	182
Figura 10.89	Topografías por duplicado de la muestras A5 y A6 por medio AFM, correspondientemente.	182
Figura 10.90	Topografías por duplicado de la muestras A7 y A8 por medio AFM, correspondientemente.	182
Figura 10.91	Topografías por duplicado de la muestras B1 y B2 por medio AFM, correspondientemente.	183

Figura 10.92 Topografías por duplicado de la muestras B3 y B4 por medio AFM, correspondientemente.	183
Figura 10.93 Topografías por duplicado de la muestras B5 y B6 por medio AFM, correspondientemente.	183
Figura 10.94 Topografías por duplicado de la muestras B7 y B8 por medio AFM, correspondientemente.	183
Figura 10.95 Perfil de fase por duplicado de la muestras A1 y A2 por medio AFM, correspondientemente.	184
Figura 10.96 Perfil de fase por duplicado de la muestras A3 y A4 por medio AFM, correspondientemente.	184
Figura 10.97 Perfil de fase por duplicado de la muestras A5 y A6 por medio AFM, correspondientemente.	184
Figura 10.98 Perfil de fase por duplicado de la muestras A7 y A8 por medio AFM, correspondientemente.	184
Figura 10.99 Perfil de fase por duplicado de la muestras B1 y B2 por medio AFM, correspondientemente.	185
Figura 10.100 Perfil de fase por duplicado de la muestras B3 y B4 por medio AFM, correspondientemente.	185
Figura 10.101 Perfil de fase por duplicado de la muestras B5 y B6 por medio AFM, correspondientemente.	185
Figura 10.102 Perfil de fase por duplicado de la muestras B7 y B8 por medio AFM, correspondientemente.	185
Figura 10.103 Topografías y vistas de planta por triplicado, correspondientemente, a la muestra de agregado mineral control de tipo calizo.	186
Figura 10.104 Topografías y vistas de planta por triplicado, correspondientemente, a la muestra de agregado mineral control de tipo silíceo.	186
Figura 10.105 Topografías y vistas de planta por triplicado, correspondientemente, de la muestra A1.	187
Figura 10.106 Topografías y vistas de planta por triplicado, correspondientemente, de la muestra A2.	187

Figura 10.107 Topografías y vistas de planta por triplicado, correspondientemente, de la muestra A3.	187
Figura 10.108 Topografías y vistas de planta por triplicado, correspondientemente, de la muestra A4.	188
Figura 10.109 Topografías y vistas de planta por triplicado, correspondientemente, de la muestra A5.	188
Figura 10.110 Topografías y vistas de planta por triplicado, correspondientemente, de la muestra A6.	188
Figura 10.111 Topografías y vistas de planta por triplicado, correspondientemente, de la muestra A7.	189
Figura 10.112 Topografías y vistas de planta por triplicado, correspondientemente, de la muestra A8.	189
Figura 10.113 Topografías y vistas de planta por triplicado, correspondientemente, de la muestra B1.	189
Figura 10.114 Topografías y vistas de planta por triplicado, correspondientemente, de la muestra B2.	190
Figura 10.115 Topografías y vistas de planta por triplicado, correspondientemente, de la muestra B3.	190
Figura 10.116 Topografías y vistas de planta por triplicado, correspondientemente, de la muestra B4.	190
Figura 10.117 Topografías y vistas de planta por triplicado, correspondientemente, de la muestra B5.	191
Figura 10.118 Topografías y vistas de planta por triplicado, correspondientemente, de la muestra B6.	191
Figura 10.119 Topografías y vistas de planta por triplicado, correspondientemente, de la muestra B7.	191
Figura 10.120 Topografías y vistas de planta por triplicado, correspondientemente, de la muestra B8.	192

CAPÍTULO 1

INTRODUCCIÓN

Las pruebas de energía superficial y adhesión neumática permiten entender de una forma científica y técnica los mecanismos de deterioro de la carpeta asfáltica como lo son el daño por humedad, fenómeno que es frecuente en carretera. Es por ello que se hace importante detallar de manera adecuada cómo debe de prepararse la muestra para que ambos ensayos posean repetibilidad y permitan una caracterización adecuada del agregado, ya que tanto el ligante asfáltico como el agregado forman parte esencial en las propiedades fisicoquímicas y mecánicas de los pavimentos.

1.1 Alcance del proyecto

El objetivo de este proyecto es determinar las mejores condiciones de preparado de muestra de agregado mineral, calizo y silíceo utilizados en la construcción de carreteras, para que las pruebas de energía superficial y adhesión neumática generen resultados con repetibilidad, disminuyendo así los factores de variación durante su realización y debido a que el fenómeno es afectado de manera superficial y heterogénea debido a su diversidad en contenido mineral y relieve es por ello que se analiza topológica y elementalmente. Lo anterior con el fin de generar un protocolo para dichos ensayos.

El proceso experimental se realizó en 4 etapas. La primera de ellas tuvo como objetivo la caracterización del agregado mineral con el fin de conocer la identidad física de las muestras que posteriormente serán ensayadas.

La segunda etapa consistió en generar acabados homogéneos a dos niveles distintos controlando el tiempo de trabajado para los agregados minerales. Mediante dos métodos se evaluó cuál es la forma adecuada de preparar dichas muestras para que los resultados de la siguiente etapa puedan ser repetidos.

Como etapa posterior se realizaron las pruebas de energía superficial y adhesión neumática a las muestras previamente preparadas con el fin de conocer el ángulo de

contacto y resistencia a la adhesión mecánica correspondientemente.

El ángulo de contacto es una medida indirecta de la energía superficial del agregado mineral, por lo que el objetivo final es mejorar tanto las lecturas de energía superficial como la resistencia a la adhesión neumática.

Como cuarta y última etapa se realizó la determinación topológica de las muestras que revelaron los mejores resultados en las pruebas adhesión neumática y energía superficial así como su perfilado elemental con el fin de conocer su composición local y con ello desarrollar un protocolo basado en estos principios que permita reproducir todos los resultados anteriores.

CAPÍTULO 2

ASPECTOS GENERALES

Los agregados utilizados en la construcción de pavimentos representan más del 90 %v/v, del material utilizado en la mezcla asfáltica utilizada en carretera. Es por ello que factores como la forma, angularidad y textura son importantes en el estudio de los mismos en cuanto a las propiedades fisicoquímicas y mecánicas en el desempeño de la mezcla asfáltica (Ishai y Craus, 1996).

Como la mezcla asfáltica es un material multifásico y heterogéneo compuesto de ligante asfáltico, agregado mineral quebrado y aire, sus propiedades están en función de la relación con la que las mismas son añadidas por lo que los rangos de trabajo. Las propiedades del ligante y agregado definen las propiedades de la mezcla como tal (Forde, 2009).

Se entiende por agregado mineral cualquier material granular duro de composición mineralógica como la grava, escoria o la roca triturada usada para ser mezclada en diferentes tamaños. El ligante asfáltico utilizado en la mezcla asfáltica tiene como constituyentes predominantes los bitúmenes que aparecen en la naturaleza o se obtienen en el procesamiento del petróleo cuya composición tiene proporciones variables del crudo (Ministerio de Obras Públicas y Transporte, 2010).

2.1 Criterios de selección

La selección de agregados minerales en el uso de carreteras se puede clasificar mediante los siguientes criterios físicos para poder ser considerados en el uso de pavimentos:

Tamaño máximo nominal: Esta propiedad viene dada por la criba superior inmediata que retiene más del 10 % de la muestra de agregado (Ministerio de Obras Públicas y Transporte, 2010). Los agregados se clasifican de manera más detallada como finos y gruesos dependiendo del paso de los mismos por el tamiz #4 (4.75 mm) (Ministerio de Obras Públicas y Transporte, 2010). Lo anterior es competente debido

a que en materia de pavimentos los agregados minerales usados en general son una mezcla de los anteriores, tanto finos como gruesos con un aporte importante del agregado grueso.

Composición: Entre los componentes minerales en los agregados se encuentran el carbonato de calcio, el óxido de magnesio, el óxido de hierro y el óxido de aluminio para el agregado calizo y para la grava uno de los principales componentes es el óxido de silicio (Khorram *et al.*, 2017). En algunos agregados sedimentarios se han encontrado hidróxidos de hierro (Blake, 1989).

Origen: Los agregados minerales se pueden clasificar según su formación, ya sea de forma natural o artificial, lo cual se detalla a continuación:

- **Naturales:** Entre esta categoría los más simples de estudio son los agregados ígneos, sedimentarios y metamórficos (Gálvez, *sf*), ya que son los de interés en construcción de pavimentos. Ahora bien una descripción de los anteriores se menciona brevemente:
 - *Sedimentarias:* Como su nombre lo indica las variables como presión, carga y tiempo provocan que los sedimentos se depositen para formar partículas sólidas, ya sea por fenómenos como el agua, viento o hielo. La anterior se destaca por tener una estructura compuesta por capas, las que corresponden a depósitos en el tiempo (The Asphalt Handbook, 1947). En esta clasificación se encuentran los agregados calizos y silíceos.
 - *Ígneas:* Este tipo es de origen volcánico, ya que se forman por medio de enfriamiento de magma expulsada por cuerpos volcánicos. Cabe destacar su subdivisión en extrusivas e intrusivas, donde la segunda también llamada plutónica, difiere de la primera debido a que el enfriamiento es a altas profundidades, mientras que la volcánica se da a nivel superficial (The Asphalt Handbook, 1947).
 - *Metamórficas:* Son agregados que se caracterizan por los planos paralelos y sus distintas orientaciones debido a la acción de alta presión, alta temperatura y solventes que han causado la foliación del agregado, lo

cual causa la acumulación de esfuerzos cerca de los límites de grano y de unión interplanar (The Asphalt Handbook, 1947).

- **Artificiales:** Estos son materiales reciclados de obras anteriores los cuales pueden ser producto de demoliciones y restos (escorias) de otros procesos industriales. Lo anterior quiere decir que pueden ser generados mediante el calentamiento de materia prima en cierto proceso que por simple simultaneidad están bajo el mismo sistema y por ende se forma agregado mineral, caso usual son los hornos, debido a que por las altas temperaturas y contaminantes pueden generar minerales dentro de los mismos.

Entre los tipo de agregados más comunes utilizados en la construcción de pavimentos que se encuentran en Costa Rica están:

Gravas: Según Hogan la grava es considera un producto comercial importante para la construcción y en especial para los pavimentos, largos depósitos de este mineral es comúnmente hallado como resultado de la erosión de rocas (Gbeve, 2013). También se destaca que los cúmulos que se encuentran son de origen sedimentario por lo que los depósitos se destacan por su alto contenido de silicatos (ASTM D8, 2018) y presentar una cantidad de finos intermezclados pequeños, como lo son las arcillas o arenas.

Calizas: Según Dunham el agregado calizo constituye una gran sección de las rocas minerales, además de que su origen y secuencia en los granos depende de la disponibilidad de los carbonatos. El agregados calizo se caracteriza por tener una composición mayoritaria de carbonato de calcio (ASTM D8, 2018), el cual se deposita con el tiempo en formas de capas por lo que tanto sus propiedades físicas y químicas están dadas por la disposición de estos minerales y el tiempo de deposición.

2.2 Propiedades de consenso

Estas propiedades se vuelven importantes en la selección de agregado *in situ*, ya que son criterios técnicos que permite la adecuada elección de agregado, si bien las mismas no representan una justificación científica, han revelado ser de utilidad para

la selección de agregado para mezcla asfáltica en carreteras.

2.2.1 Graduación

Esta propiedad corresponde a la distribución de tamaño de partícula que cierta cantidad de muestra posee (The Asphalt Handbook, 1947). A partir de esta distribución se puede clasificar de la siguiente forma:

Denso: Este tipo de graduación tiene tamaños diferenciados los cuales varían en el espectro de finos a gruesos, esto genera que el relación de vacíos sea bajo por lo que su permeabilidad es pequeña (The Asphalt Handbook, 1947), lo que genera que fenómenos como difusión o humectación sean menos facilitados.

- **Grueso:** Al contener una menor capacidad de absorber asfalto requiere de mayor compactación, esto con el fin de que exista una homogeneidad de la superficie de la carpeta asfáltica, además de que tiene una estructura porosa y permite que tenga menos deformación superficial (The Asphalt Handbook, 1947).
- **Fino:** Tiene una capacidad elevada de absorber ligante asfáltico lo que produce que el agregado necesite poca compactación durante la construcción de la carretera.

Uniforme: Este tipo de graduación consiste en partículas que tiene un tamaño específico o bien que la relación con otros tamaños es muy pequeña, es decir, existe una predominancia de tamaño. Como el impedimento estérico es alto, eso provoca que tenga alta permeabilidad lo que la convierte es una opción desfavorable para mezcla asfáltica (The Asphalt Handbook, 1947).

Discontinuas: Corresponden a aquellas partículas de agregado de cierto rango específico de tamaño, típicamente medio, a las cuales se les atribuye alta relación de vacíos (The Asphalt Handbook, 1947).

2.2.2 Tamaño máximo nominal

Según Hasan *et al.* indica que este corresponde a la abertura del tamiz inmediatamente menor al tamaño máximo absoluto, cuando por dicho tamiz pasa el 90 %m/m o más de la masa del árido. Cuando pasa menos del 90 %m/m el tamaño máximo nominal se considera igual al tamaño máximo absoluto¹, es decir, el tamaño que queda retenido en el tamiz que representa al menos el 10 %m/m del agregado inicial (AASHTO M323, 2017).

Los agregados minerales que se pueden extraer, son catalogados como arcillas, limo, arena, gránulos, guijos, guijarros y bloques, los cuales corresponden a un tamaño promedio como se presenta en el Cuadro 2.1.

Cuadro 2.1. Nomenclatura de agregados por tamaño de partículas de acuerdo a la norma ISO 14688.

Nomenclatura	Rango promedio, ϕ /(μm)
Bolones	<64 000
Grava	2000 a 64 000
Arena	63 a 2000
Limo	2 a 63
Arcilla	>2

Dependiendo de la proporción másica de estos agregados dentro de la mezcla asfáltica se cataloga como mezcla gruesa o fina, por lo que las propiedades que la mezcla asfáltica posea está directamente relacionada a esta relación.

El tamaño máximo nominal toma real importancia conforme se trabaja con un módulo de finura alto, ya que si el agregado fino se contamina con otra fracción de agregado se debe corregir la cantidad de ligante adicionado a la mezcla asfáltico, provocando cambios en las propiedades físicas y mecánicas de la mezcla.

2.2.3 Porcentaje de relleno mineral

Esta propiedad describe la cantidad de material que pasa el tamiz #200 (75 μm) de cierta cantidad de agregado. Esta propiedad revela importancia en la mezcla

¹Corresponde a la abertura del menor tamiz de la serie establecida, que deja pasar el 100 %m/m de la masa del árido.

asfáltica, ya que disminuye la relación de vacíos mediante la disminución de la compactación, permeabilidad y desempeño de la carretera (The Asphalt Handbook, 1947).

2.2.4 Angularidad

Las superficies fracturadas permiten estimar la cubicidad del agregado, donde las superficies mayormente anguladas corresponden a aquellas que al menos el 25 %m/m de su superficie proyectada está fracturada. En el caso de agregado grueso el método Superpave brinda valores nominales para esta propiedad.

La cubicidad del agregado mineral forma parte importante de la mezcla asfáltica, ya que la misma es proporcional al área de contacto durante el proceso de mezclado. Al aumentar el área de contacto la energía libre de Gibbs de mezcla aumenta, provocando que la operación de adhesión sea espontánea y eficiente (Extrand, 2003). En el Cuadro 2.2 se observan los parámetros necesarios para poder estimar la angularidad de agregado grueso.

Cuadro 2.2. Parámetros utilizados para la angularidad de agregado grueso (Mcgennis *et al.*, 1996)

Carga de diseño, $ESAL's/(10^6)$	Profundidad desde la superior <100 mm, $P_{<100\text{ mm}}/(mm)$	Profundidad desde la superior >100 mm, $P_{>100\text{ mm}}/(mm)$
<0.3	55/-	-/-
<1	65/-	-/-
<3	75/-	50
<10	85/80	60
<30	95/90	80/75
<100	100/100	95/90
≥ 100	100/100	100/100

2.2.5 Sanidad

También conocida como disgregabilidad, se refieren a la resistencia del agregado a condiciones climáticas como lo es la humectación y secado por efecto de lluvias o bien el congelamiento y descongelamiento por efecto térmico (Brown *et al.*, 2009).

En el caso de las determinaciones de esta propiedad se realizan baños de sulfato de magnesio o sodio en agregado con el fin de conocer el crecimiento de sales en el mismo, esto simula el crecimiento de cristales de agua en épocas de nevada y el efecto de humectación por el agua en el baño.

2.3 Proceso de conminución

Esta operación unitaria de disminución de tamaño, en Costa Rica, generalmente se realiza en una o dos etapas, por lo que el tamaño va a estar determinado por el rendimiento del quebrador y la distancia intermandibular.

Varias empresas nacionales han variado sus procesos con el fin de satisfacer las necesidades que tienen durante su operación, además de que sus objetivos pueden ser distintos, ya que existen empresas particulares para la producción de agregado para concreto y otras para pavimentos. Otro factor importante durante la optimización y rediseño del proceso es el costo de operación que generalmente se trata de minimizar grandemente en este tipo de compañías (Araya, 2010).

Ahora bien el proceso de quebrado de agregado consiste en la extracción de cantera o bien de río, donde el agregado pasa a su posterior traslado hacia el quebrador primario. Esta primera operación genera producto de rango nominal de (2 a 15) in, para su posterior tamizado, si es el caso de que se retiene mucho producto el mismo puede enviarse nuevamente a un quebrador secundario (posiblemente cónico), el cual retorna su producto a la operación de tamizado para su posterior selección (Araya, 2010), tal como se observa en la Figura 2.1.

La Figura 2.1 representa la distribución normal de planta durante el quebrado de agregado donde para evitar el uso de bandas transportadoras adicionales los equipos permiten estar relativamente cerca y en serie, exceptuando por el reciclo del segundo quebrador.



Figura 2.1. Distribución de planta de quebrado de agregado de "Las flores del Chirripó" (Araya, 2010).

2.4 Propiedades fisicoquímicas

Entre las propiedades de los agregados que pueden estar relacionadas a la adhesión se encuentran aquellas que están en función del área de contacto entre sustancias, las volumétricas y morfológicas; las cuales son fundamentales durante las fases de carga en el pavimento.

Lo anterior es de vital importancia debido a que estas propiedades definen el desempeño del material dentro de la matriz bituminosa por lo que su selección y rango de trabajo definen el tratamiento de las muestras con las que se trabajan.

2.4.1 Esfericidad

La esfericidad de los agregados se refiere a una escala propuesta por Wadell donde expresa la esfericidad como la característica morfológica de un sólido relativo a una esfera con el mismo volumen y gravedad específica y con base en la propiedad isoperimétrica de la esfera. Lo que permite definir la relación de verdadera esfericidad como:

$$\frac{S_{\text{esf}}}{S_m} = GVE \quad (1)$$

Dónde:

S_{esf}	Área lateral de una esfera ideal	m^2
S_{m}	Área de muestra de una esfera ideal	m^2
GVE	Grado verdadero de esfericidad	adim

Lo anterior se considera perjudicial para los agregados que se quieran utilizar en pavimentos debido a que disminuye la interacción interfacial ante la aplicación de carga externa (Masad, 2007).

2.4.2 Redondez

Esta característica explicada por Wadell es una cualidad de un objeto a mostrar redondez como la de una esfera o cuerpo globular la cual viene dada por:

$$\frac{C_{\text{esf}}}{C_{\text{m}}} = GVC \quad (2)$$

Dónde:

C_{esf}	Circunferencia de una esfera ideal	m
C_{m}	Circunferencia de la muestra	m
GVC	Grado verdadero de circularidad	adim

Es importante destacar que la redondez se aplica a los bordes del cuerpo, mientras que la circularidad es un término aplicado al cuerpo en estudio (Wadell, 1933).

2.4.3 Vesicularidad

Se refiere al porcentaje en fracción volumétrica del grado de interconectividad del agregado. El cual también puede estar dado como una distribución de tamaño, forma, espesor de paredes, grado de conectividad o modificaciones de tamaño y forma (morfología) como lo es la coalescencia o colapso (Thomas *et al.*, 1994).

Esta propiedad puede ser determinada mediante picnometría gaseosa (Murcia *et al.*, 2013).

2.4.4 Fragmentación

También como relación de caras fracturadas. Esta se puede dar debido a dos factores importantes ya sea por actividad en el trasiego de agregado o bien durante el trabajado mecánico de la misma como lo es la molienda. Es aquí donde se encuentran distintas clasificaciones como lo son los bloques densos angulares, la escoria, y los fragmentos volcánicos metamórficos o sedimentarios (Murcia *et al.*, 2013).

Esta propiedad es inversamente proporcional a la redondez y esfericidad, donde los materiales utilizados en pavimentos requieren del mayor porcentaje de fragmentación, ya que con ello el área interfacial aumenta y con ello la posibilidad de generación fuerzas en la interfase con el ligante asfáltico.

2.4.5 Micro rugosidad

La rugosidad es una característica de un material la cual se cuantifica como la tasa de cambio entre el área transversal del objeto entre la longitud de muestreo del material como se observa en la Figura 2.2 y en la ecuación (3).

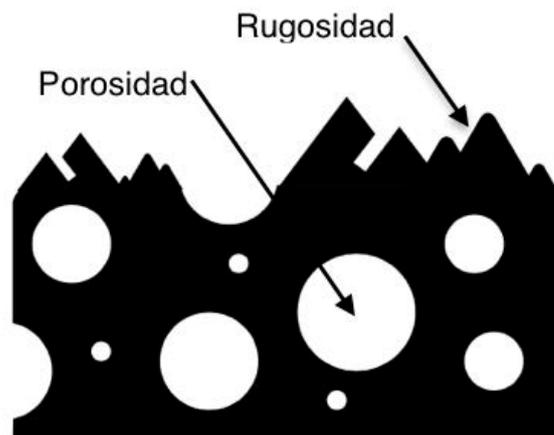


Figura 2.2. Perfil de un material que presenta rugosidad y porosidad simultáneas (Elaboración propia, 2019).

$$\bar{Z} = \frac{\int_0^{L_m} |y| dx}{L_m} \quad (3)$$

Dónde:

\bar{Z}	Rugosidad lineal promedio global de la muestra	m
L_m	Longitud de análisis	m

O bien, en el caso del Wenzel se habla de una corrección por factor de rugosidad el cual solamente contempla la desviación del área con respecto a la superficie ideal (Wenzel, 1936). La anterior corrección se puede realizar solamente mediante métodos superficiales. Entre los métodos de determinación que permiten conocer este factor superficial está la microscopía de fuerza atómica y las diferentes formas de perfilometría, ya sea la de contacto o la óptica, la anterior corrección se determina mediante el uso de la ecuación (4).

$$f_s = \frac{S_m}{S_{ideal}} \quad (4)$$

Dónde:

f_s	Factor de corrección por rugosidad superficial	adim
S_{ideal}	Área ideal de muestreo	m ²

Ahora bien, en la sección 2.4.8 se explica con mayor detalle de otros medios de corrección cuando los materiales exhiben fenómenos de rugosidad y porosidad. Para los casos de estudio la microrugosidad puede ser determinada de forma lineal o superficial. Como los fenómenos de adhesión son fenómenos que se dan en una interfase la determinación de los mismos se debe realizar de forma superficial donde la rugosidad se redefine en la ecuación (5):

$$Z_a = \frac{1}{S} \iint_S |z_{(x,y)}| dx dy \quad (5)$$

Dónde:

Z_a	Rugosidad media	m
S	Área de integración	m ²
$z_{(x,y)}$	Distribución de altura	m
x	Posición x sobre la mesa	m
y	Posición y sobre la mesa	m

La distribución de altura de la muestra tiene como estadígrafos característicos la desviación cuadrática media, asimetría y curtosis, donde cada una de ellas se definen en las ecuaciones (6), (7) y (8):

$$Z_{\text{RMS}} = \frac{1}{S} \sqrt{\iint_S |z^2_{(x,y)}| dx dy} \quad (6)$$

$$Z_{\text{Ssk}} = \frac{1}{Z_{\text{RMS}}^3 S} \iint_S |z^3_{(x,y)}| dx dy \quad (7)$$

$$Z_{\text{Sku}} = \frac{1}{Z_{\text{RMS}}^4 S} \iint_S |z^4_{(x,y)}| dx dy \quad (8)$$

Dónde:

Z_{RMS}	Rugosidad cuadrática media	m
Z_{Ssk}	Estadígrafo de asimetría	m
Z_{Sku}	Estadígrafo de curtosis	m

Las ecuaciones anteriores tiene relevancia como criterios de conformidad de textura, ya que cada uno de ellos prescribe información adicional del estado físico de la superficie. En el caso de la desviación cuadrática, permite conocer el grado de desviación e imperfección que usualmente es utilizado en evaluaciones ópticas de la superficie.

Mientras que la asimetría permite conocer la homogeneidad del acabado de la superficie al conocer la distribución de altura, ya que para valores positivos, el contenido de picos sobre la muestra es alto por lo que la distribución tenderá a la baja, mientras que para valores negativos existe un contenido de valles mayores los cuales provocan que la tendencia medial sea elevada.

Por último, la curtosis permite conocer la resistencia a la rayadura, grado de im-

perfección y presencia de vacíos superficiales, ya que la misma al depender inversamente de la potencia cuarta de la desviación cuadrada, las pequeñas desviaciones son percibidas de forma muy abrupta, y por ende, se pueden conocer los efectos de estas perturbaciones fácilmente.

2.4.6 Porosidad

Esta propiedad de los agregados está relacionada a la tasa de volumen de vacíos con el volumen total del cuerpo (Athy, 1930).

$$\zeta = \frac{V_v}{V_{tot}} \quad (9)$$

Dónde:

ζ	Porosidad superficial	adim
V_v	Capacidad volumétrica de vacíos	m ³
V_{tot}	Capacidad volumétrica total del cuerpo	m ³

Una representación de los conceptos anteriores se muestra en la Figura 2.2, tanto para la rugosidad como para la porosidad.

2.4.7 Dureza

Como la mayoría de agregados minerales se exponen a distintas transformaciones físicas y operaciones industriales la dureza es una propiedad que está relacionada directamente con la trabajabilidad, resistencia al corte y maquinabilidad (Ersoy y Waller, 1995).

Básicamente la dureza se refiere a la resistencia de un material a ser penetrado por otro (Avner, 1974). No se omite que esta propiedad mecánica es afectada directamente por la anisotropía del material, esto quiere decir, debido a que el mismo contiene distinta composición de forma aleatoria, las propiedades del material son direccionalmente dependientes y por ende debe tenerse en cuenta de que las cargas y demás esfuerzos aplicados sobre la misma afectarán de forma diferenciada (Ersoy

y Waller, 1995).

2.4.8 Energía superficial

Esta propiedad abarca los grupos, moléculas o átomos que se encuentran en la superficie de un material, los cuales pueden interactuar con otros grupos, moléculas o átomos que se aproximen a dicha superficie, existe un potencial entre la superficie y el interior del cuerpo, ya que un material solo puede reaccionar con átomos o moléculas similares, a dicho potencial se le conoce como energía superficial (Fletcher, 1991).

El trabajo de adhesión se refiere a la cantidad de energía que se requiere para poder romper las fuerzas intermoleculares que una sustancia ejerce sobre un sustrato (Fletcher, 1991). Lo anterior se resume en la ecuación de Young-Dupré:

$$-\Delta\mu_{AB} = W_{AB} = \frac{\lambda_1^T}{2}(1 + \cos\theta_{sl}) = \sqrt{\lambda_1^{LW}\lambda_s^{LW}} + \sqrt{\lambda_1^+\lambda_s^-} + \sqrt{\lambda_1^-\lambda_s^+} \quad (10)$$

Dónde:

μ_{AB}	Energía de Gibbs del sustrato y líquido	J/m ²
W_{AB}	Trabajo de adhesión	J/m ²
λ_1^T	Energía superficial total	J/m ²
θ_{sl}	Ángulo de contacto entre el sustrato y el líquido de prueba	adim
λ_1^{LW}	Componente dispersiva del líquido	J/m ²
λ_s^{LW}	Componente dispersiva del sustrato	J/m ²
λ_1^+	Componente ácida del líquido	J/m ²
λ_1^-	Componente básica del líquido	J/m ²
λ_s^+	Componente ácida del sólido	J/m ²
λ_s^-	Componente básica del sólido	J/m ²

El ángulo de contacto mencionado en la ecuación (10) debe ser corregido debido a la heterogeneidad y porosidad del agregado, es por ello que autores como Wenzel brindan una simplificación al problema añadiendo una corrección por rugosidad, el

cual corresponde a la definición de la ecuación (4) de la sección 2.4.5 (Wenzel, 1936).

$$\cos \hat{\theta}_{sl} = f_S \cos \theta_{sl} \quad (11)$$

Dónde:

$\hat{\theta}_{sl}$ Ángulo de contacto corregido entre el sólido y el líquido adim

Donde el método adecuado de corrección, para el agregado, consiste en tomar en cuenta que el radio de las gotas, en la interfase². Es una función del tiempo y de las fuerzas externas e internas, como la gravedad, viscosidad y capilaridad, que afectan la forma de la gota en el método de gota sénil (Härth y Schubert, 2012).

Cassie y Baxter reportan el caso donde si el material exhibe una porosidad pequeña y una rugosidad apreciable la ecuación (12) se resume por la propuesta por Wenzel, pero de lo contrario se debe tomar en cuenta el relación de vacíos que el material presente y se debe hacer uso de la ecuación (12).

$$r_{(t)} = r_{eq} \left[1 - \exp \left(- \left(\frac{2\lambda_{lg}}{r_{eq}^{12}} + \frac{\rho g}{9r_{eq}^{10}} \right) \frac{24\tau V^4(t + t_0)}{\pi^2 \eta} \right) \right]^{\frac{1}{6}} \quad (12)$$

Dónde:

$r_{(t)}$	Radio de la gota de líquido de prueba en función del tiempo	m
r_{eq}	Radio en equilibrio temodinámico de la gota de líquido de prueba en función del tiempo	m
λ_{lg}	Energía supeficial entre el líquido y el gas	J/m ²
ρ	Densidad del líquido	kg/m ³
g	Aceleración de la gravedad local	m/s ²
τ	Factor de forma de la gota	adim
t	Tiempo de ensayo	s

²Se entiende interfase como la superficie geométrica que limita el dominio de dos fluidos, lo cual indica que la misma no posee un espesor ni rugosidad alguna (Berthier, 2008).

t_0 Retraso de la medición s

η Viscosidad dinámica del líquido Pa · m

El ensayo de energía superficial por método de gota sésil utiliza distintos líquidos de prueba, algunos de carácter orgánico donde los mismos se pueden ver contaminados fácilmente o bien atraer el agua. Según Berthier este proceso de hidratación genera una variación del valor estimado para λ_{sl} , ya que el mismo varía en función de la concentración del líquido en la mezcla, provocando así divergencia en la medición de ángulos de contacto.

Parte del estudio de energía superficial puede ser afectado por agentes humectantes que se difunden en la matriz de sustrato de trabajo es por ello que el trabajo de adhesión está en función de la cantidad de fases sobre la interfase, tal como se observa en la la Figura 2.3.

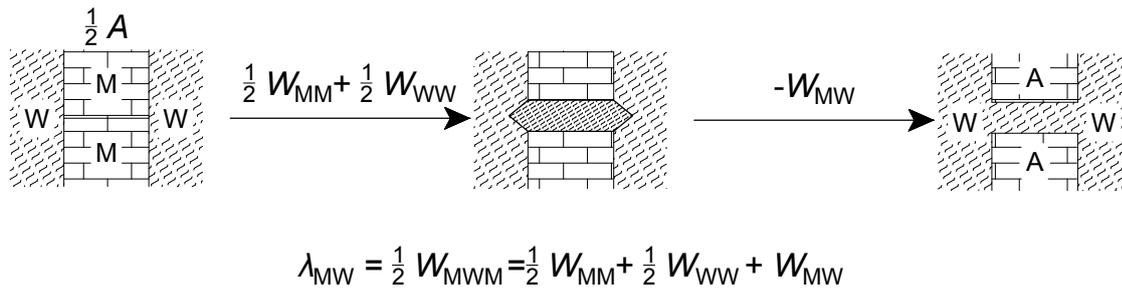


Figura 2.3. Representación gráfica del trabajo de adhesión de un material expuesto a un agente humectante.

Muchos años de experimentación y pruebas permitieron descubrir que el aporte de dispersivo y polar en la energía superficial afecta de forma separada como se muestra en la ecuación (13).

$$\lambda^T = \lambda^{LW} + \lambda^+ \quad (13)$$

Fowkes relaciona el trabajo de adhesión como una contribución de energía libre Gibbs y su tendencia con la temperatura, como contribución entrópica, a los aportes entálpicos calculados por la teoría de Drago; desafortunadamente, solo se han recopilado pocos ángulos de contacto en función de la temperatura para este objetivo, y por lo tanto la teoría no está bien probada (Mittal y Anderson, 1991).

El segundo enfoque de Van Oss *et al.*, es muy interesante porque necesita datos de ángulo de contacto solo a una temperatura y, por lo tanto, funciona directamente con energía libre de Gibbs. El método intenta incluir un límite de la teoría de Drago asignando a cada superficie material tanto un componente ácido como un componente base. Se han publicado muchos resultados (a menudo contradictorios) (Van Oss *et al.*, 1986). Durante la investigación bibliográfica se encuentran dichas inconsistencias por lo que se decide no utilizar este método.

Algunas suposiciones planteadas por Van Oss *et al.* se presentan a continuación:

- Las superficies analizadas tienen aportes de básicos sistemáticamente mayores que los aportes ácidos, por lo que generalmente "parecen" mucho más básicos que ácidos.
- Los resultados dependen en gran medida de la elección de los tres solventes utilizados para las mediciones.
- Las incógnitas de los cálculos son, en la práctica, las raíces de los componentes de la tensión superficial y, en algunos casos, suponen valores negativos.

Ahora bien, según Della Volpe y Siboni se basan en un criterio opuesto a Van Oss *et al.*, al promover la idea de que los aportes polares son distintos y que deben estimarse de forma separada para evitar pérdida de información durante la estimación de la energía superficial (Della Volpe y Siboni, 1997). Este método permite disminuir las determinaciones de componentes de raíz negativa por lo que se escoge debido a los siguientes criterios:

- Se basa en las entalpías de la formación en la interfase gaseosa o mal solvatados.
- No supone que las superficies sólidas sean monopolares o líquidos encerrados en geles.
- El sistema de ecuaciones para determinar las raíces de los tres aportes de la energía superficial son linealmente dependientes del coseno del ángulo de contacto por lo que su resolución es programable directamente.

2.4.9 Adhesión

Se refiere a la fuerza molecular de atracción que se ejerce cuando dos cuerpos se encuentran bajo una carga aplicada, donde la carga puede ser aplicada por campos externos al cuerpo; donde la fuerza de separación generalmente es externa y mecánica (Maugis y Barquins, 1978). Este tipo de adhesión puede verse expresado mediante el trabajo de adhesión el cual se presenta en la ecuación (10).

La adhesión se expresa mediante el trabajo necesario para unir dos cuerpos los cuales tienen energías superficiales distintas, tal como se observa en la Figura 2.4.



Figura 2.4. Representación gráfica de la adhesión de dos materiales (Elaboración propia, 2019).

También una definición para la adhesión que se aplica a los ensayos de energía superficial donde la muestra tiene un carácter de matriz mineral, es el cambio de energías libres o trabajo reversible realizado para separar el área unitaria en dos superficies idénticas, en el caso de la mezcla asfáltica se habla del ligante asfáltico y agregado mineral (Berthier, 2008).

Ahora bien la adhesión es un fenómeno que sucede en la interfase de los dos cuerpos de estudio, donde el esfuerzo en la capa límite que separa ambos cuerpos es menor que la resistencia que ejerce individualmente los componentes de cada cuerpo, lo que provoca desnudamiento o arrastre de partículas en la superficie de los cuerpos en estudio; fenómeno importante en el daño por humedad ya que el agua usualmente disminuye grandemente la resistencia interfacial promoviendo la oxidación, envejecimiento y posterior daño en la carpeta asfáltica.

2.4.10 Cohesión

Esta propiedad considera la tendencia de partículas idénticas o similares a aferrarse y mantenerse aglomeradas para comportarse como un mismo cuerpo, tal como se observa en la Figura 2.5.

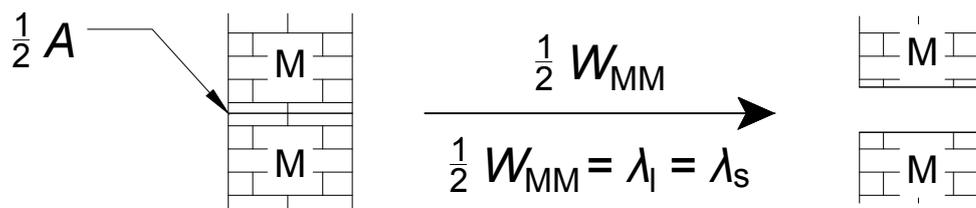


Figura 2.5. Representación gráfica de la cohesión de un material (Elaboración propia, 2019).

Una definición análoga a la explicada en la sección 2.4.9 sería el trabajo reversible necesario para poder separar un mismo material en dos áreas de superficie idéntica. Esta propiedad es importante, ya que define un criterio para poder conocer la resistencia del material a separarse. En el caso del agregado es importante este valor para conocer la energía necesaria para realizar la operación de conminución o de manera indirecta conocer la energía necesaria para que un agregado se fragmente.

2.4.11 Relación de vacíos superficiales

Se refiere a la cantidad de vacíos que posee el cuerpo a nivel superficial, los cuales pueden ser ocupados por fluido, en este caso no se toman en cuenta los vacíos dentro del sólido sino que solamente afectan los de la capa más externa, los cuales son susceptibles a generar micro esfuerzos o ser llenados con sustancias, ya que estos son los que afectan directamente el área de contacto.

Esta propiedad es importante, ya que permite corregir la cantidad de ligante asfáltico añadido a la mezcla asfáltica, debido a que agregados con mayor relación de vacíos tienden a necesitar mayor cantidad de ligante para poder impermeabilizar la superficie del agregado (Baldi *et al.*, 2016).

CAPÍTULO 3

MÉTODOS TOPOGRÁFICOS

Como parte importante en la cuantificación de propiedades se detallan los principios físicos o químicos en los que se fundamentan las determinaciones y las pruebas de ensayo, ya que cada una de ellas proveerá de un resultado que permitirá caracterizar el agregado.

La técnica como la microscopía de fuerza atómica (AFM por sus siglas en inglés) brinda resultados de topografía y rugosidad local, ya que con su punta, permite tener una alta resolución de una sección del material muy específica, mientras que la microscopía electrónica de barrido acoplado con el cañón de rayos X (SEM y XRF por sus siglas en inglés, correspondientemente) permite conocer a la misma escala la topografía del material y de manera simultánea se puede obtener su composición global elemental.

Ambas técnicas son de gran importancia debido a que tienen dos principios físicos distintos de visualización topográfica de materiales lo cual permite comparar dichos perfiles.

Al aumentar la escala de medición pueden presentarse diferentes resultados, es por ello que es necesario establecer un perfil topográfico mediante el uso de un perfilómetro de contacto (SCP por sus siglas en inglés) y de paso conocer el área real de la muestra con el fin de realizar correcciones al ángulo de contacto y de paso obtener los valores de rugosidad para evaluar el acabado final. Este último método permite mapear la superficie de la muestra en dimensiones significativas a los ensayos.

3.1 Microscopía de Fuerza Atómica (AFM)

Este tipo de técnica se ha desarrollado con múltiples aplicaciones en el ámbito micro y nanoscópico con el fin de poder dar detalle a los fenómenos superficiales y a las propiedades de distintos materiales.

Como el caso de la fractura de polímero y sílica la cual se estudió mediante el uso

de técnicas morfológicas y topográficas (Zhong *et al.*, 1993).

El fundamento físico de esta medición se basa en un punzón unido a una ménsula a la cual se le dispara un láser, donde el constante movimiento de la punta cambia la dirección del mismo por lo que el detector puede realizar el perfil o la topografía si así lo desea tal como lo se representa en la Figura 3.6.

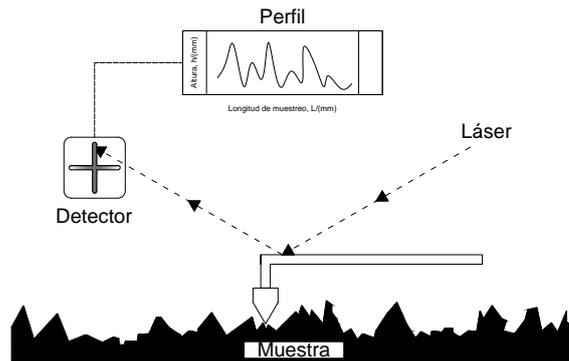


Figura 3.6. Diagrama del funcionamiento básico del microscopio de fuerza atómica (Elaboración propia, 2019).

Este tipo de microscopía permite conocer valores de adhesión, rugosidad y mapeo topológico mediante el uso de distintos modos de medición, entre ellos se encuentra el modo de contacto, el libre y el de fuerza pulsada, el cual permite acercarse a la superficie a analizar, tal como se observa en la Figura 3.7.

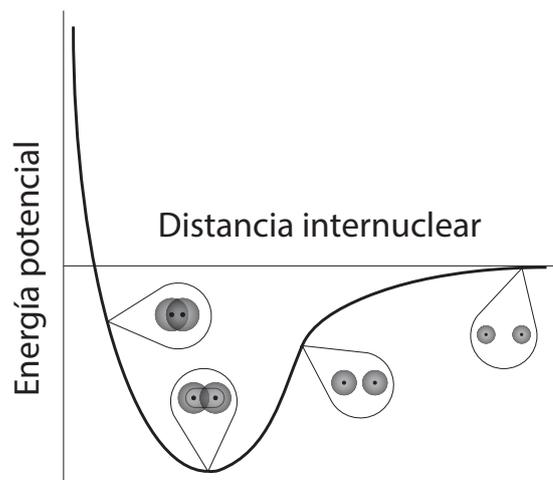


Figura 3.7. Infógrafo de la energía interna en función de la distancia interatómica (Elaboración propia, 2019).

Donde la sección más alejada del mínimo global describe el ensayo en modo no contacto mientras que conforme se acerca al mínimo global se trabaja con el modo de contacto y de forma oscilante a este punto se define el modo de fuerza pulsada.

3.2 Microscopía electrónica de barrido (SEM)

Esta técnica también conocida por sus siglas en inglés como SEM, se encarga de generar un perfil topológico fotográfico de las superficies de la muestra; el cual puede ser acoplado a un cañón de rayos X para conocer la composición del material en estudio.

Este método permite mediante el uso de un filamento de wolframio termoiónico (ver la Figura 3.8) por el cual viaja un flujo de electrones de alto voltaje, el cual bombardea la muestra y donde los electrones residuales son atraídos al ánodo por una diferencia de potencial los cuales transmiten su momento lineal a un detector el cual transmite la información de las partículas expulsadas describiendo el perfil o topografía del material (McMullan, 1995).

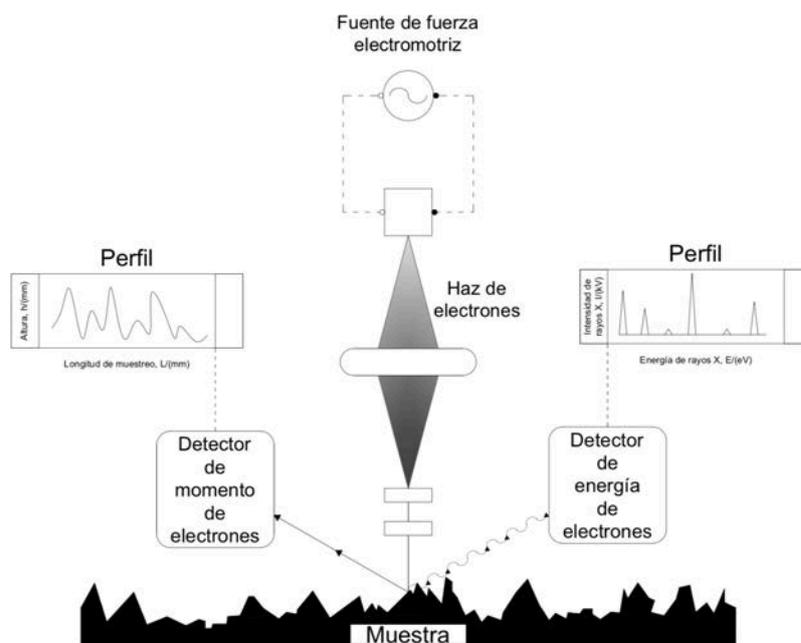


Figura 3.8. Diagrama del funcionamiento básico del microscopio electrónico de barrido (Elaboración propia, 2019).

Este microscopio tiene la versatilidad adicional de tener un cañón de fluorescencia de rayos X (XRF, por sus siglas en inglés) los cuales llegan a un detector y así miden la energía con la que son detenidos los electrones. Esta medida es de gran importancia debido a que brinda la composición de la muestra como se observa en la Figura 3.8.

Para el uso de este equipo la muestra debe ser recubierta en oro de modo que durante la emisión de electrones, la misma se dé sobre la cámara al vacío; donde permita tener una mayor resolución de la topología de la muestra, ya que el mismo solamente puede determinar la topología de las muestras conductoras, es por ello que se debe recubrir la muestra.

Para el análisis XRF no es necesario un pretratamiento de la muestra debido a que la misma es densa, y efectos de transmitancia de la base de soporte o los demás elementos de soporte de la muestra no tienen un efecto directo sobre las mediciones de contenido elemental.

Algunos de los valores recomendados se observan en el Cuadro 3.3. Se debe buscar una corriente en la cual la muestra se sature y permita obtener un brillo adecuado, ya que en la zona de sobresaturación lo único que generaría es que el filamento se quemara. Otro caso particular es que el cilindro de Wehnelt idealmente debería tener una distancia de la muestra de (0.2 a 0.3) mm con el fin de no quemar la muestra o bien no perder la resolución de la superficie.

Cuadro 3.3. Valores de voltaje y corriente recomendados para el uso del microscopio electrónico de barrido.

Microscopio	Corriente, $I/(\mu\text{A})$	Voltaje, $U/(\text{kV})$
SEM	80 a 100	0.5 a 30
TEM	10 a 30	25 a 125

El microscopio está compuesto por una serie de elementos que son los que permiten que sea funcional los cuales se presentan a continuación:

Lentes electromagnéticos: Consiste en un embobinado con núcleo de hierro por el cual una corriente viaja y genera un campo magnético tal que el haz se redirecciona hasta converger o diverger dependiendo de la corriente, donde el punto focal está en función de la corriente que pase.

Sistema de vacío: El mismo debe permitir que la cámara esté a una presión de alrededor de 1×10^{-6} torr esto se obtiene mediante una bomba de rotación utiliza el elemento "*pirani*" y para presiones menores se utiliza la bomba de difusión la cual hace uso del elemento "*penning*".

Sistema de enfriamiento: El sistema enfriamiento utiliza con agua la cual regula el microscopio el cual posee un sistema con bomba turbomolecular la cual contiene un conjunto de abanicos los cuales aplican un campo magnético que atrae las moléculas de aire y las elimina del sistema.

Compresor de aire El sistema cuenta con válvulas reguladoras las cuales son actividades de modo neumático ejerciendo una presión de 5 kg/cm^2 para el caso donde el flujo se debe controlar de forma muy detallada se utilizan válvulas solenoides las cuales se activan o desactivan mediante la aplicación de corriente eléctrica, la cual se transmite directamente a un campo electromagnético el cual la válvula actúa y modifica el flujo.

3.3 Perfilometría

Las mediciones de altura superficial son realizadas mediante efectos físicos de contacto entre una punta y la muestra.

Este equipo mide distintos tipos de rugosidades asociadas a una longitud determinada, donde la unión de múltiples perfiles de muestreo producen un mapeo superficial y, con ello, determinan el área real de la muestra.

El principio de funcionamiento se basa en el uso de un puntero que pasa por la superficie de modo que aplica cierta cantidad de fuerza sobre la misma y las desviaciones (irregularidades) se transmiten al detector y con ello se crea la topografía de la muestra como se observa en la Figura 3.9.

Otros parámetros de forma y estadígrafos pueden ser determinados mediante este equipo los cuales permiten describir de forma precisa la identidad física de la superficie de la muestra. Los antes mencionados se refieren a rugosidad media, raíz cuadrática media, parcial, máxima, asimetría, curtosis, volumen faltante, alturas y

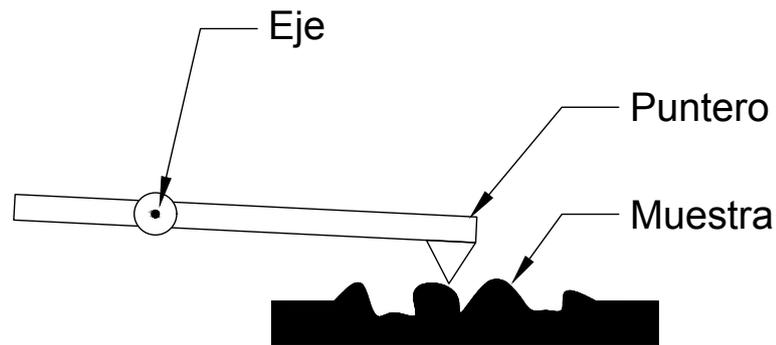


Figura 3.9. Diagrama del funcionamiento básico del perfilómetro (Elaboración propia, 2019).

demás. También permite estimar el área superficial real analizada en relación al área ideal³ muestreada.

Para el caso de agregado mineral, las muestras deben de contar con planiparalelismo con el fin de corregir lo menor posible la superficie por efecto de inclinación de corte o demás operaciones de pretratado de la muestra.

Para este método de determinación topográfica, los agentes químicos como lo son disolventes no tienen un efecto apreciable, pero el desgaste y producción de finos, generados durante el pretratamiento (corte, rectificado o acabado) del ensayo, no es permitido debido a la existencia de partes sensibles al movimiento por lo que la integridad del equipo y del ensayo se ve comprometido.

³Considere área ideal como el área geométrica sin deformación o imperfecciones superficiales.

CAPÍTULO 4

PRUEBAS FISICOQUÍMICA Y MECÁNICA

Las pruebas de energía superficial y adhesión neumática generan información relevante sobre la interacción interfacial entre el agregado mineral y el ligante asfáltico, propiedades que afectan al pavimento desde el punto de vista micro y macroscópico, así que al determinar el comportamiento del agregado mineral ante estas pruebas permitirá caracterizar de manera directa estas interacciones, las cuales son de interés en el diseño de mezcla asfáltica, lo que las convierte en ensayos de corroboración pertinentes para la adecuada preparación de agregados.

4.1 Prueba de energía superficial mediante goniometría

Las determinaciones goniométricas para energía superficial presentan una ventaja para muestras planas y trabajables como lo son los agregados, así que mediante el uso de una cámara digital y software de perfilado se podrá obtener el ángulo de contacto entre las sustancias de prueba y el sustrato.

El goniómetro, el cual se clasifica como microscopio, permite determinar la energía superficial mediante la cuantificación del ángulo de contacto entre el sustrato base y el fluido de prueba, el cual mediante el uso de focalización, contraste y brillo permite aumentar el área donde el líquido de prueba cae como gota sésil. Se establece un perfil monocromático de la gota y con ayuda de líneas base tanto horizontal como vertical se establecen los valores de ángulo de contacto.

