

Microscopía de fuerza atómica como herramienta en la investigación de asfaltos

Atomic force microscopy as a tool in asphalt research

Adriana García

Departamento de Construcción
Facultad de Ciencias e Ingeniería
Universidad Nacional Autónoma de Nicaragua (UNAN)
Nicaragua
ajesusgarcia23@gmail.com

Karina Kikut Cruz

Asistente de Investigación
Unidad de Investigación en Infraestructura y Transporte
Laboratorio Nacional de Materiales y Modelos Estructurales
Universidad de Costa Rica
Costa Rica
karina.kikut@ucr.ac.cr

Fecha de recepción: 29 de mayo, 2020 / **Fecha de aprobación:** 29 de noviembre, 2020

RESUMEN

El Microscopio de Fuerza Atómica se utiliza ampliamente para la obtención de imágenes superficiales de alta resolución; así como para obtener información de las propiedades mecánicas de un material. Esta herramienta cuenta con diversos modos de operación, algunos de ellos son: estáticos, dinámicos, *tapping* y contacto, entre otros. De igual forma, posee diversas geometrías de la punta del *cantilever*, por lo que escoger la adecuada es un paso crucial en cualquier investigación que desee usar el AFM. El objetivo del presente estudio es brindar un conocimiento general del AFM desde sus modos de operación hasta el uso de este en la investigación de los asfaltos. Se concluye que el Microscopio de Fuerza Atómica se emplea en el estudio de los asfaltos para analizar las propiedades microscópicas del mismo y comprender cómo estas impactan las propiedades macroscópicas del material.

Palabras clave: Microscopio de fuerza atómica; asfalto; propiedades microscópicas; modos de operación; *cantilever*.

ABSTRACT

The Atomic Force Microscope is used to obtain superficial images with high resolution. As well, to acquire information about the mechanical properties of a material. This tool has several operation modes, such as static, dynamic, tapping and contact, among others. It is worth to mention that cantilever has several geometries, then choosing the right one is a crucial step in any investigation that uses AFM. The focus of this article is to give a broad outlook of the AFM, from its operation modes to its applications in asphalt studies. Upon this article, the AFM is highly used in asphalts to analyse the microscopic properties and to understand how these properties impact its macroscopic performance.

Keywords: *Atomic Force Microscope; asphalt; microscopic properties; operation modes; cantilever.*

INTRODUCCIÓN

Objetivo general

Analizar los beneficios de la utilización de la técnica de Microscopía de Fuerza Atómica en la investigación de asfaltos.

Generalidades

La principal aplicación del microscopio de fuerza atómica es la creación de imágenes de superficies en alta resolución (García, 2017), sin embargo, este también permite obtener información de las propiedades mecánicas del material con una resolución atómica. Algunas de estas propiedades son: la adhesión, la rigidez, la fuerza máxima, la disipación de energía, el tiempo de contacto, las fuerzas de largo alcance, la dureza y el módulo de elasticidad (García, 2017).

El funcionamiento básico del AFM, por sus siglas en inglés (Binnig, Quate y Gerber, 1986), consiste en una interacción entre todas sus partes, entre ellas están: un foto-detector (4 cuadrantes), un voladizo o cantiléver con una punta, los posicionadores de materiales piezoeléctricos, el láser y la muestra (Aguilar, Loria y Salazar, 2017). Su funcionamiento corresponde a una pequeña punta de un par de micras de largo sujeta a una viga en voladizo (*cantilever*); esta realiza un barrido sobre la superficie de la muestra a ser evaluada, de forma que va tomando los datos para determinar las características topográficas y de fases del material (Olmos, 2009). Con esa configuración, el voladizo detecta las fuerzas de interacción que se generan entre la punta y la superficie de la muestra; es decir, las fuerzas de van der Waals, electrostáticas y repulsiones electrónicas que surgen en distancias nanométricas (Roa, Oncins, Díaz, Sanz y Segarra, 2011). Además, el AFM usa un sistema de deflexión láser desarrollado por Meyer y Amer en 1988. El láser es reflejado por la parte posterior de la viga en voladizo a un detector de posicionamiento que está

compuesto por un fotodiodo de cuatro cuadrantes. De forma que el desplazamiento de la viga resulta en una diferencia en la señal recolectada entre los fotodiodos superior, inferior, el de la derecha y el de la izquierda; y esta se traduce a una deflexión proporcional de la viga (Carrión, Valbuena y Gomez, 2010). Por tanto, se da una retroalimentación debida a la diferencia de señal relativa entre el fotodiodo por medio del control de un software; esto logra que la punta pueda trabajar manteniendo la altura o fuerza constante (Figura 1).

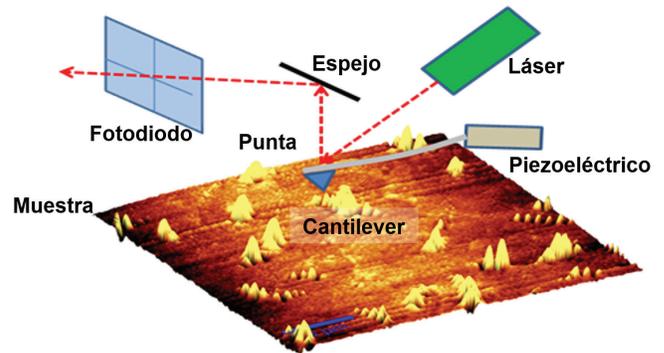


Figura 1. Funcionamiento del AFM (García, 2018).