El perfil antes mencionado es analizado por un software donde el mismo traza una línea tangente al perfil a ambos lados y determina el ángulo de contacto donde según la norma ASTM D7490 indica que las diferencias entre el ángulo de contacto medido a la derecha e izquierda no pueden superar un valor máximo de 2°.

Adicionalmente, la altura de la punta a la base de la muestra no debe superar los 10 mm y que además la prueba se debe realizar bajo una temperatura ambiente controlada (20 °C) y una humedad relativa fija (50 %), lo anterior para velar la

repetibilidad del ensayo ASTM D7334.

Este ensayo permite conocer la afinidad de distintas sustancias consigo mismas como con otras, ya que al conocer los trabajos de adhesión o cohesión, mediante la medición directa del ángulo de contacto y por consiguiente la energía superficial total de la muestra, permite finalmente conocer la energía necesaria para que el material se mantenga unido o bien logre generar una interacción interfacial con otro material, mediante la comparación directa del trabajo de adhesión.

La versatilidad de este ensayo permite establecer criterios sobre el deterioro o pérdida en la adhesión durante procesos de envejecimiento de los materiales o bien durante cambios químicos que las sustancias pueden experimentar.

4.2 Prueba de adhesión neumática

Ahora la prueba de adhesión neumática permite conocer la resistencia que presenta un determinado material a la carga axial mediante el uso de punzones los cuales ejercen carga unidireccional sobre una muestra y un fluido de prueba.

El ensayo usa una sustancia de prueba, en el caso de pavimentos (ligante asfáltico), sobre un sustrato (agregado) la cual aplica carga uniaxial neumática en varios puntos, tal como se observa en la la Figura 4.10, que permita conocer tres resultados:

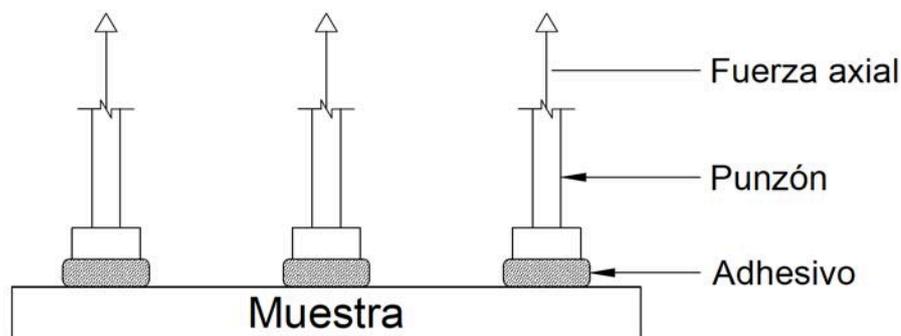


Figura 4.10. Equipo utilizado en la determinación de la resistencia a la tracción uniaxial neumática con ligante asfáltico como agente adhesivo.

1. El perfil de resistencia a la tracción en el tiempo.

2. El esfuerzo máximo al cual el material falla.
3. El tipo de falla mediante análisis visual o de imagen.

Este ensayo permite conocer desde el punto de vista mecánico la resistencia que las muestras ejercen durante la aplicación de un recubrimiento o agente adhesivo sobre la superficie de un material, es por ello que para el caso de agregados minerales es imperativo conocer las condiciones de preparado superficial a las cuales se deben someter los ensayos para poder obtener una lectura estándar y repetible. Las distintas variables las cuales pueden afectar la medición directamente son:

- La temperatura ambiente del ensayo debido a que el fluido de prueba es de carácter viscoelástico y por ende sus características fisicoquímicas varían con el tiempo, temperatura, carga y deformación previa.
- La humedad afecta a la muestra debido a que se pueden generar capas entre las sustancias que inhiban el efecto adherente y se mida una resistencia menor a la real (ASTM D4541, 2017).

El acabado superficial para este ensayo es importante ya que el mismo afecta directamente sobre la medición macroscópica de resistencia a la carga axial ya que la presencia de vacíos, imperfecciones o demás disturbios superficiales provocan que la resistencia varíe.

Este equipo tiene la particularidad de que debido a la distribución de la carga neumática sobre la muestra permite que la misma solamente tenga dos posibles resultados, ya sean fallas por cohesión o por adhesión; donde las mismas están en función de la resistencia interfacial que los materiales ejercen durante la aplicación de la carga.

La ecuación (14) permite conocer el esfuerzo máximo de tracción que ejerce la carga neumática sobre la muestra de modo que la misma sea independiente de variables geométricas y del equipo, es por ello que se realizan correcciones de ambos tipos

sobre la presión manométrica a la condición de fallo.

$$\sigma = \frac{P_f S_g - K}{S_{pe}} \quad (14)$$

Dónde:

σ	Presión sobre punzón	Pa
P_f	Presión de falla	Pa
S_g	Área de contacto con el empaque	m ²
K	Constante del equipo	N
S_{pe}	Área del punzón	m ²

Las variables de S_g o S_{pe} pueden ser modificadas dependiendo del material ensayado y es por ello que la constante del equipo varía en función de la combinación de discos de reacción y de punzones de ensayo, para mayor detalle sobre los valores tomados se debe verificar el manual del proveedor o bien al fabricante del equipo.

METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

A continuación en este capítulo se describen los materiales, el equipo, herramientas y metodología experimental que se utilizaron para elaborar el protocolo que se debe seguir para una adecuada preparación de la muestra.

El presente proyecto hizo uso de las herramientas proveídas por el Laboratorio Nacional de Materiales y Modelos Estructurales (LANAMME), el Centro de Investigación en Ciencia e Ingeniería de Materiales (CICIMA) y el Centro de Investigación en Estructuras Microscópicas (CIEMIC).

Las muestras de agregado y ligante utilizadas fueron: Caliza (M2155-17), Silícica (M2155-17) y ligante virgen (M2119-16).

5.1 Metodología

5.1.1 Peso unitario y absorción - ASTM C127 - AASHTO T85

Este ensayo permite conocer el peso unitario de los distintos agregados a distintas condiciones para ello se hace uso de equipos y materiales específicos para su determinación como se detalla en el Cuadro 5.4.

Cuadro 5.4. Materiales y equipos necesarios para la determinación de la gravedad específica de los agregados

Equipo o material	Cantidad	Rango de trabajo	Tolerancia (\pm)	Unidad
Tanque almacén	1	4 a 7	NA	L
Balanza granataria	2	0 a 20 000	0.1	g
Horno	1	110.0	0.1	°C
Criba 12.5 mm (1/2 in)	2	NA	NA	NA
Canasta de malla	1	NA	NA	NA
Toalla de tela	3	NA	NA	NA
Agregado mineral	2	5000 a 6000	0.1	g
Agua	1	3 a 6	NA	L

Procedimiento

1. Se debe procurar que la muestra alcance una masa constante a 110°C con mediciones frecuentes de 1 h cada una o en su defecto se puede calentar la muestra por 24 h a dicha temperatura y enfriar lentamente dentro del horno con el fin de evitar que se adsorba agua en su superficie.
2. Se determina la masa seca del agregado (m_d).
3. Se sumerge la muestra en agua durante 24 h en recipientes que permitan eliminar las burbujas por golpeteo se debe mezclar el agregado y eliminar restos de aire atrapado.
4. Se agita para eliminar burbujas en al menos tres periodos diferentes durante el periodo de 24 h.
5. Se coloca el agregado mineral en paño absorbente hasta que el mismo no posea humedad superficial, puede pasar aire para eliminar agua.
6. Se procede a medir la masa de agregado saturado superficialmente (m_{sat}).
7. Inmediatamente determinada la cantidad de masa de agregado saturado el mismo, se debe colocar en el recipiente, en forma de canasta, para medir la masa aparente en el tanque (m_{apa}).
8. Se debe agitar el recipiente (canasta) que contiene el agregado para eliminar aire de la muestra y esperar 10 min a una lectura estable.

5.1.2 Diagrama del equipo

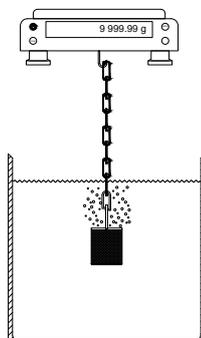


Figura 5.11. Equipo utilizado en la determinación de la gravedad específica con su aditamento de sujeción a la balanza y eliminación de burbujas (Elaboración propia, 2019).

5.1.3 Densidad e índice de vacíos - ASTM C29 - AASHTO T19

En este ensayo es importante detallar que no se tomará en cuenta la cantidad de finos, ya que no son de interés por su tamaño no pueden utilizarse en la determinación en pruebas goniométricas o de resistencia a la tracción uniaxial neumática.

Como dato conocido anteriormente, el tamaño máximo de agregado mineral usado en la construcción de pavimento es de 12.5 mm; es por ello que se procede a determinar las propiedades con esta granulometría. Otro de los detalles de este ensayo es que el mismo no es sensible a efectos permeables o impermeables del material.

Los materiales y equipos para la determinación de esta variable están incluidos en el Cuadro 5.5.

Trabajo previo

1. Se mide 125 %m/m de la masa necesaria para llenar el recipiente.
2. Se debe secar el agregado a 110 °C hasta que se alcance masa constante (medir cada hora hasta alcanzar 0,1 %m/m de la medida anterior) o en su defecto secar durante 24 h el agregado a dicha temperatura y dejar enfriar dentro del horno para evitar absorción de humedad.

Cuadro 5.5. Materiales y equipos necesarios para la determinación de la densidad e índice de vacíos de agregado mineral calizo y silíceo.

Equipo o material	Cantidad	Rango de trabajo	Tolerancia (\pm)	Unidad
Recipiente con agarres	1	2.48	0.01	L
Lámina de vidrio	1	300 · 300 · 5	1	mm
Cuchara pulpera	1	Mediana	NA	NA
Regla metálica	1	300	1	mm
Martillo de hule	1	NA	NA	NA
Termómetro digital	1	0.0 a 25.0	0.1	°C
Agregado mineral	2	5000 a 6000	0.1	g
Agua	1	3 a 6	NA	L

3. Se mide la masa de la lámina vidrio y del recipiente utilizados y anotar los valores.
4. Se coloca una cantidad de grasa mínima en los bordes de recipiente para evitar dispersión del fluido dentro del recipiente.
5. Se llena el recipiente de agua y eliminar burbujas de agua a tal punto que el vidrio cuando esté en la superficie exista succión debido a la falta de aire dentro del recipiente.
6. Se mide la masa de agua y vidrio colocado.
7. Se mide la temperatura del agua y se debe interpolar con la tabla de densidad proveída por la norma ASTM C29.
8. Se debe calcular el volumen de agua dentro del recipiente.

Procedimiento

1. Se mide la masa del tanque y vidrio (m_t).
2. Se debe seleccionar el tamaño de agregado que se quiere medir.
3. Se escoge el método de medición ya sea *A-Varillado*, *B-Agitado* o *C-Escavado*
4. Método de *A-Varillado*:

- (a) Se llena un tercio ($\frac{1}{3}$) parte del tanque usando una vara o bien un martillo con hule para nivelar la superficie, o bien se puede nivelar mediante el uso de la regla metálica
- (b) Se debe homogeneizar con 25 golpes al recipiente.
- (c) Se llena los restantes ($\frac{2}{3}$) y se debe nivelar la superficie superior de la misma manera.
- (d) Se debe evitar que agregado se coloque sobre vacíos grandes o que estén entre dos rocas en la superficie final.
- (e) Se mide la masa de agregado y tanque.

5. Método de *B-Agitado*:

- (a) Se compacta cada tercio de agregado ($\frac{1}{3}$) del recipiente de manera que la superficie esté bien nivelada en cada etapa.
- (b) Se mueve 50 veces cada vez que se añade agregado al recipiente.
- (c) Se debe evitar grandes vacíos que se puedan generar entre las posiciones de agregados.
- (d) Se mide la masa del agregado y del tanque.

6. Método de *C-Escavado*:

- (a) Se llena el recipiente de agregado mineral con la pala mediana.
- (b) Se debe evitar segregación durante el trasiego o pérdida de agregado.
- (c) Se debe nivelar la superficie con una regla metálica.
- (d) Se debe determinar la masa de agregado.

5.1.4 Diagrama del equipo

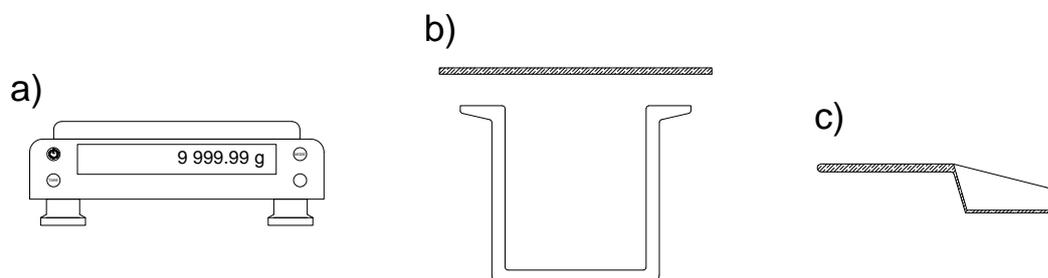


Figura 5.12. Equipo utilizado en la determinación de la densidad del agregado. a) Balanza granataria. b) Recipiente de 2.48 L con lámina de vidrio. c) Vista lateral de la cuchara pulpera mediana (Elaboración propia, 2019).

5.1.5 Corte y perfilado del agregado

Esta operación de preparado de muestra es el primer paso que se debe realizar una vez obtenida la muestra de campo, por lo que el origen de la roca debe ser estudiada previamente para conocer la forma adecuada de corte, ya que dependiendo de la misma va a depender la forma en como la misma será seccionada.

Los materiales y equipos para la determinación de esta variable están incluidos en el Cuadro 5.6, se utilizó el fabricante HILTI.

Cuadro 5.6. Materiales y equipos necesarios para el corte y perfilado de las muestras a ensayar para energía superficial y adhesión neumática.

Equipo o material	Cantidad	Rango de trabajo	Tolerancia (\pm)	Unidad
Cortadora automática	1	NA	NA	NA
Disco diamantado	1	NA	NA	NA
Soportes de aluminio	1	40 · 40 · 350	1	mm
Cinta métrica	1	0 a 2000	1	mm
Agregado mineral	2	5000 a 6000	0.1	g
Agua	1	3 a 6	NA	L
Crayola o marcador	1	NA	NA	NA

Procedimiento

1. Se recomienda el uso de orejeras y lentes de seguridad para evitar la contaminación sónica y de partículas finas.
2. Se debe tomar la roca mineral procurando que se haya seleccionado de manera aleatoria durante el muestreo en campo. Se deben seguir los procedimientos de la norma ASTM D75.
3. Se procura que las mismas tengan al menos un lado cuasi plano que permita su respectiva sujeción.
4. Se recomienda que las rocas sedimentarias se seccionen e indique los planos de corte, ya que si la anterior tiene origen sedimentario la misma tiene una dirección de corte específico⁴ para evitar fracturas o debilitamientos en la matriz laminar mineral. En su defecto cortar de manera que la estructura sea capaz de soportar los esfuerzos de corte del disco.
5. Se recomienda que el agregado mineral y el disco tengan la mayor cantidad de humectación posible para evitar quemaduras en la muestra.
6. Se coloca la roca de forma que la máquina, preferiblemente automática⁵ pueda sujetar de manera neumática la roca, para poder variar la distancia de corte se debe fabricar soportes de duro aluminio o aluminio con extremos roscados para colocar en el soporte de la máquina.
7. Se perfila la muestra con las siguientes dimensiones 70 mm × 140 mm × 10 mm, se escogen de forma que las mismas estén en función de la cantidad de ensayos de energía superficial y adhesión neumática que se quieran realizar⁶.
8. La operación de corte del punto 6 se realiza hasta poder obtener el perfil mencionado en el punto 7.

⁴Esto se realiza mediante el corte inicial para conocer los patrones de sedimentación y sus posteriores cortes se realizan de forma normal a la dirección de sedimentación y las bases lo más paralelas a esta dirección.

⁵Es importante destacar que el disco diamantado utilizado debe poseer un contenido elevado de diamante que permita el corte de agregado silíceo con durezas mayores a 8 en la escala de Mohs.

⁶Ver las anotaciones y cálculos que se adjuntan en el Anexo A.

9. Una vez realizadas las operaciones anteriores se obtiene un pilar del agregado el cual se debe rebanar con el espesor indicado en el punto 7.
10. Para ello se toma el pilar y con ayuda de los soportes fabricados en el punto 6 se hace pasar el disco de corte. Para ello se dan las siguientes recomendaciones:
 - (a) Se sujeta el pilar cuando el disco entra en contacto con el mismo.
 - (b) Se debe prestar atención al momento en que el disco pierda contacto.
 - (c) Tan pronto el mismo pierda contacto con el pilar se debe sujetar de nuevo, esta vez generando simultáneamente las siguientes fuerzas:
 - Fuerza de compresión sobre la esquina cercana al contacto inicial con el disco (empujar).
 - Fuerza de tracción en la esquina donde perderá finalmente contacto el disco (halar).
 - Fuerza axial en dirección al peso del pilar con el fin de aumentar la rigidez del pilar restante (presionar).

5.1.6 Diagrama de la operación de reducción de la muestra

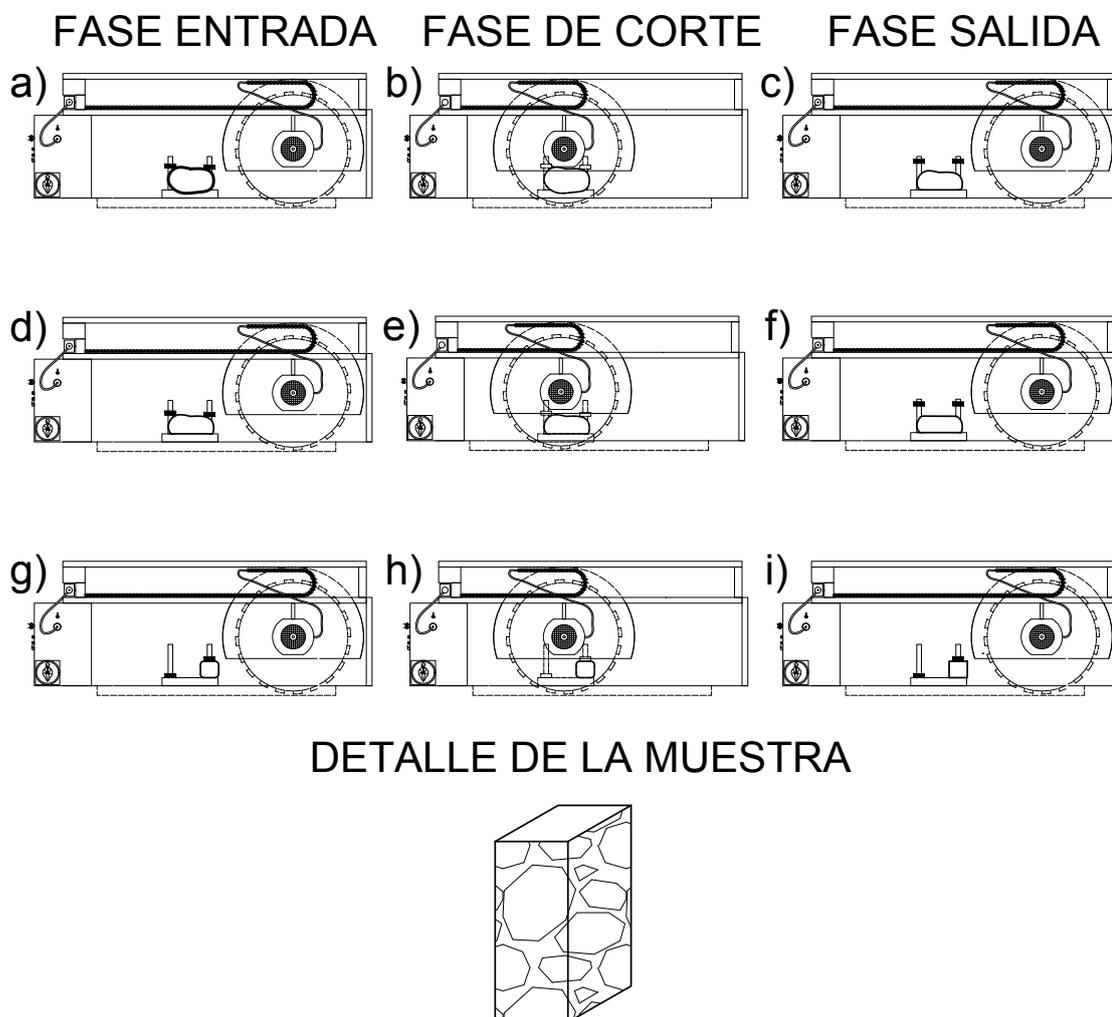


Figura 5.13. Diagrama detallado de la operación de corte de agregado mineral. a) Primera carga neumática de la roca, b) Corte basal, c) Primera descarga neumática y rotación de la muestra, d) Segunda carga neumática de la muestra, e) Corte lateral, f) Segunda descarga neumática y rotación manual, g) Última carga neumática de la muestra, h) Corte frontal e i) Última descarga neumática y desacople manual de la muestra (Elaboración propia, 2019).

5.1.7 Diagrama del equipo

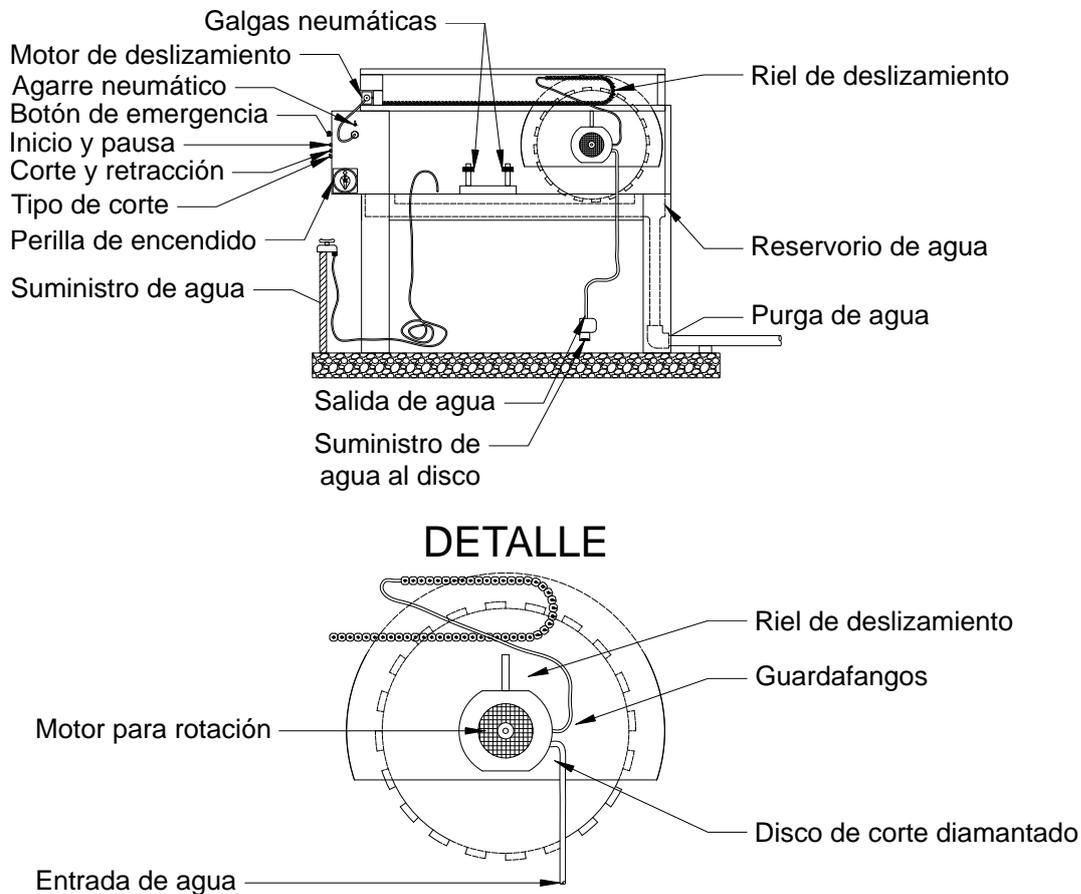


Figura 5.14. Equipo utilizado en el perfilado de las rocas minerales (Elaboración propia, 2019).

5.1.8 Rectificación superficial

La operación de rectificación, con fabricante HILTI, se basa en el paso de un disco abrasivo sobre la superficie de una muestra la cual se sujeta y se deja una luz en la base de la muestra la cual es rectificada.

Generalmente los cortes realizados a las muestras no son rectos por lo que este proceso se encarga de eliminar ese ángulo de corte y disminuir la planicidad de las caras.

Los materiales y equipos para la determinación de esta variable están incluidos en el Cuadro 5.7.

Cuadro 5.7. Materiales y equipo necesarios para la rectificación de muestras de agregados calizos y silíceos.

Equipo o material	Cantidad	Rango de trabajo	Tolerancia (\pm)	Unidad
Máquina rectificadora	1	NA	NA	NA
Prensa de mesa	1	NA	NA	NA
Base	1	NA	NA	NA
Barras rectificadas	2	NA	NA	NA
Piseta	2	500	1	mL
Bomba de hidráulica	1	NA	NA	NA
Agregado mineral	16	70 · 140 · 10	1	mm
Agua	1	3 a 5	NA	L
Refrigerante	1	NA	NA	NA

Procedimiento

1. Utilice dos o más pisetas con agua para poder humectar la muestra mientras la misma es rectificada.
2. Se recomienda el uso de orejeras y lentes de seguridad con el fin de eliminar la contaminación sónica y de partículas finas.
3. Se raya con marcador permanente la muestra por ambas caras de esquina a esquina, generando así una forma de equis, señal que permitirá estimar el final del corte de rectificación.
4. Una vez obtenidas las muestras rebanadas se procede a utilizar un sistema de sujeción como el de la Figura 5.16. El cual consiste en un elemento de base y una prensa de mesa que permita la sujeción adecuada de la muestra, ahora bien la prensa tiene una envergadura máxima de 75 mm por lo que muestras más anchas no pueden ser sujetadas.
5. La fuerza de sujeción está delimitada por la fragilidad de la muestra, ya que para agregado calizo la misma debe ser lo suficiente para sostener la muestra, pero no excesiva para que la misma se fracture. En el caso del agregado silíceo es menos susceptible a este fenómeno por lo que se puede sujetar con la mayor firmeza posible.

6. Para poder establecer un parámetro de paralaje y planicidad se deben de corregir la superficie por lo que se utilizan barras de acero rectificado, asegurándose así que la superficie será rectificada de forma sistemática.
7. Al fijar la muestra se procede a utilizar la máquina de disco rotativo.
 - (a) Se gira el botón de encendido.
 - (b) Se presiona el botón de inicio.
 - (c) Se enciende la bomba suplidora de una mezcla de agua y refrigerante.
 - (d) Se abre la válvula de succión de la bomba.
 - (e) Se abre la válvula de suministro a la máquina.
 - (f) Se presiona el botón para iniciar la corriente por la resistencia.
 - (g) Se eleva el disco de tal manera que el mismo no toque la muestra.
 - (h) Se presiona el botón para iniciar la rotación del disco.
 - (i) Se rota el manubrio de corte para conocer la distancia inicial de corte, la misma se puede conocer mediante la rotación continua y el consecuente sonido de contacto entre el disco y la muestra, el cual debe ser leve para salvaguardar la integridad de la muestra.
8. Se debe retroceder al menos dos líneas de corte y deslizar el disco por la muestra, el mismo puede realizarse de manera automática, pero no se recomienda debido a que la misma provoca un sobrecalentamiento de la muestra produciendo rupturas en la superficie rectificada, lo que es perjudicial.
9. Se recomienda utilizar el modo manual donde la carrera⁷ debe durar como máximo 1.5 s y no más que eso. Con respecto a la distancia de corte se divide dependiendo de la dureza del agregado mineral como sigue:
 - (a) *Calizo*: Si el agregado tiene origen sedimentario, dureza baja, como lo es el calizo, se recomiendan 3 a 4 cortes gruesos que permitan eliminar las marcas descritas en el punto 3, los cortes deben ser de 3 a 4 divisiones

⁷Entiéndase como carrera, el paso desde que el disco o equipo abrasivo, entra en contacto con la muestra, hasta que dicho contacto se pierde.

de corte de la máquina rectificadora, los cortes están dados por el grado de calentamiento y la existencia de fracturas previas en la superficie a rectificar.

Una vez eliminadas las marcas del punto 3, se deben realizar 2 cortes menores de tan solo 1 división y 3 cortes de $\frac{1}{2}$ división con adición de agua en forma excesiva con las pisetas del punto 1. Una vez alcanzado el corte final se recomienda pasar el disco 5 veces con la misma distancia de corte con la que se finalizó el proceso de rectificado para un buen acabado.

- (b) *Silíceo*: Si el agregado tiene origen volcánico, dureza alta, como lo es el silíceo se recomiendan 3 a 4 cortes gruesos que permitan eliminar las marcas del punto 3, los mismos deben ser de 1 a $1\frac{1}{2}$ divisiones⁸ de corte de la máquina rectificadora, los mismos están dados por el aumento de la temperatura de la muestra y la existencia de fracturas previas en la superficie a rectificar.

Una vez eliminadas las marcas descritas en el punto 3 se deben realizar 4 cortes menores de tan solo $\frac{1}{2}$ división y 2 cortes de $\frac{1}{4}$ división con adición de agua en forma excesiva con las pisetas del punto 1. Una vez alcanzado el corte final se recomienda pasar el disco 3 veces con la misma distancia de corte con la que se finalizó el proceso de rectificado para un buen acabado.

10. Se debe apagar la rotación del disco sin apagar la bomba de agua.
11. El proceso se repite para la cara opuesta y para las muestras necesarias.
12. Para apagar el equipo y finalizar el proceso se procede a revertir el proceso antes descrito, es decir se realizan los pasos 7h, 7g, 7f, 7e, 7d, 7c, 7b y 7a, en ese orden.

⁸En caso de no acatar este límite es muy probable que la muestra explote o se fracture por el esfuerzo cortante del disco rectificador.

5.1.9 Diagrama de la operación de rectificado de la muestra

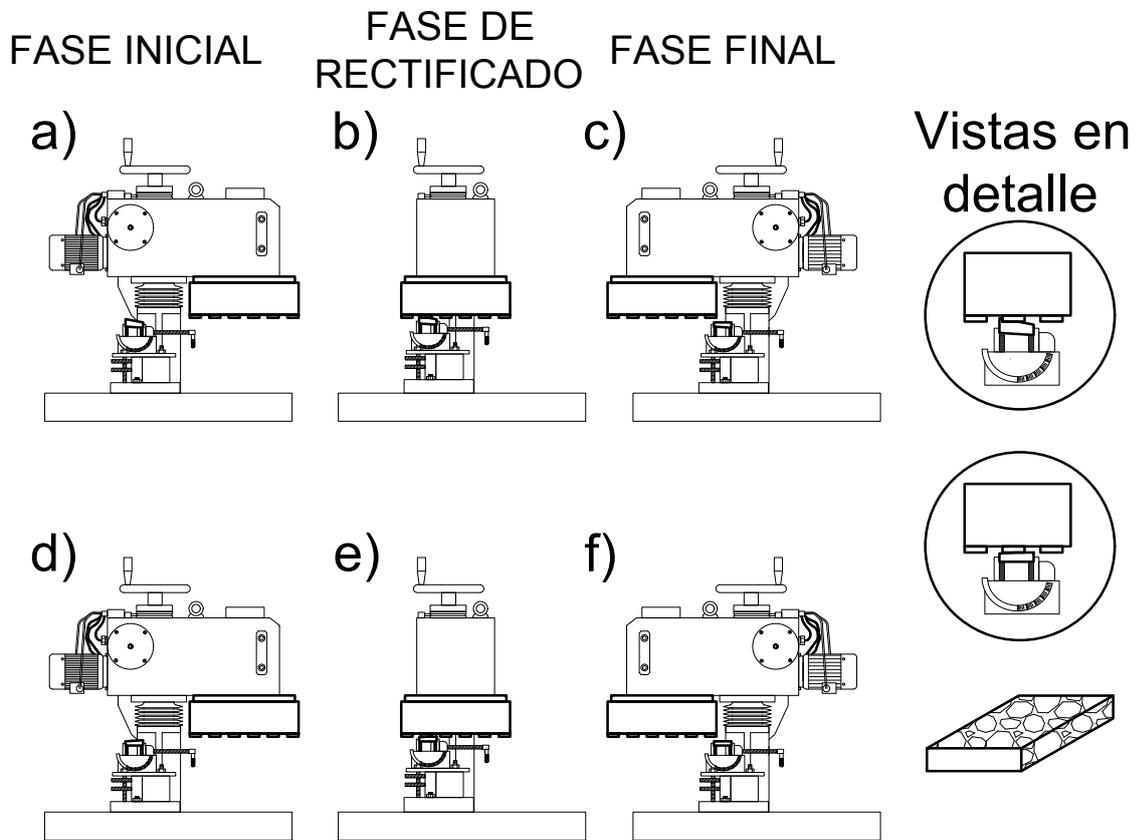


Figura 5.15. Diagrama detallado de la operación de rectificado de agregado mineral. a) Fase inicial de colocación de la muestra y encendido del disco abrasivo, b) Rectificado de la superficie superior de la muestra, c) Fase final de salida del disco abrasivo, d) Fase inicial de colocación de la muestra y encendido del disco abrasivo, e) Rectificado de la superficie inferior de la muestra, f) Fase final de salida del disco abrasivo (Elaboración propia, 2019).

5.1.10 Diagrama del equipo

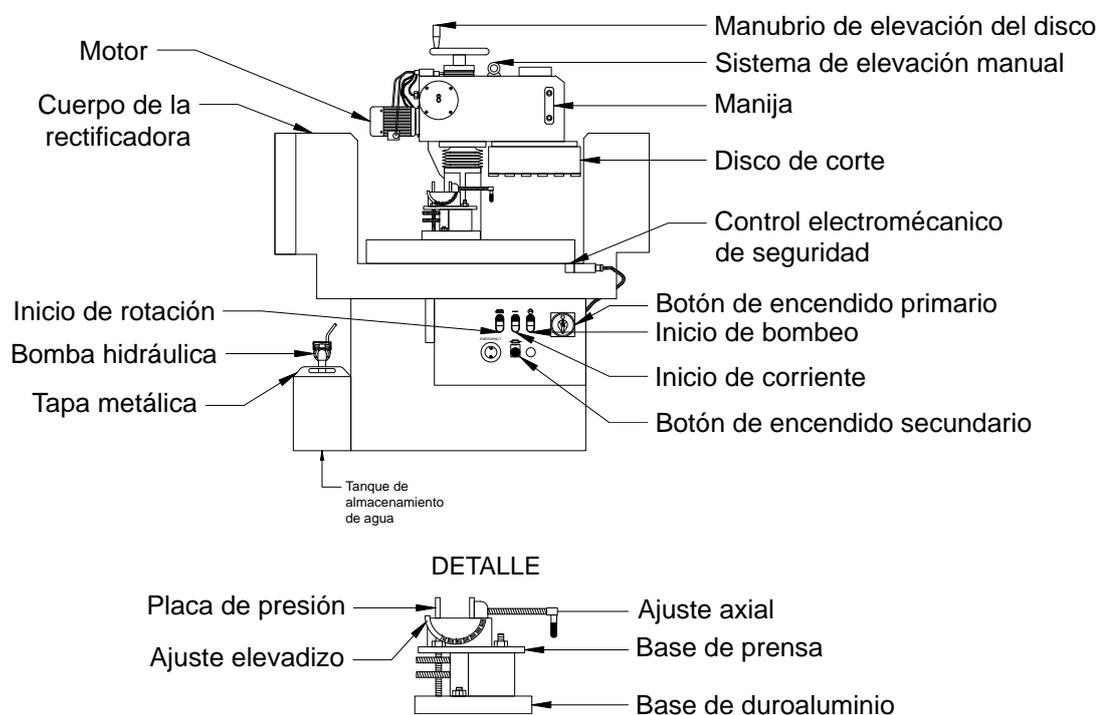


Figura 5.16. Equipo utilizado en la operación de rectificado y sujeción de la muestra (Elaboración propia, 2019).

5.1.11 Determinación de la planicidad

La determinación de la planicidad con la mesa y galgas proporcionadas por MITUTOYO, establecen un criterio para la preparación de la muestra con el fin de evitar las distorsiones geométricas de la muestra donde la misma debe ser menor de 0.10 mm. Los equipos y materiales necesarios para poder determinar la planicidad se detallan en el Cuadro 5.8.

Procedimiento

1. Se adiciona 80 % de la capacidad del baño ultrasónico con agua destilada.
2. Se coloca las muestras dentro del baño de tal manera que las superficies estén libres y no estén en contacto.
3. Se enciende el baño ultrasónico durante 60 min a 60 °C.

Cuadro 5.8. Materiales y equipo necesarios para determinar la planicidad de las muestras de agregado calizo y silíceo.

Equipo o material	Cantidad	Rango de trabajo	Tolerancia (\pm)	Unidad
Baño ultrasónico	1	0 a 60	15	min
Horno de convección	1	110	1	$^{\circ}\text{C}$
Cámara desecadora	1	NA	NA	NA
Mesa de planitud	1	0 a 90	0.01	$^{\circ}$
		0.67×10^{-3} a 0.5	0.92×10^{-3}	mm
Galgas calibradas	1	0.03 a 0.50	0.03	mm
Agregado mineral	16	70 · 140 · 10	1	mm
Agua destilada	1	3 a 5	NA	L
Aire comprimido	1	NA	NA	NA
Papel aluminio	3	300	1	mm

4. Se escurra las muestras y colocarlas dentro del horno de convección, con papel aluminio en la base, durante 3 h a 110°C de modo que el agua se escurra y evapore.
5. Se enfría las muestras en cámara desecadora.
6. Se debe utilizar una mesa de planitud y galgas calibradas para poder estimar la planicidad.
7. Se debe colocar la(s) muestra(s) en la mesa de planitud.
8. Se presiona la lámina de la galga calibrada sobre la mesa y deslizar por las diagonales y perímetro de la muestra.
9. Se debe anotar el valor en el cual la galga logre pasar hacia el interior de la muestra.
10. Se retira la muestra de la mesa de planitud.
11. Se limpia la superficie de la mesa con el paño especializado o bien brocha de piel de camello.

5.1.12 Acabado superficial

Esta sección de la metodología contiene en gran parte la operación más significativa e importante en la obtención de las características físicas de la superficie de la muestra para los ensayos a realizar, ya que la susceptibilidad de generar soportes a los micro esfuerzos generados por cargas axiales externas o la generación de surcos o exposición de vacíos afecta directamente a los resultados de los ensayos.

Los detalles de los materiales se describen en el Cuadro 5.9, adicionalmente el acabado se realizó con el equipo BLACK+DECKER.

Cuadro 5.9. Materiales y equipo necesarios para el preparado superficial de las muestras mediante el uso de lijadora de bandas abrasivas en agregados calizos y silíceos.

Equipo o material	Cantidad	Rango de trabajo	Tolerancia (\pm)	Unidad
Lijadora de bandas	1	NA	NA	NA
Prensa de mesa	1	NA	NA	NA
Elemento sujetador	1	NA	NA	NA
Inclinómetro	1	0 a 90	0.01	°
Piseta	2	500	1	mL
Cronómetro	1	0.00 a 60.00	0.01	s
Agregado mineral	16	70 · 140 · 10	1	mm
Agua	1	3 a 5	NA	L
Aire compreso	1	NA	NA	NA
Bandas abrasivas	8	#50 a #320	NA	NA

Procedimiento

1. Se fijan la muestra y la lijadora mediante el uso de dos sistemas de sujeción.
2. La muestra debe ser nivelada con el fin de evitar que la carga sobre la lijadora se distribuya de manera variable en la superficie del agregado.
3. Se debe usar un inclinómetro digital hasta que el ángulo de elevación se encuentre entre 0.1° y -0.1° en ambas direcciones⁹.

⁹Direcciones ortogonales no normales al plano, en un sistema lineal serán (\hat{i}, \hat{j}) con origen en el centro de la muestra.

4. La fuerza de sujeción está delimitada por la fragilidad de la muestra, ya que para agregado calizo la misma debe ser lo suficiente para sostener la muestra, pero no excesiva para que la misma se fracture. En el caso del agregado silíceo, es menos susceptible a este fenómeno por lo que se puede sujetar con la mayor firmeza posible.
5. Se coloca la banda abrasiva a la lijadora de bandas y ajustar para que cuando se presione el gatillo la misma no salga de los rodillos.
6. Se acerca el elementos sujetador de la lijadora de bandas a la muestra hasta llegar a mantener el contacto con la muestra.
7. Se realizar la cantidad de carreras, al tiempo especificado en las conclusiones de este documento con continua humectación de la superficie.
8. El tiempo de humectación entre cada carrera debe ser al menos $t_h = \frac{3}{2}t_p$
9. Mientras se realiza el proceso se debe velar por la uniformidad y homogeneidad del acabado, por lo que existen dos figuras que pueden favoreces esta característica.
 - (a) *Doble lazo*: También llamada figura de ocho, la anterior permite generar amortiguar el efecto que pueda tener la direccionalidad de la lijadora de bandas en los límites de la muestra.
 - (b) *Asterisco*: Puede consumir mayor cantidad de tiempo, pero la misma favorece la homogeneidad en todas direcciones, pero el elemento de sujeción debe permitir la rotación de la muestra.
10. Si se rectifica de manera efectiva la superficie a tal punto que la planicidad es menor a 0.07 mm, no es necesario utilizar bandas abrasivas de las siguientes nominaciones (#36, #50 y #60).
11. El proceso de acabado finaliza con la banda abrasiva, cantidad de carreras y tiempo de trabajado detallado en los resultados de este documento.

12. Se desmonta la muestra y colocarla en un depósito de agua a temperatura ambiente.
13. Se desmonta la banda abrasiva de la lijadora y la máquina del elemento sujetador.
14. Se debe disponer de los restos de agregado mineral dentro del equipo con el fin de aumentar su vida útil
15. Se seca y lubrica la máquina rectificadora para evitar la corrosión.

5.1.13 Diagrama de la operación de acabado superficial

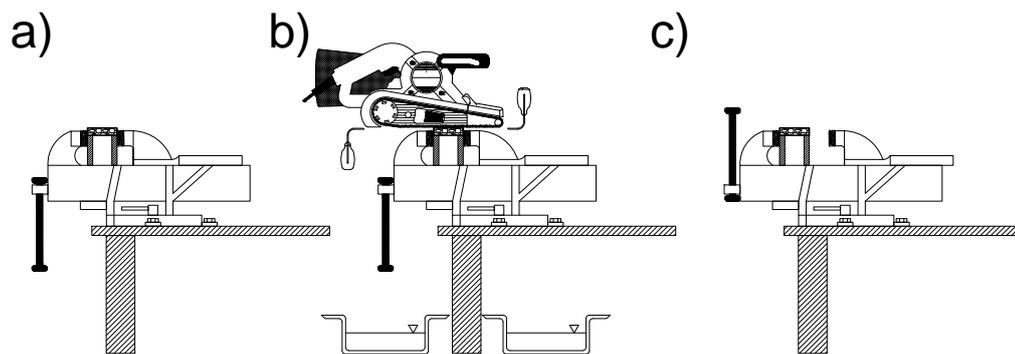


Figura 5.17. Diagrama detallado de la operación de acabado superficial para agregados minerales: a) Montaje de la muestra, b) Proceso de acabado mediante bandas abrasivas, c) Desmontaje de la muestra (Elaboración propia, 2019).

5.1.14 Diagrama del equipo

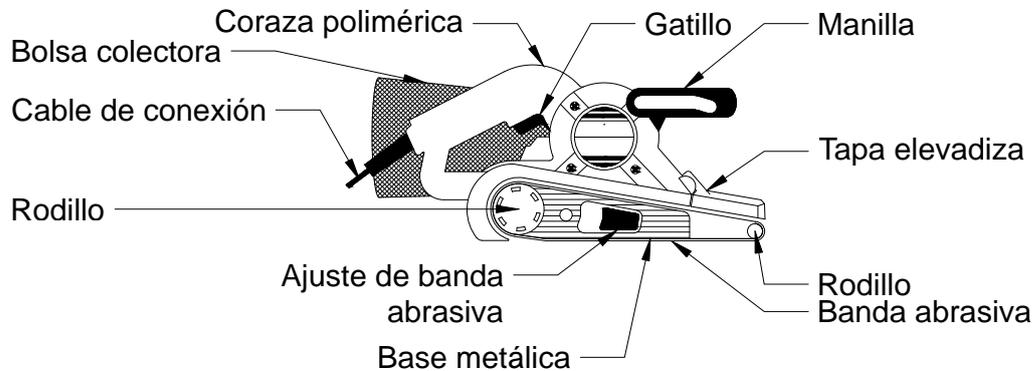


Figura 5.18. Equipo utilizado en la preparación superficial de las muestras de agregado mineral (Elaboración propia, 2019).

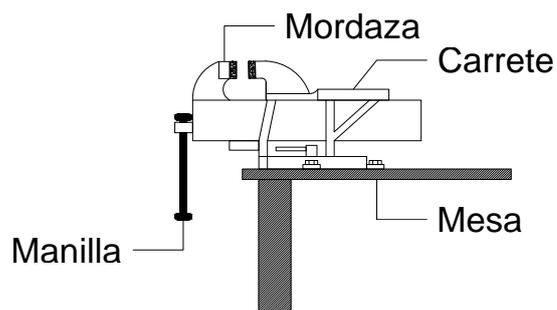


Figura 5.19. Equipo de sujeción utilizado para las muestras de agregado (Elaboración propia, 2019).

5.1.15 Rugosidad y topología

Para poder obtener lecturas de rugosidad y mapeos superficiales de las muestras se recomienda utilizar el perfilómetro de contacto, fabricado por Dektak XT, el cual cuenta con una punta de distintos diámetros que mantiene contacto con la muestra y por desplazamiento de la punta se detectan las variaciones verticales en la superficie.

Los detalles de materiales se describen en el Cuadro 5.10.

Cuadro 5.10. Materiales y equipo necesarios para la determinación de la rugosidad y mapeo topológico de las muestras de agregado.

Equipo o material	Cantidad	Rango de trabajo	Tolerancia (\pm)	Unidad
Perfilómetro	1	0.001 a 100 000	0.001	μm
Computadora	1	NA	NA	NA
Mesa amortiguadora	NA	NA	NA	
Agregado mineral	16	70 · 140 · 10	1	mm
Aire compreso	1	NA	NA	NA

Trabajo previo

1. En caso de que las muestras sean más voluminosas que el plato de medición, se recomienda corta la muestra tal que la diagonal corresponda a la dimensión característica de la base (125 mm).
2. Las muestras deben de estar limpias mediante métodos ultrasónicos por al menos 60 min con agua destilada y 80 % de la capacidad del equipo para no rebalsar el mismo.
3. Se debe secar en horno de convección por al menos 4 h el agregado a 110 °C.
4. Se deben eliminar cualquier rastro de finos, ya que el equipo no puede ser contaminado con los mismos.
5. Se debe enfriar las muestras en cámara desecadora.

Procedimiento

1. Primeramente se debe abrir la llave de entrada del aire para que la mesa levite y evitar disturbios por vibraciones indeseadas.
2. Se enciende la fuente de poder para alimentar al equipo.
3. Se verifica que todas las opciones en el panel de control estén encendidas y que la base se encuentre en la posición más elevada.

4. Se enciende el equipo mediante la pulsación del botón de inicio.
5. Se enciende el ordenador con el fin de que el programa del equipo Dektak XT detecte el ordenador.
6. Una vez que se encuentra en la pantalla de usuarios se debe permanecer al menos 3 min en ella con el fin de que algoritmos internos puedan detectar la cámaras y demás sensores del equipo.
7. Una vez ingresado a la plataforma "*Windows*" se debe esperar al menos 5 min con el fin de que el programa haya compilado correctamente los procedimientos necesarios.
8. Se coloca la muestra de tal forma que no raye la base del equipo por lo que se debe colocar de forma axial estrictamente sobre ella.
9. Se debe cerrar la tapa del equipo para evitar efecto del aire o demás disturbios externos.
10. Se debe iniciar el programa "*Visual 64*".
11. Se detecta la muestra mediante el contacto directo ("*Tower down*").
12. Se establece el sistema de referencia como cero absoluto en el centro de la muestra.
13. Se utiliza la punta de 2 μm con el fin de obtener lecturas sensibles a la topología de la muestra.
14. La fuerza de la punta debe de ser de alrededor de (1 a 5) mg, en este caso 2 mg fue la fuerza utilizada.
15. El área muestreada corresponde a 2500 $\mu\text{m} \times 2500 \mu\text{m}$.
16. La resolución¹⁰ del mapeo corresponde a 0.833 $\mu\text{m}/\text{pt}$ con una duración de 10 s por cada una de las trazas.

¹⁰Este valor está en función al desgaste de la punta y el tiempo de ensayo total.

17. El análisis consiste de 500 trazas, eso quiere decir que se analiza cada $5\ \mu\text{m}$ lo que permite una lectura precisa de la superficie.
18. Una vez demarcada la superficie a analizar se ingresan las coordenadas diagonales de la superficie a ensayar, en este caso, $(1250\ \mu\text{m}, -1250\ \mu\text{m})$ y $(-1250\ \mu\text{m}, -1250\ \mu\text{m})$.
19. Se inicia el mapeo de la superficie.

5.1.16 Diagrama del equipo

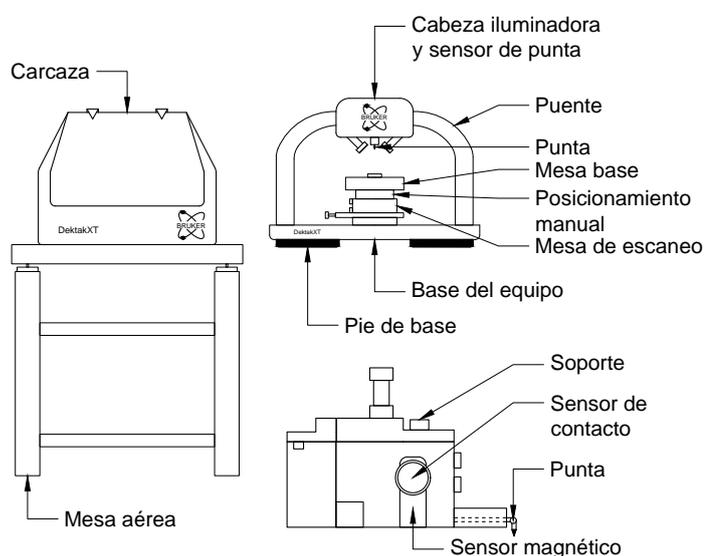


Figura 5.20. Equipo utilizado en el perfilado topológico de las muestras de agregado mineral mediante contacto directo (Elaboración propia, 2019).

5.1.17 Microscopía electrónica de barrido y fluorescencia de rayos X

La microscopía electrónica de barrido, fabricado por HITACHI, utiliza los fundamentos explicados en la sección 3.2, donde el acople con el cañón de rayo X permite conocer adicionalmente la composición elemental de los agregados minerales incluidos en el análisis y su topología.

El método utilizado para medir dichas muestras se describe a continuación. Los detalles de equipo y materiales se describen en el Cuadro 5.11

Cuadro 5.11. Materiales y equipo necesarios para la determinación de la rugosidad y mapeo topológico de las muestras de agregado.

Equipo o material	Cantidad	Rango de trabajo	Tolerancia (\pm)	Unidad
Microscopio SEM	1	NA	NA	NA
Equipo GTL	1	NA	NA	NA
Bases de aluminio	4	$\phi = 125$	1	mm
Agregado mineral	16	$70 \cdot 140 \cdot 10$	1	mm

Trabajo previo

1. Las muestras deben estar colocadas en una base de aluminio las cuales tienen diámetros discretos de 125 mm, 75 mm, 50 mm, entre otros. El tamaño está en función de la cantidad de muestras que se logren ubicar dentro de la base y del peso total de la misma.
2. Escoger un tamaño adecuado de base con el fin de evitar espacios que no puedan ser detectados por el microscopio evitando ubicar muestras en el borde de la base.
3. Se debe permitir que tanto la base como el conjunto muestral no sobrepase una masa de 150 g, ya que esto atenta a la seguridad del equipo, además de que las vibraciones de la muestra aumentan conforme la masa muestral se acerca al valor nominal antes mencionado.
4. Se utiliza cinta de carbón con el fin de afianzar las muestras a la base de aluminio.
5. Se utiliza una forma de identificación para las muestras de tal forma que las mismas se reconozcan una vez ingresadas al microscopio.
6. En caso de realizar imágenes de la muestra, preferiblemente se debe recubrir la muestra con una capa de oro, mediante el uso de deposición gaseosa.

Procedimiento topológico

1. Se debe medir la altura máxima de la muestra con el fin de ingresar al sistema un valor inflado, para evitar que la muestra impacte algún elemento dentro del equipo¹¹.
2. Se debe llenar la cámara de aire con el fin de presurizarla para la ingreso de la muestra en el microscopio.
3. Se coloca la muestra sobre los rieles hasta colocarla de forma que se afiance al equipo.
4. Se cierra la cámara y se despresuriza el sistema, se debe esperar a que se alcance el vacío y se estabilice el sistema.
5. Se deben de realizar las mediciones de topología y mapeo superficial a 50 kV.
6. A partir del paso 5 se realizan los ajustes de magnificación, foco y brillo necesarios para poder establecer una resolución adecuada para la muestra.

Procedimiento composición

1. El siguiente protocolo solamente se realiza cuando el objetivo es conocer el perfil elemental de la muestra.
2. Se realizan los pasos de 1, 2, 3 y 4 antes mencionados
3. Se deben de realizar las mediciones de contenido elemental a 1 kV.
4. Para el uso del cañón de rayos X se debe considerar que la distancia real de acercamiento debe ser como tope nominal 18 mm.
5. Una vez alcanzado los parámetros anteriores se procede a colocar el cañón lo más cerca de la muestra posible sin que el mismo toque la muestra.
6. Se dispara el haz de rayos X y se toma el espectro de contenido elemental con un tiempo de toma de datos de 500 s.

¹¹Se recomienda el uso de un factor de seguridad del 30 %

5.1.18 Diagrama del equipo

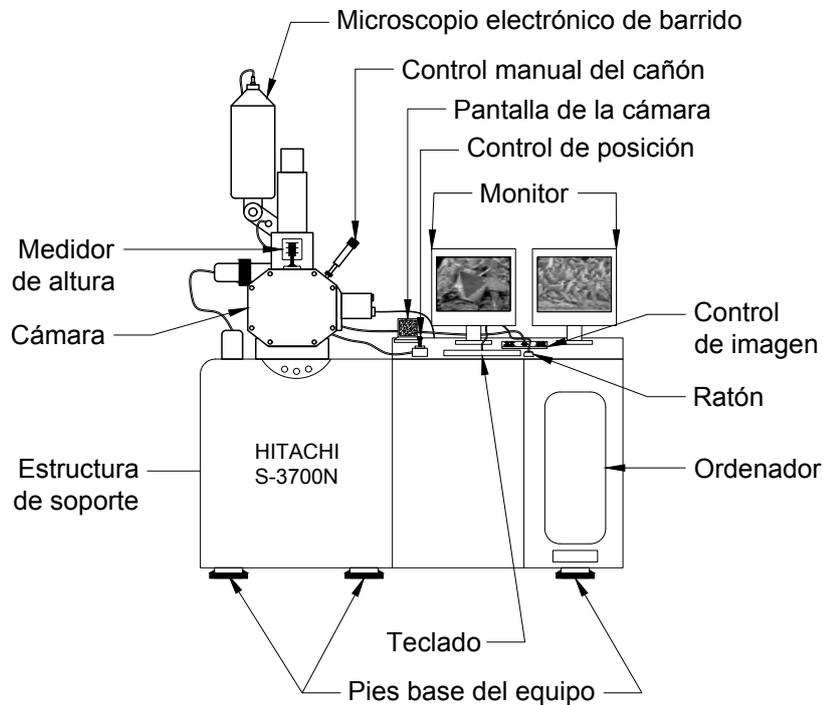


Figura 5.21. Equipo utilizado en la determinación del contenido elemental del agregado mineral (Elaboración propia, 2019).

5.1.19 Microscopía de fuerza atómica

Este ensayo se realiza mediante el uso del equipo adquirido por el Lanamme, el cual cuenta con espectroscopía RAMAN, por WiTec, el cual tiene un rango de medición de hasta 50 μm . Con lo anterior se determina la topología y demás propiedades de textura a nivel nanoscópico de las muestras de agregados minerales, donde producto de este análisis se obtiene la topografía, superficie de fases, nano rugosidad y área real analizada.

Los detalles de los equipos y materiales utilizados se describen en el Cuadro 5.12.

Trabajo previo

1. Se deben preparar muestras de agregado mineral con dimensiones características de 10 mm \times 10 mm \times 10 mm.

Cuadro 5.12. Materiales y equipo necesarios para la determinación de la rugosidad y mapeo topológico de las muestras de agregado con el uso del microscopio de fuerza atómica.

Equipo o material	Cantidad	Rango de trabajo	Tolerancia (\pm)	Unidad
Microscopio AFM	1	NA	NA	NA
Computadora	1	NA	NA	NA
Mesa amortiguadora	1	NA	NA	NA
Agregado mineral	16	70 · 140 · 10	1	mm

2. Se debe medir la masa individual de la muestra y la misma debe ser menor a 100 g.
3. Las muestras deben de estar limpias mediante métodos ultrasónicos por al menos 60 min con agua destilada y 80 % de la capacidad del equipo para no rebalsar el mismo.
4. Se debe secar en horno de convección por al menos 4 h el agregado a 110 °C.
5. Las muestras deben de estar en cámara de desecado hasta el día de la prueba con el fin de que su temperatura disminuya y las mismas no absorban humedad del ambiente.

Procedimiento

1. Se instala la punta de no contacto sobre el equipo¹².
2. Se coloca la muestra sobre la base del microscopio.
3. A partir de las lecturas de altura y tasa de inclinación se ajusta el láser con el fin de que la resolución de ambas sea lo más altas posibles.
4. Se fija el voltaje para que el mismo no sobrepase el valor nominal de 1 V
5. Se fija el punto cero de medición sobre la muestra.

¹²Recomendada para muestras rugosas como el agregado.

6. Se escoge posiciones por duplicado que tengan un rango de análisis de la superficie de $25\ \mu\text{m} \times 25\ \mu\text{m}$ y se procede a realizar la medición.
7. Como parámetro de medición se debe tener en cuenta que la señal de topografía debe ser estable durante todo el ensayo.
8. Las ganancias del controlador PI (Proporcional-Integral) se debe sintonizar de manera manual y dependen directamente de parámetros de ensayo y del equipo para poder mantener el error lo más pequeño posible.
9. Una vez terminado el ensayo se procede a repetir los pasos anteriores para cada una de las muestras.

5.1.20 Diagrama del equipo

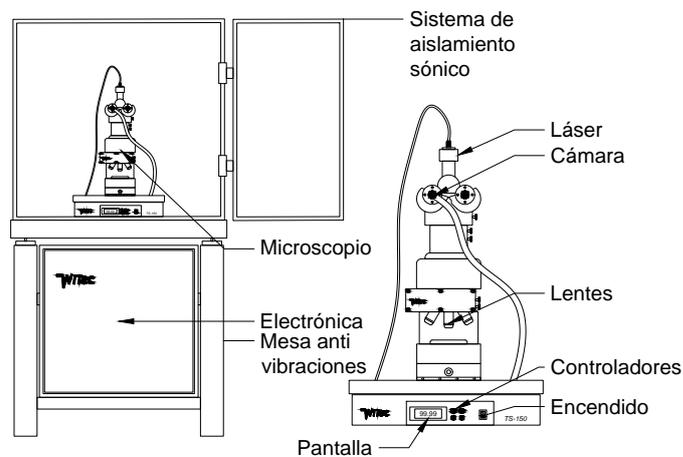


Figura 5.22. Equipo utilizado en la determinación de la rugosidad y topología a escala microscópica (Elaboración propia, 2019).

5.1.21 Ángulo de contacto

Para el ensayo de las muestras de agregado y medición de ángulo de contacto, por el método de gota sésil, se debe tener en cuenta que el volumen de líquido de prueba varía en el tiempo, debido a difusión interna del líquido sobre la matriz mineral, ya

que la superficie es real y posee porosidad, imperfecciones y rugosidad asociadas es por ello que esta difusión no se cuantifica debido a que obliga a determinar de forma paralela el flujo difusivo de cada líquido de prueba.

Los equipos y materiales utilizados se muestran en el Cuadro 5.13, donde el fabricante del goniómetro es Ramé-Hart.

Cuadro 5.13. Materiales y equipo necesarios para la prueba de energía superficial en agregados calizos y silíceos.

Equipo o material	Cantidad	Rango de trabajo	Tolerancia (\pm)	Unidad
Equipo goniométrico	1	0.00 a 180.00	0.01	°
Prensa nuez	1	NA	NA	NA
Prensa con caucho	1	NA	NA	NA
Termohigrómetro	1	0.0 a 100.0	0.1	°C
		0.0 a 100.0	0.1	%HR
Soporte metálico	1	NA	NA	NA
Inclinómetro	1	0 a 90	0.01	°
Beaker	3	50	5	mL
Micro-pipeta	1	0 a 100	1	μ L
Puntas	3	NA	NA	NA
Computador	1	NA	NA	NA
Fuente lumínica	1	NA	NA	NA
Probeta graduada	1	0.0 a 10.0	0.5	mL
Deshumidificador	1	40 a 80	10	% HR
Agregado mineral	16	70 · 140 · 10	1	mm
Formamida	1	1.0 a 3.0	0.5	mL
Etilenglicol	1	1.0 a 3.0	0.5	mL
Agua	1	1.0 a 3.0	0.5	mL

Trabajo previo

1. Se debe encender el aire acondicionado con el fin de estabilizar la humedad y temperatura, correspondientemente a 40 %HR o menores y 20°C al menos 6 horas antes de las mediciones.
2. Se recomienda el uso de equipos de deshumidificación adicionales debido al exceso de humedad en zonas tropicales.
3. Las muestras deben de estar limpias mediante métodos ultrasónicos con agua

destilada y 80 % de la capacidad del equipo para no rebalsar el mismo por al menos 60 min.

4. Se debe secar en horno de convección por al menos 4 h el agregado a 110 °C.
5. Los líquidos de prueba y las muestras se deben de mantener en zonas de humedad controlada como lo son las cámaras de desecado.
6. Se calibra el equipo de goniometría con el uso de la herramienta especializada fabricada por Ramé-Hart.

Procedimiento

1. Se coloca 3 mL del líquido de prueba sobre un beaker de 50 mL limpio y seco.
2. Se coloca la punta¹³ correspondiente para el líquido de prueba sobre la micropipeta con graduación de 20 µL.
3. Se coloca la muestra sobre la plataforma de medición.
4. Se utiliza el inclinómetro digital para establecer $(0.0 \pm 0.2)^\circ$ sobre la superficie de medición, esto se debe realizar mediante el ajuste de la base de medición.
5. Se coloca una gota sobre la esquina deseada y mover el ajuste grueso sobre el eje focal hasta que el perfil tenga la mayor resolución posible.
6. Se añade el tipo de muestra, líquido de prueba y el nombre de la corrida experimental.
7. Se realiza los ajustes de horizontalidad para la base de medición del ángulo de contacto, aunque esto implique inclinar la muestra. El criterio se basa en que la línea horizontal debe tocar ambos extremos del perfil de la gota.
8. Se ajusta las configuraciones del programa para que la toma de datos satisfagan los criterios experimentales. Se recomiendan los siguientes valores:

¹³Se recomienda cambiar la punta cuando la presión manual no es suficiente para poder succionar el líquido de prueba.

- (a) Frecuencia de toma de datos¹⁴ de 0.004 datos/s.
 - (b) Cantidad¹⁵ de datos de 2500 datos.
 - (c) Tiempo experimental¹⁶ de 10 s.
 - (d) Imagen de medición de ser estar configurado en "*Present picture*".
9. En caso de que el programa indique en algún punto de la corrida "*Out of memory*" se recomienda cerrar el programa y volver a abrirlo y repetir el paso 8.
10. Se arma el sistema de sujeción de la micro-pipeta, para no tener que variar la altura de la misma sino solamente la posición.
11. Se debe succionar el líquido prueba hasta que la punta esté completamente llena del mismo, esperar el tiempo que sea necesario para esto suceda.
12. Se rota la micro-pipeta sobre la posición deseada.
13. Se presionar la opción de "*Start*" para que el programa estime la vertical y horizontalidad.
14. Para poder obtener de manera adecuada el perfil en el tiempo del ángulo de contacto los siguientes pasos se deben de realizar de manera simultánea:
- (a) Se coloca la gota de líquido de prueba sobre la muestra de manera que la punta de la micro-pipeta no exceda los 10 mm y que la misma deba caer por gravedad de forma vertical.
 - (b) Se presiona la opción de "*Measure*".

¹⁴Se debe tener en cuenta que el fabricante indica que para valores menores de 0.04 datos/s el programa estimará el ángulo de contacto con la mayor velocidad que su procesador le permita, lo cual el tiempo experimental puede verse afectado. Para evitar este inconveniente se recomienda liberar la memoria del programa finalizada la corrida experimental o bien utilizar este valor como nominal.

¹⁵No se debe exceder el valor de 4800 datos de lo contrario el programa no permitirá guardar la corrida experimental.

¹⁶Se recomienda este tiempo debido a que a tiempos mayores de este valor el efecto difusivo del líquido sobre la muestra será mayor y no se puede establecer un volumen de muestra constante (ver sección 6.3.1).

- (c) Se ajusta el eje perpendicular al focal para que la gota esté sobre la distancia de trabajo.
- (d) Se presiona la opción de "Plot"
15. En caso de que la rapidez de obtención de datos disminuya a simple vista se deben borrar los registros de los datos graficados anteriormente (lo anterior no elimina los datos, solamente libera memoria).
 16. Si el conjunto de datos cumple con el criterio¹⁷ de que la desviación del ángulo de contacto entre el valor de la derecha e izquierda sea menor a 1° el mismo forma parte de la base de datos experimental, en caso opuesto no lo hace.
 17. Una vez discriminada la carrera experimental se dispone a guardar los datos obtenidos.
 18. No se deben completar corridas experimentales en días diferentes, lo anterior a variaciones debido a dilución de los líquidos de prueba con el agua en el ambiente que afectan directamente sobre las componentes dispersivas y polares de la energía superficial.

5.1.22 Diagrama del equipo

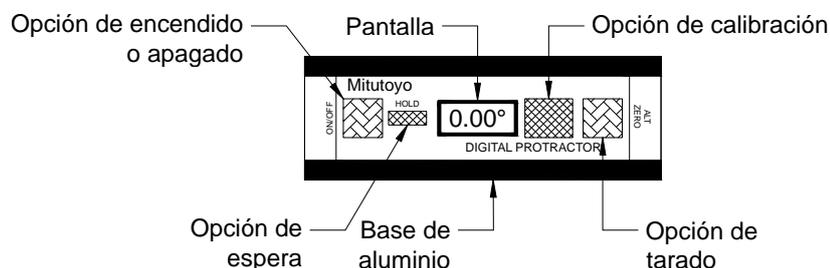


Figura 5.23. Equipo utilizado para nivelar la superficie durante las pruebas de ensayo (Elaboración propia, 2019).

¹⁷Si se trabaja con el programa del Ramé-Hart el mismo calcula una desviación media del ángulo de contacto de forma que: $\frac{\theta_r - \theta_l}{2} < 1^\circ$

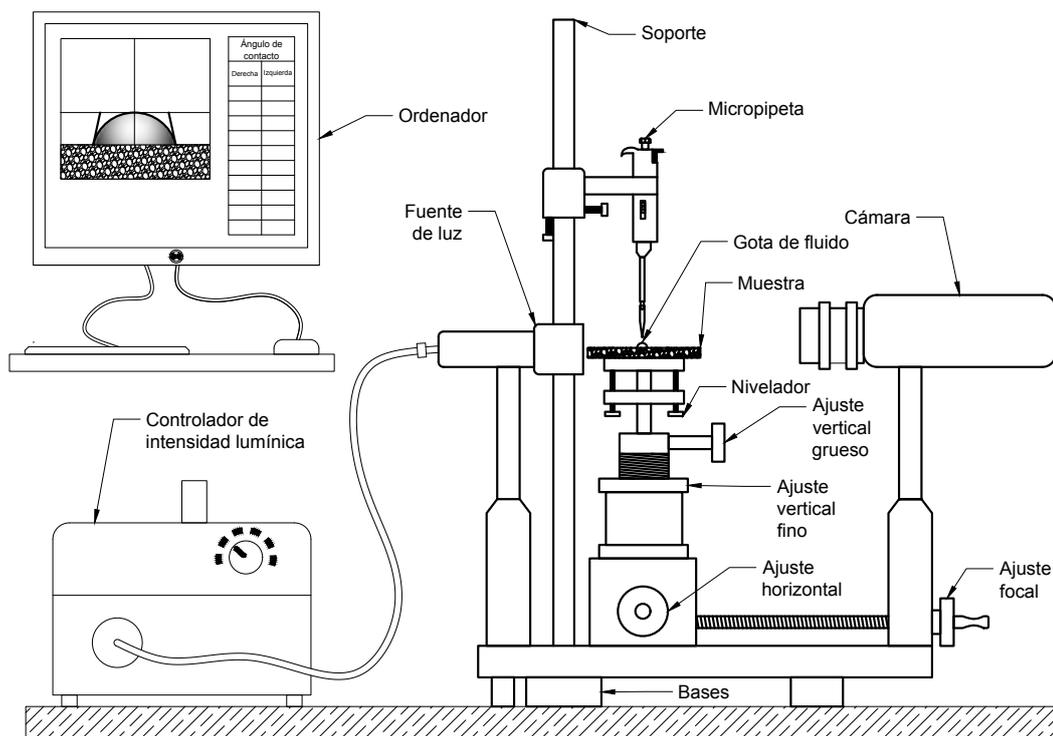


Figura 5.24. Equipo utilizado en la determinación del ángulo de contacto para agregado mineral calizo y silíceo (Elaboración propia, 2019).

5.1.23 Adhesión neumática

Este ensayo determina el esfuerzo máximo de tracción uniaxial que el ligante asfáltico ejerce sobre la superficie imperfecta del agregado, siendo el objetivo principal determinar la medida de la resistencia mecánica del material sustrato. Los equipos y materiales usados en la determinación de la adhesión neumática se encuentran en el Cuadro 5.14.

Trabajo previo

1. Se adiciona 80 % de la capacidad del baño ultrasónico con agua destilada.
2. Se coloca las muestras dentro del baño de tal manera que las superficies estén libres y no estén en contacto.
3. Se introduce 300 mL de ligante asfáltico dentro del horno de convección a 60 °C usando un beaker de al menos 500 mL.

Cuadro 5.14. Materiales y equipo necesarios para la prueba de adhesión neumática en agregados calizos y silíceos.

Equipo o material	Cantidad	Rango de trabajo	Tolerancia (\pm)	Unidad
Equipo BBS	1	0.000 a 420.000	0.001	kPa
Termohigrómetro	1	0.0 a 100.0	0.1	°C
Deshumidificador	1	0.0 a 100.0	0.1	%HR
		40 a 80	10	% HR
Agregado mineral	16	70 · 140 · 10	1	mm
Talco	1	5	1	g
Asfalto	128	0.40	0.05	g
Queroseno	1	250	1	mL

4. Se introduce los punzones dentro del horno para estabilizar la temperatura.
5. Se debe encender el baño ultrasónico durante 60 min a 60 °C e introducir las muestras.
6. Se escurre las muestras y colocarlas dentro del horno de convección, con papel aluminio en la base, durante 3 h a 60 °C de modo que el agua se escurra y evapore.
7. Se debe colocar (0.40 ± 0.05) g de asfalto sobre los moldes de silicona¹⁸, una vez que alcanzar la temperatura ambiente se pueden moldear con forma esférica.
8. Se coloca en las cabezas de los punzones la muestra de asfalto y esperar a que la misma se disperse.
9. Se coloca los punzones sobre la muestra de agregado de forma normal a la superficie de ensayo, respetando una distancia entre ellos de al menos 35 mm.
10. Se enciende el aire acondicionado con el fin de estabilizar tanto la humedad como la temperatura, correspondientemente a 40 %HR o menores y 20 °C al menos 6 horas antes de las mediciones.

¹⁸Para favorecer la adición precisa de la muestra al molde se recomienda usar un sujetapapeles el cual es sumergido en el beaker, transfiriendo así la masa adecuadamente.

11. Se recomienda el uso de equipos de deshumidificación adicionales debido al exceso de humedad en zonas tropicales.
12. Se debe enfriar las muestras en cámara desecadora hasta alcanzar la temperatura y humedad de experimentación.
13. Se calibra el equipo neumático hasta que la pendiente de presión en el tiempo sea de (100 ± 2) kPa/s, ajustando la válvula de purga hasta que el mismo cumpla este criterio.
14. Se debe lubricar el empaque de caucho con silicato de magnesio.

Procedimiento

1. Se debe utilizar la conexión "*COM5*".
2. Se debe usar la configuración de 20 mm de diámetro y tipo F2.
3. Se enciende la toma de datos.
4. Cambiar la ruta de archivo y el nombre del mismo.
5. Se reinicia el conteo de esfuerzo cada vez que se inicia la corrida experimental.
6. Se coloca la muestra con los punzones sobre la mesa y atornillar el aditamento neumático.
7. Se presiona el pulsador de aumento de presión hasta llegar al fallo de la pieza.
8. Se apaga la toma de datos.
9. Se deben repetir los pasos 3, 4 y 5.
10. Se deben limpiar los punzones y agregados primeramente con una espátula caliente y luego mediante el uso de queroseno.

5.1.24 Diagrama del equipo

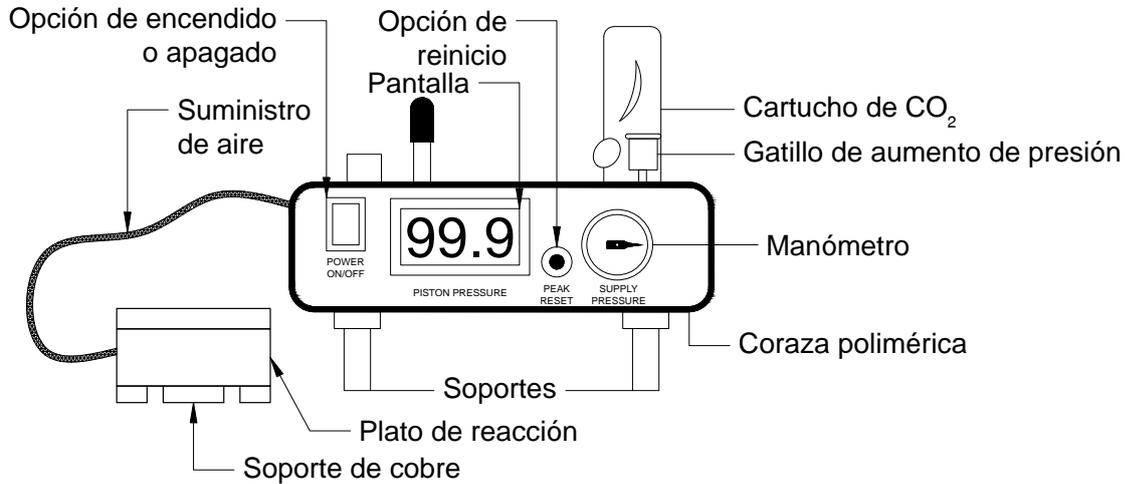


Figura 5.25. Equipo utilizado en la determinación de la resistencia a la tracción uniaxial neumática con ligante asfáltico (Elaboración propia, 2019).

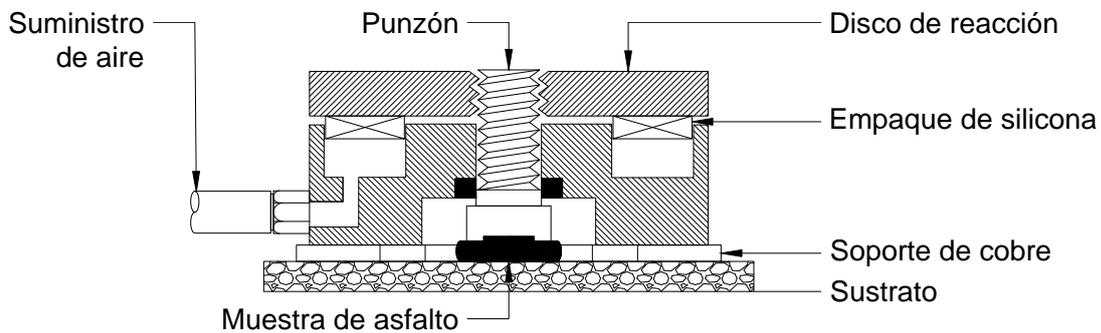


Figura 5.26. Detalle del equipo utilizado en la determinación de la adhesión neumática con ligante asfáltico (Elaboración propia, 2019).

5.2 Factores, variables y diseño experimental

El diseño factorial (2^4) fue escogido como primer análisis de filtrado de forma tal que permitiera conocer las variables que afectan a la preparación de la muestra en ambos ensayos.

Los factores de carreras (pasadas), tiempo de trabajado, nivel de acabado y tipo de agregado se escogieron de forma tal que los primeros tres sean variables controlables

durante la preparación de las muestras, mientras que el tipo de agregado se escogió de esa forma, ya que el agregado calizo y silíceo son los usados comúnmente en la construcción de pavimentos.

Los niveles utilizados se escogieron de forma tal que simulen acabados rápidos y descuidados o bien acabados detallados y refinados.

Mediante el diseño factorial se estudian las variables significativas en la preparación de las superficies de las muestras para las variables respuesta de los ensayos de energía superficial y adhesión neumática, las cuales se presentan a continuación y en el Cuadro 5.15, el presente cuadro es realmente importante para lograr identificar las muestras en la sección de la discusión por lo que se recomienda grandemente su cuidadosa lectura.

Cuadro 5.15. Resumen del diseño factorial para las variables involucradas en la preparación de muestras de agregados calizos y silíceos proveniente de Río Claro.

Muestra	Cantidad de carreras, $C/(\text{adim})$	Tipo de agregado, $M/(\text{adim})$	Tiempo de carrera, $t_r/(\text{s})$	Nivel de acabado, $N/(\#)$
B1	1(-)	Calizo(-)	10(-)	120(-)
B2	10(+)	Calizo(-)	10(-)	120(-)
B3	1(-)	Silíceo(+)	10(-)	120(-)
B4	10(+)	Silíceo(+)	10(-)	120(-)
B5	1(-)	Calizo(-)	60(+)	120(-)
B6	10(+)	Calizo(-)	60(+)	120(-)
B7	1(-)	Silíceo(+)	60(+)	120(-)
B8	10(+)	Silíceo(+)	60(+)	120(-)
A1	1(-)	Calizo(-)	10(-)	320(+)
A2	10(+)	Calizo(-)	10(-)	320(+)
A3	1(-)	Silíceo(+)	10(-)	320(+)
A4	10(+)	Silíceo(+)	10(-)	320(+)
A5	1(-)	Calizo(-)	60(+)	320(+)
A6	10(+)	Calizo(-)	60(+)	320(+)
A7	1(-)	Silíceo(+)	60(+)	320(+)
A8	10(+)	Silíceo(+)	60(+)	320(+)

Variables independiente:

- t_e : Tiempo de ensayo, s.

Variables dependientes:

- θ : Ángulo de contacto, °.
- σ : Resistencia a la adhesión, Pa.

Variables estímulo:

- C : Cantidad de carreras, adim.
- t_r : Tiempo de carrera, s.
- N : Nivel de acabado, adim.
- M : Tipo de agregado mineral, adim.

Variables estudio:

- W_{AB} : Trabajo de adhesión, J/m².
- Y : Resistencia a la adhesión, Pa.

Variables fija controlable:

- F : Planicidad de la muestra, mm.
- θ_m : Inclinación inicial de la muestra, adim.
- V : Volumen de la gota, m³.
- I : Intensidad lumínica de la fuente de luz, W/m².
- T_{amb} : Temperatura ambiente, °C.
- U_R : Humedad relativa, adim.
- Z_a : Rugosidad de la muestra, mm.

Variables fija no controlable:

- J_{dif} : Flujo de difusión del líquido de prueba, mol/(m² · s).
- ϵ : Porosidad de la muestra, adim.

5.3 Diagramas de los equipos adicionales

5.3.1 Preparación de las condiciones experimentales

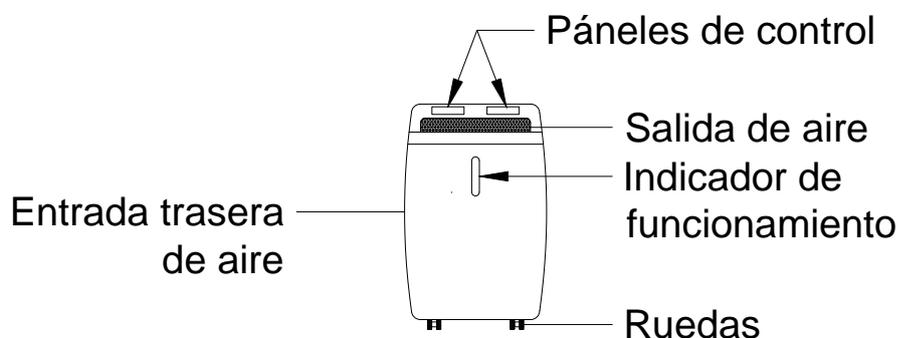


Figura 5.27. Equipo utilizado para extraer la humedad del laboratorio (Elaboración propia, 2019).

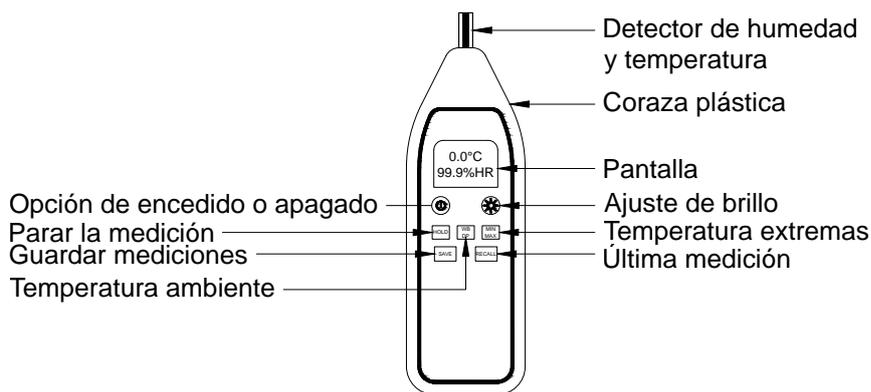


Figura 5.28. Equipo utilizado para monitorear la temperatura ambiente y la humedad relativa del ambiente de laboratorio (Elaboración propia, 2019).

ANÁLISIS DE RESULTADOS

En este capítulo se presenta el análisis de los resultados experimentales de cada etapa generatriz del proyecto.

6.1 Caracterización de los agregados

Mediante la observación de los lineamientos de la norma ASTM D5821 permite establecer una primera visión del estado de trabajado del agregado mineral cuando el mismo fue quebrado, esta propiedad es importante debido a que el agregado debe tener una cubicidad, es decir, un bajo nivel de redondez debido a que esto permite que mecánicamente establezca interacciones superficiales mayores con el ligante asfáltico de manera eficiente.

Para el caso de las muestras analizadas, en el Cuadro 6.16, más del 99 %m/m de ellas están en condiciones fracturadas, eso quiere decir que ante esta propiedad de consenso los mismos cumplen con este criterio y pueden ser utilizadas con confianza en la construcción de pavimentos.

Cuadro 6.16. Determinación del porcentaje másico de agregado fracturado según la norma ASTM D5821.

Muestra	Masa seca, m_d /(g)	Masa frag- mentada, m_F /(g)	Masa no fagmentada, m_{NF} /(g)	Porcentaje fragmen- tado, Γ /(%)
2155-17	5947.5	5931.4	17.1	99.73
2156-17	6533.6	6479.6	53.5	99.17

6.1.1 Densidad y relación de vacíos

Estas propiedades son indispensable debido a que el agregado es un material heterogéneo en topología y composición el cual varía según la deposición mineral del sitio de extracción. Razón suficiente para considerar necesario cuantificar la densidad tanto en condiciones secas como en condiciones saturadas, debido a la naturaleza

y exposición del mismo en carretera.

Ahora bien, la relación de vacíos permiten conocer los vacíos superficiales que el agregado pueda contener, los cuales permiten estimar de manera indirecta la absorción del ligante asfáltico en determinada muestra de agregado, para el caso en estudio se observa en el Cuadro 6.17 que todas las muestras exceden valores máxicos de 43 %m/m indicando esto que el agregado tiene una alta porosidad superficial provocando que sea susceptible a la humectación durante épocas lluviosas, este fenómeno se observa claramente en la estimación de la densidad a condiciones de saturación superficial la cual aumenta considerablemente en comparación a la densidad del agregado seco.

Cuadro 6.17. Determinación de la masa seca, saturada y aparente de agregados según ASTM C29.

Muestra	Densidad		Relación de vacíos, χ /(%)
	Masiva, ρ_A /(kg/m ³)	SSD, ρ_{SSD} /(kg/m ³)	
2155-17	1441.61	1458.30	44.60
	1430.86	1437.94	45.44
	1411.02	1427.84	45.95
Promedio	1427.83	1441.36	45.33
2156-17	1568.61	1576.31	43.98
	1547.96	1569.44	44.05
	1567.66	1587.81	43.40
Promedio	1561.4	1577.9	43.80

No se omite destacar que los agregados con relación de vacíos elevada tenderá a absorber mayor cantidad de ligante asfáltico en la operación de mezclado y por ende la mezcla obtenida aumenta su costo, ya que el ligante es el componente de mayor precio. También se destaca que el agregado silíceo tiene una diferencia entre medias de 1.53 % lo cual a simple vista no indica un valor elevado, pero cuando se realiza la operación de mezclado a escala de obras civiles genera una disminución en la cantidad de ligante asfáltico necesario para la obra y por ende en el costo de la misma.

6.1.2 Peso unitario y porcentaje de absorción superficial

La definición de porcentaje de absorción superficial permite estimar la cantidad de agua que el agregado es capaz de retener de distintos modos sobre su matriz mineral. Lo anterior es importante debido a que el agregado durante su trasiego y almacenado está expuesto a condiciones constantes de humectación y secado, por lo que conocer el porcentaje máximo de absorción de agua permite conocer la cantidad máxima de agente humectante que el agregado puede mantener dentro de su matriz en caso de desnudamiento en carretera.

Ahora bien, en el Cuadro 6.18 se observa que el agregado M2156-17 (silícico) posee absorción de 1.05 % y la muestra M2155-17 (calizo) la cual tuvo la menor absorción superficial con valor de 0.95 %, la importancia de esta diferencia de tan solo 0.10 % se debe a que el daño por humedad se ve afectado por la afinidad del agua a permanecer dentro de la matriz de los agregados, donde el tiempo, radiación y cantidad de agente humectante catalizan la oxidación de la mezcla asfáltica.

Cuadro 6.18. Determinación del peso unitario del agregado a diferentes condiciones según ASTM C127.

Muestra	Peso unitario			Absorción, A/(%)
	Seca, $\gamma_d/(\text{adim})$	SSD, $\gamma_{SSD}/(\text{adim})$	Aparente, $\gamma_{\text{apa}}/(\text{adim})$	
2155-17	2,61	2,64	2,69	1,16
	2,63	2,64	2,66	0,49
	2,62	2,65	2,70	1,19
Promedio	2,62	2,64	2,68	0,95
2156-17	2,81	2,82	2,85	0,49
	2,77	2,81	2,88	1,39
	2,78	2,81	2,77	1,29
Promedio	2,79	2,81	2,87	1,05

6.1.3 Gravedad específica

Esta determinación permite conocer cuál muestra es más densa en función al agua a condiciones estándar, la cual se puede observar en el Cuadro 6.19, donde el agregado calizo es menos denso que el silícico debido a que el agregado calizo tiene un origen

sedimentario, el cual promueve el atrapamiento de aire y de minerales de menor densidad relativa dentro de la matriz mineral.

Cuadro 6.19. Determinación de la gravedad específica de muestras de agregado a condiciones estándar (4 °C, 101.325 kPa) reportados por el NIST.

Muestra	Densidad, ρ_A /(kg/m ³)	Gravedad específica, G /(adim)
	1441.61	1.442
2155-17	1430.86	1.431
	1411.02	1.411
Promedio	1427.83	1.428
	1568.61	1.569
2156-17	1547.96	1.548
	1567.66	1.568
Promedio	1561.41	1.562

La muestra silícica tiene una mayor densidad relativa ($G = 1.562$) debido a que la misma tiene un origen volcánico donde los efectos de la temperatura y alta presión fomenta la compactación de los minerales y por ende provoca que este valor sea el más elevado.

6.1.4 Análisis composicional elemental

Debido a que su tajo de extracción es el mismo las muestras calizas y silíceas se encuentran contaminadas consigo mismas. Es por ello que es imperativo conocer la composición química elemental de ambas por medio de fluorescencia de rayos X (ver la Figura 6.29), con el fin de caracterizar el material.

El efecto de la disponibilidad de minerales del sitio (Río Claro), promueve esta contaminación en la geofonnación de las rocas minerales, por lo que se recomienda que durante el muestreo de las mismas se acaten las disposiciones de la norma ASTM D75 aunado a criterios petrológicos o geotécnicos.

Parte de la identidad de la muestra del agregado es la distribución elemental sobre la matriz mineral, ya que la misma afecta a cada determinación de ángulo de contacto. Tal como se observa en la Figura 6.29 las muestras de agregado mineral contienen

proporciones diferenciadas de elementos específicos, lo que provoca el cambio de propiedades físicas, químicas y mecánicas entre ellas.

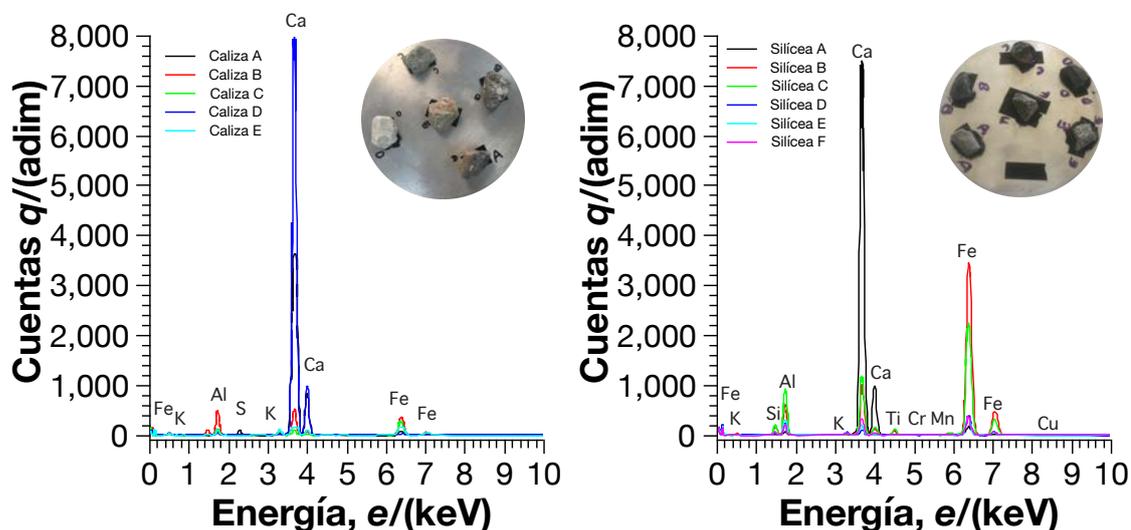


Figura 6.29. Determinación elemental de las muestras de agregado mineral con fotografía de las muestras calizas y silíceas, de izquierda a derecha correspondientemente, obtenidos de Río de Claro mediante el uso de fluorescencia de rayos X.

La muestra caliza se observa que tiene un contenido de calcio muy elevado (20.35 %mol/mol) en comparación a los demás elementos misceláneos que se encuentra dentro de su matriz mineral, ahora bien del Cuadro A.3 se reporta que el componente mayoritario es el oxígeno (56.82 %mol/mol) y existe presencia de carbono (1.40 %mol/mol), por lo que es válido asumir que la composición mineral mayoritaria para este agregado sea de carbonato de calcio (CaCO_3) y óxido de calcio (CaO) mezclados con otros óxidos de elementos misceláneos como cuarzo (SiO_2), alúmina (Al_2O_3) y hematita (Fe_2O_3) o magnetita (Fe_2O_4).

La presencia mayoritaria de compuestos afines al agua, como los carbonatos de calcio y silicatos hidrosolubles promueven la absorción de agua dentro de la matriz mineral y por ende la erosión de los mismos, caso que sucede ante el fenómeno de desnudamiento de carreteras donde el recubrimiento de ligante asfáltico se elimina por agentes externos y el agregado se expone a las condiciones de humectación y envejecimiento del sitio.

El contenido elevado de carbonatos de calcio promueven la formación de vacíos dentro de la matriz provocando que este sea un agregado poroso y por su origen sedimentario sea de fácil conminución, donde la generación de finos es un factor importante en el diseño de mezcla asfáltica ya que los mismos son responsables del desempeño del pavimento (Dunham, 1962).

El agregado silíceo por otro lado presenta marcas características en la Figura 6.29, donde elementos como el silicio (22.69 %mol/mol), calcio (13.61 %mol/mol) e hierro (17.71 %mol/mol) son elementos principales y donde el oxígeno sigue presente en 35.03 %mol/mol; adicionalmente existe una mayor variedad de elementos misceláneos sobre la muestra.

Por la distribución de elementos sobre la matriz mineral puede estar compuesta por granito (SiO_2 y Al_2O_3), dolomita ($\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$) y roca caliza (CaCO_3 y CaO), evidencia experimental de lo anterior se observa en la fotografía adjunta en el segundo gráfico de la Figura 6.29 donde algunas de las muestras (E y F) se encuentra mezclada con otro mineral de coloración blanco y de resistencia a la abrasión menor a la matriz silícica en la que se encuentra.

La presencia elevada de granito sobre la estructura es un indicador de alta densidad y gran factor de compresibilidad durante la formación de la roca, debido a que el SiO_2 tiende a formar enlaces de coordinación tetraédricos en la mayoría de los silicatos dentro de matrices minerales como se observa en la Figura 6.30.

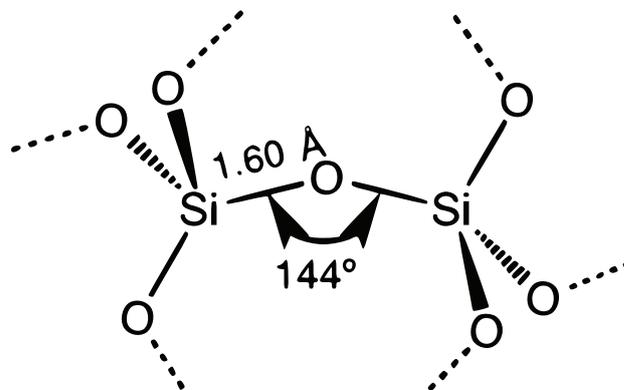


Figura 6.30. Estructura tetraédrica de coordinación del silicio en matrices minerales.

6.1.5 Rugosidad superficial

El estado de la superficie de la muestra afecta directamente los resultados tanto en el ensayo de energía superficial como el de adhesión neumática, ya que la afinidad del material está en función del área interfacial y la generación de microfuerzos depende de la forma y disponibilidad de imperfecciones superficiales.

La información sobre el perfilado superficial de la muestra servirá para la posterior corrección de los ángulos de contacto.

La rugosidad forma parte importante de la identidad de la muestra para los ensayos de energía superficial y adhesión neumática, ya que la presencia de imperfecciones genera dispersiones de luz provocando que la sombra del líquido de prueba no sea estable.

Según Wenzel la rugosidad y existencia de vacíos superficiales afectan directamente el volumen del líquido de prueba, provocando que la hipótesis de volumen constante no sea correcta (Wenzel, 1936).

Otros artículos como el de Härth y Schubert demuestran que el ángulo de contacto y radio de esparcimiento como una dependencia de parámetros de ensayo como el volumen de líquido de prueba y tiempo de ensayo así como de propiedades físico-químicas del líquido de prueba.

Es por ello que en el Cuadro 6.20 se presenta la determinación de la rugosidad superficial por dos métodos distintos (AFM y SCP), esto con el fin de evaluar el efecto del mismo en la medición del ángulo de contacto.

Como se observa en la ecuación (5) (página 13) los valores de rugosidad media toman en cuenta variaciones sobre la superficie; no solamente sobre un perfil específico de la muestra sino por un conjunto de perfiles anidados, lo que provee una mejor aproximación de la misma.

En el Cuadro 6.20 se observa claramente que las rugosidades son del orden de magnitud micrométrico y que para la mayoría de muestras la magnitud de la rugosidad media disminuye con respecto a la condición inicial de control, la cual se refiere a una muestra cortada y rectificadas solamente, ya que todos los acabados iniciaron de

esta forma y el estado de corte es demasiado irregular como para ser un patrón de comparación.

Del Cuadro 6.20 se observa que para el método de perfilometría de contacto con punta de $2\mu\text{m}$ la muestra con menor rugosidad es la A8 (Silíceo) la cual es la más preparada de todas, esto es de esperar, ya que todos los niveles de preparado superficial (tiempo de trabajado, nivel de acabado y cantidad de carreras) son los más altos.

Cuadro 6.20. Determinación de las propiedades físicas de textura de las muestras de agregado mineral con muestras de control adicional.

Muestra	Rugosidad, $Z_i/(\mu\text{m})$			
	Media		RMS	
	AFM	SCP	AFM	SCP
Control Calizo	ND	2.756	ND	3.759
Control Silíceo	ND	2.838	ND	3.609
B1	0.548	3.624	0.651	6.638
B2	0.379	2.261	0.478	2.971
B3	0.384	1.725	0.472	2.708
B4	0.746	3.271	0.928	6.646
B5	0.349	1.620	0.457	2.147
B6	0.267	0.679	0.334	1.193
B7	0.254	1.819	0.306	2.655
B8	0.211	0.995	0.271	1.317
A1	0.693	1.088	0.808	1.545
A2	0.668	1.247	0.825	2.181
A3	0.167	1.190	0.208	1.909
A4	0.211	0.862	0.271	1.273
A5	0.790	1.806	0.948	3.153
A6	0.279	1.394	0.324	2.023
A7	0.310	4.678	0.411	8.888
A8	0.221	0.602	0.282	0.875

Para el caso de las muestras calizas la que posee menor rugosidad es la B6, esto se debe a que este tipo de agregado tiende a vitrificarse fácilmente, como el caso A6, por lo que las mediciones de rugosidad se ven directamente afectadas por la presencia de estas imperfecciones, este efecto se puede observar en las muestras reportadas en

la sección de Anexos I y en especial el ensayo 2 de la Figura 6.31.

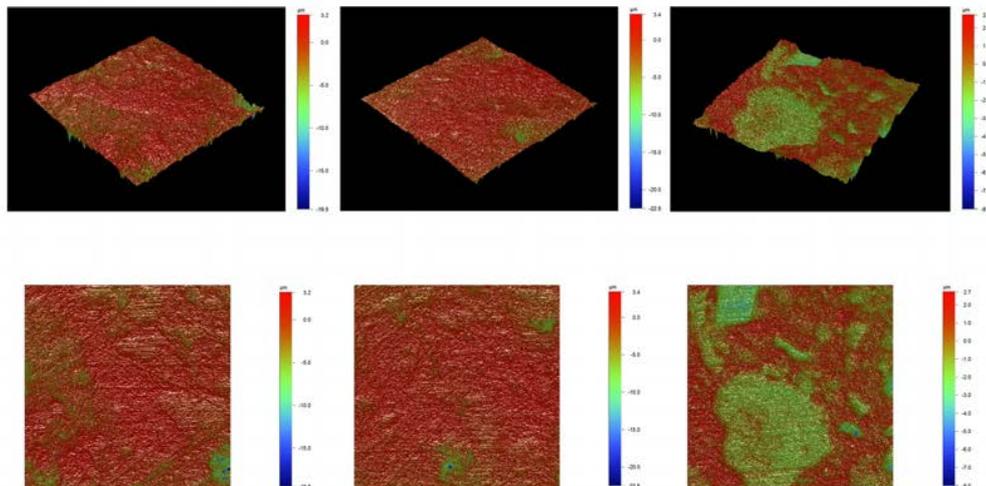


Figura 6.31. Topografías y vistas de planta por triplicado, de izquierda a derecha, de la muestra B8.

Mientras que en la ecuación (6) se define la rugosidad raíz media cuadrática como la desviación estándar de la distribución de alturas promedio de la superficie, esto quiere decir que las desviaciones se acumulan de manera cuadrada, provocando que sea una medida indirecta de las imperfecciones superficiales, utilizada frecuentemente en la determinación del acabado óptico de las superficies, el cual es importante para las muestras, ya que durante el ensayo de energía superficial estas propiedades ópticas determinan el horizonte de medición y por ende la magnitud del ángulo de contacto.

Para el método SCP de las muestras que poseen rugosidades cuadráticas medias menores son A8 (Silíceo) y B6 (Caliza) las cuales poseen respectivamente $1.193 \mu\text{m}$ y $0.875 \mu\text{m}$.

Como dato adicional, la muestra B6 si bien no es ante el diseño factorial presentado a continuación una de las mejores condiciones de preparado de muestra, es el agregado que presentó la mejor trabajabilidad durante el ensayo de energía superficial.

Esto debido a que su superficie es muy homogénea y sus imperfecciones superficiales son mínimas, lo anterior se puede observar en la Figura 6.32.

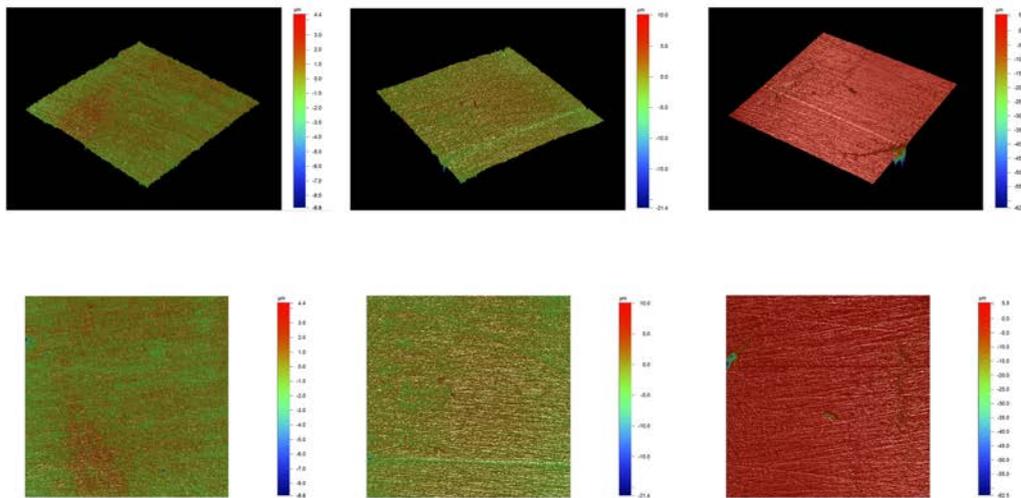


Figura 6.32. Topografías y vistas de planta por triplicado, correspondientemente, de la muestra B6.