El sistema del AFM permite desarrollar un perfil en tres dimensiones de la superficie tal como se muestra en la Figura 1, lo que resulta en un ensayo de topografía. Además, este se encuentra soportado en una mesa anti-vibratoria y dentro de una cámara diseñada para minimizar la interacción del entorno (García, 2017). En la Figura 2 se muestra como ejemplo el equipo Witec que se encuentra en el Laboratorio Nacional de Materiales y Modelos Estructurales de la Universidad de Costa Rica (LanammeUCR). Para el almacenamiento de la medición completa y el post-procesamiento de datos se utiliza un software específico llamado *Witec Control*. Este programa cuenta con varios parámetros de aplicación que están en dependencia del tipo de material, modo en que se desea medir y la respuesta mecánica que se desea obtener.

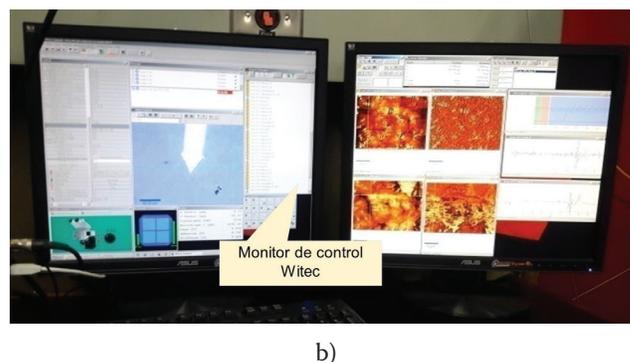
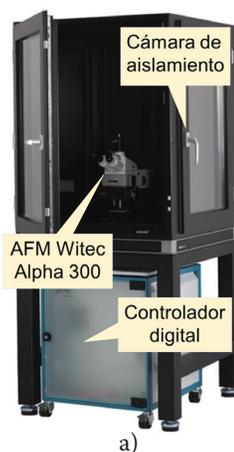


Figura 2. a) Componentes del Microscopio de Fuerza Atómica (LanammeUCR, Witec Alpha 300), b) monitor de control y software de evaluación de datos (García, 2018).

Modos de operación del AFM

Los microscopios de fuerza atómica cuentan con dos modos que son: estáticos (también conocidos como modos de contacto) y dinámicos (modos de oscilación) (Carvajal, 2010). En el primero de ellos, el *cantilever* sufre deflexión de acuerdo con la fuerza aplicada hasta alcanzar el equilibrio estático. En el microscopio se puede mantener un valor constante para la deflexión y este modo se denomina en inglés *equiforce mode*; el cual resulta ser el más común (Kyeune, 2017). Por su parte, en el modo dinámico, se mantiene la amplitud o la frecuencia constante, y ambos poseen en el mismo contenido físico.

De acuerdo con Reséndiz y Castellón-Urbe (2005), otros modos de operación del microscopio de fuerza atómica son: *Tapping*, Contacto e Imagen de Fase para observar la topografía de la muestra. Asimismo, los autores, detallan que el modo de operación que se utilice dependerá de las cualidades físicas de la muestra, así como de sus propiedades. Por ejemplo, el modo *Tapping*, realiza la medición de la topografía de la superficie de la muestra de manera intermitente. El modo contacto mide la topografía pero, mediante el deslizamiento de la punta del *cantilever* sobre la superficie; y en el caso de imagen de Fase, brinda una imagen de contraste que se produce por las diferencias de adhesión de la superficie estudiada (Haugstad, 2012). Existen otros modos de operación como: No Contacto, Fuerza Magnética, Fuerza Eléctrica, Potencial de Superficie y Modo *Lift*, entre otros (Reséndiz y Castellón-Urbe, 2005).

Para la obtención de las propiedades mecánicas del material, el AFM funciona mediante varios modos de medición: modo de contacto, modo de no contacto y modo de fuerza pulsada o contacto intermitente (PFM, del inglés *pulsed force mode*) (Raghavan, VanLandingham, Gu y Nguyen, 2000). El uso

de cada modo de operación dependerá de los requerimientos de cada investigación y de la muestra de análisis.

El modo de contacto (CM, del inglés *contact mode*), funciona mediante el intercambio de la punta que se encuentra al final del voladizo con una pequeña constante de resorte (k); esta es inferior que la constante de resorte efectiva que sustenta los átomos de la muestra. La deflexión del voladizo (S) se produce por la fuerza de contacto, ya que la punta recorre la superficie de la muestra, adaptándose a su topografía y señalando zonas con diversos comportamientos mecánicos. La fuerza (F) en la punta es repulsiva con un valor medio de 10^{-9} N por ello, la relación fuerza entre la punta y la muestra debe ser constante (Haugstad, 2012). En la Figura 3 se muestra la interacción punta muestra y la obtención de curva fuerza distancia. La importancia de esta última se basa la generación de fuerzas atractivas y repulsivas que se generan al entrar en contacto con la superficie y al alejarse de la misma (carga y descarga), obteniendo de esta la acción de la fuerza que se genera versus el desplazamiento.