Los valores de promedio, media cuadrática, asimetría y curtosis se estiman mediante el uso de 1 500 000 puntos de medición sobre las superficies de las muestras.

La asimetría y curtosis presentadas en el Cuadro 6.21 son medidas indirectas de la homogeneidad de la superficie, como se observa en la Figura 6.33, y de la presencia de ralladuras, vacíos superficiales e imperfecciones; donde se observa claramente que los valores para el método de AFM son mucho mayores que el de SCP.

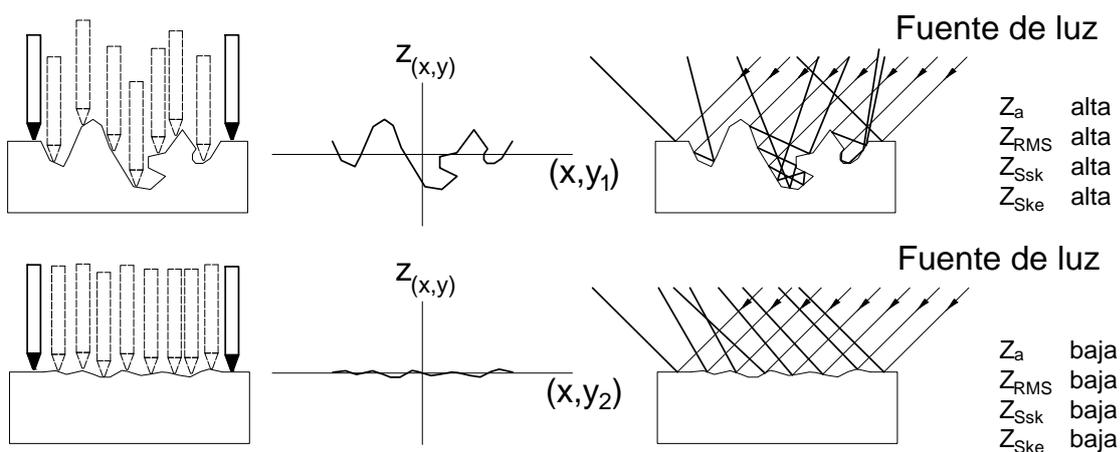


Figura 6.33. Representación física de los parámetros estadísticos relacionados al acabado superficial de las muestras de agregado mineral.

Esto se debe principalmente a la definición de asimetría y curtosis de la ecuación (7)

y la ecuación (8) las cuales son inversamente proporcionales a la n -ésima potencia de Z_{RMS} . Lo anterior quiere decir que los disturbios como vibraciones e imperfecciones se vuelven cada vez más significativos, provocando que la magnitud de estas variables (Z_{Ssk} y Z_{Sku}) sea elevada en AFM que en SCP donde por el tamaño de área muestreado fue mayor.

En especial el método de AFM es muy sensible a variaciones vibracionales aún estando dentro de su sistema amortiguador, es por ello que los valores reportados de curtosis para este método son especialmente elevados tal como se reporta en el Cuadro 6.21.

Cuadro 6.21. Determinación de los estadígrafos de forma y textura de las muestras de agregado mineral con muestras de control adicional.

Muestra	Asimetría, $Z_{Ssk}/(\text{adim})$		Curtosis, $Z_{Sku}/(\text{adim})$	
	AFM	SCP	AFM	SCP
Control Calizo	ND	-1.823	ND	4.062
Control Silíceo	ND	-1.104	ND	9.410
B1	-0.208	-4.935	215198	53.123
B2	-0.219	-1.173	301378	7.349
B3	-0.482	-3.538	265770	26.343
B4	-0.284	-3.634	262786	30.406
B5	-58768.965	-1.623	394884	12.267
B6	-0.442	-5.679	323923	112.073
B7	-0.157	-2.634	173996	17.575
B8	0.055	-1.433	359006	10.083
A1	-0.060	-1.566	204219	50.553
A2	-0.187	-3.375	243271	34.796
A3	-0.182	-3.345	171355	20.282
A4	-0.663	-3.227	384293	30.158
A5	0.003	-6.102	276015	72.520
A6	0.634	-1.498	224938	10.525
A7	-150642	-4.972	499446	50.404
A8	-0.315	-3.295	384674	37.123

Se observa que para el método de determinación SCP utilizado sobre la superficie de las muestras de agregado mineral presenta una asimetría negativa para todas ellas,

lo que quiere decir con esto es que la mayoría de la superficie se encuentra compuesta por valles profundos y finos, lo que provoca que la distribución tenga una tendencia hacia medial elevada.

Además las muestras consideradas como control presentan el valor negativo más pequeño, lo que indica que la superficie es muy simétrica, lo que se debe tener en cuenta de las Figuras 6.34 y 6.35 es que si bien son las más simétricas, son las muestras que poseen la mayor rugosidad, factor de corrección, cantidad de vacíos y vitrificación superficial y se debe entender que sus imperfecciones están distribuidas simétricamente sobre toda su superficie.

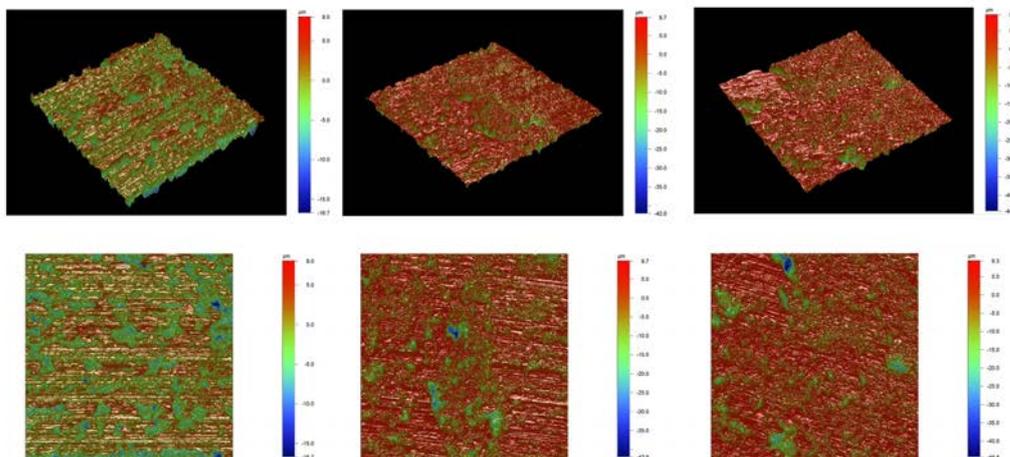


Figura 6.34. Topografías y vistas de planta por triplicado, correspondientemente, a la muestra de agregado mineral control de tipo calizo.

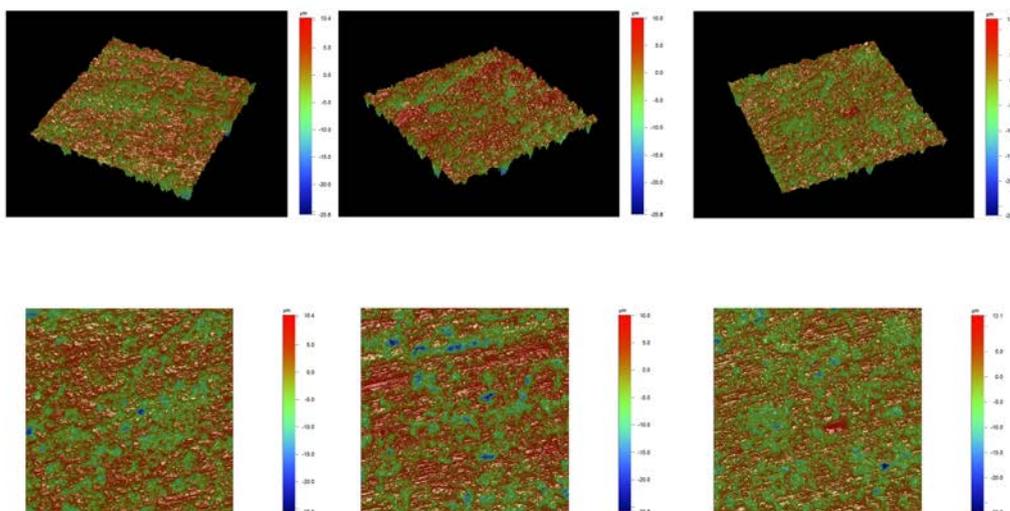


Figura 6.35. Topografías y vistas de planta por triplicado, correspondientemente, a la muestra de agregado mineral control de tipo silíceo.

De las Figuras 6.34 y 6.35 se observa se observan grandes imperfecciones y daños superficiales que afectan directamente la topología de la muestra, es por ello que no se debe utilizar considerar satisfactorio solamente el rectificado de las muestras de agregado, debido a las imperfecciones superficiales.

De acuerdo a los resultados reportados en el Cuadro 6.21 y la Figura 6.36, se observa que el tratamiento cumplió su objetivo dado que su rugosidad final disminuyó significativamente. Además la rugosidad raíz cuadrática media es pequeña lo que significa que la maquinabilidad de la muestra es alta y promueve el acabado óptico de la muestra.

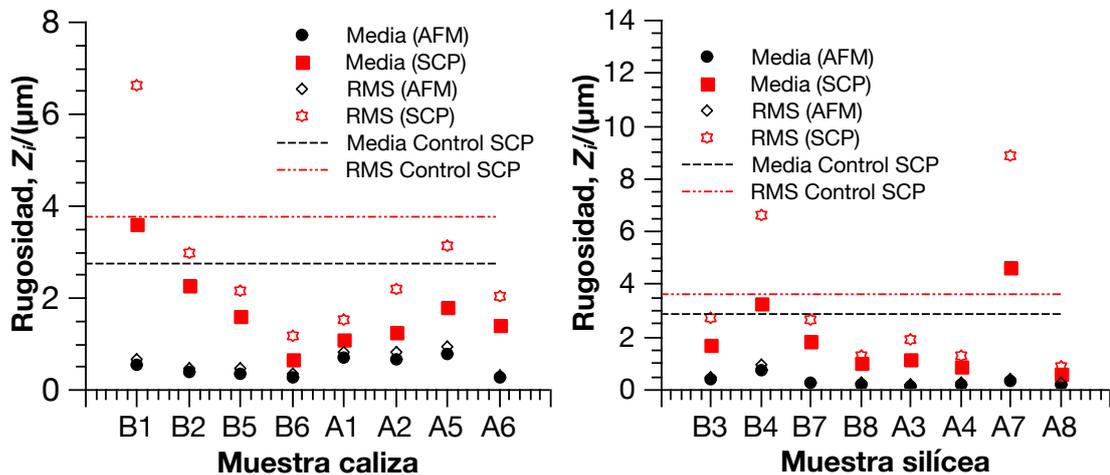


Figura 6.36. Comparación de rugosidades según el método de determinación y tipo de agregado con muestras de control rectificadas.

Además, la Figura 6.36 también se observa que el método de AFM no es el método más adecuado para el ensayo de energía superficial, debido a que la superficie ensayada fue de $25\ \mu\text{m} \times 25\ \mu\text{m}$ mientras que la ensayada mediante el SCP, fue de $2500\ \mu\text{m} \times 2500\ \mu\text{m}$, es decir 10 000 veces más área analizada.

Lo anterior es importante debido a que las gotas de líquido de prueba tienen una vecindad de análisis de $S = 25\ \text{mm}^2$ (ver Anexo A) y adicionalmente el equipo de perfilometría impide un análisis de alta resolución de un área tan grande, ya que la generación de datos excede la capacidad de almacenamiento del computador, es por ello que se procedió a realizar determinaciones por triplicado y aleatorias con un

alcance de $S_e = 6.25 \text{ mm}^2$, ya que al muestrear de esta forma el dato se encuentra dentro del factor de seguridad tomado en el Anexo A.

$$S_{\text{ideal}} < 3S_e < S_{\text{seg}} \quad (15)$$

Dónde:

S_{ideal}	Área superficial ideal o proyección geométrica	m^2
S_e	Área superficial de ensayo o real	m^2
S_{seg}	Área de seguridad	m^2

Al considerar el cálculo anterior se observa que el área de análisis mediante SCP, es mayor a la del área basal ideal de la gota y menor a la de diseño, por lo que se puede concluir que el área por triplicado es significativa al ensayo de energía superficial.

Ahora bien, como el análisis con el método de AFM impide determinar superficies del orden de magnitud que se necesita, se realizó un mapeo por duplicado, con el fin de comparar los métodos de determinación, ya que la disponibilidad del AFM es mucho mayor que el SCP.

El Cuadro 6.20 revela que los resultados para el método de AFM tienen rugosidades de hasta un orden de magnitud menor con respecto a la perfilometría de contacto y que las lecturas del método AFM contienen dispersión variable por disturbios no controlables, por lo que las correcciones por efecto rugoso se deben realizar mediante perfilometría de contacto.

$$14.186 \text{ mm}^2 < 3(6.25 \text{ mm}^2) < 19.860 \text{ mm}^2$$

$$14.186 \text{ mm}^2 < 18.750 \text{ mm}^2 < 19.860 \text{ mm}^2$$

Si bien los valores estimados por AFM no son significativos en la corrección por rugosidad esto no quiere decir que la topología y demás parámetros de textura carezcan de valor estadístico. Por el contrario este método permite observar de forma microscópica los defectos de la superficie los cuales no se observan en la

perfilometría, al ser este último un método que tiene un rango de determinación más elevado, ya que permite estudiar superficie a nivel milimétrico.

Además el mismo genera las superficies de respuesta de fase en cada punto de análisis, información importante para la homogeneidad de superficie y determinación de la rigidez de la superficie, los cuales se encuentran reportados en el Anexo H.

6.2 Consideraciones durante el pretratamiento de las muestras

Cada una de las operaciones, que se explican a continuación, son de vital importancia debido a que la trabajabilidad de las muestras estará en función del criterio de aceptación para cada uno de los pasos consiguientes, las cuales se pueden observar en la Figura 6.37.

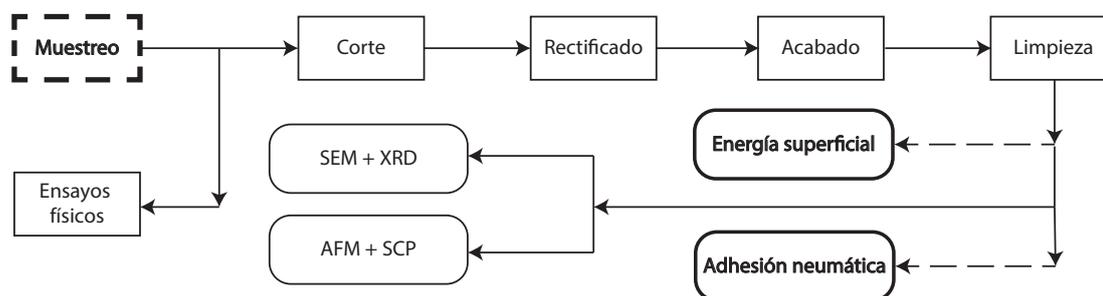


Figura 6.37. Diagrama de bloques del protocolo de pretratamiento y ensayo de las muestras de agregado mineral.

6.2.1 Muestreo

Para los agregados calizos y silícicos que se trabajaron se deben muestrear de forma que la roca mineral al menos tenga un borde plano para que la operación de corte consiguiente tenga una cara a la cual sujetar.

Además, para el agregado calizo se debe procurar que los planos de corte sean perpendiculares o paralelos a las secciones de sedimentación, debido a que la rigidez estructural de la muestra se ve comprometida por la dirección de corte.

Para las muestra de agregado si esta operación se realiza de forma inadecuada compromete la integridad de la muestra, en especial en la prueba de adhesión neumática donde la misma genera un deterioro por efecto mecánico sobre la superficie.

Si la muestra tiene inestabilidad estructural previa por corte inadecuado el agregado se fisurará y el daño será irreversible.

Al utilizar el agregado en su forma quebrada se recomienda seguir las indicaciones de la norma ASTM D75 con el fin de evitar segregación.

6.2.2 Corte

El corte del agregado se recomienda que se realice en función del origen, ya que para rocas sedimentarias poseen planos de sedimentación, los cuales deben ser respetados con el fin de mantener la identidad estructural del agregado, para este caso se recomienda seguir el ejemplo de la Figura 6.38

Los cortes que se realizan en los pasos c) y d) de la Figura 6.38 se realizan de forma diferente debido a que las propiedades físico-químicas del material son anisotrópicas, es decir, dependen de la dirección de análisis por lo que se espera un comportamiento distinto en cada punto del material.

De la Figura 6.38 se observa que los primeros cortes se realizan de forma perpendicular a los planos de sedimentación primarios esto con el fin de que la integridad estructural de la muestra se mantenga durante los cortes siguientes.

Los últimos cortes se realizan de forma que la dirección de corte sea paralela a los planos de sedimentación, esto debido a que es la dirección más frágil de la roca mineral.

La operación de corte produce surcos sobre la superficie debido a la granulometría y contenido diamante sobre el disco de corte, por lo que se necesita homogeneizar la superficie, lo cual se consigue con la operación de rectificado explicada a continuación.

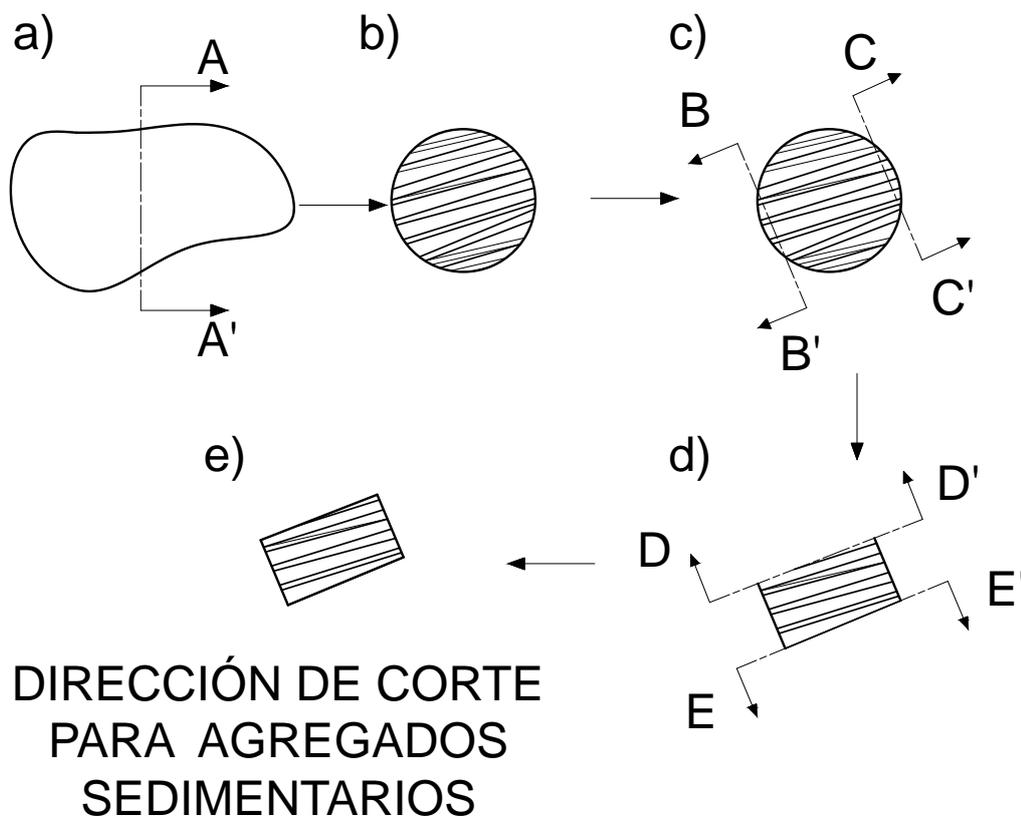


Figura 6.38. Diagrama de corte de agregados con planos específicos de sedimentación. a) Roca mineral, b) Corte transversal, c) Primer y segundo corte perpendicular a los planos de sedimentación primarios, d) Tercer y cuarto corte paralelo a los planos de sedimentación primarios y e) Perfil transversal de la muestra

6.2.3 Rectificación y su importancia en la planicidad

Esta operación se basa en el paso de un disco de mineral abrasivo que permite homogeneizar la superficie y con ello disminuir la planicidad de la muestra. El espesor eliminado es regulado por un control manual, el cual tiene líneas de corte definidas por el equipo.

De acuerdo a la Figura 5.16 y con la ayuda de placas rectificadas de acero o aluminio calibrado se pueden obtener superficies plani-paralelas, las cuales permiten que el nivel y foco en el ensayo de energía superficial y el soporte en el ensayo de adhesión neumática sea homogéneo sobre toda la superficie sobre la cual se realizaría la

prueba.

El Cuadro 6.22 permite observar el cambio de planicidad entre las muestras que fueron solamente cortadas y las que se sometieron a la operación de rectificación.

Cuadro 6.22. Determinación de la planicidad de las muestras de agregado según el diseño experimental a dos condiciones, cortadas y rectificadas.

Muestra	Planicidad, $F/(mm)$		
	Cortada	Rectificada	Diferencia
A1	0.40	<0.03	0.37
A2	0.30	0.10	0.20
A3	0.30	0.09	0.21
A4	>0.50	0.09	0.41
A5	0.30	<0.03	0.27
A6	0.20	<0.03	0.17
A7	0.30	0.10	0.20
A8	0.30	0.09	0.21
B1	0.15	0.03	0.12
B2	0.40	0.08	0.32
B3	0.30	0.10	0.20
B4	0.20	0.08	0.12
B5	0.30	0.03	0.27
B6	0.20	0.10	0.10
B7	>0.50	0.09	0.41
B8	0.15	0.09	0.06

Los valores de planicidad mayores de 0.50 mm en el Cuadro 6.22 representan que la muestra tenía una planicidad tan alta que sobrepasaba el límite nominal superior del equipo de medición, es por ello que se reporta la más elevada.

Caso similar con las muestras que indican que su planicidad es menor que 0.03 mm en el Cuadro 6.22, donde la planicidad es tan baja que sobrepasa la menor división del equipo, galga de planicidad, es por ello que se reporta la menor.

Del Cuadro 6.22 se observa que la reducción de planicidad en la mayoría de muestras se reduce al menos un orden de magnitud, lo cual analizando los valores no parece ser gran disminución, pero a la planicidad final las muestras empiezan a obtener atracción entre ellas y al ser humectadas se forma un sello hidráulico entre las caras, lo que indica que el acabado es homogéneo.

6.2.4 Acabado superficial

Mediante el uso de bandas abrasivas de distintas graduaciones se realizaron diferentes acabados acordes a los niveles escogidos para los factores de cantidad de carreras, tiempo de trabajado, nivel de acabado y tipo de agregado en el diseño experimental reportado en el Cuadro 5.15.

Se realizaron corridas previas y se seleccionaron los niveles en función de la resolución de la medición de ángulo de contacto con agua como líquido de prueba, ya que es el líquido con mayor dificultad de medición.

Lo anterior debido a que el mismo presenta alta capilaridad, poca viscosidad, difusión dentro del agregado elevada y alta volatidad que provoca evaporación por diferencias de presión de vapor y ambiental que promueve el cambio de fase y la variación del volumen de control de la gota en el ensayo de energía superficial.

Se tomaron como nivel bajo la banda abrasiva #120, el cual es cercano al acabado de salida de la máquina rectificadora y como nivel alto el #320 debido a que para acabados mayores el tiempo de preparación aumentaría sustancialmente generando que la preparación de la muestra sea extenuante y sea el paso limitante, durante la determinación de la energía superficial y la resistencia a la tracción uniaxial mediante acción neumática.

Como paso limitante se entiende a que la operación toma en cuenta que se debe pulir la superficie por cada nivel que existe entre bandas abrasivas así que si se quisiera tener un acabado con banda #1000 se debería pulir con las siguientes bandas: #120, #150, #180, #220, #240, #280, #320, #360, #400, #600, #800 y finalmente con la #1000. Por lo que el tiempo de preparado de muestra sería demasiado alto y poco eficiente.

Para el caso del tiempo de carrera se determinó en función del calentamiento de la muestra y del fenómeno de vitrificado superficial que se presenta cuando la misma está expuesta a agentes abrasivos a altas rapideces.

Para ellos se tomaron en cuenta los valores de 10s y 60s donde el fenómeno antes mencionado aún no se presenta; debido a que se desconoce cómo el experimentador

podría preparar la superficie los niveles de tiempo se escogen en función del posible comportamiento del encargado donde se simula un experimentador apresurado y otro minucioso donde el nivel bajo simula un acabado apresurado y el acabado alto simula uno minucioso.

Por último la cantidad de carreras se definen en función al desgaste de la banda abrasiva donde la misma tiene una vida útil de alrededor de 30 carreras, debido a que el contenido de abrasivo disminuye abruptamente para carreras mayores de 10, es por ello que se toma este valor como nivel elevado, mientras que el nivel bajo de 1 carrera simula un uso descuidado de las bandas.

6.3 Ensayo de energía superficial

El ensayo de energía superficial es afectado por las propiedades superficiales, el grado de acabado y las propiedades ópticas de la muestra por lo que una correcta estimación del ángulo de contacto se vuelve un factor importante en la determinación de las propiedades fisicoquímicas de la muestra.

Adicionalmente, el método generado por Della Volpe y Siboni de determinación del trabajo de adhesión mediante el uso de los ángulos de contacto con gota sésil con tres líquidos de prueba (agua, formamida y etilenglicol) es realmente sensible al valor de ángulo de contacto utilizado en la determinación de trabajo de adhesión (Della Volpe y Siboni, 1997).

Debido a lo anterior se proporciona una variación al método de Metcalf & Eddy descrito en Tchobanoglous *et al.* (1991), para la estimación del valor de ángulo de contacto en la condición de equilibrio.

6.3.1 Determinación experimental

Debido a que las normas ASTM D7334 o ASTM D7490 son poco claras en relación a la consideración o restricción del tiempo de ensayo al que se debe tomar la medición del ángulo de contacto para muestras que presentan rugosidad o porosidad superficial se procede a realizar un barrido de tiempo de ensayo y ángulo de contacto mediante

el uso de la condición de pseudo-equilibrio termodinámico, con el fin de conocer el tiempo de ensayo adecuado y poder establecer un parámetro observacional para la adecuada repetición del ensayo.

Determinación de la condición de cuasi-equilibrio

Durante la etapa de adición del líquido de prueba sobre el ensayo de energía superficial se observa en la Figura 6.39 que inicialmente el fenómeno de esparcimiento dinámico es gobernado por la fuerza de gravedad, además que la distribución heterogénea de la masa del líquido de prueba varía del centro de masa de la gota disminuyendo hasta la interfase líquido-aire donde el peso es nulo.

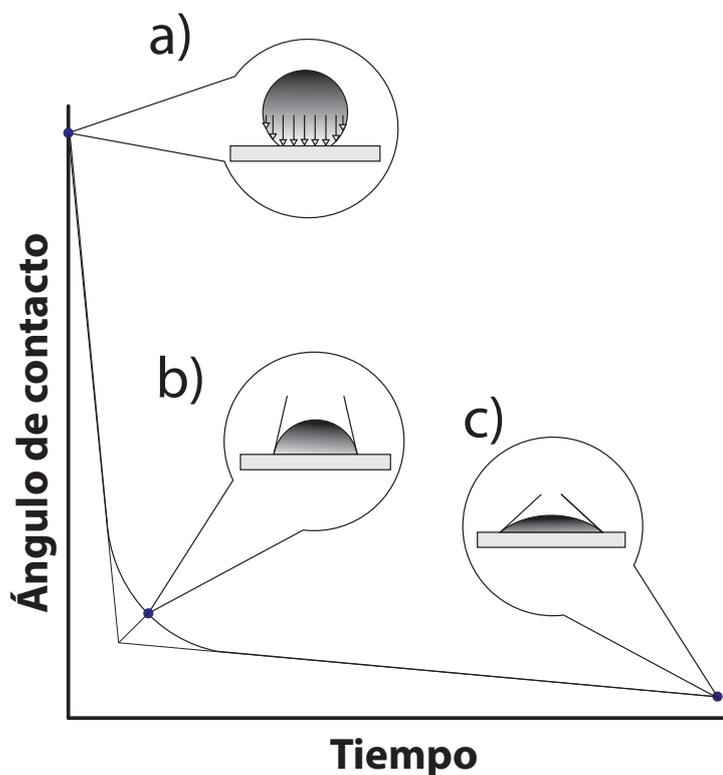


Figura 6.39. Infógrafo del esparcimiento dinámico de la gota de líquido de prueba en la determinación del ángulo de contacto. a) Condición inicial ($t = 0$ s), b) Condición pseudo-equilibrio termodinámico ($t = t_{eq}$) y c) Condición final ($t = 60$ s).

Lo anterior provoca que la colisión entre la misma y la superficie preparada de agregado sea inelástica y que el ángulo de contacto no sea el mismo aún en la misma muestra. Mientras que el ángulo de contacto al finalizar el periodo de ensayo de 60 s

presenta fenómenos como evaporación y difusión interna hacia el agregado.

Debido al exceso de vacíos que las muestras presentan, tal como se reporta en el Cuadro 6.18, provocan que el volumen de líquido de prueba varíe en cada zona. Se debe tener presente que el ángulo de contacto es función del volumen del líquido de prueba tal como lo indica Härth y Schubert (Härth y Schubert, 2012).

Por las razones anteriores no se puede estimar la energía superficial con dichas condiciones (inicial o final). Además se encuentra que Extrand reporta que en la energía libre de Gibbs es menor o nula cuando el ángulo de contacto es grande, alrededor de 100° , y aumenta exponencialmente conforme el ángulo de contacto disminuye (Extrand, 2003).

Como consecuencia a mayor tiempo de ensayo la energía libre de Gibbs aumenta exponencialmente, lo cual genera una dificultad en el alcance de la condición de equilibrio final, por lo que se realiza un análisis gráfico por el método de Metcalf & Eddy.

Conocer el tiempo de estabilización termodinámico de la gota de prueba con el fin de evitar el efecto de evaporación y difusión interna antes mencionado se vuelve un factor importante. En la Figura 6.39 se observa claramente los fenómenos antes mencionados.

Al utilizar el método de Metcalf & Eddy¹⁹, usualmente usado para fenómenos de sedimentación, permite conocer la condición en la cual se encuentra un pseudo-equilibrio termodinámico, el cual resume la información del punto de equilibrio mecánico final, pero evitando la evaporación y demás fenómenos que se presentan en la condición final, en resumen, durante el ensayo de ángulo de contacto no se debe estimar el trabajo de adhesión a condición inicial ($t = 0$ s) ni la condición final ($t = t_f$) para evitar el efecto gravitacional y transferencia de masa respectivamente.

El método anterior se utiliza debido a que al igual que el fenómeno de sedimentación el tiempo de estabilización es alto, por lo que el equilibrio mecánico no se logra alcanzar para algunos líquidos, como el agua.

¹⁹Dicho método se encuentra en la sección de Anexo B.

El método anterior aunado con los hallazgos reportados por Extrand permite seleccionar al punto de mayor curvatura en el perfil de ángulo de contacto contra el tiempo de ensayo, ya que el mismo posee una energía de Gibbs considerablemente alta y no se debe ensayar a tiempos tan prolongados como en la condición final donde la evaporación, difusión interna y capilaridad no son determinadas.

En el Cuadro 6.23 se observa la determinación de los tiempos de equilibrio para las distintas muestras, las cuales corresponden al valor más elevado de al menos 13 réplicas por líquido de prueba, donde la mayoría de muestras alcanzan esta condición a tiempos menores a 6 s.

Cuadro 6.23. Tiempo máximo necesario para establecer el equilibrio termodinámico de los ensayos de energía superficial.

Muestra	Tiempo máximo, $\max(t_{\text{eq}})/(\text{s})$		
	Etilenglicol	Agua	Formamida
B1	10.321	4.404	2.874
B2	3.220	4.213	3.135
B3	6.354	2.537	4.463
B4	4.161	2.379	8.028
B5	4.335	4.650	2.894
B6	4.024	4.649	4.825
B7	4.659	3.290	3.654
B8	4.535	2.663	5.665
A1	2.770	2.941	3.839
A2	5.891	1.296	2.989
A3	3.794	2.459	2.945
A4	2.975	1.773	3.843
A5	2.840	2.961	3.434
A6	2.860	1.825	1.525
A7	2.800	1.894	2.752

Es por ello que en la sección 5.1.21 en el paso 8c se recomienda este valor, ya que para el promedio intermuestral permite obtener con mucha precisión tanto la zona de afectación gravitacional como la zona difusiva y evaporativa, las cuales son necesarias para la determinación de la condición de equilibrio termodinámico por la adaptación del método de Metcalf & Eddy.

Hallazgos entre líquidos de prueba

En la Figura 6.40 se presentan los perfiles de ángulo de contacto para la muestra A1, donde se observa que los valores más elevados de ángulo de contacto son los ensayados con agua, como líquido de prueba. Una prueba contundente de la evaporación²⁰ como efecto perceptible durante la determinación de ángulo de contacto se observa en la serie de datos A3 en la Figura 6.40, donde el ángulo decae rápidamente, cuando se espera que deba mantenerse constante, esto se debe a la presión de vapor del agua, en este caso, que provoca que el volumen de 20 μl no sea constante.

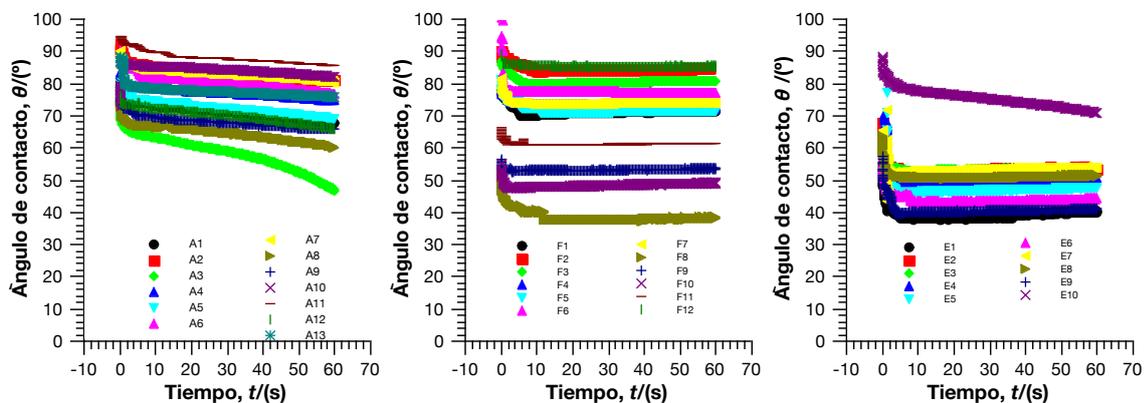


Figura 6.40. Determinación del perfil del ángulo de contacto como función del tiempo de esparcimiento dinámico para la muestra A1 para el agua (13 corridas, A1 a A13), formamida (12 corridas, F1 a F12) y etilenglicol (10 corridas, E1 a E10) de izquierda a derecha correspondientemente.

Erbil y Meric estudiaron los efectos de la evaporación del agua en la determinación del ángulo de contacto y reportan que la tendencia es de forma lineal para su rango de estudio, de 1 min a 7 min, por lo que el método de Metcalf & Eddy tiene validez y para evitar de que el volumen varíe se recomienda que el ensayo no dure más de 10 s (Tchobanoglous *et al.*, 1991). Valor que corresponde al tiempo más alto obtenido durante la determinación del equilibrio para todas las muestras dentro del diseño experimental reportadas en el Cuadro 6.23 (Erbil y Meric, 1997).

En el Cuadro 6.24 se observa que el ángulo de contacto menor suele ser el de la formamida esto debido a que la misma tiende a esparcirse sobre la superficie de agregado, provocando una estabilidad mayor a la gota.

En los Cuadros 6.28, 6.29 y la Figura 6.40 la muestra A1, como ejemplo, presentan

²⁰Este fenómeno también se presentó para otras muestras.

gran estabilidad de ensayo y la menor variación en ángulo de contacto con los tres líquidos de prueba tanto en forma de curva como sus puntos característicos (inicial, cuasi-equilibrio y final)

Cuadro 6.24. Determinación de los ángulos de contacto promedio para el estado de equilibrio termodinámico para cada uno de los líquidos de prueba.

Muestra	Ángulo de contacto promedio, $\bar{\theta}/(^{\circ})$		
	Etilenglicol	Agua	Formamida
B1	66.337	86.700	69.881
B2	71.718	82.109	72.219
B3	73.156	84.174	70.336
B4	77.094	84.616	75.413
B5	61.895	72.081	60.168
B6	78.118	79.021	79.865
B7	67.813	72.151	55.671
B8	78.957	86.275	78.403
A1	49.832	79.767	71.675
A2	44.126	63.555	52.811
A3	42.331	65.457	45.351
A4	43.659	63.802	44.778
A5	56.046	63.593	44.516
A6	66.669	66.422	56.907
A7	47.906	65.914	50.228
A8	66.088	69.664	56.009

Cuando los líquidos de prueba son viscosos, como lo es el etilenglicol, los mismos permiten un esparcimiento dinámico constante, por lo que las variaciones entre repeticiones se ven disminuidas por la facilidad de medición, es por ello que se recomienda el uso adicional del glicerol o de otras sustancias oleaginosas también reportadas por Della Volpe y Siboni (Della Volpe y Siboni, 1997).

Tratamiento de datos atípicos

Los disturbios constantes como lo son la deformación de cada gota, composición heterogénea y aleatoria de la muestra, la evaporación y difusión interna del líquido de prueba dentro de la matriz mineral son factores que afectan los resultados de la prueba de energía superficial.

Debido a que los cálculos para el trabajo de adhesión son sensibles a la presencia de

datos atípicos, se genera un programa para detectarlos y así evitar que la desviación estándar aumente, el mismo se encuentra en la sección de Anexo C y utiliza varios criterios los cuales se explican a continuación. No se omite detallar que para la prueba de tracción uniaxial neumática también se utilizó el mismo programa y criterios para poder disminuir la desviación y obtener claramente el comportamiento de las muestras ante estos ensayos.

Densidad de probabilidad: Este criterio permite conocer la forma de distribución de los datos y además la presencia de datos atípicos donde se espera que solamente exista un dato medial y dos colas (datos normales).

Diagrama de cajas: Este criterio permite observar directamente los datos que exceden la norma y que se catalogan como atípicos.

Porcentaje cuadrático: Este criterio integrado con los diagramas de cajas permiten establecer cuales valores deben eliminarse, este particularmente se toma un valor nominal de 12%, esto quiere decir que si la réplica aporta más del valor nominal y persiste en el diagrama de cajas este debe ser eliminado.

Se realizan otras pruebas de conformidad para conocer la naturaleza de los datos obtenidos.

Histograma: Permite conocer la distribución de los datos que aunado con la densidad de probabilidad da una visión general del comportamiento experimental.

Análisis de normalidad: Mediante el diagrama de cuantiles permite conocer si existe un comportamiento normal de los datos.

Análisis de residuos: Utilizando un modelo lineal permite conocer si existe aleatoriedad en el conjunto de datos, esto corrobora que no exista un sesgo experimental o preferencia en la determinación de las variables de estudio.

Todos los valores de las variables reportadas a partir del final de esta sección se reportan sin datos atípicos, por lo que se considera como el mejor resultado obtenido, ya que la eliminación de estos datos disminuye sustancialmente la desviación estándar y permite menor sensibilidad en el cálculo de energía superficial.

6.3.2 Determinación del trabajo de adhesión y demás parámetro físico-químicos

En el caso de las preparaciones superficiales se obtienen valores diferentes de energía superficial, los cuales se encuentran reportados en el Cuadro 6.25.

Cuadro 6.25. Determinación de las componentes de la energía superficial del trabajo de adhesión entre los agregados muestrales y el ligante asfáltico virgen M2119.

Muestra	Componente superficial, $\lambda/(\text{mJ}/\text{cm}^2)$			
	Total (TOT)	Dispersivo (LW)	Ácido (+)	Básico (-)
M2119	16.904	15.437	2.082	0.258
B1	18.158	6.008	5.451	6.770
B2	23.805	0.634	10.852	12.369
B3	35.270	0.756	12.909	23.068
B4	29.504	0.149	12.480	17.262
B5	39.885	0.048	17.191	23.080
B6	20.657	1.643	12.925	6.993
B7	121.006	26.751	31.173	71.248
B8	23.739	0.032	10.849	12.952
A1	109.464	103.536	1.062	8.269
A2	32.536	16.142	14.494	4.636
A3	36.182	5.031	17.561	13.815
A4	40.254	2.519	20.851	17.072
A5	118.663	17.028	39.087	66.068
A6	45.377	0.069	25.862	19.844
A7	38.119	2.267	20.308	15.824
A8	112.742	17.858	38.451	58.536

Para los agregados estudiados a las distintas preparaciones superficiales se obtiene que las 3 componentes tanto la dispersiva, ácida y básica son importantes en la magnitud de la energía superficial total y que por ende no se puede suponer que el aporte ácido-base sea igual, caso similar sucede con el asfalto original M2119.

Al conocer la energía superficial total tanto de las muestras de agregados como la del asfalto se determina el trabajo de adhesión entre ambos, el cual se reporta en el Cuadro 6.26 donde se buscan las condiciones a las cuales el trabajo de adhesión sea el más elevado con el fin de conocer cuál muestra es la menos susceptible al

desnudamiento por falta de afinidad físico-química.

Cuadro 6.26. Trabajo de adhesión y relaciones energéticas entre los agregados muestrales y el ligante asfáltico virgen M2119.

Muestra	Trabajo de adhesión, $W_{AB}/(\text{mJ}/\text{cm}^2)$	Relación energética, $ER_c/(\text{adim})$	
		Primaria	Secundaria
B1	29.144	0.709	0.174
B2	19.754	0.749	1.057
B3	24.348	3.185	6.042
B4	18.619	1.079	2.340
B5	19.797	3.500	10.603
B6	21.360	0.600	0.561
B7	70.679	1.230	2.982
B8	15.131	0.578	1.235
A1	89.304	2.707	3.930
A2	41.656	1.128	0.634
A3	32.613	1.939	2.363
A4	29.039	2.819	4.996
A5	62.240	1.125	3.165
A6	20.084	3.838	13.505
A7	27.893	2.183	3.784
A8	61.592	1.260	3.354

Del Cuadro 6.26 se observa que la muestra B7 (Silíceo) y A1 (Caliza) son las que poseen mayor trabajo de adhesión y por ende son las muestras que se procuraría preparar. No se omite detallar que este análisis se realiza para un asfalto original y que para su respectiva validación se debe realizar el análisis para distintas condiciones reales de construcción de carreteras (PAV y RTFO).

Los resultados antes mencionados de trabajo de adhesión son relevantes debido a que forman un criterio base para estimar la afinidad asfalto-agregado que se da durante la operación de mezclado, ya que al aumentar el trabajo de adhesión, la energía libre de Gibbs disminuye, generando que el proceso de adhesión sea espontáneo y amortigüe las perturbaciones mecánicas que podría enfrentar.

Se evitan valores bajos de trabajo de adhesión, debido a que como antes se mencionó el mismo está relacionado a la energía libre de Gibbs y si el mismo tiende a ser nulo, también lo hace la energía de Gibbs provocando que la misma se encuentre en un estado estable termodinámicamente y no se puede asegurar de su capacidad de

reacción ante estímulos mecánicos, es por ello que se busca conocer las condiciones en las cuales el trabajo de adhesión sea el más alto posible.

Otros parámetros importantes que se determinan son las relaciones de energía las cuales permiten conocer la susceptibilidad del ataque del agua dentro de la matriz asfalto-agregado.

La relación primaria determina la razón del trabajo de adhesión en comparación con el trabajo necesario del agua para poder desplazarse dentro de la matriz asfáltica, donde se busca que este valor sea el más elevado, con el fin de evitar fenómenos como el desnudamiento en carretera, consecuencia usual en el caso de Costa Rica.

Lo anterior no solamente tiene un enfoque sobre la afinidad asfalto-agregado sino también el nivel de oxidación del asfalto tiene un peso importante en el mismo.

Las muestras B3 (Silísea) y B5 (Caliza) presentan los valores más elevados de esta relación provocando que estas sean las condiciones donde se evitaría un posible desnudamiento del agregado con magnitudes de 3.185 y 3.500 respectivamente.

Se debe procurar que el trabajo de adhesión sea el más elevado y que el trabajo de cohesión sea el más bajo, para que durante la operación de mezclado la impermeabilización de la superficie sea efectiva y homogénea, para evitar ambos extremos en la cantidad de ligante asfáltico a agregar a la mezcla, debido a que un exceso provoca la exudación²¹ y un déficit provoca desnudamiento temprano.

Ahora bien en el Cuadro 6.27 se presentan los trabajos de cohesión para las muestras de agregado y la de ligante asfáltico, donde si se compara con las del trabajo de adhesión son más elevadas. Esto quiere decir que se requiere de mayor energía para poder separar la sustancia de sí misma que mezclarla con otra sustancia, en este caso agregado.

Es por ello que esta diferencia de energía se amortigua de forma que la mezcla asfáltica se realice a temperaturas tan elevadas, alrededor de 177°C, suponiendo que la energía superficial tanto del agregado como la del ligante asfáltico sea mucho menor que la reportada, debido a que esta propiedad es función de la temperatura.

²¹Refiérase a exceso de asfalto que se difunde hacia la superficie de la carpeta asfáltica y disminuye la fricción con el caucho de los automóviles.

Si bien se observa en el Cuadro 6.27 el trabajo de desplazamiento del agua es elevado, para la mayoría de muestras, esto quiere decir que tanto el agregado como el ligante asfáltico tienen alta susceptibilidad a que el agua ingrese en la matriz asfáltica y provoque daño por humedad.

Cuadro 6.27. Componentes superficiales, trabajos de cohesión y desplazamiento de la interacción de agregado-agua (AW), ligante-agregado (AB) y agregado-agregado (AA).

Muestra	Componente, $\lambda/(\text{mJ}/\text{cm}^2)$		Trabajo, $W/(\text{mJ}/\text{cm}^2)$	
	Agre-Agua (AW)	Lig-Agre (AB)	Agre-Agre (AA)	Agua (WET)
M2119	35.691		33.809	
B1	11.348	5.918	36.315	41.121
B2	11.629	20.955	47.609	26.365
B3	-0.220	27.790	70.540	7.645
B4	9.360	27.790	59.008	17.261
B5	6.957	36.992	79.771	5.656
B6	16.110	16.202	41.315	35.599
B7	-25.908	67.231	242.011	-57.448
B8	16.019	25.512	47.477	26.198
A1	34.359	37.064	218.929	32.987
A2	9.022	7.785	65.073	36.928
A3	1.601	20.473	72.364	16.820
A4	2.728	28.119	80.507	10.301
A5	-17.675	73.327	237.326	-55.311
A6	11.739	42.197	90.754	5.233
A7	4.216	27.130	76.239	12.778
A8	-16.504	68.055	225.485	-48.867

Las muestras de agregado calizo tienen como promedio global de trabajo de desplazamiento $16.072 \text{ mJ}/\text{cm}^2$ mientras que el silíceo $-1.914 \text{ mJ}/\text{cm}^2$, lo que indica que el agregado calizo tiene una afinidad natural a absorber agua en el caso de estar dentro de la matriz asfáltica.

Existen muestras que presentan el fenómeno opuesto como lo son la B3, B5, A3, A4, A6 y A7 donde el valor del trabajo de desplazamiento es menor que el trabajo de adhesión y por ende la energía libre de Gibbs necesaria para la difusión interna del agua sería menor provocando que la misma se encuentre en estado estable fuera de

la matriz asfáltica, así evitando el daño por humedad.

La discrepancia entre las muestras anteriores se puede deber a la heterogeneidad de la superficie de la muestra, tanto en topología como en composición superficial local.

En el caso del agregado calizo, el mismo tiene origen sedimentario por lo que la distribución de los minerales está en función de la deposición natural de los mismos dentro de la roca, lo cual hace susceptible a cambios composicionales abruptos en su matriz mineral.

En el Cuadro 6.27 se reporta adicionalmente las energías superficiales tanto del ligante asfáltico-agregado, ligante-agua y agregado-agua, esto con el fin de que se observe que la afinidad del ligante asfáltico con el agua es elevada.

Lo anterior se puede deber a que el agregado tiende a absorber el agua fácilmente dentro de su matriz mineral (ver valores de absorción del Cuadro 6.18); durante esta operación el agua es capaz de presentar cambio de fase (evaporación), por efecto de la presión de vapor, provocando que no toda el agua se adhiera al agregado y por ende disminuyendo su energía superficial durante el fenómeno de adhesión.

Mientras que el ligante asfáltico no presenta la condición anterior; una vez que el ligante entra en contacto con el agregado trata de impermeabilizar los vacíos superficiales generando una capa donde el agua no pueda penetrar.

Lo anterior no quiere decir que la mezcla asfáltica no sea capaz de presentar daño por humedad, debido a que el agregado puede estar previamente humectado internamente o bien durante la exposición a rayos ultra violeta, carga mecánica y oxidación el agregado pierde el recubrimiento asfáltico y es susceptible a que agua ataque la matriz asfalto-agregado y así presentar daño por humedad.

Por último, es importante determinar si el valor de trabajo de adhesión es afectado por la condición de determinación del ángulo de contacto para las muestras de agregado (ver la Figura 6.41). Para ello, se determinan los valores de ángulo de contacto a condiciones iniciales ($t_e = 0$ s), equilibrio ($t_e = t_{eq}$) y finales ($t_e = 60$ s).

Donde la condición inicial de cálculo no es la mejor debido a que presenta la mayor variación con respecto al valor en equilibrio, además de que como antes se mencionó,

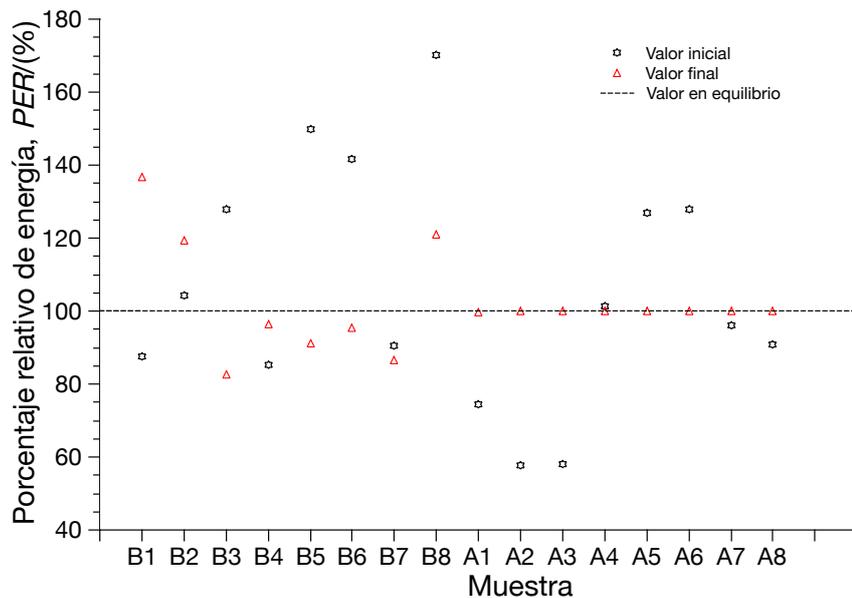


Figura 6.41. Porcentaje relativo de energía a diferentes ángulos de contacto determinados a condición inicial ($t = 0$ s), equilibrio ($t = t_{eq}$) y final ($t = 60$ s $\rightarrow \infty$).

Extrand reporta que para valores elevados de ángulo de contacto la energía libre de Gibbs es la menor y por ende no corresponde al valor más elevado del trabajo de adhesión (Extrand, 2003).

Ahora bien, con respecto al valor final y de equilibrio, el trabajo de adhesión se ve poco afectado, por lo que se pueden considerar como aproximadamente equivalentes. La diferencia entre la condición final y la de equilibrio es el tiempo de ensayo, el cual se prefiere que sea corto, tanto para evitar los fenómenos antes mencionado, así como evitar el desgaste del equipo y los consumibles necesarios para el ensayo; por lo anterior se escoge como condición de cálculo el valor en equilibrio termodinámico obtenido por la adaptación del método de Metcalf & Eddy incluido en la literatura de Tchobanoglous *et al.* (Tchobanoglous *et al.*, 1991).

6.3.3 Análisis estadístico

Para las muestras de agregado en el Cuadro 6.28 se recomienda que la desviación entre los valores de ángulo de contacto de las muestras no exceda valores de 5° , esto debido a que la dispersión provocaría una determinación inadecuada del trabajo de

adhesión, ya que el mismo es sensible a la presencia de datos atípicos.

Cuadro 6.28. Desviación estándar relacionada al ángulos de contacto promedio para el estado de equilibrio termodinámico para cada uno de los líquidos de prueba con su corrección mediante SCP.

Muestra	Desviación estándar del ángulo de contacto, $SD_{\theta}/(^{\circ})$					
	Etilenglicol		Agua		Formamida	
	Bruto	Corregido	Bruto	Corregido	Bruto	Corregido
B1	3.517	3.639	1.578	1.624	3.877	4.007
B2	0.418	0.426	1.868	1.897	2.236	2.273
B3	2.092	2.132	0.788	0.802	2.394	2.442
B4	1.339	1.364	0.826	0.841	1.672	1.704
B5	5.389	5.467	3.037	3.074	3.736	3.792
B6	3.174	3.190	2.636	2.649	3.034	3.049
B7	2.997	3.029	1.075	1.086	2.441	2.473
B8	1.214	3.194	1.080	1.562	2.068	2.754
A1	4.400	4.453	6.259	6.302	5.543	5.585
A2	4.752	4.845	0.901	0.912	9.829	9.986
A3	4.990	5.075	3.754	3.788	10.011	10.154
A4	8.701	8.741	4.431	4.444	4.924	4.950
A5	6.688	6.850	1.552	1.583	6.310	6.517
A6	4.884	4.951	5.092	5.163	4.705	4.780
A7	6.358	6.473	1.922	1.945	3.501	3.563
A8	4.162	4.168	1.560	1.562	3.073	3.078

Es importante detallar que según las normas ASTM D7490 y ASTM D7334 los valores de ángulo de contacto determinados por la derecha o por la izquierda no deben de variar más de 2° , pero dentro de las normas no se detalla cuál debe ser la variación máxima permisible entre réplicas con el mismo líquido de prueba, por lo que concluye que este valor debe ser al menos menor al promedio global del experimento realizado reportado en el Cuadro 6.28 ($S\bar{D}_{\theta} = 4.344^{\circ}$) en este caso se reporta que debe ser menor a 5° .

Ahora bien, adicionalmente se reporta el coeficiente de variación del promedio del ángulo de contacto para los distintos líquidos de prueba y muestras en el Cuadro 6.29.

En el Cuadro 6.29 se observa que la mayor variación se presenta en la formamida ($\max CV_{\theta} = 22.076\%$), esto se debe a que la misma presenta distorsiones geométricas importantes durante la aplicación del ensayo.

Cuadro 6.29. Determinación del coeficiente de variación relativo a los ángulos de contacto promedio para el estado de equilibrio termodinámico para cada uno de los líquidos de prueba.

Muestra	Coeficiente de variación, $CV_{\theta}/(\%)$		
	Etilenglicol	Agua	Formamida
B1	5.301	1.820	5.548
B2	0.583	2.275	3.096
B3	2.859	0.937	3.404
B4	1.736	0.976	2.217
B5	8.706	4.213	6.210
B6	4.063	3.336	3.799
B7	4.420	1.490	4.385
B8	1.538	1.252	2.638
A1	8.829	7.847	7.733
A2	10.770	1.417	18.612
A3	11.789	5.735	22.076
A4	19.930	6.944	10.996
A5	11.933	2.440	14.175
A6	7.325	7.667	8.267
A7	13.273	2.917	6.971
A8	6.298	2.239	5.486

Esto quiere decir, que la suposición de que la gota es de forma de capa esférica no es aplicable y que por ende durante el ensayo la gota se deforma generando variaciones importantes en su perfil y en la determinación del ángulo de contacto.

El análisis factorial realizado a la prueba revela que los factores en orden de significancia son el nivel de acabado, la cantidad de carreras, el tipo de agregado y el tiempo de trabajado, siendo el tiempo de trabajado el menos significativo de los cuatro, tal como se reporta en el Cuadro 6.30 y se observa en la Figura 6.42.

De la Figura 6.42 se observa que la diferencia de niveles (9 carreras) provoca un decremento de 16.08 mJ/cm^2 esto debido a que el trabajo de adhesión disminuye, ya que los agregados se encuentran pulidos de una manera detallada en el nivel alto de la cantidad de carreras, disminuyendo así la resistencia interfacial del material a la adhesión.

Mientras que una diferencia de acabado entre bandas abrasivas de #120 a #320 genera el mayor aumento de trabajo de adhesión de 18.2 mJ/cm^2 .

Cuadro 6.30. Modelo lineal del diseño factorial para el ensayo de energía superficial con interacciones de tercer orden.

Modelo	$\frac{W_{AB}}{(\text{mJ}/\text{cm}^2)} = \bar{W}_{AB} = \bar{W}_{AB} + \omega_C C + \omega_M M + \omega_N N + \omega_T T + \epsilon$			
Efecto	Estimado, ω	Error, SD_ω	Valor t	$\text{Pr}(> t)$
Carrera, C	-1.69	12.38	-0.137	0.8936
Tipo, M	11.44	12.38	0.924	0.3737
Tiempo, T	16.18	12.38	1.308	0.2154
Acabado, N	32.59	12.38	2.633	0.0219
Modelo	$\frac{SD_\theta}{(^{\circ})} = \bar{SD}_\theta + \omega_C C + \omega_M M + \omega_N N + \omega_T T + \epsilon$			
Carrera, C	0.78	0.88	0.890	0.391
Tipo, M	0.03	0.88	0.034	0.973
Tiempo, T	0.71	0.88	0.804	0.437
Acabado, N	2.46	0.88	2.801	0.016

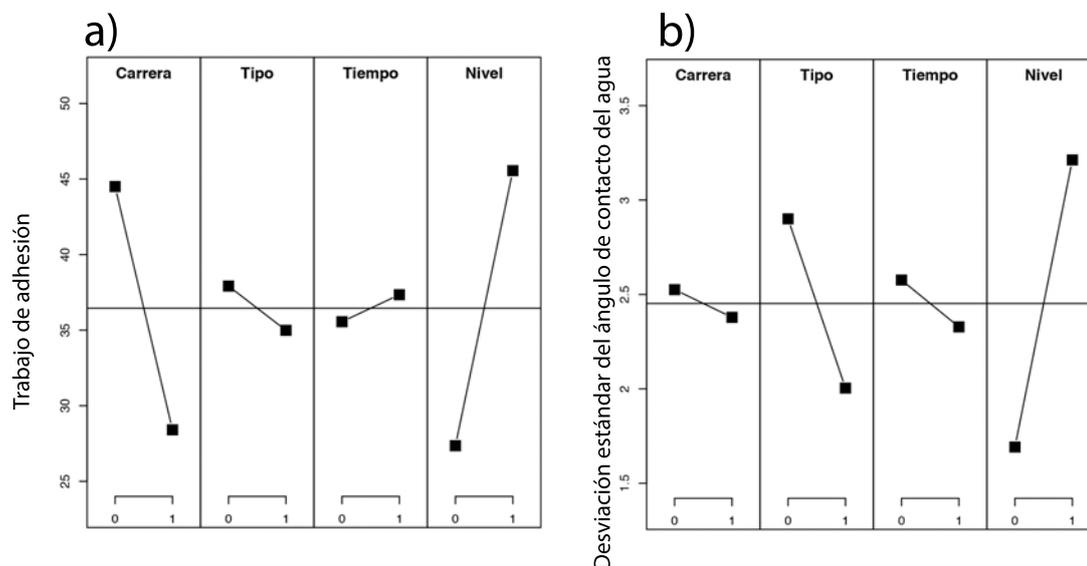


Figura 6.42. Representación gráfica de la significancia de cada una de los efectos individuales estudiados en la preparación de muestra en: a) El ensayo de energía superficial. b) Desviación estándar del ángulo de contacto promedio del agua.

Si bien la teoría indica que el valor de trabajo de adhesión debería de disminuir debido a que los agregados tienen un pulido mayor, este resultado se da debido las muestras que fueron preparadas con pocas carreras y tiempos cortos no tienen la oportunidad de acabarse adecuadamente sino que se generan ralladuras en su superficie lo cual es el efecto contrario que se quiere durante las pruebas de ensayo de energía superficial y adhesión neumática.

Este tipo de ralladuras son evidentes durante la determinación de la condición superficial de las muestras en secciones posteriores de este documento.

El efecto del tiempo sobre la variable respuesta es pequeño, de tan solo un aumento de 1.8 mJ/cm^2 , pero esto no quiere decir que este efecto principal no tenga importancia en la interacción de segundo o tercer orden.

Como en este caso el tiempo de trabajo no representa un aporte importante sobre el fenómeno se estima que se puede utilizar el nivel alto del experimento ($t_e = 60 \text{ s}$), ya que con el mismo se asegura un acabado homogéneo.

Si el deseo es reducir la desviación estándar del ángulo de contacto promedio del agua se prefiere utilizar cantidad de carreras elevadas (10 carreras), tiempos de trabajado de elevados (60s) y bajo nivel de acabado (% 120) para ambos agregados, tal como revela la Figura 6.42.

La significancia de los efectos, anteriormente mencionados en el Cuadro 6.31, se realiza mediante la comparación directa del valor p del experimento ($p = 0.00546$) el cual corresponde a un nivel de confianza del 95 %, reportado en el Cuadro 6.31, el cual es satisfactorio para la toma única de los efectos principales.

Los valores reportados en el Cuadro 6.30 de error estándar permite conocer de forma directa el aporte de cada una de las variables de estudio en la determinación del modelo lineal de mejor ajuste para el trabajo de adhesión y desviación estándar del ángulo del agua.

En el Cuadro 6.31 se reporta un coeficiente de correlación de $R^2 = 0.68$ para la combinación de variables utilizadas, si bien este valor puede mejorar al utilizar un modelo más robusto que contenga los 4 factores e interacciones de segundo y tercer orden (hasta un $R^2_{4E} = 0.93$).

Se escoge este debido a que se considera que la adición de parámetros adicionales solamente generará un ajuste físicamente inconsistente y que con tan solo los efectos principales se puede describir con un 95 % de confianza la preparación de la muestra, de manera que pueda cumplir con los estándares de la prueba de ensayo.

Para conocer las condiciones mejoradas de preparación de las muestras de agregado

Cuadro 6.31. Estadígrafos relacionados al diseño factorial para el ensayo de energía superficial.

Estadígrafo	Símbolo	Trabajo de adhesión		Desviación	
		Valor	Unidad	Valor	Unidad
Residuos del error	D	27.67	mJ/cm ²	1.96	°
Grados de libertad	ν	12	adim	12	adim
Coefficiente de correlación	CC	0.68	adim	0.67	adim
Coefficiente de correlación ajustado	CCA	0.57	adim	0.55	adim
Valor F	F	6.37	adim	5.96	adim
Valor p	p	0.00546	adim	0.00703	adim

se debe obtener el diagrama de cubo que se observa en la Figura 6.43. Donde las preparaciones para cada tipo de agregado deben de ser distintas y corresponden a:

Agregado calizo: Para este agregado se reporta que el nivel de acabado debe ser elevado (Acabado #320) y la cantidad de carreras pequeñas (1 carrera) y tiempo de trabajado elevado (60s), esto se debe a que este tipo de agregado tiene una resistencia al desgaste pequeña, por lo que si se pule de manera excesiva la superficie tenderá a vitrificarse.

Agregado silíceo: Las condiciones para preparar la superficie de este agregado corresponde a un nivel de acabado bajo (Acabado #120) y cantidad de carreras pequeñas (1 carrera) y tiempo de trabajado elevado (60s). Esto se debe a que este agregado tiene una resistencia a la abrasión alta, debido a su contenido elemental, medida indirecta de este caso es que este tipo de agregado posee la mayor densidad de ambos tipos de agregados minerales.

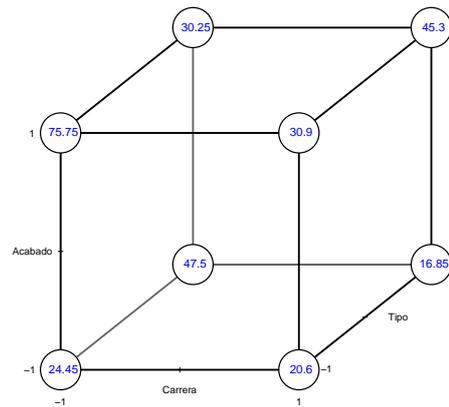


Figura 6.43. Diagrama de cubo de las condiciones de preparado de muestra en la determinación de trabajo de adhesión.

6.3.4 Complicaciones durante la prueba

En la Figura 6.44 se observa que para la formamida se presenta el fenómeno de eclipsado²², lo anterior debido a que el volumen deformado tiende a superponerse al perfil real, generando mediciones erróneas sobre el mismo líquido de prueba.

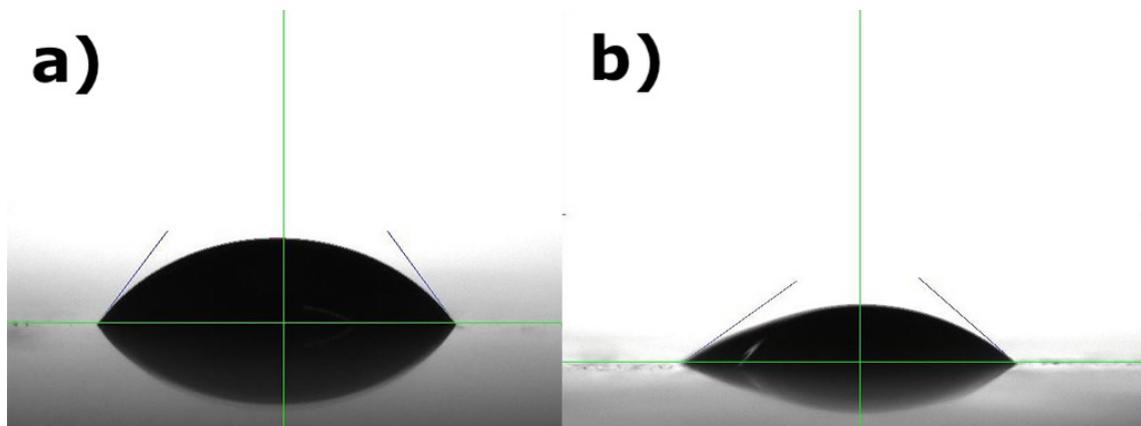


Figura 6.44. Perfiles de dos gotas durante el ensayo goniométrico: a) A una condición estable. b) A condición eclipsada por la deformación parcial para la formamida.

Existen otros casos, los cuales no se tomaron en cuenta en las mediciones, donde la deformación afecta directamente la altura de la gota como se observa en la Figura 6.45, donde la forma se ve afectada y producía ya sea que el ensayo no

²²Se refiere a la deformación de la gota de forma que la parte trasera eclipsa o interrumpe el perfil durante la toma de la fotografía.

cumpla con el criterio de conformidad de 2° o bien genera un error de determinación del perfil, aumentando el desperdicio de los consumibles durante el ensayo (líquidos de prueba y electricidad).

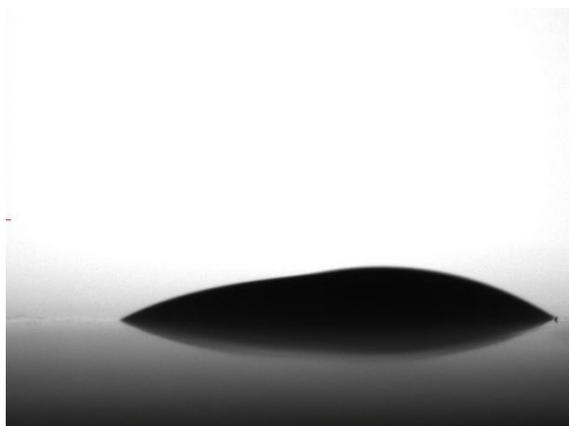


Figura 6.45. Perfiles de una gota de etilenglicol deformada axialmente.

Por último no se omite detallar que existe la posibilidad de que aire quede atrapado dentro de la gota del líquido de prueba, provocando que exista una fase adicional en la superficie de ensayo lo cual forma parte de las perturbaciones inevitables del ensayo, tal como se observa en la Figura 6.46.

El aire puede provenir ya sea de movimiento rápido de la gota sobre la superficie de la muestra, provocando que el aire quede atrapado por efecto dinámico o bien puede provenir de los vacíos del agregado los cuales se llenan de líquido de prueba, el aire es desplazado o bien pudo ser incluido por la operación de succión en la micro pipeta.

El efecto anterior es un problema importante, ya que el método de cálculo asume interacción trifásica únicamente sobre el punto triple contacto y no dentro de la gota a ensayar. Las normas ASTM D7490 y ASTM D7334 indican que la punta de la dosificadora no debe exceder los 10 mm, pero se recomienda utilizar la altura necesaria para que el vértice inferior de la gota tenga al menos 2 mm y evitar la adición de aire dentro del sistema.

Por último para el caso de líquidos de alta viscosidad como el glicerol el experimentador debe de procurar que la micro pipeta se llene adecuadamente, esperando el

tiempo necesario para que el líquido llene la punta, ya que el mismo puede tardar hasta 30s en establecer un volumen estable, donde una succión rápida genera que el volumen inicial sea distinto en cada corrida experimental y al observar que la succión de esta sustancia es facilitada, eso quiere decir que la misma absorbió agua durante el ensayo y debe ser desechada.

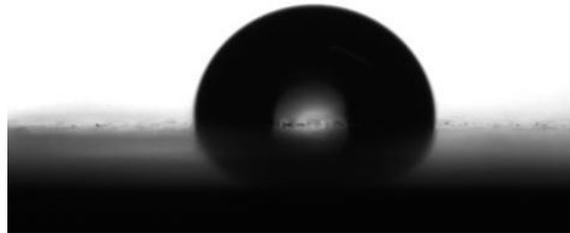


Figura 6.46. Perfiles de una gota afectada por introducción de aire en la interfaz líquido-agregado.

6.3.5 Corrección por efecto rugoso

La corrección reportada por Wenzel indica que el así llamado factor de corrección rugoso está definido por la tasa del área real de la muestra y el área proyectada por la misma, es por ello que se vuelve importante corregir el ángulo de contacto debido a que superficies no ideales generan distorsión sobre la forma y soporte interfacial del líquido de prueba (Wenzel, 1936).

$$f_s = \frac{S_m}{S_{ideal}}$$

En el Cuadro 6.32 se observa claramente que la magnitud de los factores de corrección son dependientes directamente del método de determinación, por lo que se utiliza el que tenga una mayor significancia a escala del fenómeno, en este caso, el método que mejor se adapta es la perfilometría de contacto, donde se observa que los valores tienden a la unidad mientras que con el método de microscopía de fuerza atómica

los valores son cambiantes y de mayor magnitud.

Cuadro 6.32. Factor de corrección por efecto rugoso utilizando los métodos de AFM y SCP a las muestras de agregado mineral.

Muestra	Factor rugoso, $f_s/(\text{adim})$		Desviación, $SD_f/(\text{adim})$	
	AFM	SCP	AFM	SCP
Control Calizo	ND	1.0172	ND	0.00359
Control Silíceo	ND	1.0188	ND	0.00136
B1	1.24730	1.0291	0.04256	0.02149
B2	1.05835	1.0153	0.04268	0.00490
B3	1.21997	1.0174	0.26526	0.00703
B4	1.23783	1.0182	0.06284	0.02289
B5	1.43005	1.0112	0.07995	0.00628
B6	1.12680	1.0047	0.11654	0.00173
B7	1.06486	1.0089	0.06293	0.00340
B8	1.05533	1.0023	0.04945	0.00117
A1	1.86854	1.0066	0.45710	0.00227
A2	1.18999	1.0097	0.04357	0.00644
A3	1.02325	1.0074	0.00885	0.00428
A4	1.01670	1.0025	0.02580	0.00049
A5	1.27342	1.0161	0.01678	0.00876
A6	1.05329	1.0115	0.02054	0.01338
A7	1.02240	1.0100	0.00131	0.01354
A8	1.05557	1.0012	0.00098	0.00012

El método de AFM genera este tipo de valores debido a que el área analizada es realmente pequeña y las variaciones de valles y picos son significativas en la determinación del área real (lateral) de la muestra; mientras que en la perfilometría este efecto disminuye por el hecho de que el área de análisis es mucho más grande y significativa.

Como evaluación adicional del método de perfilometría en comparación al de microscopía de fuerza atómica, se observa en el Cuadro 6.33 el coeficiente de variación y la desviación estándar del factor de corrección (en el Cuadro 6.32) entre las muestras son menores con el método de perfilometría, ya que el mismo posee una mayor precisión y ajuste muestral.

No se omite detallar que para las muestras de agregado con mayor acabado superficial la desviación estándar y el coeficiente de variaciones disminuyen y para las muestras A6 y A8 las cuales tienen los mayores niveles de acabado poseen el menor factor de corrección, lo que indica que entre mayor sea el acabado el factor de corrección es menor, por lo que se vuelve innecesaria la determinación textural de la muestra.

Este resultado no se debe extrapolar a cualquier otra condición, ya que para muestras rectificadas (muestras control) el factor de corrección es importante de hasta 1.0172 y 1.0188 para agregados calizos y silícicos respectivamente.

De la Figura 6.47, se observa que las muestras de agregado calizo tienen un factor de corrección que varía poco con respecto a la condición control, mientras que para la determinación por AFM la misma presenta una variación intermuestral considerablemente alta por lo que no es un buen parámetro de corrección, tanto para el

Cuadro 6.33. Estadígrafos de la determinación del factor rugoso de las muestras de agregado mediante AFM y SCP.

Muestra	Coeficiente de variación, $CV_f/(\text{adim})$	
	AFM	SCP
Control Calizo	ND	0.35
Control Silíceo	ND	0.13
B1	3.41	2.09
B2	4.03	0.48
B3	21.74	0.69
B4	5.08	2.25
B5	5.59	0.62
B6	10.34	0.17
B7	5.91	0.34
B8	4.69	0.12
A1	24.46	0.23
A2	3.66	0.64
A3	0.86	0.42
A4	2.54	0.05
A5	1.32	0.86
A6	1.95	1.32
A7	0.13	1.34
A8	0.09	0.01

agregado calizo como silíceo.

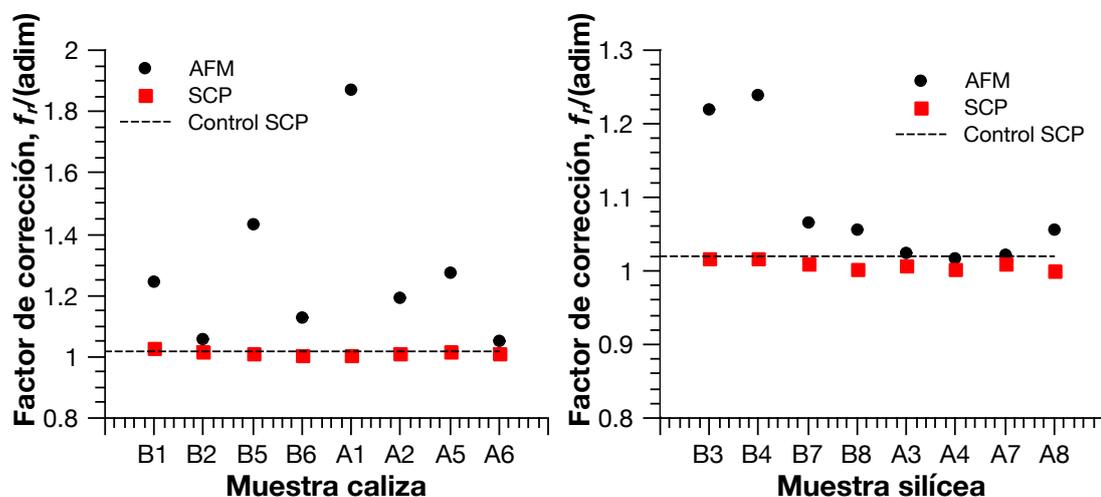


Figura 6.47. Determinación del factor de corrección por efecto rugoso de las muestras de agregado con muestras control rectificadas.

Si se comparan ambos tipos de agregado se observa que el factor de corrección de ambos tienden a la unidad, esto no quiere decir que la variable de respuesta, en este caso, el trabajo de adhesión no sea sensible a pequeños cambios, ya que debido a la forma de determinación del mismo, estas correcciones se vuelven importantes.

El efecto que tiene este factor de corrección sobre los ángulos de contacto se observa en la Figura 6.48. El etilenglicol es el líquido que tiene mayor afectación cuando el mismo se corrige mediante AFM, para los demás líquidos las variaciones pueden ser de hasta 18°.

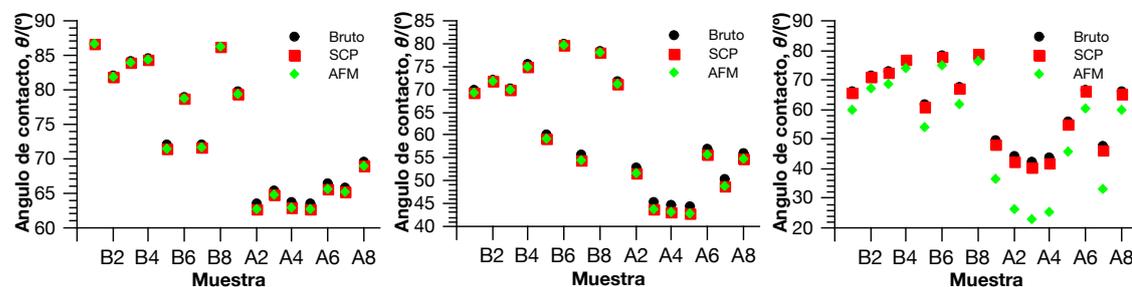


Figura 6.48. Corrección de los ángulos de contacto del agua, formamida y etilenglicol, de izquierda a derecha, para las muestras de agregado mineral.

Una vez determinado este factor de corrección no se omite detallar que la mues-

tra presenta anisotropía por lo que se recomienda realizar una corrección mediante análisis de imagen aunado con el contenido mineral para poder estimar el efecto composicional superficial local que pueda generar este tipo de disturbios donde el criterio de corrección se muestra en la ecuación (16).

$$\cos \hat{\theta} = \sum a_i \cos \theta_i = a_1 \cos \theta_1 + a_2 \cos \theta_2 + \cdots + a_n \cos \theta_n \quad (16)$$

Donde cada coeficiente a_i representa el aporte composicional de cada mineral sobre el área de análisis, donde la misma se puede obtener mediante la correlación de la composición en fracción másica tanto de la matriz mineral como de las incrustaciones misceláneas dentro de la misma.

Ahora bien, con respecto a la corrección de los valores de energía superficial los mismos se determinaron de la forma que Wenzel reporta, donde el coseno del ángulo real es el producto del factor de corrección y el coseno del ángulo medido y nuevamente se determinan la energía superficial, las componentes dispersiva y polares con el fin de recalcular el trabajo de adhesión (ver la ecuación (11)) y compararlos en la Figura 6.49 (Wenzel, 1936).

En la Figura 6.49 se observa que el trabajo corregido mediante el uso del método SCP tiende a ser cercano al valor primario sin corrección, pero el aumento es perceptible por lo que se recomienda la corrección de estos valores. Prueba de lo anterior se reporta el Cuadro 6.34.

Los valores de las muestras A1 ($DP_w = -116.101\%$) y A7 ($DP_w = -34.609\%$) reportados en el Cuadro 6.34 son tan elevados debido a que las muestras presentaban deformaciones tan abruptas en su superficie que provocaron que la corrección por efecto rugoso cambiara altamente el valor de trabajo de adhesión.

Mientras que para el caso del método de AFM el mismo tiende a tener un efecto marcado sobre el trabajo de adhesión, esto se debe a la razones de escala antes mencionadas.

Se observa que para las muestras menos preparadas, es decir, las más rugosas, el factor de corrección es importante y afecta con mayor grado el trabajo de adhesión,

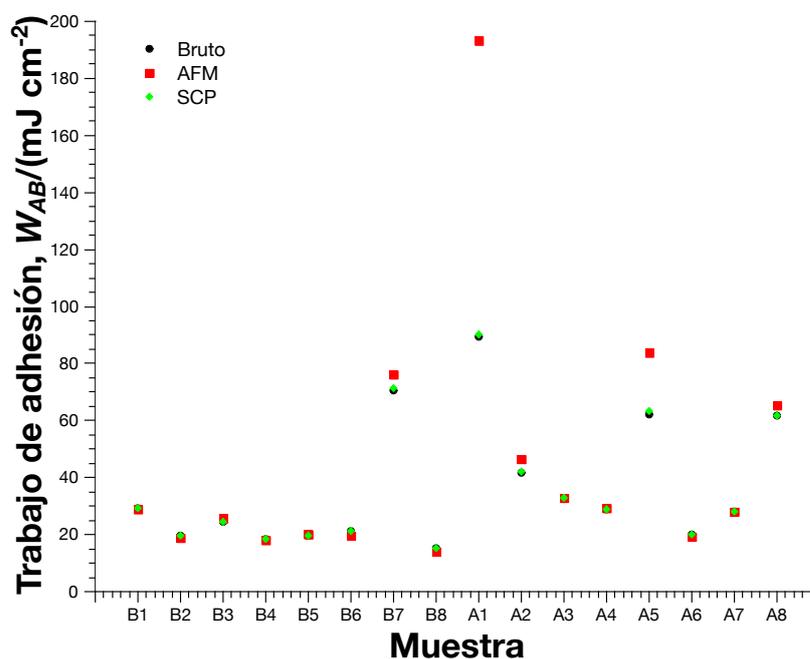


Figura 6.49. Efecto del factor de corrección sobre el trabajo de adhesión.

Cuadro 6.34. Determinación del cambio porcentual del trabajo de adhesión crudo y el corregido por el factor rugoso medido mediante AFM y SCP.

Muestra	Diferencia porcentual, $DP_w/(\%)$	
	AFM	SCP
B1	1.615	0.025
B2	4.186	1.082
B3	-4.964	-0.510
B4	4.081	0.169
B5	-1.433	-0.111
B6	7.698	0.272
B7	-7.495	-1.028
B8	7.401	0.302
A1	-116.101	-1.112
A2	-11.325	-0.566
A3	-0.635	-0.200
A4	-0.138	-0.021
A5	-34.609	-1.975
A6	3.583	0.767
A7	-0.005	-0.003
A8	-6.172	-0.135

mientras que en las mayormente preparadas el efecto disminuye.

En resumen, para cuantificar el efecto de esta corrección se procede a conocer el porcentaje relativo de cambio con respecto a los valores brutos o primarios que se determinaron inicialmente, los mismos se reportan en el Cuadro 6.34.

Del Cuadro 6.34 se observa que el efecto mediante la corrección por SCP puede ser de hasta un -5% y en promedio puede ser de -0.5% del valor primario. Mientras que para el método de AFM las variaciones son de hasta -35% y en promedio de -9.6% las cuales no son permisibles para este tipo de ensayo. El signo negativo se debe entender que el valor primario es mayor de lo que realmente se reporta.

Una vez más, los resultados revelan que el método de AFM no es el más adecuado para corregir los valores de energía superficial.

Como detalle adicional se reporta en el Cuadro 6.35 la capacidad volumétrica de los vacíos e imperfecciones superficiales que las muestras presentan, esto con el fin de poder evaluar la hipótesis acerca la difusión superficial de los líquidos de prueba mencionados en la sección 6.3.4.

En el ensayo de energía superficial los resultados son afectados por el volumen añadido, de forma estándar se usa un volumen nominal de líquido de prueba de 20 mm^3 , pero las muestras presentan deformidades superficiales por lo que es necesario estimar el volumen relativo al añadido nominalmente para poder conocer si el efecto es significativo.

En el Cuadro 6.35 se reporta que el efecto volumétrico de este tipo de imperfecciones pueden tener un impacto de hasta un 16 %v/v (del volumen nominal de líquido de prueba), esta determinación se vuelve importante debido a que la norma ASTM D7490, ASTM D7334 y el método utilizado por Della Volpe y Siboni para determinar el trabajo de adhesión tienen como suposición que el volumen del líquido de prueba es constante e invariable, lo cual es cierto para materiales con poca rugosidad y sin imperfecciones, pero no lo es para el agregado mineral (Della Volpe y Siboni, 1997).

Con lo anterior se recomienda el uso de un modelo que sea dependiente del volumen del líquido de prueba de la gota ensayada como se presenta en la ecuación (12)

Cuadro 6.35. Capacidad volumétrica de los vacíos superficiales y porcentaje relativo al volumen de líquido de prueba (20 mm³) por medio de SCP.

Muestra	Volumen, $V_v/(\text{mm}^3)$			Relativo, $PR/(\%)$
	Negativo	Positivo	Total	
Control Calizo	0.30737	0.30509	0.61246	9.19
Control Silíceo	0.31740	0.31729	0.63470	9.52
B1	0.40054	0.39206	0.79260	11.89
B2	0.25219	0.25128	0.50347	7.55
B3	0.36434	0.18664	0.55097	8.26
B4	0.36177	0.35325	0.71501	10.73
B5	0.17916	0.17661	0.35578	5.34
B6	0.07445	0.06856	0.14301	2.15
B7	0.20293	0.20106	0.40399	6.06
B8	0.11083	0.10922	0.22005	3.30
A1	0.11308	0.12019	0.23328	3.50
A2	0.13721	0.13842	0.27562	4.13
A3	0.13217	0.13142	0.26359	3.95
A4	0.09498	0.09290	0.18787	2.82
A5	0.20059	0.19258	0.39317	5.90
A6	0.15428	0.15382	0.30810	4.62
A7	0.51928	0.50945	1.02873	15.43
A8	0.06611	0.06454	0.13065	1.96

aunado con la expresión observacional de la ecuación (17), donde el volumen será proporcional a la capacidad volumétrica de los vacíos y al flujo difusivo de líquido de prueba, la ecuación (17) resumen observacionalmente los factores que afectan el volumen durante el ensayo.

$$V = \Phi_{(V_v, J_{\text{dif}}, V_o)} \quad (17)$$

El modelo propuesto puede ser una variación de la ecuación (12) donde el esparcimiento dinámico sea el principal fundamento y donde las fuerzas gravitacional, viscosa y capilar sean los potenciales de movimiento y descripción del fenómeno de esparcimiento dinámico de los líquidos de prueba.

Adicionalmente, se debe agregar la fuerza resistiva de la fricción del sólido y líquido de prueba para poder obtener un sistema físicamente consistente y poder evaluar el

perfil de ángulo de contacto en función del tiempo.

6.4 Ensayo de resistencia a la adhesión mediante tracción uniaxial

Este ensayo tiene la particularidad que el mismo es sensible a la forma y dirección con la que se coloca el punzón sobre la muestra, por lo que procurar que la misma se encuentre a las mismas condiciones que el ligante asfáltico de prueba es imperativo, los detalles del método de ensayo se encuentran en la sección 5.1.23.

El ensayo revela la resistencia a la tracción uniaxial la cual está directamente relacionada a la afinidad mecánica del ligante asfáltico y el agregado, debido a que la misma aprovecha la existencia de vacíos superficiales los cuales se llenan del ligante asfáltico y generan micro esfuerzos sobre la superficie de la misma; es por ello que los tipos de fallas tienen solamente tres posibles resultados: cohesión, adhesión o una combinación de las anteriores, tal como se observa en la sección G, donde se presentan las fotografías de cada ensayo realizado con su respectiva etiqueta.

6.4.1 Determinación experimental

En el Cuadro 6.36 se reporta que la resistencia a la adhesión tiene valores elevados, esto es de esperar para un asfalto virgen como lo es la muestra de ligante asfáltico M2119. Las muestras que presentan los valores más elevados son la B7 (Silísea) y A6 (Caliza) los cuales tienen acabados nominales elevados.

Los resultados se pueden deber a que las superficies preparadas a este nivel produce que más vacíos sean revelados en la superficie y por ende los agregados tengan un contenido mayor de micro estructuras de soporte aumentando de esta manera la resistencia a la adhesión ante la tracción uniaxial neumática, tal como se puede observar en los perfiles superficiales en la sección I.

Según la norma AASTHO T361 indica que la prueba busca conocer la capacidad adhesiva en la interfaz del sustrato a la adhesión por medios mecánicos al ligante

Cuadro 6.36. Determinación de la resistencia a la tracción uniaxial y estadígrafos de las muestras preparadas de agregado con un asfalto virgen M2119.

Muestra	Esfuerzo de tracción media, $\bar{\sigma}$ /(MPa)	Desviación estándar, SD_{σ} /(MPa)	Coefficiente de variación, CV_{σ} /(%)	Tipo de falla, Q /(adim)
A1	1.94	0.16	8.05	Cohesiva
A2	2.19	0.17	7.55	Cohesiva
A3	1.89	0.21	11.23	Cohesiva
A4	1.88	0.44	23.58	Cohesiva
A5	1.91	0.23	12.27	Cohesiva
A6	2.39	0.29	12.14	Cohesiva
A7	2.01	0.66	32.98	Cohesiva
A8	2.26	0.35	15.25	Cohesiva
B1	1.53	0.47	30.63	Cohesiva
B2	2.08	0.48	23.31	Cohesiva
B3	1.74	0.49	28.14	Cohesiva
B4	1.87	0.49	26.40	Cohesiva
B5	1.98	0.26	12.86	Cohesiva
B6	1.52	0.23	14.94	Cohesiva
B7	2.40	0.12	5.15	Cohesiva
B8	2.09	0.09	4.34	Cohesiva

asfáltico mediante el uso del proceso de curado térmico de la muestra y la posterior aplicación de carga neumática sobre un disco de reacción estática, siendo la resistencia a la adhesión la principal medida de compatibilidad ligante-agregado.

En el Cuadro 6.36 se observan que las desviaciones de los valores medidos de resistencia corresponden a cantidades menores a la magnitud medida por lo que se considera que esta es una medida indirecta de la tolerancia que se debe tener durante el ensayo para este tipo característico de muestra.

Para conocer los efectos significativos para el ensayo se debe analizar la Figura 6.50 donde cambios abruptos en pendiente indican que el efecto es significativo y entre menor sea su pendiente, menor su efecto sobre la variable respuesta.

De la Figura 6.50 se observa que la hipótesis de que el nivel de acabado de la muestra aumenta sustancialmente la resistencia a la adhesión es correcta, por lo que tanto esta variable estudiada, el tiempo de trabajado y la cantidad de carreras son

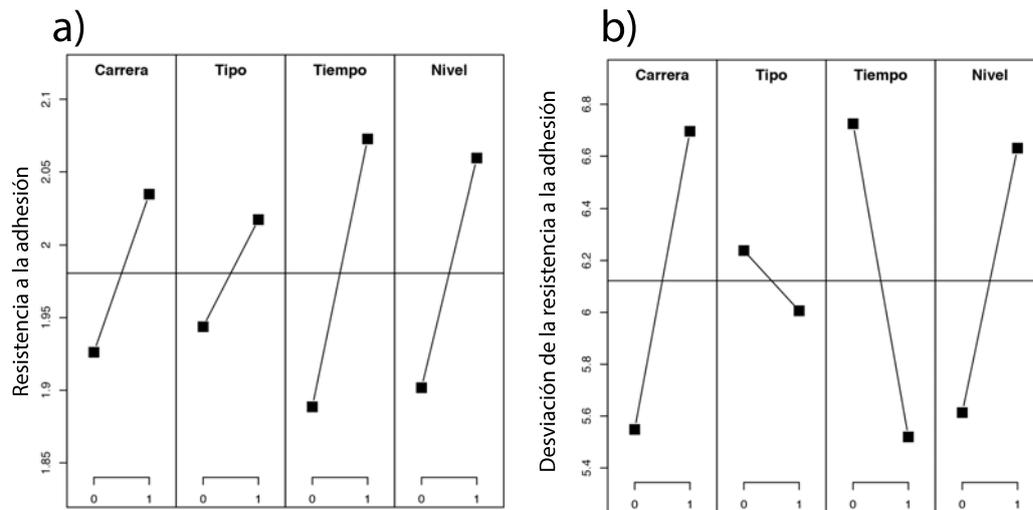


Figura 6.50. Representación gráfica de la significancia de cada una de los efectos individuales estudiados en la preparación de muestra en: a) El ensayo de adhesión neumática. b) La desviación estándar de la resistencia a la adhesión.

importantes durante la prueba.

Para cada ensayo se busca que la calibración en al menos 3 s consecutivos se observe un comportamiento cuasi-lineal en la resistencia a la tracción uniaxial, donde la presión debe mantenerse constante en (690 ± 14) kPa/s ((100 ± 2) psig/s).

El valor de falla reportado para cada muestra se da cuando la resistencia al esfuerzo neumático cae abruptamente como se observan en la Figura 6.51.

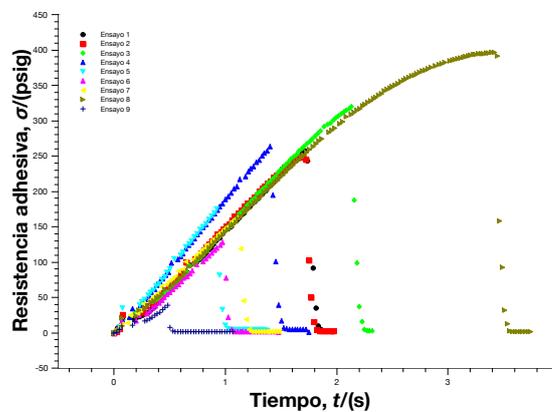


Figura 6.51. Perfiles de resistencia a la adhesión con el tiempo de ensayo para la muestra B1.

Tanto el Cuadro 6.36 como el Anexo G reportan los tipos de falla a los cuales las muestras fueron sometidas, donde se observa que para más del 95% de los casos la prueba indica que el fallo cohesivo domina (ver la Figura 6.52).



Figura 6.52. Resistencia a la adhesión por tracción uniaxial neumática de las muestras A1.

Esto se debe a que la resistencia en la interfaz ligante-agregado es mucho mayor por lo que la muestra cede antes en la fase con menor resistencia a la tracción, en este caso el en la interfaz del ligante asfáltico la cual ejerce menor esfuerzo sobre sí mismo que sobre el agregado.

Dos de los factores importantes que conllevan a este resultado es que el ligante utilizado es virgen por lo que no tiene mayor contaminación química o térmica, por lo que sus propiedades adhesivas son lo suficientemente elevadas para poder generar mayor esfuerzo en la superficie.

El segundo es que durante el acabado superficial elevado se exponen vacíos superficiales y demás estructuras que permite que el ligante asfáltico se afiance al agregado, provocando que la resistencia tensil sobre la superficie aumente tal como se observa en los Anexos H y I.

6.4.2 Análisis estadístico

En los casos de los agregados en estudio se observa que las variables en orden de significancia son el tiempo de trabajado, el nivel de acabado, la cantidad de carreras y el tipo de agregado.

Al considerar que la resistencia a la adhesión tiene una dependencia lineal con los efectos antes mencionados se reporta en el Cuadro 6.37 dicha correlación lineal donde el factor con mayor peso es el tiempo de trabajado.

Cuadro 6.37. Modelo lineal del diseño factorial para el ensayo de adhesión neumática con interacciones de tercer orden.

Modelo	$\sigma = \sigma + \omega_C C + \omega_M M + \omega_N N + \omega_T T + \epsilon$			
Efecto	Estimado, $\omega/(MPa)$	Error, $SD_\omega/(MPa)$	Valor t	Pr(> t)
Carrera, C	0.8150	0.4069	2.003	0.0683
Tipo, M	0.7650	0.4069	1.880	0.0846
Tiempo, T	0.8650	0.4069	2.126	0.0549
Acabado, N	0.8400	0.4069	2.065	0.0613
Modelo	$SD_\sigma = SD_\sigma + \omega_C C + \omega_M M + \omega_N N + \omega_T T + \epsilon$			
Carrera, C	3.440	1.558	2.207	0.0475
Tipo, M	2.090	1.558	1.341	0.2047
Tiempo, T	1.090	1.558	0.699	0.4976
Acabado, N	3.315	1.558	2.127	0.0548

De la Figura 6.50 se observa que todos los factores tienen un peso importante sobre la resistencia a la adhesión, donde una diferencia de 9 carreras provoca un cambio de 0.138 MPa debido a que mayor cantidad de carreras provoca una exposición de vacíos superficiales mayores.

Mientras que una diferencia de tiempo de trabajado de 50s genera un aumento de 0.188 MPa para las muestras de agregado, esto permite indicar que el mayor cambio de la resistencia a la adhesión se da por este motivo.

El nivel de acabado tiene un peso importante ya que para un cambio de graduación en las bandas abrasivas la resistencia a la adhesión aumenta en 0.163 MPa.

Si se desea disminuir la desviación del ensayo se recomienda preparar las muestras de forma tal que la cantidad de carreras sea elevada (10 carreras), el tiempo de

trabajado pequeño (10 s) y el nivel de acabado sea pequeño (#120) para ambos agregados.

Los resultados anteriores de pulido y aumento en la resistencia a la adhesión se deben a que durante el proceso de acabado superficial de los agregados cada vez que el material abrasivo pasa por la superficie provoca ralladuras y expone más poros, vacíos o demás defectos superficiales de la muestra de agregado, aumentando la probabilidad de generación de micro-esfuerzos sobre estas nuevas estructuras produciendo una resistencia mayor del material ante la carga uniaxial neumática ejercida durante el ensayo.

Del Cuadro (6.38) se observa que el valor p reportado es muy pequeño por lo que el modelo lineal de un punto de vista estadístico logra aproximar de forma significativa el esfuerzo de adhesión.

Cuadro 6.38. Estadígrafos relacionados al diseño factorial para el ensayo de adhesión neumática.

Estadígrafo	Símbolo	Resistencia adhesiva		Desviación	
		Valor	Unidad	Valor	Unidad
Residuos del error	D	0.9098	MPa	3.485	MPa
Grados de libertad	ν	12	adim	12	adim
Coefficiente de correlación	CC	0.8446	adim	0.7772	adim
Coefficiente de correlación ajustado	CCA	0.7928	adim	0.7029	adim
Valor F	F	16.3	adim	10.46	adim
Valor p	p	8.547×10^{-5}	adim	6.928×10^{-4}	adim

Con ayuda de la Figura 6.53 las condiciones a las cuales se deben preparar las muestras para este ensayo son:

Agregado calizo: Se debe preparar a acabados elevados (# 320), con tiempos elevados de trabajado (60 s) y con cantidad de carreras elevadas (10 carreras).

Agregado silíceo: Se debe preparar a acabados bajos (# 120), con tiempos de trabajado elevados (60 s) y cantidad de carreras elevadas (10 carreras).

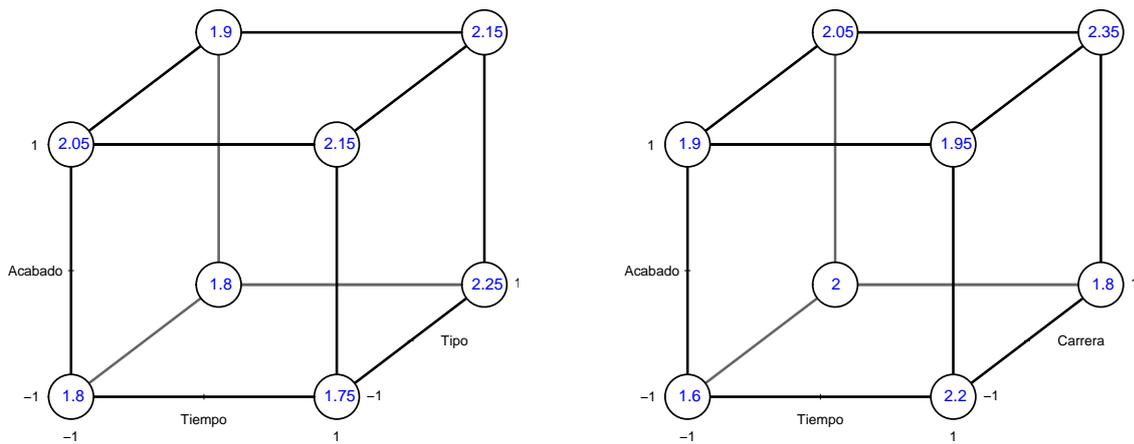


Figura 6.53. Diagramas de cubo de las condiciones de preparado de muestra en la determinación de la resistencia a la tracción uniaxial neumática.

La diferencia en condiciones de preparación puede atribuirse a la variación en condiciones fisicoquímicas del agregado y su distribución heterogénea de minerales a través de la superficie ensayada, lo cual genera resultados distintos en cada punto analizado.

6.4.3 Complicaciones durante la prueba

Primeramente se deben detallar algunos inconvenientes con respecto al equipo utilizado, ya que los mismos no se pudieron corregir durante el ensayado de las muestras de agregado.

El disco de reacción al ser utilizado por previos investigadores a tenido daños sobre la superficie de sellado neumático, lo que ha provocado que se pierda presión por fuga de aire, es por ello que se recomienda que se rectifique la superficie del mismo, de tal forma que esto no sea un inconveniente durante la calibración y posterior ensayo.

Adicionalmente el equipo de adhesión neumática (PATTI, por sus siglas en inglés) desarrollado por "M.E. Taylor Engineering, Inc" posee una válvula de reducción de presión la cual por métodos manuales se ajusta de forma que la tasa de aumento manométrico sea de 690 kPa/s.

Lamentablemente la válvula posee un sistema el cual la hace extremadamente sen-

sible a cualquier cambio y no siempre en el mismo sentido, por lo que se recomienda el cambio de la pieza o bien agregar un ajuste grueso y fino a la entrada neumática del equipo, para evitar la pérdida de consumibles durante el ensayo y tiempo de estabilización.

6.5 Análisis topológico

Mediante el perfilado superficial usando el método de AFM y SCP de las Figuras 6.54 y 6.55 se analiza la muestra B7, como ejemplo, ya que la misma forma parte de las mejores condiciones de ensayo que se encontraron en este experimento, la Figura 6.54 presenta los diagrama de topografía y diferencia de fase por duplicado. El reporte de cada muestra del diseño experimental se encuentra en el Anexo H donde el análisis es análogo.

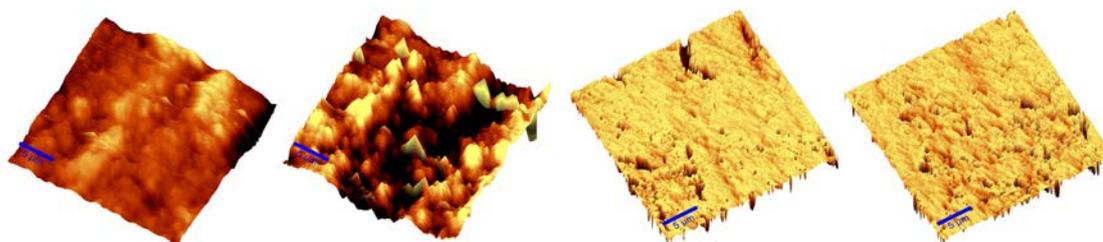


Figura 6.54. Topografías y perfiles de fase por duplicado de la muestra B7.

Al analizar una sección de agregado de $25\ \mu\text{m} \times 25\ \mu\text{m}$ se obtiene una visualización de la superficie la cual muestra el conjunto de valles y elevaciones de la muestra B7, donde a esta escala las diferencias indican que el acabado es variable y existen zonas de mayor acabado que otras, no se omite indicar que el perfil de fases reporta que aunque entre réplica se observan diferencias de acabado, la rigidez de la muestra es constante y la misma se ve afectada por la presencia de vacíos o elevaciones repentinas.

La diferencia entre fases en el microscopio de fuerza atómica se define como la diferencia entre la fase de oscilación libre con la fase de oscilación de la superficie, donde los cambios de composición tendrán diferentes frecuencias naturales de vibración y por ende permite indirectamente conocer si existe este tipo de distribución het-

erogénea composicional, caso del agregado mineral.

Mediante el uso de perfilometría de contacto se establecen muchos parámetros de comparación física de la superficie, ya que el mismo perfil mapea micrométricamente la superficie (ver la Figura 6.55).

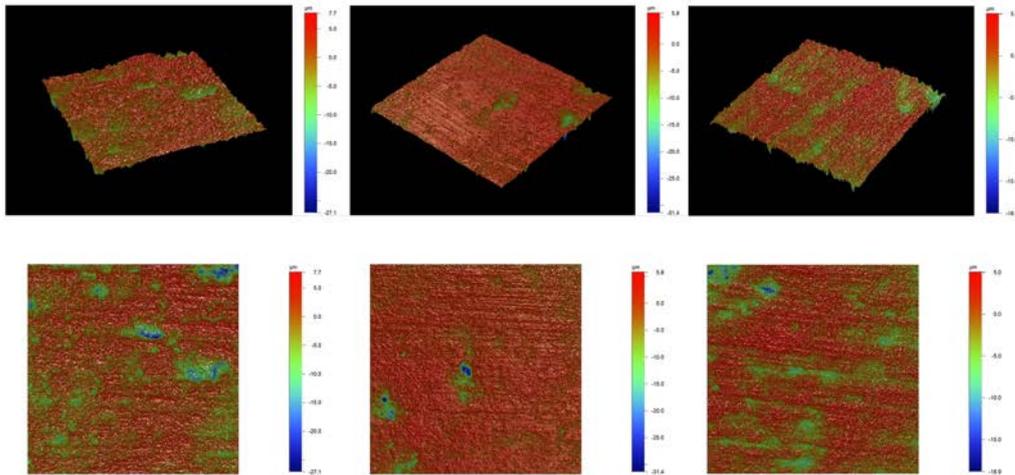


Figura 6.55. Topografías y vistas de planta por triplicado, correspondientemente, de la muestra B7.

Siendo el método SCP significativo y relevante, donde el mismo permite estimar la forma y capacidad volumétrica de los vacíos e imperfecciones superficiales, reportadas en el el Cuadro 6.35.

La vista en planta aunada con la distribución de altura permite discriminar la existencia de minerales incrustados en la matriz mineral, ya que los mismos tienen una resistencia a la ralladura distinta al material mayoritario debido a que las propiedades físicas y mecánicas del agregado son anisotrópicas.

Lo anterior quiere decir, que depende de la dirección de medición debido a su composición heterogénea y aleatoria, por lo que se recomienda durante la determinación de cualquiera de sus propiedades realizarlo mediante un mapeo con una cantidad de muestras significativas con el fin de establecer adecuadamente los valores de las propiedades.

Los perfiles de la Figura 6.55 detallan la forma de acabado, donde los zurcos o ralladuras de la superficie son evidentes a escala micrométrica y tienen una distribución homogénea en toda la superficie; donde los vacíos y fisuras son los únicos disturbios

que reportan en las muestras, eso quiere decir que las imperfecciones por corte y rectificación se eliminaron en la operación de acabado.

Las determinaciones de rugosidad superficial y demás parámetros de calidad superficial se encuentran en la sección 6.1.5. Las correcciones por efecto rugoso en la sección 6.3.5.

Las determinaciones superficiales de AFM y SCP conforman dos bases fundamentales en la descripción de las superficies con las que se trabajó, ya que ellas permitieron conocer a dos escalas diferentes la identidad física de la superficie.

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

Como procedimiento estándar los agregados minerales deben de ser caracterizados con el fin de conocer la identidad física de los mismos es por ello que para el agregado mineral calizo, de Río Claro, se determinó su identidad química mayoritaria: 58.82 %mol/mol O, 20.35 %mol/mol Ca, 10.08 %mol/mol Si, 5.64 %mol/mol Fe, 1.40 %mol/mol C y el resto de componentes se consideran misceláneos (3.71 %mol/mol).

Para el agregado mineral silícico, de Río Claro, se determinó su identidad química mayoritaria: 35.03 %mol/mol O, 13.61 %mol/mol Ca, 22.69 %mol/mol Si, 17.71 %mol/mol Fe, 1.15 %mol/mol C, 6.66 %mol/mol Al y el resto de componentes se consideran misceláneos (3.15 %mol/mol).

La muestra caliza posee una densidad de 1427.83 kg/m^3 , una rugosidad media global de $1.715 \mu\text{m}$, un porcentaje de fragmentación de 99.78 %m/m, una gravedad específica de 1.428, una planicidad media global de 0.054 mm, una absorción porcentual de 0.95 %m/m y un índice de vacíos de 45.33 %m/m.

La muestra silícica posee una densidad de 1561.4 kg/m^3 , una rugosidad media global de $1.893 \mu\text{m}$, un porcentaje de fragmentación de 99.17 %m/m, una gravedad específica de 1.562, una planicidad media global de 0.091 mm, una absorción porcentual de 1.05 %m/m y un índice de vacíos de 43.80 %m/m.

La composición elemental del agregado forma parte importante de la identidad química del material granular por lo que se cree que la composición mineral del agregado calizo es una mezcla de carbonato de calcio, óxido de calcio, cuarzo, alúmina, hematita o magnetita. Y la identidad química del agregado silícico se cree que es una mezcla de granito, dolomita, carbonato de calcio, óxido de calcio.

A continuación se presentan las conclusiones primordiales del presente estudio.

- ☞ Las mejores condiciones para el ensayo de energía superficial para el agregado calizo son un nivel de acabado de #320, una cantidad de carreras de 1 paso y un tiempo de trabajado de 60 s.
- ☞ Las mejores condiciones para el ensayo de energía superficial para el agregado

silícico son un nivel de acabado de #120, una cantidad de carreras de 1 paso y un tiempo de trabajado de 60 s.

- ☞ Las mejores condiciones para el adhesión neumática para el agregado calizo son un nivel de acabado de #320, una cantidad de carreras de 10 paso y un tiempo de trabajado de 60 s.
- ☞ Las mejores condiciones para el adhesión neumática para el agregado silícico son un nivel de acabado de #120, una cantidad de carreras de 10 paso y un tiempo de trabajado de 60 s.
- ☞ Debido a que la sierra deforma la superficie se rectificaron las muestras calizas antes de acabarlas donde la planicidad disminuyó en promedio 80.9 %. Las muestras silícicas disminuyeron su planicidad en promedio 71.3 %.
- ☞ Para la mejor condición del agregado calizo el trabajo de adhesión y el esfuerzo a la tracción uniaxial neumática fueron correspondientemente de 75.75 mJ/cm² y 2.15 MPa.
- ☞ Para la mejor condición del agregado silícico el trabajo de adhesión y el esfuerzo a la tracción uniaxial neumática fueron correspondientemente de 47.50 mJ/cm² y 2.25 MPa.
- ☞ Mediante la estimación del factor de corrección por efecto rugoso donde se usaron dos métodos, AFM y SCP, se observó que el trabajo de adhesión para las muestras calizas cambiaron en promedio global de -9.645 % y -0.469 %, correspondientemente, donde el signo negativo se debe leer como que el valor crudo se reportó como inflado.
- ☞ Mediante la estimación del factor de corrección por efecto rugoso mediante dos métodos, AFM y SCP, se observó que el trabajo de adhesión para las muestras silícicas cambiaron en promedio global de -0.991 % y -0.735 %, correspondientemente.
- ☞ Mediante el mapeo superficial, con el uso del SCP, se observó que la capacidad volumétrica promedio global de los vacíos superficiales para la muestra

caliza representan 6.029 %v/v del volumen individual de ensayo del líquido de prueba.

- ☞ Mediante el mapeo superficial con el uso del SCP se observa que la capacidad volumétrica promedio global de los vacíos superficiales para la muestra silícica representan 6.893 %v/v del volumen individual de ensayo del líquido de prueba.
- ☞ Debido a factores de escala de determinación, la corrección mediante AFM no cumple con los criterios estadísticos para considerar el método como parte del protocolo de conformidad, por lo que se establece el método SCP como el mejor adaptado para el fenómeno.
- ☞ La prueba de energía superficial debe catalogarse como no destructiva mientras que la de adhesión neumática genera daños irreversibles sobre la superficie por lo que se cataloga como prueba destructiva.

Como recomendación se puede generar un modelo de esparcimiento dinámico que tome en cuenta el volumen perdido por difusión y las fuerzas gravitacional, capilar, disipativa y viscosa que definen los perfiles de ángulo de contacto y factor de forma de la gota de líquido de prueba en el ensayo de energía superficial.

Además, el agregado calizo al tener una capacidad de desgaste mucho mayor que el agregado silíceo se recomienda el uso del último para construcción de pavimentos.

También con el fin de aislar el efecto de la composición aleatoria sobre los resultados, tanto de energía superficial como adhesión neumática, se recomienda el uso de análisis de imagen aunado con análisis mineral sobre la superficie de las muestras para poder aplicar la ecuación (16).

Por último, el protocolo de preparación de muestra y procedimientos de ensayo de las propiedades físicas y químicas de las muestras se encuentra reportado en la sección metodológica de este documento.

NOMENCLATURA

Acrónimos

<i>Pr</i>	Valor de probabilidad	adim
<i>CC</i>	Coefficiente de correlación múltiple	adim
<i>CCA</i>	Coefficiente de correlación múltiple ajustado	adim
<i>GVC</i>	Grado verdadero de circularidad	adim
<i>GVE</i>	Coefficiente de correlación	adim
<i>GVE</i>	Grado verdadero de esfericidad	adim
<i>PER</i>	Porcentaje Relativo de Energía	adim
<i>RMS</i>	Raíz cuadrática media	adim
<i>SD</i>	Desviación estándar	

Griegas

λ	Refiérase a la matriz λ	J/m ²
χ	Relación de vacíos	adim
η	Viscosidad dinámica	Pa/s
Γ	Fragmentación	adim
γ	Peso unitario	adim
λ	Componente de energía superficial	J/m ²
μ	Energía libre de Gibbs superficial	J/m ²
ν	Grados de libertad	adim
ϕ	Diámetro de la base de contacto	mm
ρ	Densidad	kg/m ³
σ	Resistencia a la adhesión	1
τ	Factor de forma	1/m
θ	Ángulo de contacto	J/m ²
ζ	Porosidad	adim

Mayúsculas

<i>F</i>	Valor F	adim
<i>A</i>	Absorbancia superficial de agua	adim
<i>B</i>	Estimado estadístico	

<i>C</i>	Cantidad de carreras	adim
<i>D</i>	Residuo	
<i>E</i>	Error	
<i>F</i>	Planicidad	m
<i>G</i>	Gravedad específica	adim
<i>H</i>	Asimetría	adim
<i>I</i>	Intensidad luminosa de la fuente de luz	W/m ²
<i>J</i>	Flujo difusivo del líquido de prueba	mol/(m ² · s)
<i>K</i>	Constante del equipo BBS	N
<i>L</i>	Largo	m
<i>M</i>	Tipo de agregado	adim
<i>N</i>	Nivel de acabado	adim
<i>P</i>	Presión manométrica	kPa
<i>R</i>	Radio de la esfera ideal	m
<i>S</i>	Área	m ²
<i>T</i>	Temperatura	K
<i>V</i>	Volumen	m ³
<i>W</i>	Trabajo de adhesión	J/m ²
<i>X</i>	Composición molar por componente	adim
<i>Z</i>	Rugosidad	mm

Minúsculas

<i>p</i>	Valor p	adim
<i>t</i>	Valor t	adim
<i>a</i>	Coefficiente de aporte composicional	adim
<i>e</i>	Energía	keV
<i>f</i>	Factor de corrección	adim
<i>g</i>	Gravedad del sitio	m/s ²
<i>h</i>	Altura de la gota	m
<i>m</i>	Masa	g
<i>q</i>	Cuentas	adim
<i>r</i>	Radio de la gota	m

t	Tiempo	s
v	Volumen del disco diferencial	m^3
x	Posición horizontal	m
y	Posición vertical	m
z	Distribución de altura	m

Superíndices

\bar{X}	Refiérase al promedio de X
\hat{X}	Refiérase a la corrección de X
+	Refiérase a componente ácida
-	Refiérase a componente básica
\hat{i}	Refiérase a la dirección \hat{i}
LW	Refiérase a la interacción dispersiva de Lifschitzvan der Waals
TOT	Refiérase al total

Subíndices

θ	Refiérase al ángulo de contacto promedio
(x)	Refiérase como función de x
0	Refiérase a retraso
1	Refiérase a primaria
2	Refiérase a secundaria
4E	Refiérase a 4 efectos
A	Refiérase al agregado
a	Refiérase a absoluta
AB	Refiérase a la interacción interfacial
amb	Refiérase a ambiente
apa	Refiérase a condiciones aparentes o boyantes
c	Refiérase a condición
d	Refiérase a condiciones secas
dif	Refiérase a difusivo
e	Refiérase a ensayo
eq	Refiérase a equilibrio
esf	Refiérase a la esfera

F	Refiérase a condiciones fragmentadas
f	Refiérase a condición de fallo
g	Refiérase a disco de reacción
h	Refiérase a humectación
ideal	Refiérase a ideal
l	Refiérase al líquido
lg	Refiérase a la interacción líquido y gas
m	Refiérase a la muestra
NF	Refiérase a condiciones no fragmentadas
o	Refiérase a inicial
p	Refiérase a acabado
pe	Refiérase a punzón de ensayo
R	Refiérase a relativa
r	Refiérase a carrera
RMS	Refiérase a raíz cuadrática media
S	Refiérase a superficial
s	Refiérase al sólido
sat	Refiérase a condiciones de saturación
seg	Refiérase a seguridad
Sku	Refiérase a curtosis estándar
sl	Refiérase a la relación entre sólido y líquido
SSD	Refiérase a condiciones de saturación superficial
Ssk	Refiérase a asimetría estándar
t	Refiérase a la totalidad
v	Refiérase a vacíos
W	Refiérase a interacción con agua
w	Refiérase a agua
WET	Refiérase a desplazamiento de agua

BIBLIOGRAFÍA

- AASHTO M323 (2017). *Standard specification for Superpave volumetric mix design*. American Association of State Highway and Transportation Officials. Accesado el día 06 de abril de 2018 mediante https://global.ihs.com/doc_detail.cfm?document_name=AASHTO%20M%20323&item_s_key=00488656&item_key_date=821231.
- AASHTO T19 (2014). American association of state highway and transportation officials. En *Standard Method of Test for Bulk Density (Unit Weight) and Voids in Aggregate*. Accesado el día 23 de abril de 2019 mediante <https://standards.globalspec.com/std/13053318/aashto-t-19m-t-19>.
- AASHTO T85 (2018). American association of state highway and transportation officials. En *Standard Method of Test for Specific Gravity and Absorption of Coarse Aggregate*. Accesado el día 23 de abril de 2019 mediante https://global.ihs.com/doc_detail.cfm?document_name=AASHTO%20T%2085&item_s_key=00489069.
- AASHTO T361 (2016). Standard method of test for: Determining asphalt binder bond strength by means of the binder bond strength (bbs) test. En *American Association of State Highway and Transportation Officials*. Accesado el día 05 de marzo de 2019 mediante https://www.techstreet.com/standards/aashto-t-361-16?product_id=1924305.
- Araya, E. (2010). *Mejoramiento del proceso de producción y optimización de agregados producidos en el quebrador Las Flores del Chirripó*. Instituto Tecnológico de Costa Rica. Proyecto Final de Graduación.
- ASTM C127 (2017). *Standard Test Method for Relative Density (Specific Gravity) and Absorption of Coarse Aggregate*. Annual Book of ASTM Standards. Accesado el día 01 de marzo de 2018 mediante <https://www.astm.org/Standards/C127.htm>.
- ASTM C29 (2017). *Standard Test Method for Bulk Density (Unit Weight) and Voids*

- in Aggregate*. Annual Book of ASTM Standards. Accesado el día 01 de marzo de 2018 mediante <https://www.astm.org/Standards/C29.htm>.
- ASTM D4541 (2017). *Standard Test Method for Pull-off Strength of Coatings Using Portable Adhesion Testers*, volumen 6. Annual Book of ASTM Standards. Accesado el día 27 de febrero de 2018 mediante <https://www.astm.org/search/fullsite-search.html?query=ASTM%20D4541&>.
- ASTM D5821 (2017). *Determining the Percentage of Fractured Particles in Coarse Aggregate*. Annual Book of ASTM Standards. Accesado el día 10 de marzo de 2018 mediante <https://www.astm.org/Standards/D5821.htm>.
- ASTM D7334 (2013). *Standard Practice for Surface Wettability of Coatings, Substrates and Pigments by Advancing Contact Angle Measurement*. Annual Book of ASTM Standards. Accesado el día 10 de marzo de 2018 mediante <https://www.astm.org/Standards/D7334.htm>.
- ASTM D7490 (2013). *Standard Test Method for Measurement of the Surface Tension of Solid Coatings, Substrates and Pigments using Contact Angle Measurements*. Annual Book of ASTM Standards. Accesado el día 10 de marzo de 2018 mediante <https://www.astm.org/Standards/D7490.htm>.
- ASTM D75 (2014). Standard practice for sampling aggregates. Accesado el día 02 de marzo de 2018 mediante <https://www.astm.org/Standards/D75.htm>.
- ASTM D8 (2018). Standard terminology relating to materials for roads and pavements. En *American Society for Testing and Materials*. Accesado el día 18 de febrero de 2018 mediante <https://www.astm.org/Standards/D8.htm>.
- Athy, L. F. (1930). Density, porosity, and compaction of sedimentary rocks. *AAPG Bulletin*, 14(1):1–24. Accesado el día 18 de febrero de 2018 mediante <https://pubs.usgs.gov/bul/1144e/report.pdf>.
- Avner, S. H. (1974). *Introduction to physical metallurgy*, volumen 2. McGraw-Hill New York.

- Baldi, A., Aguiar, J., Salazar, J., Rodríguez, E., y Loría, L. (2016). Análisis físico-químico de adhesión asfalto-agregado en costa rica. *Programa de Infraestructura del Transporte*, (LM-PI-UMP-038- R2):1–46.
- Berthier, J. (2008). *2.5.2 Nano-Bubbles on Hydrophobic Walls, Line Tension and the Modified Young's Law*. William Andrew Publishing. Accesado el día 19 de setiembre de 2018 mediante <https://app.knovel.com/hotlink/khtml/id:kt0051FITO/microdrops-digital-microfluidics/nano-bubbles-hydrophobic>.
- Blake, L. S. (1989). *Civil engineer's reference book*. CRC Press. Accesado el día 17 de agosto de 2018 mediante <https://app.knovel.com/hotlink/toc/id:kpCERBE005/civil-engineers-reference/civil-engineers-reference>.
- Brown, ER and Kandhal, Prithvi S and Roberts, Freddy L and Kim, Y Richard and Lee, Dah-Yinn and Kennedy, Thomas W and others (2009). *Hot mix asphalt materials, mixture design, and construction*. NAPA Research and Education Foundation, Lanham, MD.
- Cassie, A. y Baxter, S. (1944). Wettability of porous surfaces. *Transactions of the Faraday society*, 40:546–551. Accesado el día 18 de febrero de 2018 mediante <http://pubs.rsc.org/-/content/articlelanding/1944/tf/tf9444000546#!divAbstract>.
- Della Volpe, C. y Siboni, S. (1997). Some reflections on acid–base solid surface free energy theories. *Journal of Colloid and Interface Science*, 195(1):121–136. Accesado el día 16 de febrero de 2019 mediante <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0021979797951249>.
- Drago, R. (1973). Quantitative evaluation and prediction of donor-acceptor interactions. En *Coordinative Interactions*, pp. 73–139. Springer. Accesado el día 25 de mayo de 2019 mediante https://link.springer.com/chapter/10.1007%2F978-1-4020-0367-8_4.
- Dunham, R. J. (1962). Classification of carbonate rocks according to depositional textures. *AAPG Special Volumes*. Accesado el día 19 de agosto

de 2018 mediante <http://archives.datapages.com/data/specpubs/carbona2/data/a038/a038/0001/0100/0108.htm>.

Erbil, H. Y. y Meric, R. A. (1997). Evaporation of sessile drops on polymer surfaces: Ellipsoidal cap geometry. *The Journal of Physical Chemistry B*, 101(35):6867–6873. Accesado el día 02 de marzo de 2019 mediante <https://pubs.acs.org/doi/abs/10.1021/jp970328n>.

Ersoy, A. y Waller, M. (1995). Textural characterisation of rocks. *engineering geology*, 39(3-4):123–136. Accesado el día 01 de abril de 2019 mediante <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/001379529500005Z>.

Extrand, C. (2003). A thermodynamic model for wetting free energies from contact angles. *Langmuir*, 19(3):646–649. Accesado el día 01 de marzo de 2019 mediante <https://pubs.acs.org/doi/abs/10.1021/la0259609>.

Fletcher, M. (1991). The physiological activity of bacteria attached to solid surfaces. En *Advances in microbial physiology*, volumen 32, pp. 53–85. Elsevier. Accesado el día 18 de marzo de 2018 mediante <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0065291108600053>.

Forde, M. (2009). *ICE Manual of Construction Materials, Volume 1 - Fundamentals and Theory; Concrete; Asphalts in Road Construction; Masonry*. Institution of Civil Engineers. Accesado el día 10 de setiembre de 2018 mediante <https://app.knovel.com/hotlink/toc/id:kpICEMCMV3/ice-manual-construction/ice-manual-construction>.

Fowkes, F. M. (1987). Role of acid-base interfacial bonding in adhesion. *Journal of Adhesion Science and Technology*, 1(1):7–27. Accesado el día 25 de mayo de 2019 mediante <https://www.tandfonline.com/doi/abs/10.1163/156856187X00049>.

Gálvez, A. (s.f). *Bondades de las puzolanas en las reacciones degradantes del concreto*. Biblioteca digital. Accesado el día 7 de febrero de 2018 mediante <http://tesis.uson.mx/digital/tesis/docs/8650/Capitulo3.pdf>.

- Gbeve, B. (2013). *Environmental Impacts of Construction Aggregate Mining in the Greater Accra Region (A Case–Study of Amasaman in the Ga West Municipal)*. Tesis doctoral, Kwame Nkrumah University of Science and Technology. Accesado el día 19 de agosto de 2018 mediante <http://ir.knust.edu.gh/bitstream/123456789/5763/1/BENJAMIN%20GBEVE.pdf>.
- Härth, M. y Schubert, D. W. (2012). Simple approach for spreading dynamics of polymeric fluids. *Macromolecular Chemistry and Physics*, 213(6):654–665. Accesado el día 18 de febrero de 2018 mediante <http://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1002/macp.201100631/abstract>.
- Hasan, M. R. M., Eng, J. Y., Hamzah, M. O., y Voskuilen, J. (2013). The effects of break point location and nominal maximum aggregate size on porous asphalt properties. *Construction and Building Materials*, 44:360–367. Accesado el día 10 de setiembre de 2018 mediante <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0950061813001827>.
- Hogan, C. M. (2010). Abiotic factor. *Encyclopedia of Earth*.
- Ishai, I. y Craus, J. (1996). Effects of some aggregate and filler characteristics on behavior and durability of asphalt paving mixtures. *Transportation Research Record: Journal of the Transportation Research Board*, pp. 75–85.
- ISO 14688 (2017). Geotechnical investigation and testing—Identification and classification of soil—Part 1: Identification and description. Standard, International Organization for Standardization, Geneva, CH. Accesado el día 17 de febrero de 2018 mediante <http://tesis.uson.mx/digital/tesis/docs/8650/Capitulo3.pdf>.
- Khorrarn, F., Morshedy, A. H., Memarian, H., Tokhmechi, B., y Zadeh, H. S. (2017). Lithological classification and chemical component estimation based on the visual features of crushed rock samples. *Arabian Journal of Geosciences*, 10(15):324. Accesado el día 7 de febrero de 2018 mediante <https://link.springer.com/article/10.1007/s12517-017-3116-8>.

- Masad, E. (2007). *Test methods for characterizing aggregate shape, texture, and angularity*, volumen 555. Transportation Research Board. Consultado el día 13 de setiembre de 2018 mediante <https://books.google.co.cr/books?id=qczMiyPfrpwC>.
- Maugis, D. y Barquins, M. (1978). Fracture mechanics and the adherence of viscoelastic bodies. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 11(14):1989. Consultado el día 19 de febrero de 2018 mediante <http://iopscience.iop.org/article/10.1088/0022-3727/11/14/011/meta>.
- McGennis, R., Anderson, M., Kennedy, T., y Solaimanian, M. (1996). Antecedentes del diseño y análisis de mezclas asfálticas de superpave. *Transportation Research Board*.
- McMullan, D. (1995). Scanning electron microscopy 1928–1965. *Scanning*, 17(3):175–185. Consultado el día 26 de febrero de 2018 mediante <http://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1002/sca.4950170309/full>.
- Ministerio de Obras Públicas y Transporte (2010). *Manual de especificaciones generales para la construcción de carreteras, caminos y puentes. CR-2010*. MOPT. Consultado el día 7 de febrero de 2018 mediante <http://www.mopt.go.cr/wps/wcm/connect/28a27ca9-2ec2-49ae-838c-6f89e21d43b4/CR-2010.pdf?MOD=AJPERES>.
- Mittal, K. L. y Anderson, H. R. (1991). *Acid-base interactions: relevance to adhesion science and technology*. Vsp. Consultado el día 25 de mayo de 2019 mediante https://www.researchgate.net/publication/268358086_Acid-Base_Interactions_Relevance_to_Adhesion_and_Adhesive_Bonding.
- Murcia, H. F., Borrero, C. A., Pardo, N., Alvarado, G. E., Arnosio, M., y Scolamacchia, T. (2013). Depósitos volcanoclásticos: Términos y conceptos para una clasificación en español. *Revista Geológica de América Central*, 48:15–39. Consultado el día 18 de febrero de 2018 mediante <https://revistas.ucr.ac.cr/index.php/geologica/article/viewFile/12211/11488>.

- Tchobanoglous, G., Burton, F. L., y Stensel, H. (1991). Wastewater engineering. *Management*, 7:1–4. Accesado el día 24 de marzo de 2019 mediante <https://pdfs.semanticscholar.org/6207/8b4bd84e66725d2a5c4f38d00609f022dd08.pdf>.
- The Asphalt Handbook (1947). The asphalt institute. *New York*.
- Thomas, N., Jaupart, C., y Vergnolle, S. (1994). On the vesicularity of pumice. *Journal of Geophysical Research: Solid Earth*, 99(B8):15633–15644. Accesado el día 18 de febrero de 2018 mediante <http://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1029/94JB00650/full>.
- Van Oss, C., Good, R., y Chaudhury, M. (1986). The role of van der waals forces and hydrogen bonds in hydrophobic interactions between biopolymers and low energy surfaces. *Journal of colloid and Interface Science*, 111(2):378–390. Accesado el día 27 de febrero de 2019 mediante <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/002197978690041X>.
- Wadell, H. (1933). Sphericity and roundness of rock particles. *The Journal of Geology*, 41(3):310–331. Accesado el día 17 de febrero de 2018 mediante <http://www.journals.uchicago.edu/doi/abs/10.1086/624040?journalCode=jg>.
- Wenzel, R. N. (1936). Resistance of solid surfaces to wetting by water. *Industrial & Engineering Chemistry*, 28(8):988–994. Accesado el día 18 de febrero de 2018 mediante <https://pubs.acs.org/doi/abs/10.1021/ie50320a024?journalCode=iechad>.
- Zhong, Q., Inniss, D., Kjoller, K., y Elings, V. (1993). Fractured polymer/silica fiber surface studied by tapping mode atomic force microscopy. *Surface Science Letters*, 290(1-2):L688–L692. Accesado el día 26 de febrero de 2018 mediante <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/016725849390906Y>.

APÉNDICES

A DATOS EXPERIMENTALES

Cuadro A.1. Determinación de la densidad y en condiciones saturadas de humectación y relación de vacíos para cada agregado según ASTM C29.

Muestra	Masa seca, m_d /(g)
	4117.5
2155-17	4086.8
	4034.1
Promedio	4079.5
	4451.5
2156-17	4392.9
	4448.8
Promedio	4431.1

Cuadro A.2. Determinación gravimétrica del agregado según ASTM C127.

Muestra	Masa		
	Seca, m_d /(g)	Saturada, m_{sat} /(g)	Aparente, m_{apa} /(g)
	3196.8	3233.8	2008.1
2155-17	5985.2	6014.8	3737.6
	5933.4	6004.1	3736.2
Promedio	5038.5	5084.2	3160.6
	5234.2	5259.9	3394.8
2156-17	5180.4	5252.3	3762.4
	5181.4	5248.0	3381.4
Promedio	5198.7	5253.4	3512.9

Cuadro A.3. Determinación del contenido elemental molar, mediante fluorescencia de rayos X, de los agregados calizo y silíceo de Río Claro usados en pavimentos.

Muestra	Composición molar elemental por componente, X_i (%mol/mol)																			
	C	O	Na	Mg	Al	Si	S	Cl	K	Ca	Fe	Cr	Sc	Cu	Ti	Rh	P	Mn		
2155-A	1.61	55.53	NA	NA	0.28	1.06	1.01	0.00	0.15	39.60	0.75	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	
2155-B	0.00	47.77	0.99	0.10	6.71	24.60	0.06	0.05	1.85	10.45	7.10	0.02	0.05	0.05	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	
2155-C	0.00	51.77	1.01	0.32	4.86	18.17	0.17	0.00	3.74	4.78	12.94	0.12	0.00	0.00	1.09	0.57	0.00	0.00	0.00	
2155-D	5.39	60.73	0.00	0.00	0.00	0.73	0.10	0.00	0.03	32.82	0.20	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.01	0.00	0.00	
2155-E	0.00	68.29	0.13	0.12	1.95	5.83	0.00	0.00	1.86	14.12	7.22	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	
Media	1.40	56.82	0.53	0.13	2.76	10.08	0.27	0.01	1.53	20.35	5.64	0.03	0.01	0.01	0.22	0.11	0.00	0.00	0.00	
2156-A	6.92	54.34	0.00	0.00	0.25	1.06	0.36	0.00	0.12	35.64	1.30	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.03	0.00	0.00	
2156-B	0.00	15.75	0.00	2.01	9.11	24.30	0.00	0.00	0.10	10.54	36.85	0.06	0.34	0.03	0.90	0.00	0.00	0.34	0.00	
2156-C	0.00	20.94	0.00	1.06	9.31	30.19	0.00	0.00	0.32	12.23	23.90	0.21	0.00	0.09	1.24	0.00	0.00	0.51	0.00	
2156-D	0.00	36.23	0.00	0.57	6.21	30.28	0.00	0.00	3.08	4.28	17.60	0.00	0.00	0.14	1.03	0.00	0.00	0.58	0.00	
2156-E	0.00	43.90	0.00	0.62	6.77	27.11	0.00	0.00	1.88	6.96	12.05	0.00	0.00	0.14	0.57	0.00	0.00	0.00	0.00	
2156-F	0.00	39.00	0.00	0.44	8.30	23.19	0.00	0.00	1.53	12.02	14.58	0.00	0.00	0.05	0.89	0.00	0.00	0.00	0.00	
Media	1.15	35.03	0.00	0.78	6.66	22.69	0.06	0.00	1.17	13.61	17.71	0.05	0.06	0.07	0.77	0.00	0.00	0.24	0.00	

B RESULTADOS INTERMEDIOS

Cuadro B.1. Determinación del volumen de agua para la calibración del recipiente usado en la norma ASTM C29.

Condiciones	Masa, m_w /(g)	Temp, T_w /(°C)	Densidad, ρ_w /(kg/m ³)	Volumen, V_w /(dm ³)
1	2845.5	22.9	997.56	2.8525
2	2849.8	22.0	997.77	2.8562
3	2852.6	22.0	997.77	2.8590
4	2831.4	22.2	997.72	2.8379

Cuadro B.1. Componentes dispersivos y polares de energía superficial reportados por Della Volpe y Siboni.

Líquido de prueba	Componente energética, λ /(mJ/cm ²)			
	Total (TOT)	Líquido (LW)	Ácido (+)	Básico (-)
Etilenglicol	48.0	31.4	1.6	42.5
Agua	72.8	21.8	65.0	10.0
Formamida	58.0	35.6	2.0	65.7

C MUESTRA DE CÁLCULO

C.1. Cálculo del porcentaje másico de agregado fraccionado:

Para el cálculo del porcentaje másico de agregado fraccionado se utiliza la fórmula:

$$\Gamma = 100 \cdot \frac{m_F}{m_F + m_{NF}} \quad (C.1)$$

Utilizando los valores del Cuadro 6.16, fila 1, columnas 3 y 4:

$$\Gamma = 100 \cdot \frac{5931.4 \text{ g}}{5931.4 \text{ g} + 17.1 \text{ g}} = 99.7\%$$

Resultado que se encuentra tabulado en el Cuadro 6.16, fila 1, columna 2. El mismo cálculo se llevó a cabo para obtener el peso unitario en condiciones secas en el Cuadro 6.16.

C.2. Cálculo del peso unitario en condiciones secas:

Para el cálculo de el peso unitario en condiciones secas se utiliza la fórmula:

$$\gamma_d = \frac{m_d}{m_{\text{sat}} - m_{\text{apa}}} \quad (C.2)$$

Utilizando los valores del Cuadro A.2, fila 1, columnas 2 a 4:

$$\gamma_d = \frac{3196.8 \text{ g}}{3233.8 \text{ g} - 2008.1 \text{ g}} = 2.61$$

Resultado que se encuentra tabulado en el Cuadro 6.18, fila 1, columna 2. El mismo cálculo se llevó a cabo para obtener el peso unitario en condiciones secas en el Cuadro 6.18.

C.3. Cálculo del peso unitario en condiciones saturadas de humectación:

Para el cálculo de el peso unitario en condiciones saturadas de humectación se utiliza la fórmula:

$$\gamma_{\text{SSD}} = \frac{m_{\text{sat}}}{m_{\text{sat}} - m_{\text{apa}}} \quad (C.3)$$

Utilizando los valores del Cuadro A.2, fila 1, columnas 3 y 4:

$$\gamma_{SSD} = \frac{3233.8 \text{ g}}{3233.8 \text{ g} - 2008.1 \text{ g}} = 2.64$$

Resultado que se encuentra tabulado en el Cuadro 6.18, fila 1, columna 3. El mismo cálculo se llevó a cabo para obtener el peso unitario en condiciones saturadas de humectación en el Cuadro 6.18.

C.4. Cálculo del peso unitario en condiciones aparentes:

Para el cálculo de el peso unitario en condiciones aparentes se utiliza la fórmula:

$$\gamma_{\text{apa}} = \frac{m_d}{m_d - m_{\text{apa}}} \quad (\text{C.4})$$

Utilizando los valores del Cuadro A.2, fila 1, columnas 2 y 4:

$$\gamma_{\text{apa}} = \frac{3196.8 \text{ g}}{3196.8 \text{ g} - 2008.1 \text{ g}} = 2.69$$

Resultado que se encuentra tabulado en el Cuadro 6.18, fila 1, columna 4. El mismo cálculo se llevó a cabo para obtener el peso unitario en condiciones aparentes en el Cuadro 6.18.

C.5. Cálculo de la absorción superficial del agua:

Para el cálculo de la absorción superficial se utiliza la fórmula:

$$A = 100 \cdot \frac{m_{\text{sat}} - m_d}{m_d} \quad (\text{C.5})$$

Utilizando los valores del Cuadro A.2, fila 1, columnas 2 y 3:

$$A = 100 \cdot \frac{3233.8 \text{ g} - 3196.8 \text{ g}}{3196.8 \text{ g}} = 1.16\%$$

Resultado que se encuentra tabulado en el Cuadro 6.18, fila 1, columna 5. El mismo cálculo se llevó a cabo para obtener el peso unitario en condiciones aparentes en el Cuadro 6.18.

C.6. Cálculo del volumen de calibración del recipiente en la norma ASTM C29:

Para el cálculo del volumen de calibración se utiliza la fórmula:

$$V_w = \frac{m_w}{\rho_w} \quad (\text{C.6})$$

Utilizando los valores del Cuadro B.1, fila 2, columnas 2 y 4:

$$V_w = \frac{2849.8 \text{ g}}{997.77 \text{ kg/m}^3} = 2.8562 \text{ dm}^3$$

Resultado que se encuentra tabulado en el Cuadro B.1, fila 1, columna 5. El mismo cálculo se llevó a cabo para obtener el volumen de agua en el recipiente según la norma ASTM C29 en el Cuadro B.1.

C.7. Cálculo de la densidad de agregado:

Para el cálculo de la densidad de agregado se utiliza la fórmula:

$$\rho_A = \frac{m_d}{V_w} \quad (\text{C.7})$$

Utilizando los valores del Cuadro A.1, fila 5, columna 2 y del Cuadro B.1, fila 2, columna 5:

$$\rho_A = \frac{(4117.5 \text{ g})(1 \text{ kg}/1000 \text{ g})}{(2.8562 \text{ dm}^3)(1 \text{ m}^3/1000 \text{ dm}^3)} = 1441.61 \text{ kg/m}^3$$

Resultado que se encuentra tabulado en el Cuadro 6.17, fila 1, columna 5. El mismo cálculo se llevó a cabo para obtener las densidades masivas de los agregados reportados en el Cuadro 6.17.

C.8. Cálculo de la densidad en condiciones saturadas de humectación de agregado:

Para el cálculo de la densidad en condiciones saturadas de humectación se utiliza la fórmula:

$$\rho_{SSD} = \rho_A \left(1 + \frac{A}{100}\right) \quad (\text{C.8})$$

Utilizando los valores del Cuadro 6.17, fila 1, columna 2 y del Cuadro 6.18, fila 1, columna 5:

$$\rho_{SSD} = (1441.61 \text{ kg/m}^3) \left(1 + \frac{1.16}{100}\right) = 1458.30 \text{ kg/m}^3$$

Resultado que se encuentra tabulado en el Cuadro 6.17, fila 1, columna 3. El mismo cálculo se llevó a cabo para obtener las densidades en condiciones saturadas de humectación de los agregados reportados en el Cuadro 6.17.

C.9. Cálculo de las componentes de energía superficial de las muestras de agregado:

Para el cálculo de las componentes energéticas se debe resolver el siguiente sistema matricial:

$$2 \begin{bmatrix} \left(\frac{\sqrt{\lambda^{LW}}}{\lambda^{TOT}}\right)_{EG} & \left(\frac{\sqrt{\lambda^+}}{\lambda^{TOT}}\right)_{EG} & \left(\frac{\sqrt{\lambda^-}}{\lambda^{TOT}}\right)_{EG} \\ \left(\frac{\sqrt{\lambda^{LW}}}{\lambda^{TOT}}\right)_W & \left(\frac{\sqrt{\lambda^+}}{\lambda^{TOT}}\right)_W & \left(\frac{\sqrt{\lambda^-}}{\lambda^{TOT}}\right)_W \\ \left(\frac{\sqrt{\lambda^{LW}}}{\lambda^{TOT}}\right)_{FA} & \left(\frac{\sqrt{\lambda^+}}{\lambda^{TOT}}\right)_{FA} & \left(\frac{\sqrt{\lambda^-}}{\lambda^{TOT}}\right)_{FA} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \sqrt{\lambda^{LW}} \\ \sqrt{\lambda^+} \\ \sqrt{\lambda^-} \end{bmatrix}_A = \begin{bmatrix} 1 + \cos \theta_{EG} \\ 1 + \cos \theta_W \\ 1 + \cos \theta_{FA} \end{bmatrix} \quad (C.9)$$

Utilizando los valores reportados del Cuadro B.1, filas 1, 2 y 3, columnas 2, 3, 4, 5 y del Cuadro 6.24, fila 1, columnas 2, 3 y 4:

$$\begin{aligned} \frac{\sqrt{\lambda_A}}{(\text{mJ/cm}^2)^{0.5}} &= \begin{bmatrix} \sqrt{\lambda^{LW}} \\ \sqrt{\lambda^+} \\ \sqrt{\lambda^-} \end{bmatrix}_A = \frac{1}{2} \begin{bmatrix} 0.2335 & 0.0524 & 0.2716 \\ 0.1283 & 0.2215 & 0.0869 \\ 0.2057 & 0.0482 & 0.2795 \end{bmatrix}^{-1} \begin{bmatrix} 1.4014 \\ 1.0576 \\ 1.3440 \end{bmatrix} \\ \frac{\sqrt{\lambda_A}}{(\text{mJ/cm}^2)^{0.5}} &= \begin{bmatrix} 2.451 \\ 2.335 \\ 2.602 \end{bmatrix} \Rightarrow \frac{\lambda_A}{(\text{mJ/cm}^2)} = \begin{bmatrix} 2.451 \\ 2.335 \\ 2.602 \end{bmatrix}^2 \\ \frac{\lambda_A}{(\text{mJ/cm}^2)} &= \begin{bmatrix} \lambda^{LW} \\ \lambda^+ \\ \lambda^- \end{bmatrix}_A = \begin{bmatrix} 6.008 \\ 5.451 \\ 6.770 \end{bmatrix} \end{aligned}$$

Resultado que se encuentra tabulado en el Cuadro 6.25, fila 2, columnas 3, 4 y 5. El mismo cálculo se llevó a cabo para obtener las componentes energéticas reportadas

en el Cuadro 6.25.

C.10. Cálculo de la componente energética total del agregado:

Para el cálculo componente energética total se utiliza la fórmula:

$$\lambda^{\text{TOT}} = \lambda^{\text{LW}} + 2\sqrt{\lambda^+ \lambda^-} \quad (\text{C.10})$$

Utilizando los valores del Cuadro 6.25, fila 2, columnas 3, 4 y 5:

$$\lambda^{\text{TOT}} = 6.008 \text{ mJ/m}^2 + 2\sqrt{(2.082 \text{ mJ/m}^2)(0.258 \text{ mJ/m}^2)} = 18.158 \text{ mJ/m}^2$$

Resultado que se encuentra tabulado en el Cuadro 6.25, fila 2, columna 2. El mismo cálculo se llevó a cabo para obtener las componentes energéticas totales reportadas en el Cuadro 6.25.

C.11. Cálculo del trabajo de adhesión entre ligante-agregado:

Para el cálculo del trabajo de adhesión se utiliza la fórmula:

$$W_{\text{AB}} = 2(\sqrt{\lambda_{\text{A}}^{\text{LW}} \lambda_{\text{B}}^{\text{LW}}} + \sqrt{\lambda_{\text{A}}^+ \lambda_{\text{B}}^-} + \sqrt{\lambda_{\text{A}}^- \lambda_{\text{B}}^+}) \quad (\text{C.11})$$

Utilizando los valores del Cuadro 6.25, filas 1 y 2, columnas 3, 4 y 5:

$$\begin{aligned} W_{\text{AB}} &= 2(\sqrt{(6.008 \text{ mJ/cm}^2)(15.437 \text{ mJ/cm}^2)} \\ &\quad + \sqrt{(5.451 \text{ mJ/cm}^2)(0.258 \text{ mJ/cm}^2)} \\ &\quad + \sqrt{(6.770 \text{ mJ/cm}^2)(2.082 \text{ mJ/cm}^2)}) = 29.144 \text{ mJ/cm}^2 \end{aligned}$$

Resultado que se encuentra tabulado en el Cuadro 6.26, fila 1, columna 2. El mismo cálculo se llevó a cabo para obtener los trabajos de adhesión reportados en el Cuadro 6.26.

C.12. Cálculo de la componente de energía superficial entre ligante-agregado:

Para el cálculo de la componente de energía superficial entre ligante y agregado se

utiliza la fórmula:

$$\lambda_{AB} = (\lambda_A + \lambda_B)^{TOT} - W_{AB} \quad (C.12)$$

Utilizando los valores del Cuadro 6.25, filas 1 y 2, columna 2 y del Cuadro 6.26, fila 1, columna 1:

$$\lambda_{AB} = 18.158 \text{ mJ/cm}^2 + 16.904 \text{ mJ/cm}^2 - 29.144 \text{ mJ/cm}^2 = 5.918 \text{ mJ/cm}^2$$

Resultado que se encuentra tabulado en el Cuadro 6.27, fila 2, columna 3. El mismo cálculo se llevó a cabo para obtener las componentes energéticas superficiales entre ligante y agregado reportados en el Cuadro 6.27.

C.13. Cálculo del trabajo de cohesión entre sustrato-sustrato:

Para el cálculo del trabajo de cohesión entre agregado-agregado se utiliza la fórmula:

$$W_{AA} = 2\lambda_A \quad (C.13)$$

Utilizando los valores del Cuadro 6.25, fila 2, columna 2:

$$W_{AA} = 2(18.158 \text{ mJ/cm}^2) = 36.315 \text{ mJ/cm}^2$$

Resultado que se encuentra tabulado en el Cuadro 6.27, fila 2, columna 4. El mismo cálculo se llevó a cabo para obtener los trabajos de cohesión entre sustrato-sustrato reportados en el Cuadro 6.27.

C.14. Cálculo del trabajo de desplazamiento:

Para el cálculo del trabajo de desplazamiento del agua se utiliza la fórmula:

$$W_{WET} = \lambda_{AW} + \lambda_{BW} - \lambda_{AB} \quad (C.14)$$

Utilizando los valores del Cuadro 6.27, filas 1, 2 y columnas 1 y 2:

$$W_{WET} = 11.348 \text{ mJ/cm}^2 + 35.691 \text{ mJ/cm}^2 - 5.918 \text{ mJ/cm}^2 = 41.121 \text{ mJ/cm}^2$$

Resultado que se encuentra tabulado en el Cuadro 6.27, fila 2, columna 5. El mismo cálculo se llevó a cabo para obtener los trabajos de desplazamiento del agua en el Cuadro 6.27.

C.15. Cálculo de la relación energética primaria:

Para el cálculo de la relación energética primaria se utiliza la fórmula:

$$ER_1 = \left| \frac{W_{AB}}{W_{WET}} \right| \quad (C.15)$$

Utilizando los valores del Cuadro 6.26, filas 1, columna 1 y del Cuadro 6.27, fila 2, columna 5:

$$ER_1 = \left| \frac{29.144 \text{ mJ/cm}^2}{41.121 \text{ mJ/cm}^2} \right| = 0.709$$

Resultado que se encuentra tabulado en el Cuadro 6.26, fila 1, columna 3. El mismo cálculo se llevó a cabo para obtener las relaciones energéticas primarias en el Cuadro 6.26.

C.16. Cálculo de la relación energética secundaria:

Para el cálculo de la relación energética secundaria se utiliza la fórmula:

$$ER_2 = \left| \frac{W_{AB} - W_{AA}}{W_{WET}} \right| \quad (C.16)$$

Utilizando los valores del Cuadro 6.26, filas 1, columna 1 y del Cuadro 6.27, fila 2, columnas 4 y 5:

$$ER_2 = \left| \frac{29.144 \text{ mJ/cm}^2 - 36.315 \text{ mJ/cm}^2}{41.121 \text{ mJ/cm}^2} \right| = 0.174$$

Resultado que se encuentra tabulado en el Cuadro 6.26, fila 1, columna 4. El mismo cálculo se llevó a cabo para obtener las relaciones energéticas secundarias en el Cuadro 6.26.

ANEXOS

A Cálculo de las dimensiones características de la muestra

Para la determinación del área de la gota de líquido de prueba en el ensayo de energía superficial en función de la altura se necesita reconocer el problema geométrico con el que se encuentra con el fin de conocer el perfil de la muestra necesario para el ensayo, para ello una ayuda visual se encuentra en la Figura 10.56 y mediante la demostración siguiente se encuentra la relación buscada.

Prueba. Teniendo en cuenta que el volumen de la gota es de 20 μL y tomando de la información anterior el triángulo de origen en el centro y vértice en el punto de contacto. Se puede derivar la siguiente relación para el radio deseado:

$$\begin{aligned}R^2 &= r^2 + (R - h)^2 \Rightarrow r = \sqrt{R^2 - (R - h)^2} \Rightarrow r = \sqrt{(2R - y)y} \\dv &= \pi(2R - y)ydy \Rightarrow \int_0^V dv = \int_{R-h}^h \pi(2R - y)ydy \\V &= \pi(Ry^2 - \frac{y^3}{3})|_{R-h}^h = \pi y^2(R - \frac{y}{3})|_{R-h}^h\end{aligned}$$

Con lo anterior se puede conocer la función que relaciona el diámetro de la gota de líquido de prueba con la altura, tomando en cuenta que tanto el volumen es una variable fija y la altura se encuentra en estado de cuasi-equilibrio.

$$\begin{aligned}V &= \pi[R^2(R - \frac{R}{3}) - (R - h)^2(R - \frac{R - h}{3})] \\&= \pi[R^2(\frac{2R}{3}) - (R^2 - 2Rh + h^2)(\frac{2R}{3} + \frac{h}{3})] \\&= (\frac{2}{3} - \frac{2}{3})R^3 + [(-\frac{1}{3} + \frac{4}{3})h]R^2 + [(\frac{2}{3} - \frac{2}{3})h^2]R - \frac{h^3}{3} \\&= \pi(hR^2 - \frac{h^3}{3}) \Rightarrow \frac{V}{\pi} + \frac{h^3}{3} = hR^2 \Rightarrow R^2 = \frac{V}{\pi h} + \frac{h^2}{3}\end{aligned}$$

Con lo anterior se puede concluir que el diámetro de la base sería:

$$\phi_{(V, h)} = 2\sqrt{\frac{V}{\pi h} + \frac{h^2}{3}} \quad \square$$

Ahora bien para conocer el valor máximo del diámetro de la gota se debe conocer la altura mínima de la misma que para el caso del líquido con menor interacción es el etilenglicol con una $\min(h) = 1.004 \text{ mm}$ y volumen fijo de $20 \mu\text{L}$ se obtiene un valor $\max(\phi) = 4.25 \text{ mm}$ por lo que el área basal de cada gota sería:

$$S = \frac{\pi}{4}\phi_{(1.004\text{mm})}^2 = \frac{\pi}{4}(4.25 \text{ mm})^2 = 14.186 \text{ mm}^2$$

Ahora conociendo lo anterior se estima un área mayor un factor de seguridad del 40% mayor para poder contar con un alrededores libres de líquido para cada gota; también se estima el lado de un cuadrado con la misma área.

$$\hat{S} = f_{\text{seg}}S = 1.40(14.186 \text{ mm}^2) = 19.860 \text{ mm}^2$$

$$L = \sqrt{\hat{S}} = \sqrt{19.860 \text{ mm}^2} = 4.457 \text{ mm}$$

$$[L] = 5 \text{ mm}$$

Con los datos anteriores se puede conocer el perfil paralelepípedo de la muestra como tal el cual tienen unas dimensiones características de $70 \text{ mm} \cdot 140 \text{ mm} \cdot 10 \text{ mm}$ donde las mismas tengan al menos una gota de separación entre ellas por lo que el ancho permite tener una línea con 7 gotas igualmente espaciadas y se podrán generar 14 líneas igualmente espaciadas para un total de 98 gotas, para que los 3 líquidos de prueba tengan al menos 32 gotas cada uno de ellos; además de que el ensayo de adhesión neumática tenga al menos 5 punzones en el agregado.

El espesor se escoge como función estructural de la muestra, ya que durante la operación consecuente al perfilado (rectificación) si la muestra es muy delgada la misma se fractura con facilidad, por lo que la misma no puede ser menor de 5 mm, además de que durante el proceso de preparado superficial las bandas abrasivas tiene

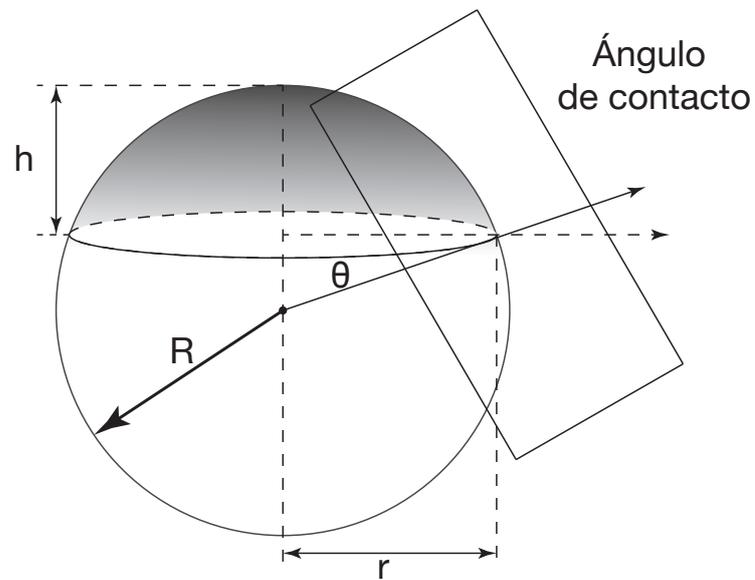


Figura 10.56. Representación gráfica de la geometría ideal de la gota de líquido de prueba.

un ancho que no excede los 80 mm por lo que ante las dimensiones antes mencionadas se consideran las más adecuadas para ambos ensayos y operaciones de preparado de muestra.

B Código de la adaptación del método de Metcalf & Eddy

Mediante el uso del código presentado en el Algoritmo 1 se puede estimar el valor en equilibrio termodinámico del ángulo de contacto para muestras que presentan propagación dinámica durante la estimación por método de gota sésil para distintas sustancias de prueba.

El código anterior fue implementado en la plataforma CoCalc por lo que se recomienda que el mismo sea compilado en dicho sitio web. Además no se omite detallar que archivo de lectura de datos debe tener una extensión de tipo csv ("*Comma-Separated Values*") y debe estar ubicado dentro de la misma carpeta donde se compile el programa y además se recomienda usar la misma nomenclatura de encabezado y nombre de archivo para evitar errores por falta de ubicación del archivo.

Algoritmo 1. Adaptación del método de Metcalf & Eddy

```

1 %html
2 <h1>
3     Ángulo de contacto temporal
4 </h1>
5 <p>
6 Este programa realiza la estimación del punto de
7     intersección de la curva mediatriz con la curva
8     descriptiva del ángulo de contacto y el tiempo de
9     interacción.<br>
10 Mediante una adaptación del método utilizado en
11     sedimentación según Metcalf & Eddy.
12 </p>
13 <center> </center>
16
17 #Import data from CSV file
18 import pandas as pd

```

```

13 DATA = pd.read_csv('B8_
    Etilenglicol.csv', sep = ',')
14 Values = DATA[['Time', 'Drop_
    12']]
15 Values_CA = [
    tuple(x) for x in Values.values]
16 #Defining interact
17 #Values input
18 Data_Start = Values_CA[0:9]
19 Data_Final = Values_CA[
    len(Values_CA)-1500: len(Values_CA)-0]
20 t,theta = var('t', 'theta')
21 a,b,c,d, = var('a', 'b', 'c', 'd')
22 e,f,g,h,i,j,k,l,m,n,o,p,q = var('e', 'f', 'g', 'h',
    'i', 'j', 'k', 'l', 'm', 'n', 'o', 'p', 'q')
23 t_max = int(Values_CA[
    len(Values_CA)-1][0])
24
25 #-----PRE-WORK-----#
26 #Predicting models
27 Linear_Guess_Start = a*t+b
28 Linear_Guess_Final = c*t+d
29 Taylor_Guess_Data = e+f*t+g*t^2+h*t^3+i*
    t^4+j*t^5+k*t^6+l*t^7+m*t^8+n*t^9+o*t^10+p*t^11+q*
    t^12 #This model has to be updated because untill
    the day there's no general model for this
    phenomenon.
30 #Generating models
31 Linear_Model_Start = find_fit(Data_Start,
    Linear_Guess_Start, parameters=[a,b], variables=[t],
    solution_
    dict=true)
32 Linear_Model_Final = find_fit(Data_Final,

```

```

    Linear_Guess_Final, parameters=[c,d], variables=[t],
    solution_
    dict=true)
33 Taylor_Model_Data = find_fit(Values_CA,
    Taylor_Guess_Data, parameters=[e,f,g,h,i,j,k,l,m,n,
    o,p,q], variables=[t], solution_
    dict=true)
34
35     #show(Linear_Model_Start)
36     #show(Linear_Model_Final)
37     #show(Taylor_Model_Data)
38 #Evaluating values
39     Model_Evaluation_Start = Linear_Guess_Start.
    subs(Linear_Model_Start)
40     Model_Evaluation_Final = Linear_Guess_Final.
    subs(Linear_Model_Final)
41     Model_Evaluation_Data = Taylor_Guess_Data.
    subs(Taylor_Model_Data)
42
43     print "Inicial line"
44     show(Model_Evaluation_Start)
45     print "Final line"
46     show(Model_Evaluation_Final)
47     print "Taylor expression"
48     show(Model_Evaluation_Data)
49 #Physico-chemical model for the data
50 #Searching the intersection
51     Intersect_t = find_root(Model_
    Evaluation_Start==Model_Evaluation_Final, 0, t_
    max, rtol=1E-12)
52     Intersect_theta = Model_Evaluation_
    Start(Intersect_t)

```

```

53     Int_Point                =      [(Intersect_t,
54         Intersect_theta)]
55 #Plotting lists and models
56     Linear_Start              =      plot(Model_
57         Evaluation_Start,(t,0,Intersect_t),color='pink',
58         axes_labels=["Time, $$$/(s)","Contact angle, theta
59         /(adim)"], aspect_ratio=1)
60     Linear_Final              =      plot(Model_
61         Evaluation_Final,(t,Intersect_t,t_
62         max),color='turquoise', aspect_ratio=1)
63     Discrete_Start            =
64         list_plot(Data_Start,color='orange',size=20)
65     Discrete_Final            =
66         list_plot(Data_Final,color='green',size=20)
67     Discrete_Intersection     =
68         list_plot(Int_Point,color='blue',size=30)
69     Curve                      =
70         list_plot(Values_CA,color='gray',size=30)
71     Taylor                     =      plot(Model_
72         Evaluation_Data,(t,0,t_
73         max),color='yellow',linestyle="--")
74 #Bisector method
75     a                          =      Linear_Model_Start[a
76         ]
77     c                          =      Linear_Model_Final[c
78         ]
79     Bisector                   =      solve((theta-Model_
80         Evaluation_Start)/sqrt(1+a^2)==(theta-Model_
81         Evaluation_Final)/sqrt(1+c^2),theta)[0].rhs()
82
83     show(Bisector)
84 #Finding intersection on curve
85     Intersect_t_curve          =      find_root(Bisector==

```

```
    Model_Evaluation_Data, 0, t_
    max, rtol=1E-12)
71 Intersect_theta_curve      =      Model_Evaluation_
    Data(Intersect_t_curve)
72 Int_Point_curve           =      [(Intersect_t_curve,
    Intersect_theta_curve)]
73
74     print "CHARACTERISTIC VALUES"
75     print "Stability value at t=", N(Intersect_t_
    curve, digits=5)
76     print "Stability value at theta=", N(Intersect_
    theta_curve,digits=5)
77     print "Inicial value of theta=", N(Model_
    Evaluation_Start(0), digits=5)
78     print "Final value of theta=", N(Model_Evaluation
    _Final(t_
    max),digits=5)
79
80 #Final compiling
81     Linear_Bisector        =      plot(Bisector,(t,
    Intersect_t,Intersect_t_curve),color='purple')
82
83     show(Linear_Start+Discrete_Start+Linear_Final+
    Discrete_Final+Discrete_Intersection+Linear_
    Bisector+Curve+Taylor)
```

C Código para la selección de datos y eliminación de valores atípicos

El Algoritmo 2 permite corroborar la dispersión con respecto a la normalidad de los datos experimentales, también mediante el uso de diagramas de cajas se permite conocer los valores atípicos que se encuentran en el conjunto de datos. Por último se toma un criterio de variación del 12 % como límite superior con respecto al porcentaje de la desviación cuadrática.

El código es basado en el lenguaje R, se recomienda compilar el mismo en la versión más actual posible a la lectura de este documento. Ahora bien, no se omite destacar que la ruta del archivo está en función del usuarios y que cada vez que se compila el programa el mismo lo pedirá como entrada. También se recomienda el uso del encabezado indicado en el código, con el fin de que no hayan errores de compilación. El subprograma denominado "*outlierTest*" se debe compilar previamente el Algoritmo 3, elaborado por J. Fox en 2012, el cual mediante la estimación de valor p se puede conocer con distintos niveles de confianza la identidad de valores atípicos.

Algoritmo 2. Determinación de datos atípicos y verificación de normalidad

```

1 #LECTURA DE DATOS
2 library(readxl)
3 Outliers=read_xls(file.choose())
4 #DEFINICIÓN DE VARIABLES Y MODELO
5 Theta <- Outliers$Angle_A2
6 Time <- Outliers$Time_A2
7 linear_fit <- lm(Theta ~ Time)
8 #DIAGRAMAS BÁSICOS
9 par(mfrow=c(2,2))
10 hist(Theta, xlab="Ángulo de contacto", ylab="Frecuencia", main="
    Histograma ")
11 #ANÁLISIS DE RESIDUOS
12 residuos <- residuals(linear_fit)
13 #ANÁLISIS DE DENSIDAD DE PROBABILIDAD
14 plot(density(Theta), ylim=c(0, 0.08), main="Densidad de probabilidad",
    bty='n', xlab="Ángulo de contacto", ylab="Densidad de probabilidad ")

```

```

)
15 curve(dnorm(x, mean=mean(Theta), sd=sd(Theta)), lty=2, add=T)
16 plot(residuos, main="Gráfica de residuos", xlab="Índice", ylab="Residuo
de ángulo de contacto", bty='n')
17 #ANÁLISIS DE NORMALIDAD
18 qqnorm(Theta, main="Normalidad", xlab="Cuantiles teóricos", ylab="
Cuantiles muestrales", bty='n')
19 qqline(Theta, col="red", lty=2)
20 #ANÁLISIS DE NO NORMALIDAD POR SHAPIRO
21 par(mfrow=c(1,1))
22 #boxplot(Outliers$Angle_A2_Agua, Outliers$Angle_A2_Formamida, Outliers$
Angle_A2_Etilenglicol, names=c("Agua", "Formamida", "Etilenglicol"),
horizontal = T, xlab="Ángulo de contacto", ylab="Sustancia", main
="Gráfico de barras", bty='n', outcol = "red", outcex = 1.5)
23 shapiro.test(Theta)
24 outlierTest(linear_fit)

```

Algoritmo 3. Prueba de datos atípicos de Bonferroni

```

1 #-----
2 # Revision history:
3 # 2009-09-28 by J. Fox (renamed)
4 # 2010-04-14 by J. Fox fixed error in reporting largest abs rstudent
5 # 2012-12-12 by J. Fox fixed handling of labels argument
6 #-----
7 # Bonferroni test for an outlier (J. Fox)
8
9 outlierTest <- function(model, ...) {
10   UseMethod("outlierTest")
11 }
12
13 outlierTest.lm <- function(model, cutoff=0.05, n.max=10, order=TRUE,
14   labels=names(rstudent), ...) {
15   rstudent <- rstudent(model)
16   if (length(rstudent) != length(labels))
17     stop("Number of labels does not correspond to number of residuals."
18       )
19   else names(rstudent) <- labels

```

```

18 df <- df.residual(model) - 1
19 rstudent <- rstudent[!is.na(rstudent)]
20 n <- length(rstudent)
21 p <- if (class(model)[1] == "glm")
22   2*(pnorm(abs(rstudent), lower.tail=FALSE))
23 else 2*(pt(abs(rstudent), df, lower.tail=FALSE))
24 bp <- n*p
25 ord <- if (order) order(bp) else 1:n
26 ord <- ord[bp[ord] <= cutoff]
27 result <- if (length(ord) == 0){
28   which <- which.max(abs(rstudent))
29   list(rstudent=rstudent[which], p=p[which], bonf.p=bp[which], signif
30     =FALSE, cutoff=cutoff)
31 }
32 else {
33   if (length(ord) > n.max) ord <- ord[1:n.max]
34   result <- list(rstudent=rstudent[ord], p=p[ord], bonf.p=bp[ord],
35     signif=TRUE, cutoff=cutoff)
36 }
37 class(result)<-"outlierTest"
38 result
39 }
40
41 print.outlierTest<-function(x, digits=5, ...){
42   if (!x$signif){
43     cat("No Studentized residuals with Bonferonni p <", x$cutoff)
44     cat("\nLargest |rstudent|:\n")
45   }
46   bp <- x$bonf
47   bp[bp > 1] <- NA
48   table <- data.frame(rstudent=x$rstudent,
49     "unadjusted p-value"=signif(x$p, digits), "
50     Bonferonni p"=signif(bp, digits),
51     check.names=FALSE)
52   rownames(table) <- names(x$rstudent)
53   print(table)
54   invisible(x)}

```

D Código para los resultados del diseño factorial

El Algoritmo 4 calcula las mejores condiciones de preparación de muestras de agregados calizos y silíceos mediante el uso del diseño factorial con dos niveles y 4 factores.

Ahora bien el Algoritmo 4 está elaborado para que el archivo de análisis contenga una extensión xls y solamente lee la primera página de la hoja de cálculo, el mismo debe ser seleccionado por el usuario, para evitar que se tenga que añadir una ruta de archivo.

El análisis para conocer los principales efectos sobre la variable respuesta se realiza mediante dos métodos distintos, tanto como modelo lineal como por análisis ANOVA.

Algoritmo 4. Determinación de los resultados generados por el diseño factorial

```

1 library(readxl)
2 Factorial      <- read_excel(file.choose())
3 Carrera       <- Factorial$Carrera
4 Tipo          <- Factorial$Tipo
5 Tiempo        <- Factorial$Tiempo
6 Acabado       <- Factorial$Nivel
7 Tipo          <- factor(Factorial$Tipo)
8 Respuesta     <- Factorial$Respuesta
9 plot(Factorial)
10 #BOXPLOTS
11 par(mfrow=c(2,2))
12 boxplot(Respuesta ~ Carrera, data = Factorial, main="Respuesta vs
    Carrera", xlab="Carrera", ylab="Respuesta", frame=FALSE)
13 boxplot(Respuesta ~ Tipo, data = Factorial, main="Respuesta vs Tipo",
    xlab="Tipo", ylab="Respuesta", frame=FALSE)
14 boxplot(Respuesta ~ Acabado, data = Factorial, main="Respuesta vs Nivel
    ", xlab="Nivel", ylab="Respuesta", frame=FALSE)
15 boxplot(Respuesta ~ Tiempo, data = Factorial, main="Respuesta vs Tiempo
    ", xlab="Tiempo", ylab="Respuesta", frame=FALSE)
16 par(mfrow=c(3,2))
17 boxplot(Respuesta ~ Carrera*Tipo, data = Factorial, main="Respuesta vs

```

```

    Carrera.Tipo", xlab="Carrera.Tipo", ylab="Respuesta", frame=FALSE)
18 boxplot(Respuesta ~ Carrera*Tiempo, data = Factorial, main="Respuesta
    vs Carrera.Tiempo", xlab="Carrera.Tiempo", ylab="Respuesta", frame=
    FALSE)
19 boxplot(Respuesta ~ Carrera*Acabado, data = Factorial, main="Respuesta
    vs Carrera.Nivel", xlab="Carrera.Nivel", ylab="Respuesta", frame=
    FALSE")
20 boxplot(Respuesta ~ Tipo*Tiempo, data = Factorial, main="Respuesta vs
    Tipo.Tiempo", xlab="Tipo.Tiempo", ylab="Respuesta", frame=FALSE)
21 boxplot(Respuesta ~ Tipo*Acabado, data = Factorial, main="Respuesta vs
    Tipo.Nivel", xlab="Tipo.Nivel", ylab="Respuesta", frame=FALSE)
22 boxplot(Respuesta ~ Tiempo*Acabado, data = Factorial, main="Respuesta
    vs Tiempo.Nivel", xlab="Tiempo.Nivel", ylab="Respuesta", frame=
    FALSE)
23 par(mfrow=c(3,1))
24 boxplot(Respuesta ~ Carrera*Tipo*Tiempo, data = Factorial, main="
    Respuesta vs Carrera.Tipo.Tiempo", xlab="Carrera.Tipo.Tiempo", ylab
    ="Respuesta", frame=FALSE)
25 boxplot(Respuesta ~ Tipo*Tiempo*Acabado, data = Factorial, main="
    Respuesta vs Tipo.Tiempo.Nivel", xlab="Tipo.Tiempo.Nivel", ylab="
    Respuesta", frame=FALSE)
26 boxplot(Respuesta ~ Carrera*Tipo*Tiempo*Acabado, data = Factorial, main
    ="Respuesta vs Carrera.Tipo.Tiempo.Nivel", xlab="Carrera.Tipo.
    Tiempo.Nivel", ylab="Respuesta", frame=FALSE)
27 #MODELS
28 options(show.signif.stars = TRUE)
29 Factorial <- Factorial[-1]
30 Model_1E <- lm(Respuesta ~ ., data = Factorial)#1 FACTOR
    INTERACTION (MAIN EFFECT)
31 summary(Model_1E)
32 Model_2E <- lm(Respuesta ~ .^2, data = Factorial)#2 FACTOR
    INTERACTIONS
33 summary(Model_2E)
34 #COMPARISON
35 anova(Model_1E, Model_2E)
36 Model_3E <- lm(Respuesta ~ .^3, data = Factorial)#3 FACTOR
    INTERACTIONS

```

```

37 summary(Model_3E)
38 anova(Model_1E, Model_2E, Model_3E)
39 Model_4R          <- lm(Respuesta ~ Carrera*Tipo*Acabado, data =
      Factorial)#REDUCED FACTOR INTERACTIONS
40 summary(Model_4R) #PHYSICAL MEANING
41 anova(Model_4R, Model_3E)
42 #SIMULATE
43 Factorial_aov     <- Factorial
44 Carrera_aov       <- factor(Factorial_aov$Carrera)
45 Tipo_aov          <- factor(Factorial_aov$Tipo)
46 Acabado_aov       <- factor(Factorial_aov$Nivel)
47 #FINAL
48 Model_aov         <- aov(Respuesta ~ Carrera_aov*Tipo_aov*Acabado_aov
      , data = Factorial_aov)
49 summary(Model_aov)
50 par(mfrow=c(2,2))
51 plot(Model_aov, 1)
52 plot(Model_aov, 2)
53 plot(Model_4R, 1)
54 plot(Model_4R, 2)
55 #TUKEY ANALYSIS
56 Tukey_aov         <- TukeyHSD(Model_aov)
57 par(mfrow=c(3,3))
58 plot(Tukey_aov)
59 par(mfrow=c(1,1))
60 library(FrF2)
61 layout(matrix(c(1,1,2,1,1,2,3,4,4), nrow = 3, ncol = 3, byrow = TRUE))
62 Respuesta         <- round(Respuesta, -1)
63 #INTERACTION PLOTS
64 par(mfrow=c(3,2))
65 interaction.plot(Carrera, Tipo, Respuesta, cex.lab=par("cex.lab"), bty=
      'n')
66 interaction.plot(Carrera, Tiempo, Respuesta, cex.lab=par("cex.lab"), bty
      ='n')
67 interaction.plot(Carrera, Acabado, Respuesta, cex.lab=par("cex.lab"),
      bty='n')
68 interaction.plot(Tipo, Tiempo, Respuesta, cex.lab=par("cex.lab"), bty='n

```

```
    ')
69 interaction.plot(Tipo, Acabado, Respuesta, cex.lab=par("cex.lab"), bty='
    n')
70 interaction.plot(Tiempo, Acabado, Respuesta, cex.lab=par("cex.lab"), bty
    ='n')
71 par(mfrow=c(1,1))
72 cubePlot(Respuesta, Carrera, Tipo, Acabado, main="Gráfico de cubo para
    respuesta", cex.title=1.5, cex.lab=par("cex.lab"), cex.ax=par("cex.
    axis"),
73         cex.clab=1.2, size=0.3, round=NULL,
74         abbrev=8, y.margin.add=-0.2, modeled=TRUE)
```

E Representaciones gráficas de ángulos de contacto

A continuación se presentan las representaciones gráficas de los perfiles en el tiempo de los ángulos de contacto para las muestras de agregado.

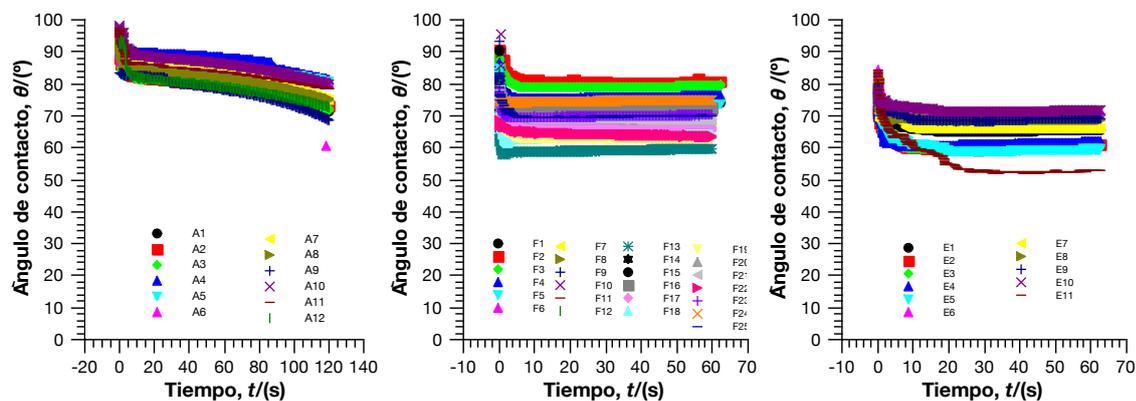


Figura 10.57. Ángulos de contacto del agua, formamida y etilenglicol para la muestra B1.

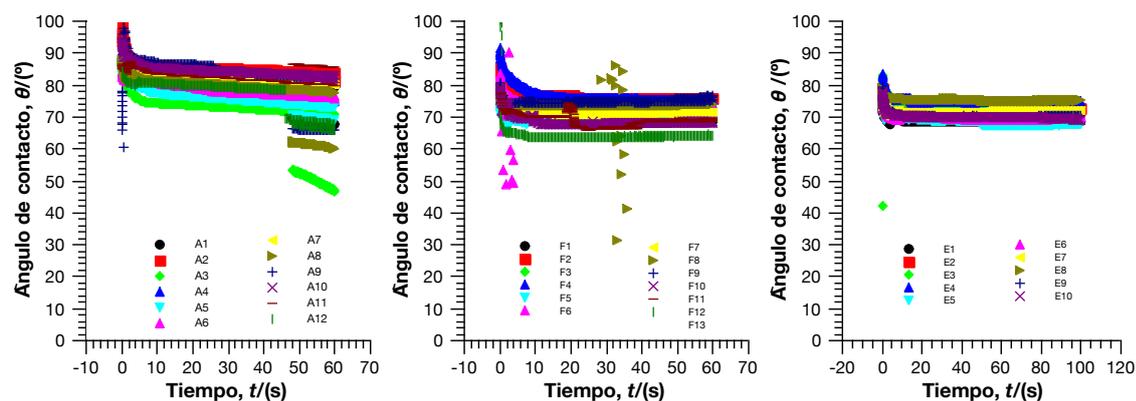


Figura 10.58. Ángulos de contacto del agua, formamida y etilenglicol para la muestra B2.

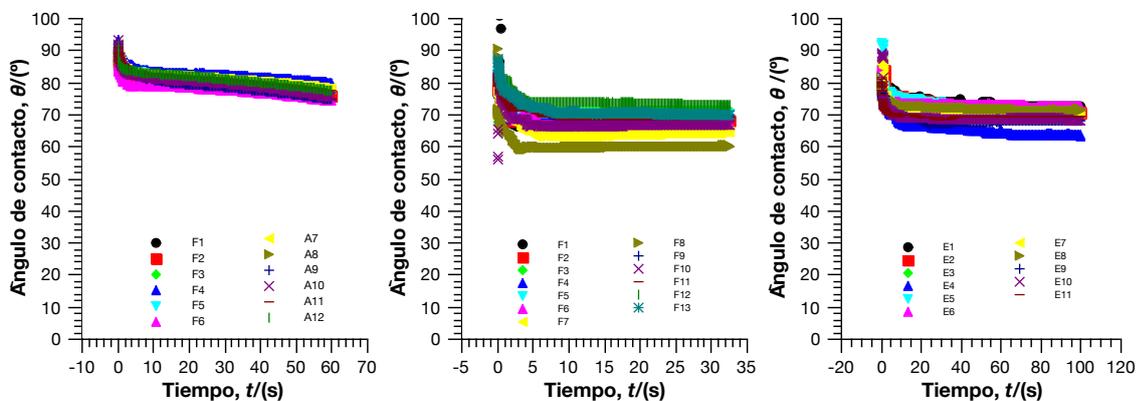


Figura 10.59. Ángulos de contacto del agua, formamida y etilenglicol para la muestra B3.

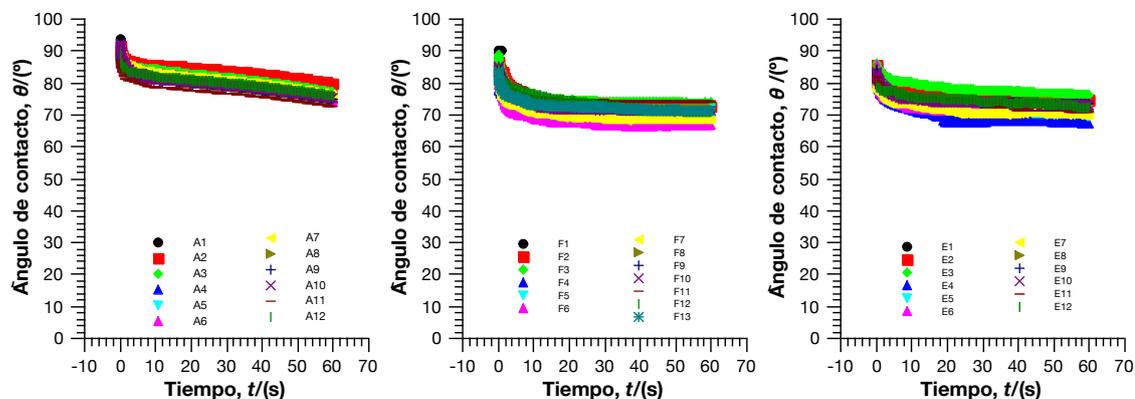


Figura 10.60. Ángulos de contacto del agua, formamida y etilenglicol para la muestra B4.

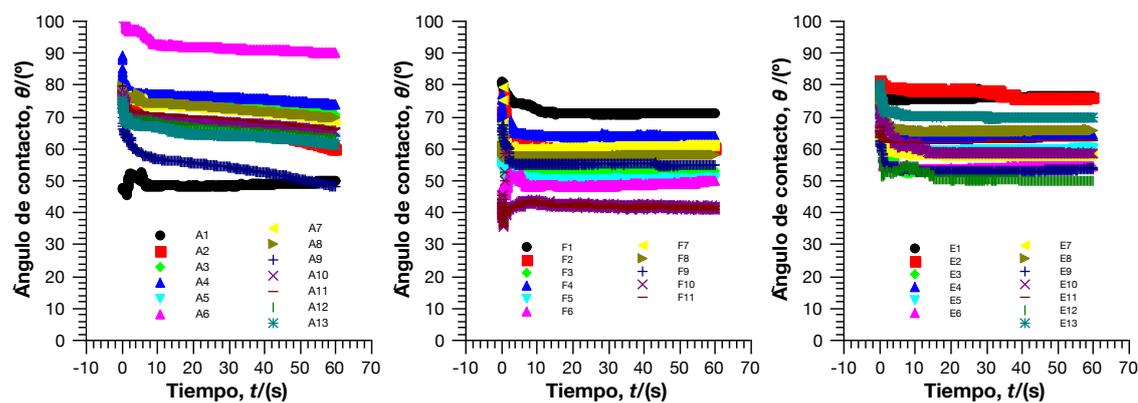


Figura 10.61. Ángulos de contacto del agua, formamida y etilenglicol para la muestra B5.

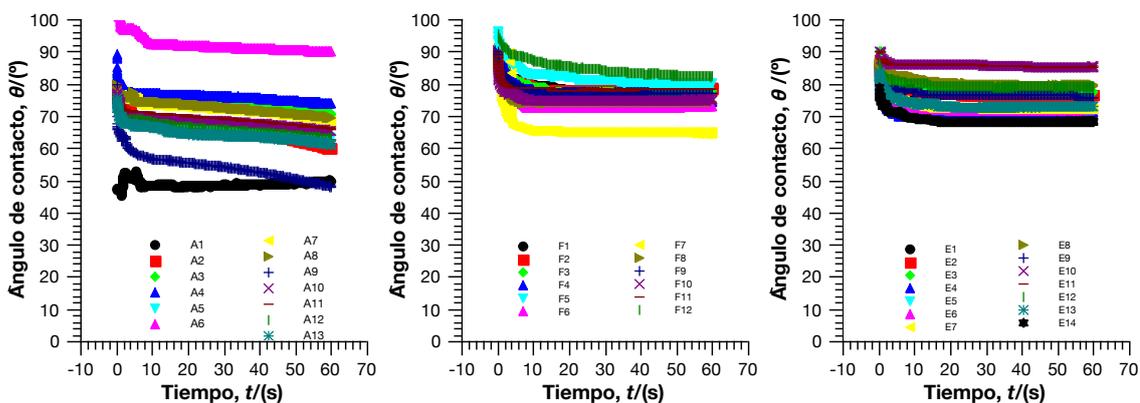


Figura 10.62. Ángulos de contacto del agua, formamida y etilenglicol para la muestra B6.

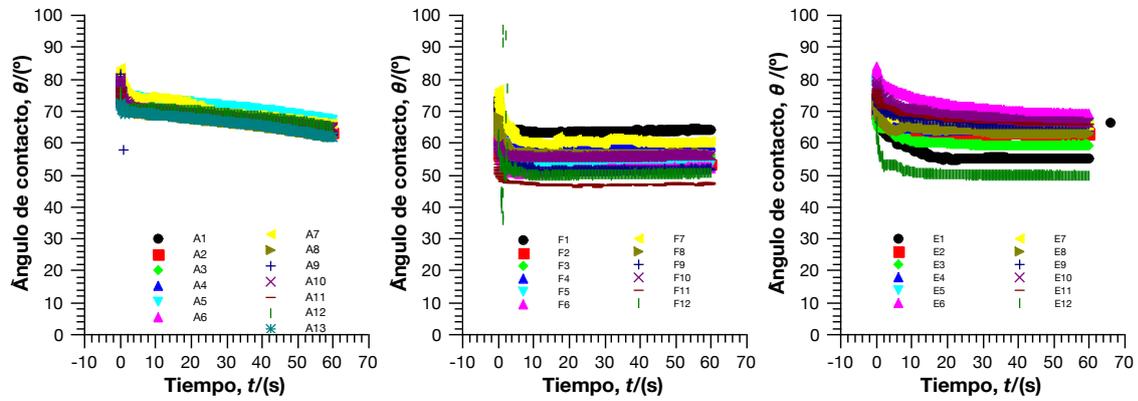


Figura 10.63. Ángulos de contacto del agua, formamida y etilenglicol para la muestra B7.

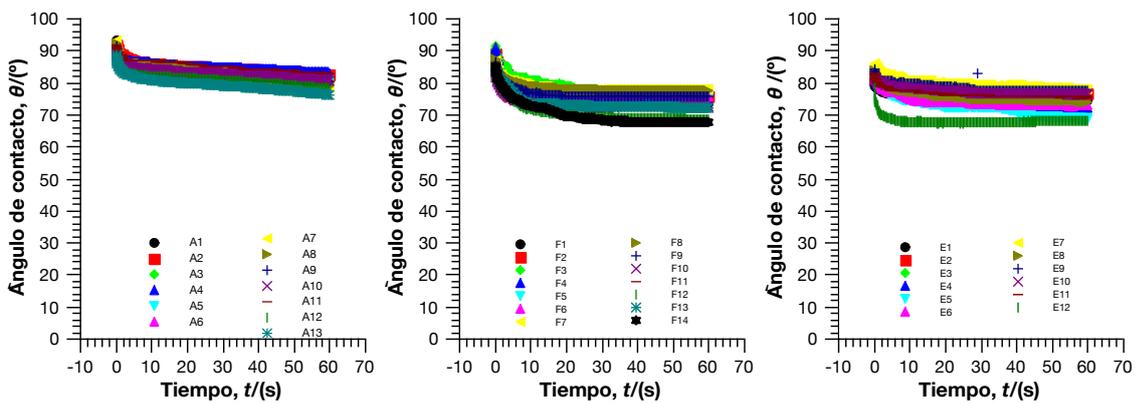


Figura 10.64. Ángulos de contacto del agua, formamida y etilenglicol para la muestra B8.

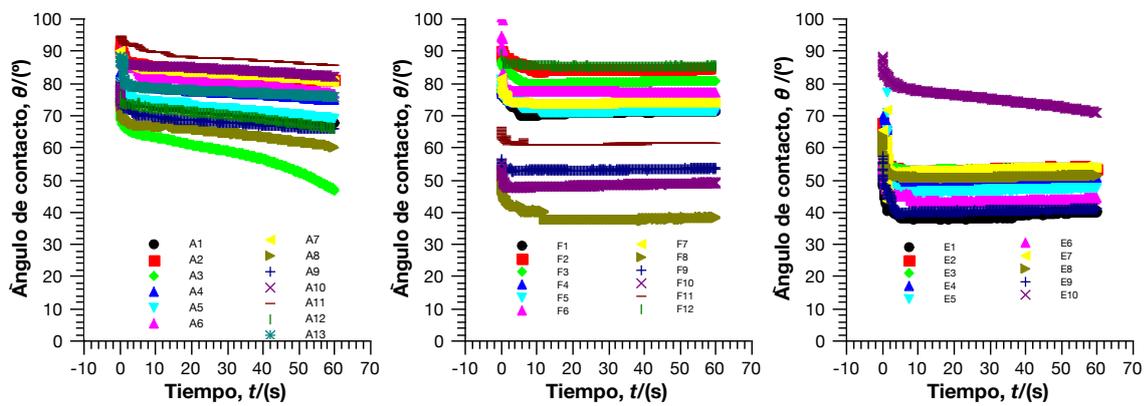


Figura 10.65. Ángulos de contacto del agua, formamida y etilenglicol para la muestra A1.

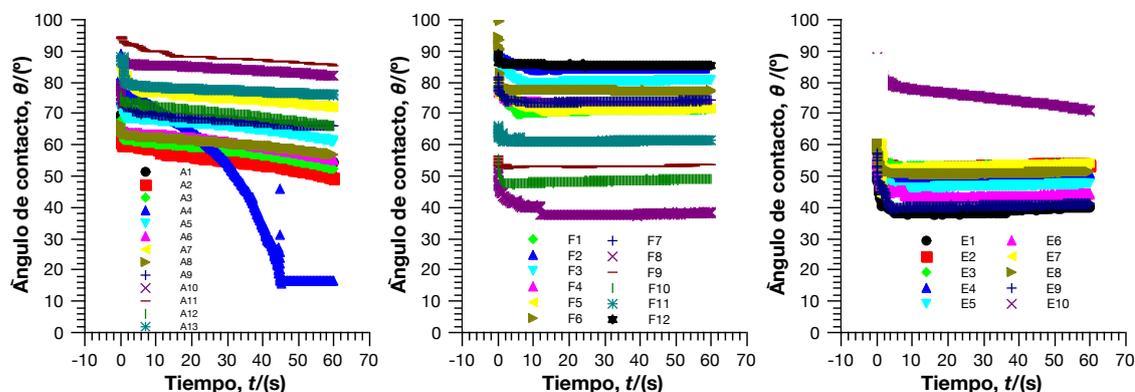


Figura 10.66. Ángulos de contacto del agua, formamida y etilenglicol para la muestra A2.

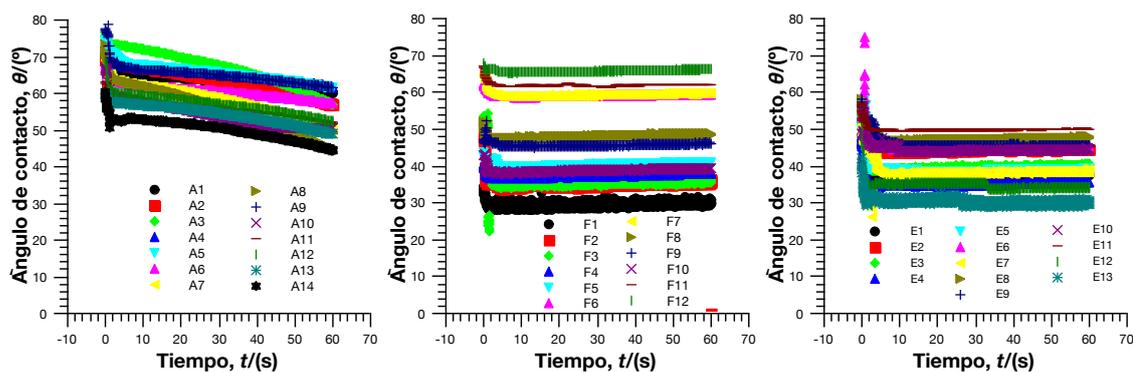


Figura 10.67. Ángulos de contacto del agua, formamida y etilenglicol para la muestra A3.

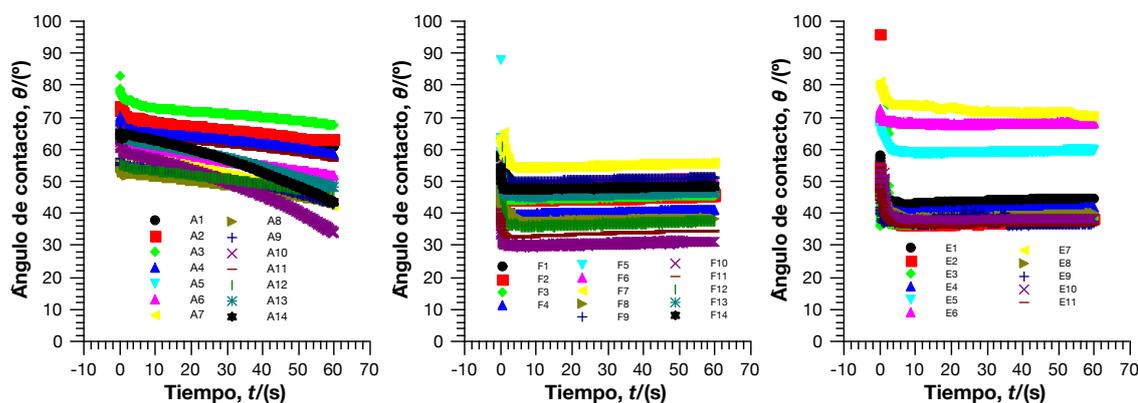


Figura 10.68. Ángulos de contacto del agua, formamida y etilenglicol para la muestra A4.

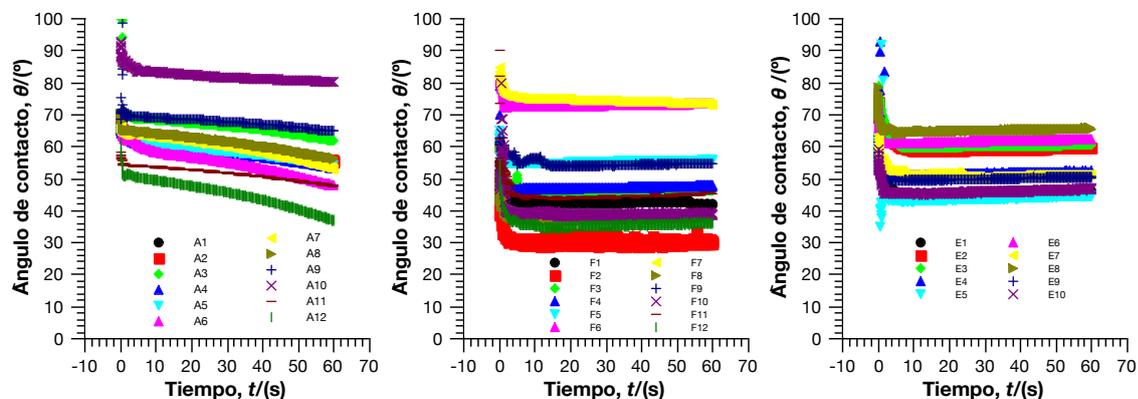


Figura 10.69. Ángulos de contacto del agua, formamida y etilenglicol para la muestra A5.

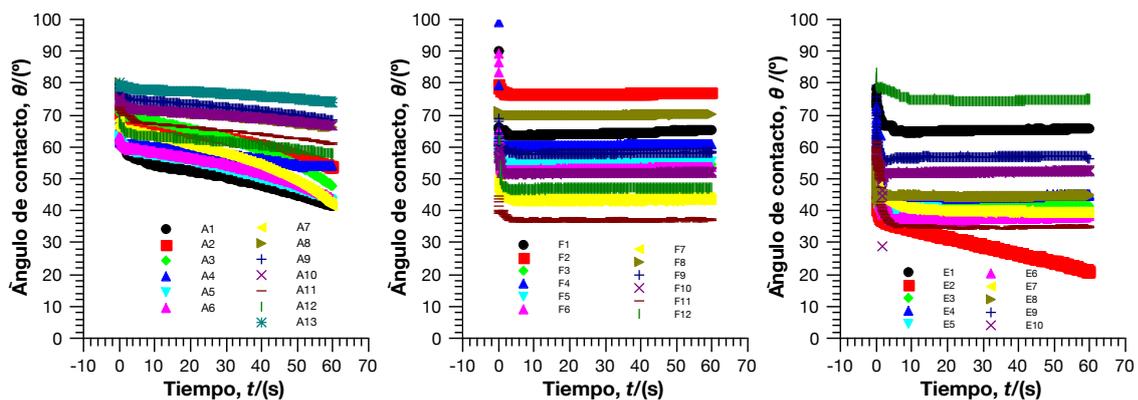


Figura 10.70. Ángulos de contacto del agua, formamida y etilenglicol para la muestra A6.

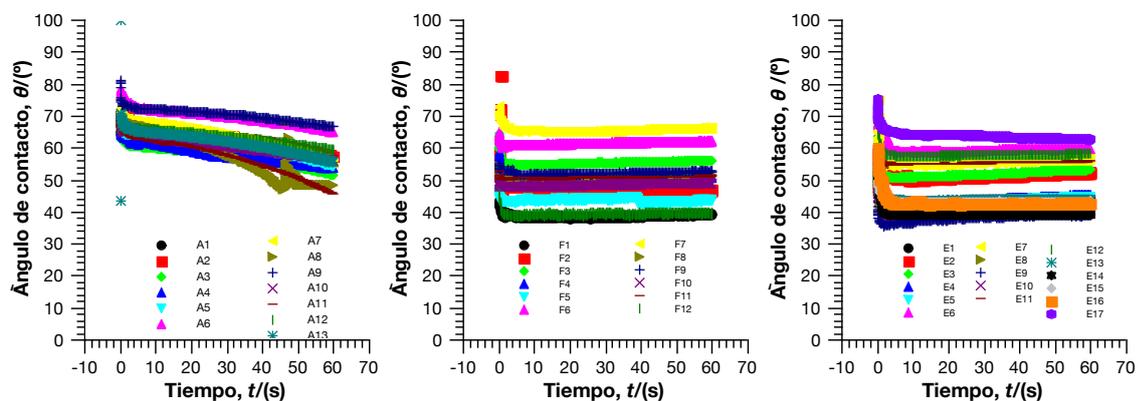


Figura 10.71. Ángulos de contacto del agua, formamida y etilenglicol para la muestra A7.

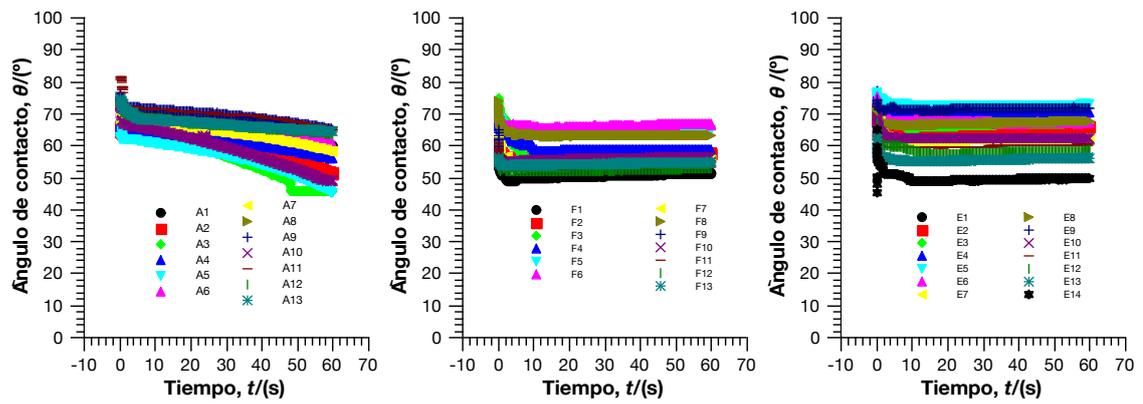


Figura 10.72. Ángulos de contacto del agua, formamida y etilenglicol para la muestra A8.

F Representaciones gráficas de la resistencia a la adhesión

Las representaciones gráficas de los perfiles en el tiempo de la resistencia a la adhesión por tracción uniaxial neumática para las muestras de agregado.

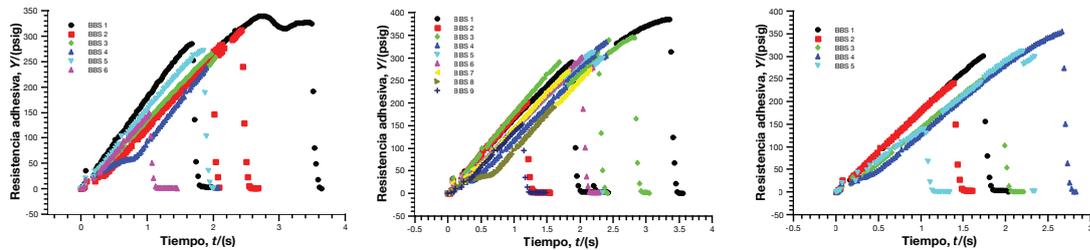


Figura 10.73. Resistencia a la adhesión por tracción uniaxial neumática de las muestras A1 a A3.

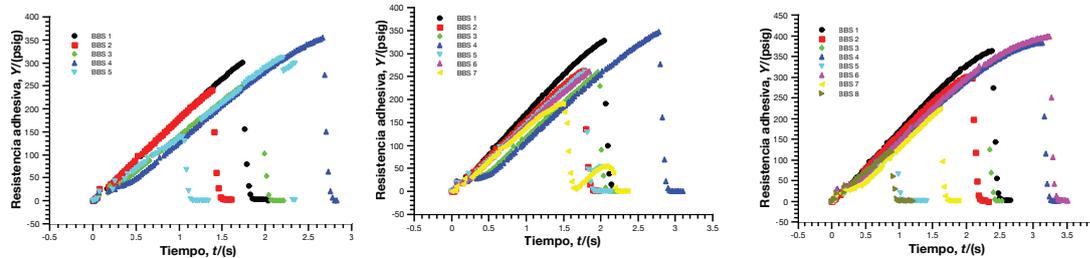


Figura 10.74. Resistencia a la adhesión por tracción uniaxial neumática de las muestras A4 a A6.

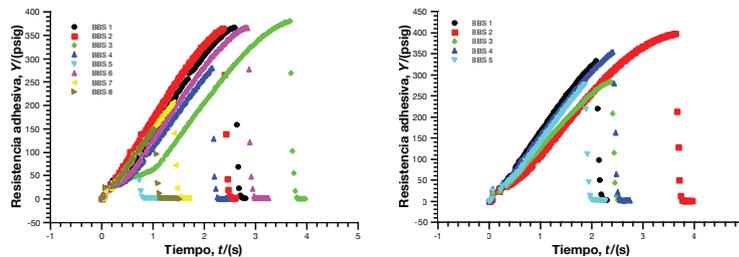


Figura 10.75. Resistencia a la adhesión por tracción uniaxial neumática de las muestras A7 y A8.

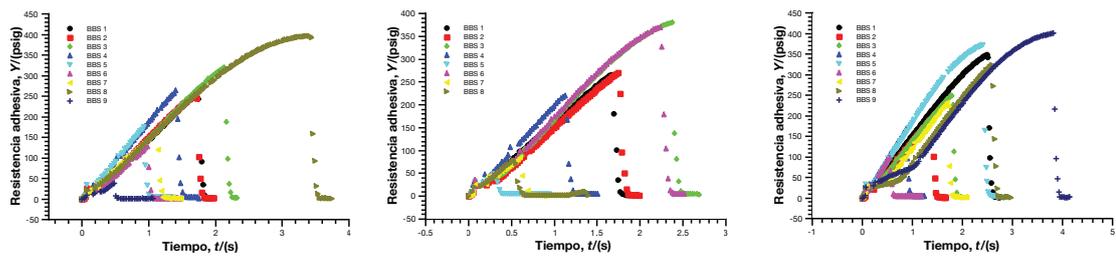


Figura 10.76. Resistencia a la adhesión por tracción uniaxial neumática de las muestras B1 a B3.

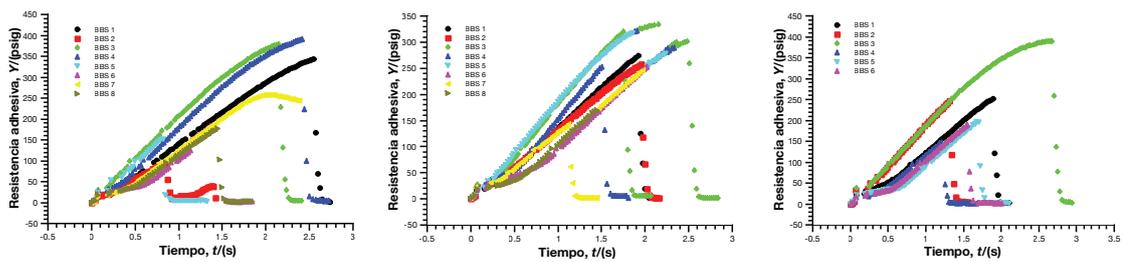


Figura 10.77. Resistencia a la adhesión por tracción uniaxial neumática de las muestras B4 a B6.

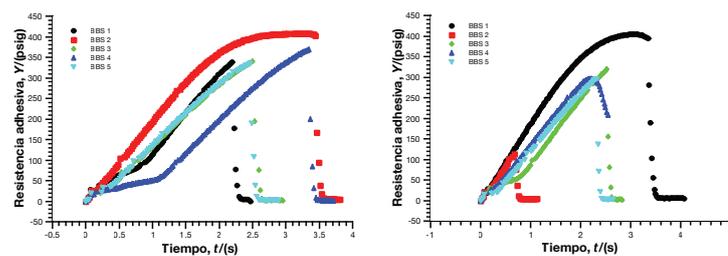


Figura 10.78. Resistencia a la adhesión por tracción uniaxial neumática de las muestras B7 y B8.

G Fotografías del estado de falla de los ensayos

A continuación se muestran las formas de falla de los ensayos realizados a loas distintas muestras del diseño experimental.



Figura 10.79. Fotografías del estado de falla de las muestras A1 y A2.

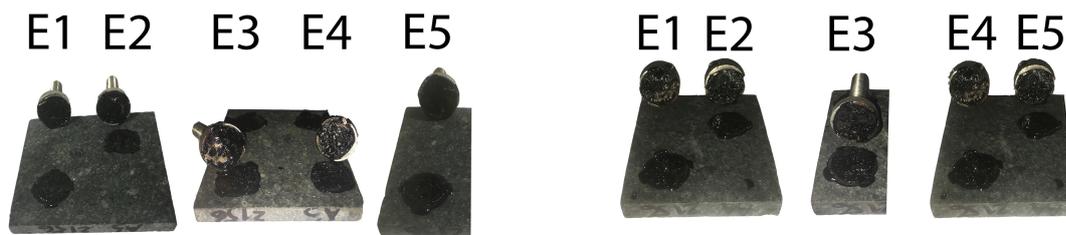


Figura 10.80. Fotografías del estado de falla de las muestras A3 y A4.



Figura 10.81. Fotografías del estado de falla de las muestras A5 y A6.



Figura 10.82. Fotografías del estado de falla de las muestras A7 y A8.



Figura 10.83. Fotografías del estado de falla de las muestras B1 y B2.

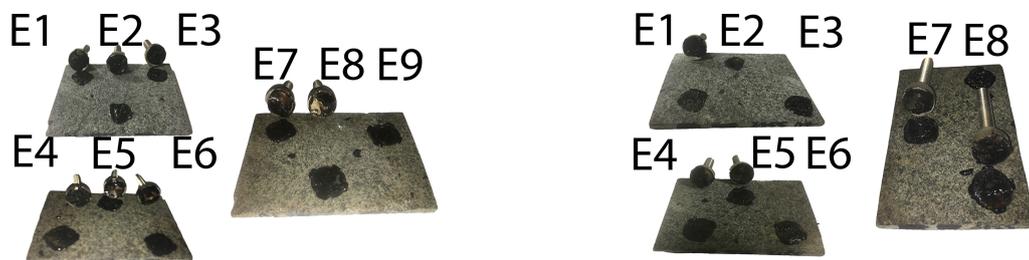


Figura 10.84. Fotografías del estado de falla de las muestras B3 y B4.



Figura 10.85. Fotografías del estado de falla de las muestras B5 y B6.



Figura 10.86. Fotografías del estado de falla de las muestras B7 y B8.

H Topografías y perfiles de fase de las muestras de agregado mediante el uso de AFM

A continuación se muestran las topografías y perfiles de fase obtenidas mediante el uso del AFM para las muestras de agregado del diseño experimental.

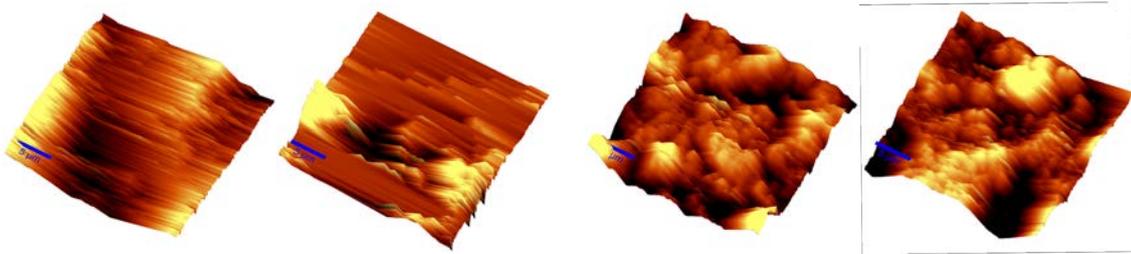


Figura 10.87. Topografías por duplicado de la muestras A1 y A2 por medio AFM, correspondientemente.

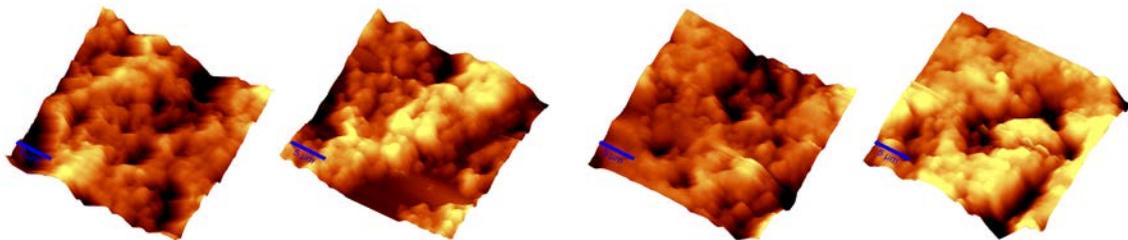


Figura 10.88. Topografías por duplicado de la muestras A3 y A4 por medio AFM, correspondientemente.

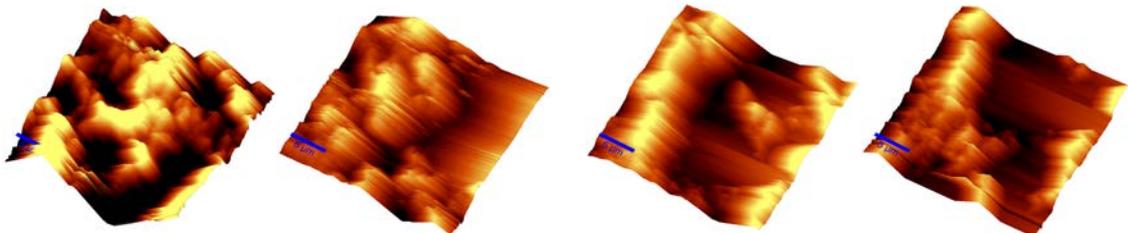


Figura 10.89. Topografías por duplicado de la muestras A5 y A6 por medio AFM, correspondientemente.

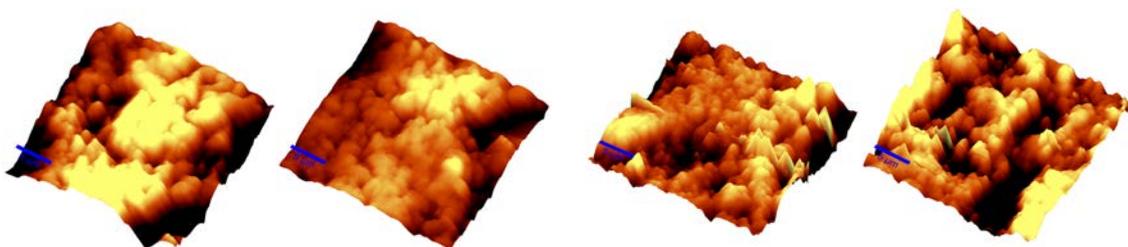


Figura 10.90. Topografías por duplicado de la muestras A7 y A8 por medio AFM, correspondientemente.

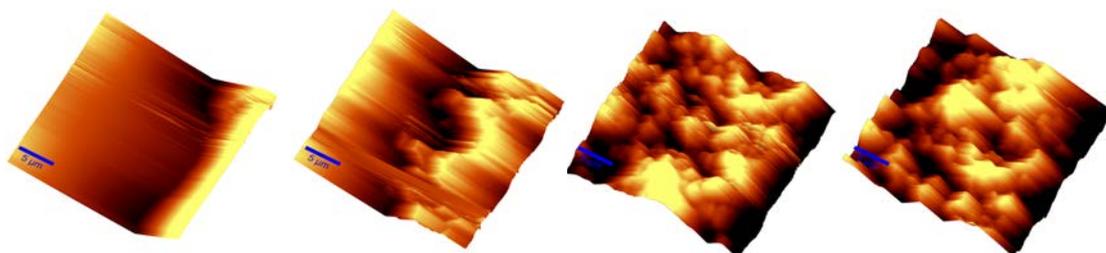


Figura 10.91. Topografías por duplicado de la muestras B1 y B2 por medio AFM, correspondientemente.

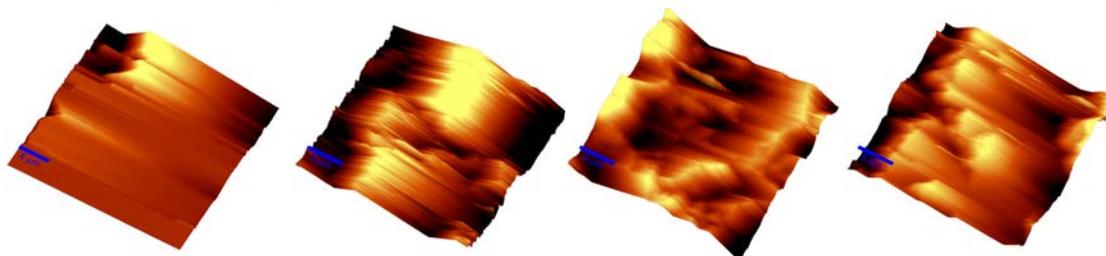


Figura 10.92. Topografías por duplicado de la muestras B3 y B4 por medio AFM, correspondientemente.

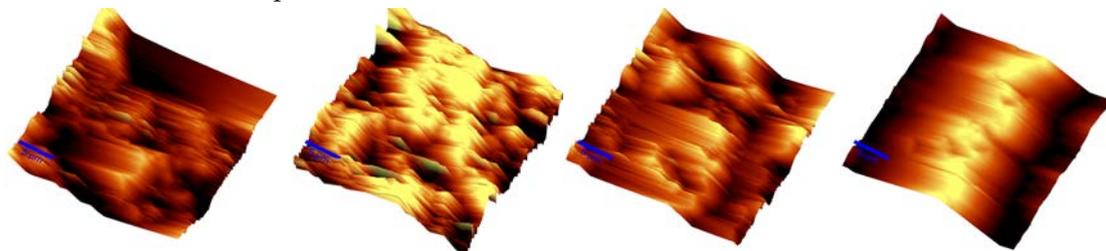


Figura 10.93. Topografías por duplicado de la muestras B5 y B6 por medio AFM, correspondientemente.

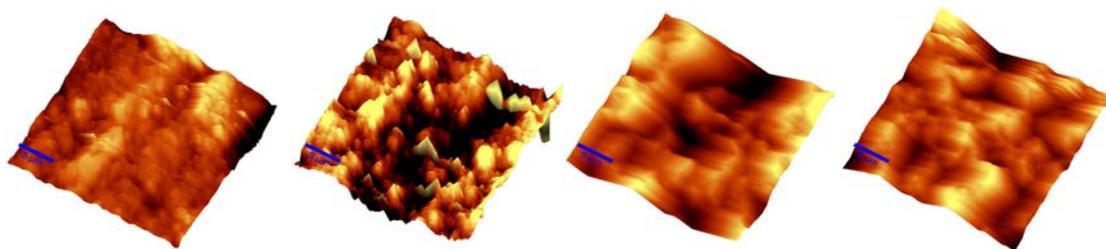


Figura 10.94. Topografías por duplicado de la muestras B7 y B8 por medio AFM, correspondientemente.

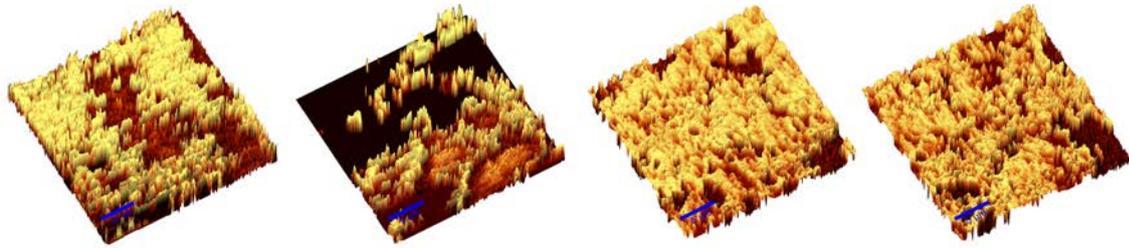


Figura 10.95. Perfil de fase por duplicado de la muestras A1 y A2 por medio AFM, correspondientemente.

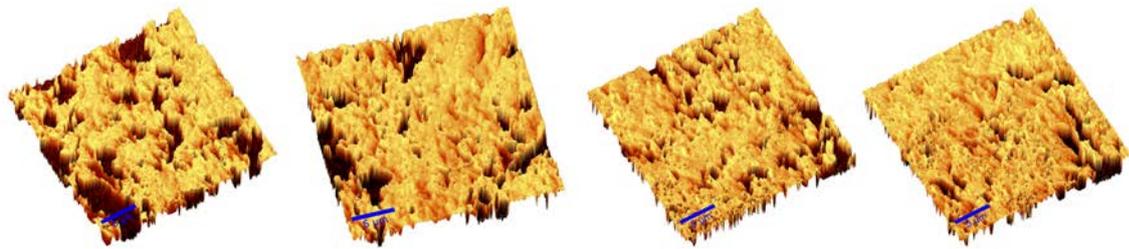


Figura 10.96. Perfil de fase por duplicado de la muestras A3 y A4 por medio AFM, correspondientemente.

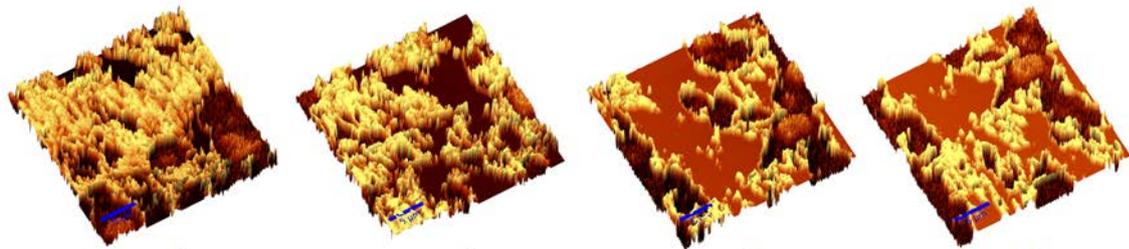


Figura 10.97. Perfil de fase por duplicado de la muestras A5 y A6 por medio AFM, correspondientemente.

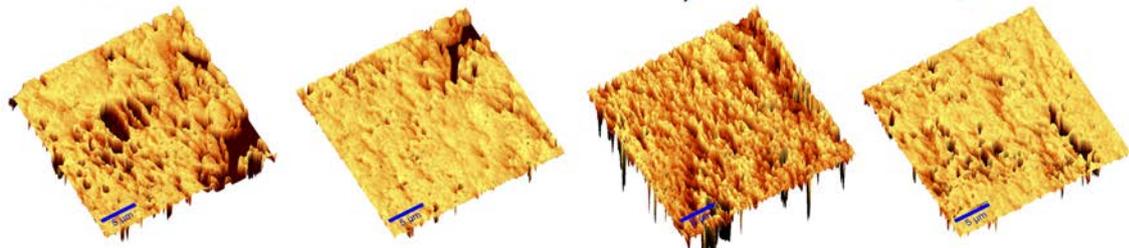


Figura 10.98. Perfil de fase por duplicado de la muestras A7 y A8 por medio AFM, correspondientemente.

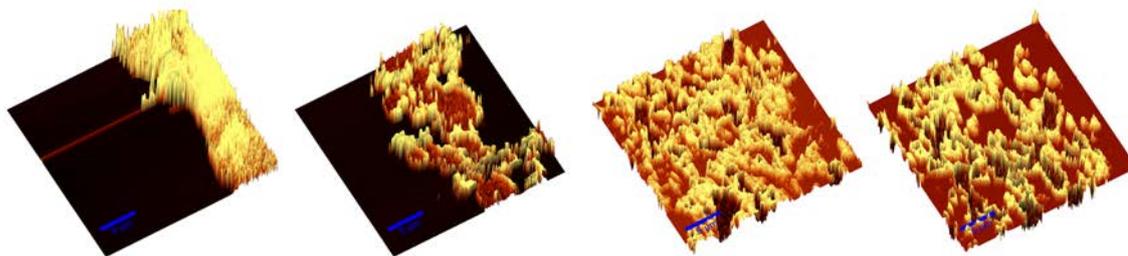


Figura 10.99. Perfil de fase por duplicado de la muestras B1 y B2 por medio AFM, correspondientemente.

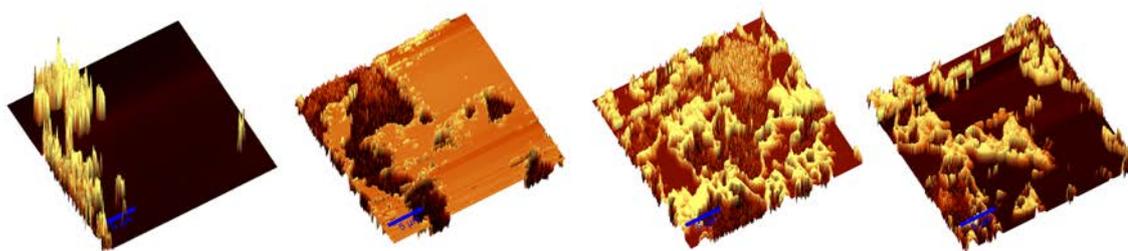


Figura 10.100. Perfil de fase por duplicado de la muestras B3 y B4 por medio AFM, correspondientemente.

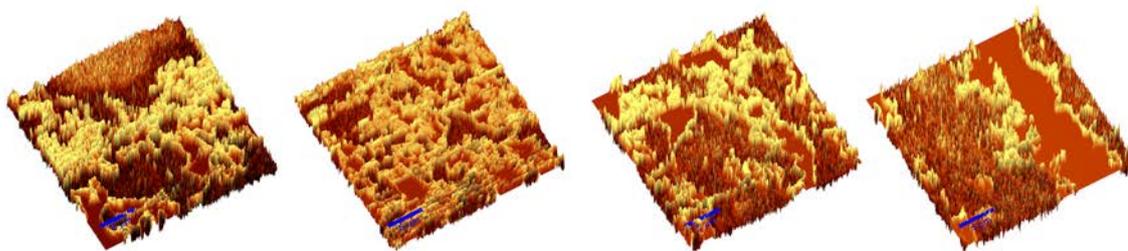


Figura 10.101. Perfil de fase por duplicado de la muestras B5 y B6 por medio AFM, correspondientemente.

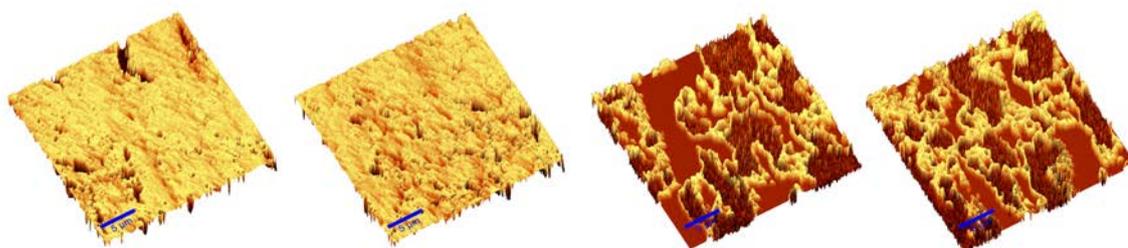


Figura 10.102. Perfil de fase por duplicado de la muestras B7 y B8 por medio AFM, correspondientemente.

I Topografías de las muestras de agregado mediante el uso de perfilometría de contacto

A continuación se muestran las topografías obtenidas mediante el uso del perfilómetro de contacto utilizando una punta de $2\ \mu\text{m}$ para las muestras de agregado del diseño experimental. Adicionalmente se realizó corridas adicionales como parámetro de control para verificar el estado inicial de la superficie de la muestra, por lo que cada una de las muestras experimentales se puede comparar con dicha condición inicial, ya que todas se originaron de este estado.

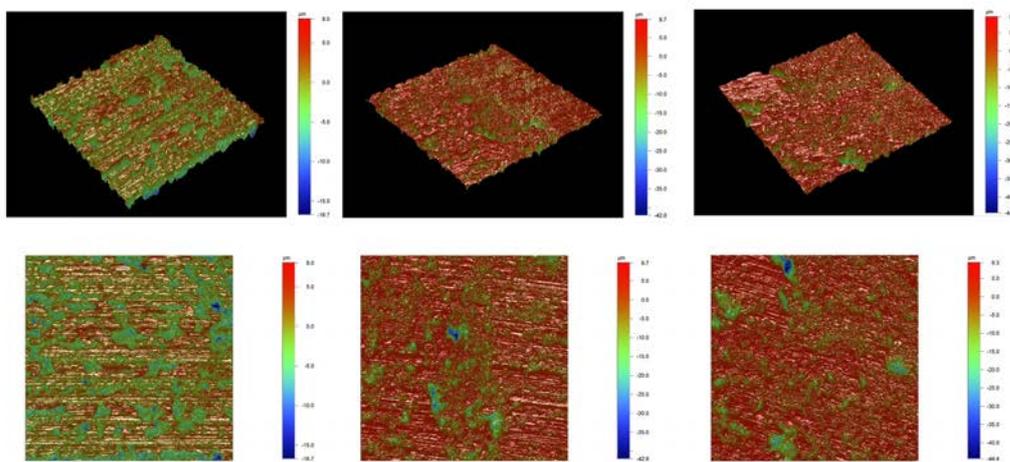


Figura 10.103. Topografías y vistas de planta por triplicado, correspondientemente, a la muestra de agregado mineral control de tipo calizo.

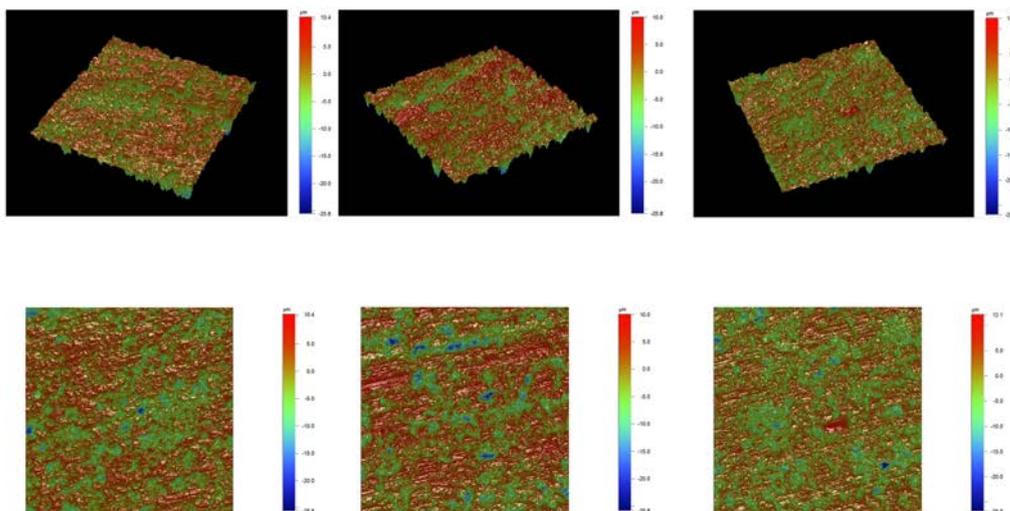


Figura 10.104. Topografías y vistas de planta por triplicado, correspondientemente, a la muestra de agregado mineral control de tipo silíceo.

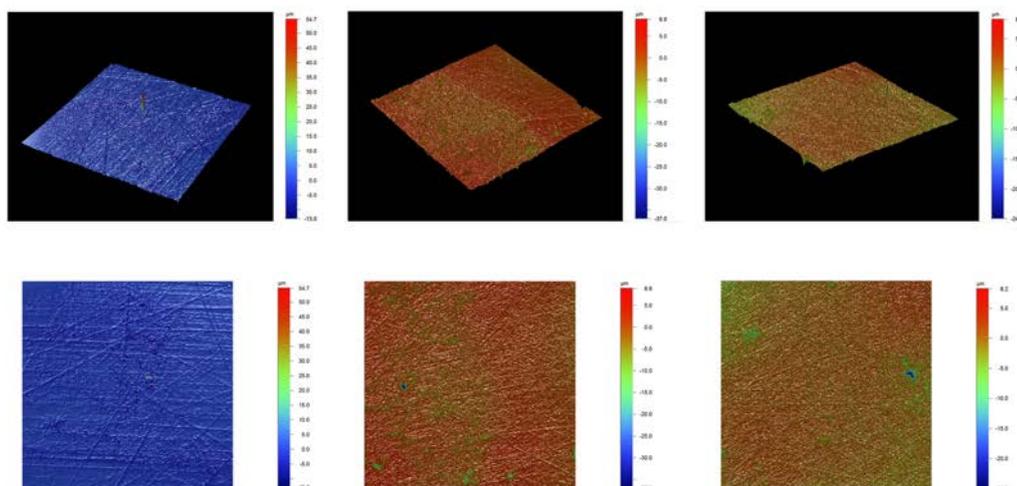


Figura 10.105. Topografías y vistas de planta por triplicado, correspondientemente, de la muestra A1.

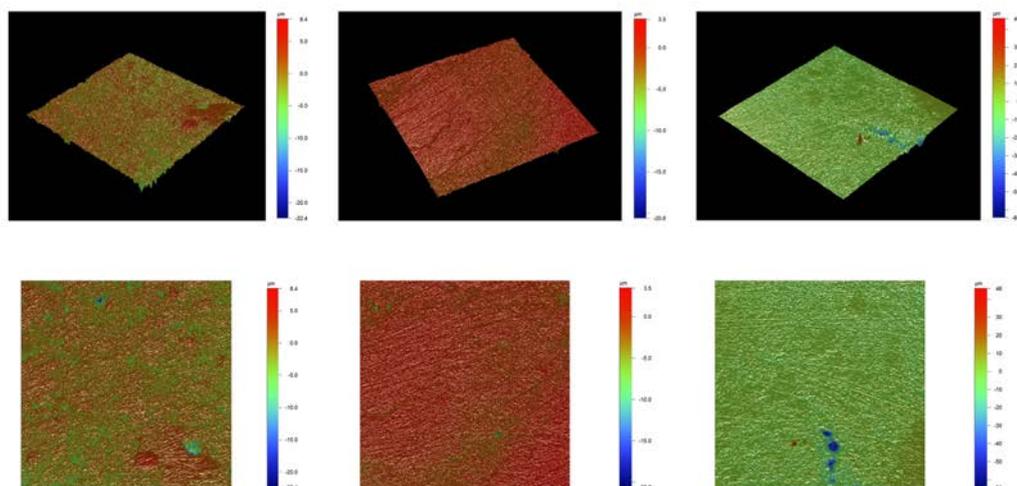


Figura 10.106. Topografías y vistas de planta por triplicado, correspondientemente, de la muestra A2.

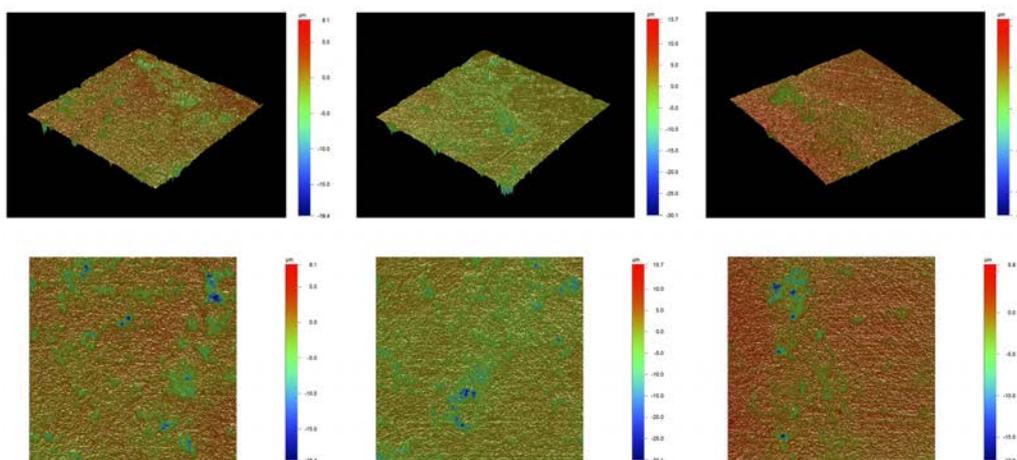


Figura 10.107. Topografías y vistas de planta por triplicado, correspondientemente, de la muestra A3.

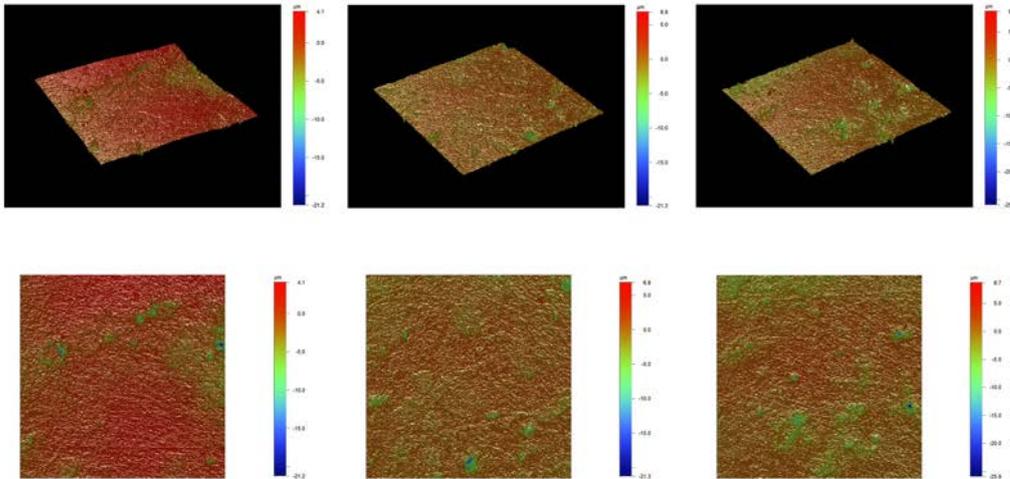


Figura 10.108. Topografías y vistas de planta por triplicado, correspondientemente, de la muestra A4.

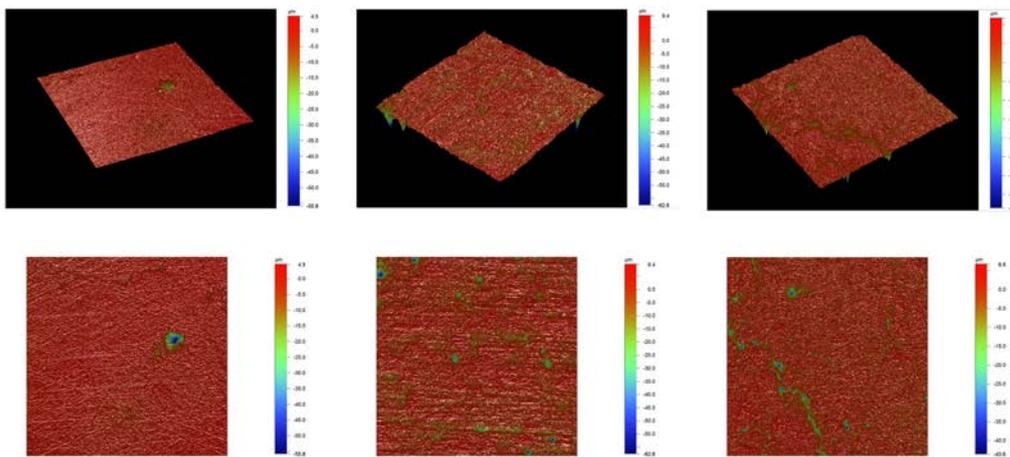


Figura 10.109. Topografías y vistas de planta por triplicado, correspondientemente, de la muestra A5.

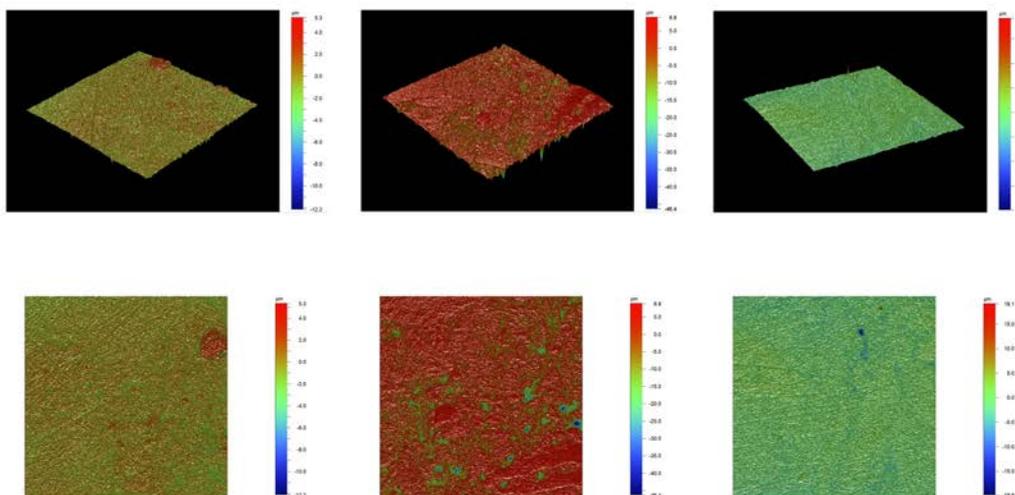


Figura 10.110. Topografías y vistas de planta por triplicado, correspondientemente, de la muestra A6.

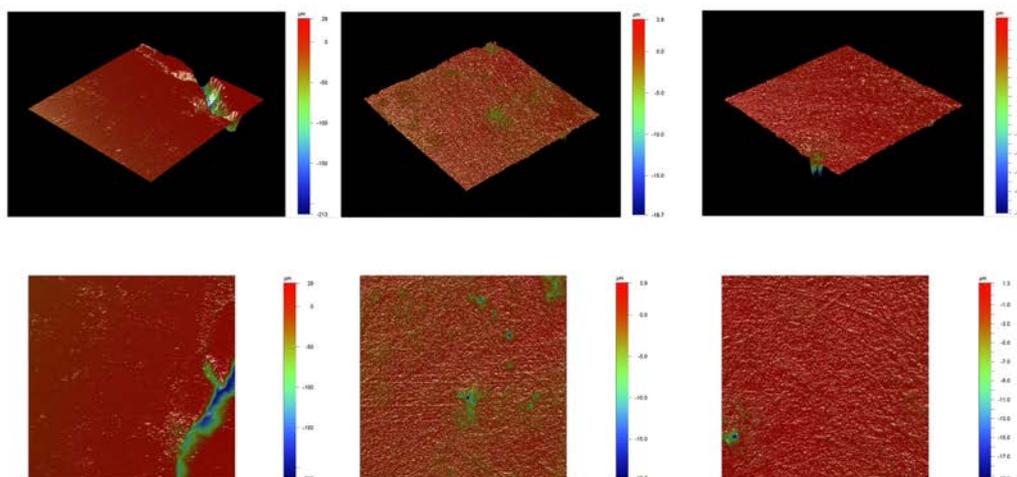


Figura 10.111. Topografías y vistas de planta por triplicado, correspondientemente, de la muestra A7.

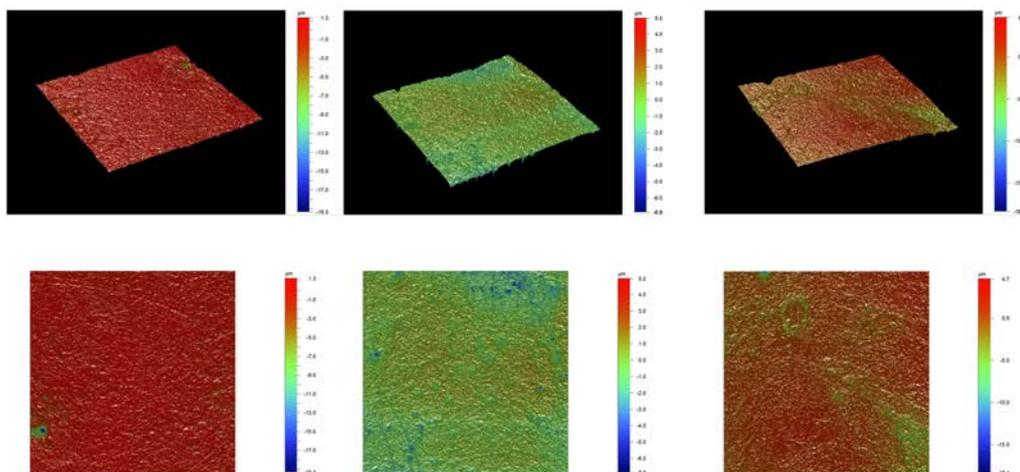


Figura 10.112. Topografías y vistas de planta por triplicado, correspondientemente, de la muestra A8.

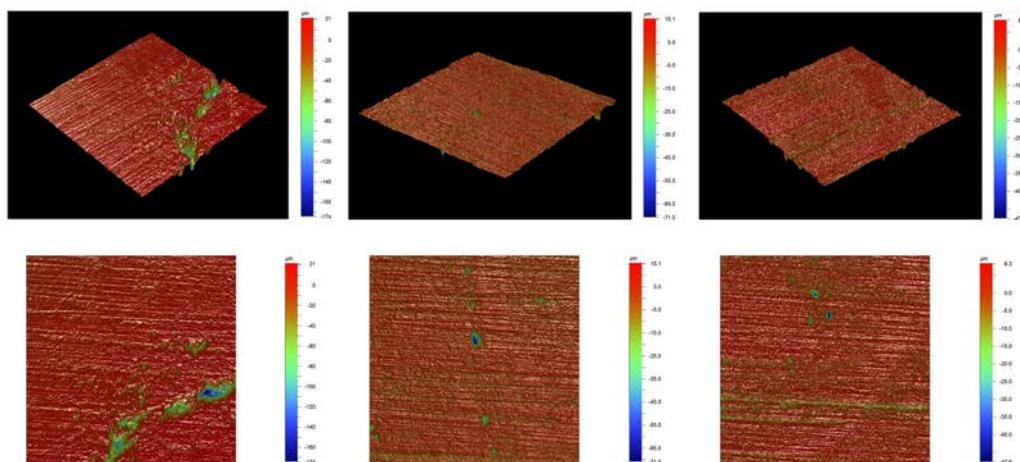


Figura 10.113. Topografías y vistas de planta por triplicado, correspondientemente, de la muestra B1.

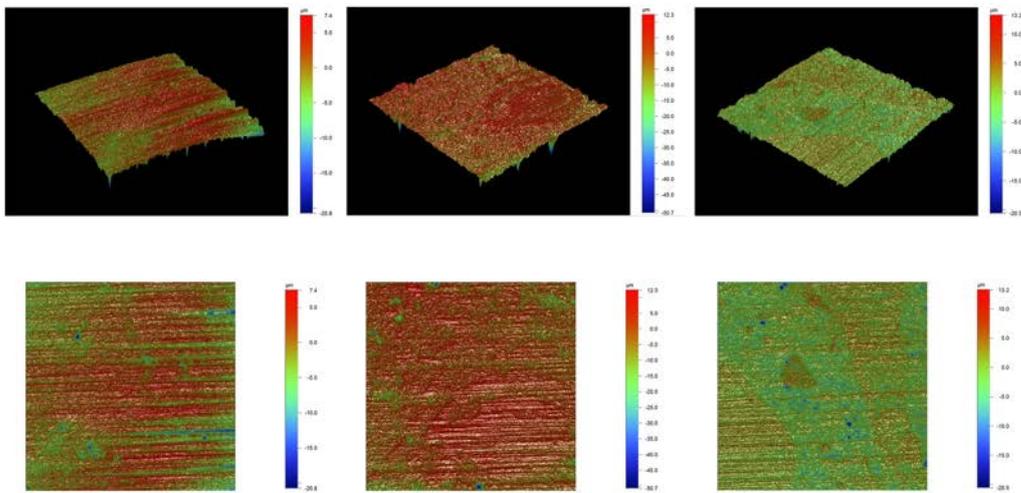


Figura 10.114. Topografías y vistas de planta por triplicado, correspondientemente, de la muestra B2.

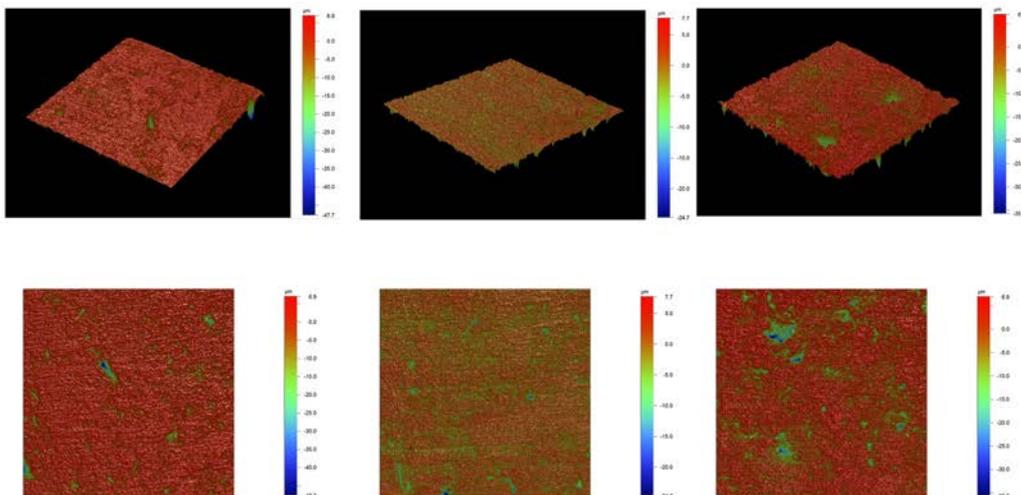


Figura 10.115. Topografías y vistas de planta por triplicado, correspondientemente, de la muestra B3.

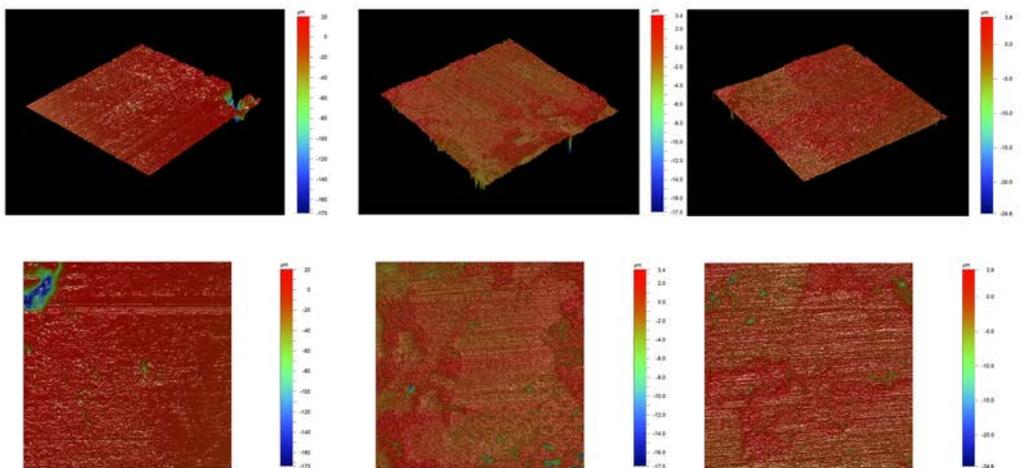


Figura 10.116. Topografías y vistas de planta por triplicado, correspondientemente, de la muestra B4.

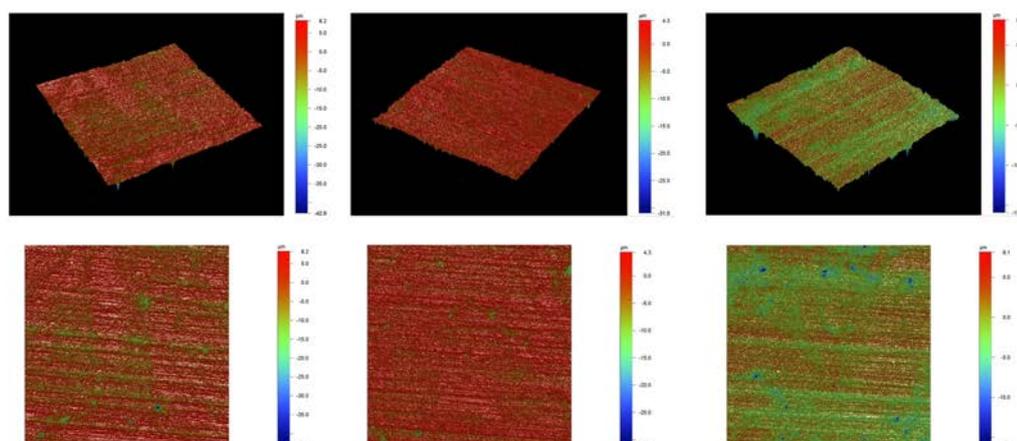


Figura 10.117. Topografías y vistas de planta por triplicado, correspondientemente, de la muestra B5.

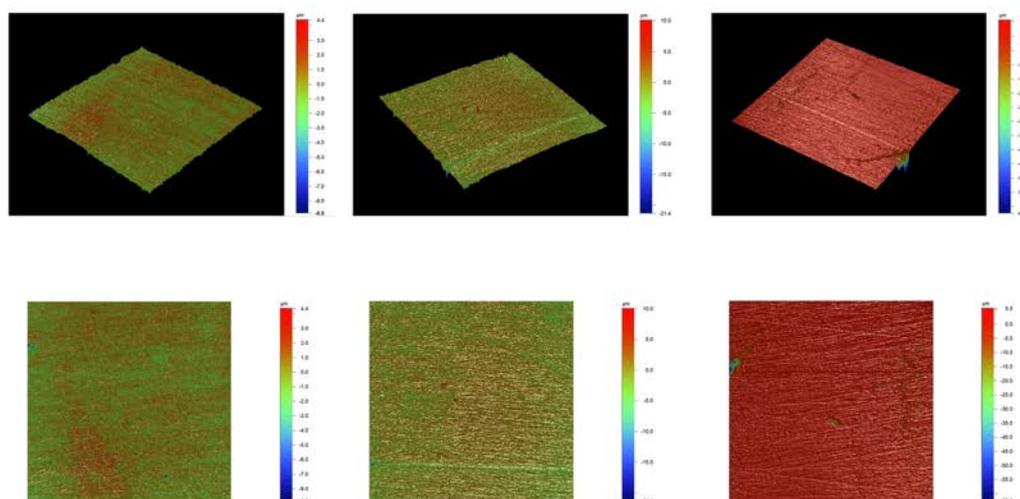


Figura 10.118. Topografías y vistas de planta por triplicado, correspondientemente, de la muestra B6.

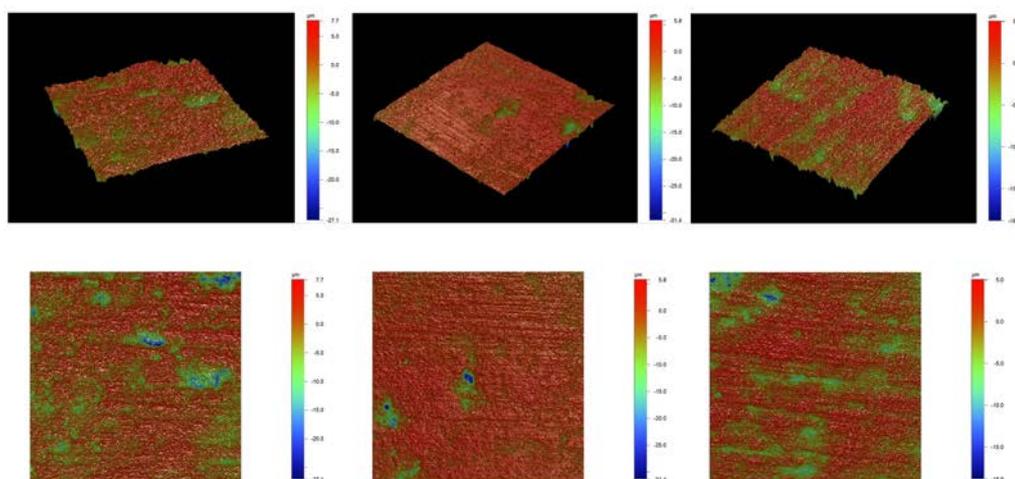


Figura 10.119. Topografías y vistas de planta por triplicado, correspondientemente, de la muestra B7.

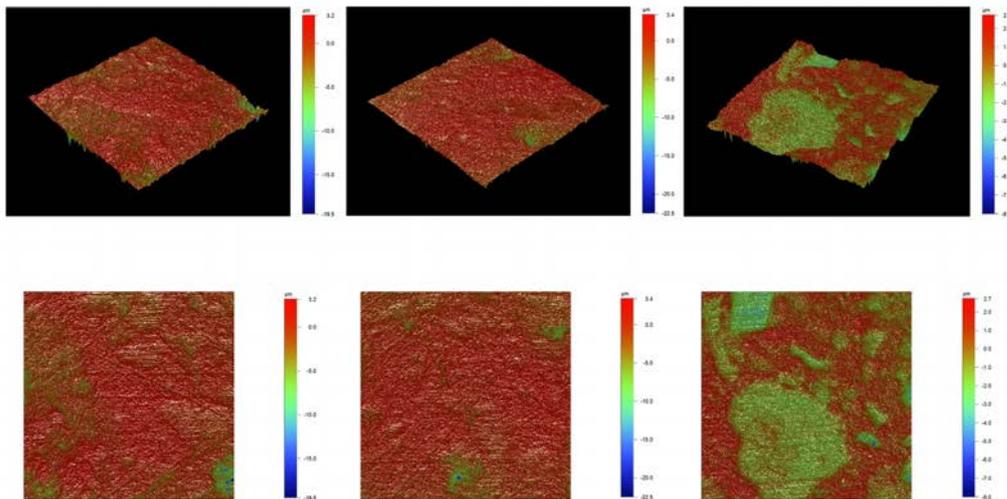


Figura 10.120. Topografías y vistas de planta por triplicado, correspondientemente, de la muestra B8.