En el caso del modo de no contacto (denotado como AC, del inglés *acoustic mode*), se recomienda utilizar cuando se pueda dar la alteración de la muestra debido al contacto con la punta; por ello, la punta se coloca a $50 \text{ \AA} - 150 \text{ \AA}$ sobre la superficie de la muestra. Las fuerzas atractivas de van der Waals entre la punta y la muestra son detectadas, fabricando así imágenes topográficas. Al ser las fuerzas atractivas bastante débiles, más que las empleadas en el CM, se puede utilizar este modo si no se desea estropear la superficie de la muestra, en especial si es una muestra blanda o elástica (Raghavan *et al.*, 2000). Por ello, es necesario producir una leve oscilación en la punta para poder detectar las fuerzas que se generan a partir de la medición de variaciones en la amplitud, la fase o la frecuencia

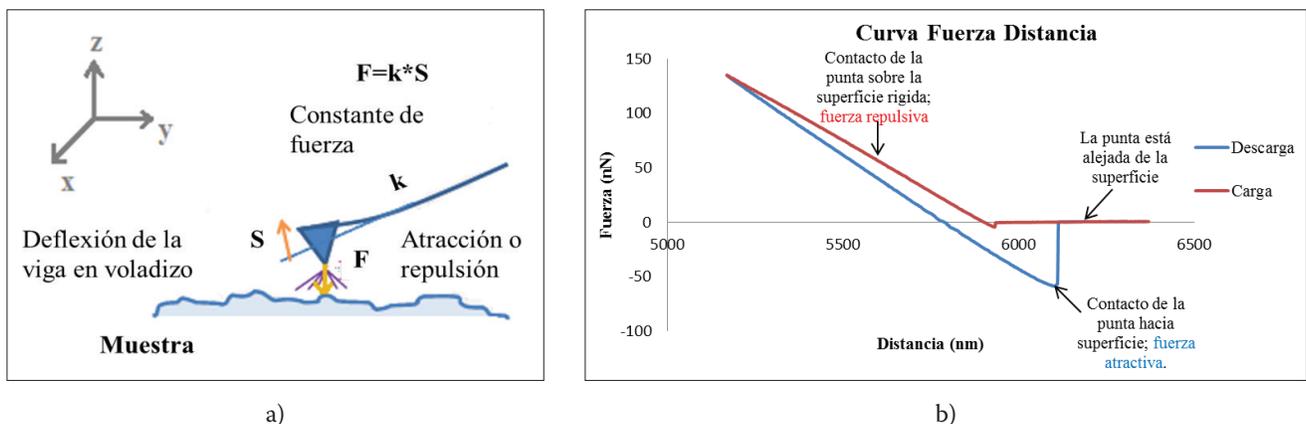


Figura 3. Modo de operación de contacto: a) relación entre la fuerza (F), la deflexión (S) y la constante de fuerza (k), b) curva fuerza-distancia (García, 2018).

en la que oscila el *cantilever* debido a gradientes de fuerza en la muestra (Haugstad, 2012). Cabe mencionar que este modo (AC) se prefiere para muestras asfálticas por la composición y topografía que presentan, ya que minimiza fuerzas laterales y normales (Aguiar *et al.*, 2015).

El modo de fuerza pulsada o contacto intermitente (PFM), en este tipo la punta se relaciona con la muestra de forma interrumpida, mientras recorre la superficie se evita el estropeo de la muestra lo que podría suceder en el modo de contacto (Haugstad, 2012). En el PFM se aplica una señal sinusoidal, haciendo oscilar a la punta a una frecuencia de resonancia entre 0,01 kHz y 10 kHz, con amplitud entre 50 nm y 500 nm. Los barridos se realizan manteniendo la amplitud de oscilación constante (amplitud de trabajo). El escáner de barrido se desplaza en forma de Z para conservar esa amplitud constante en toda la corrida (Olmos y Gonzales, 2009).

Debido a la interacción de la punta-muestra, se genera un desfase de la onda sinusoidal aplicada que al registrarlo permite la obtención de la imagen de fase. Dicho cambio en la señal sinusoidal se relaciona con las propiedades mecánicas y las propiedades viscoelásticas del material (Olmos y Gonzales, 2009).

El PFM permite aumentar las capacidades del AFM, sobrepasando la medición topográfica y brindando propiedades como: la rigidez local, la adhesión, la viscosidad, la disipación de energía, el tiempo de contacto y las fuerzas de largo alcance. Lo anterior se puede llevar a cabo a tasas regulares de exploración ya que el software emplea velocidades de miles de píxeles por segundo (Haugstad, 2012). Además, posee un sistema de recolección de datos de alta velocidad, un generador de modulación que se puede programar y un módulo de evaluación de datos en tiempo real. En este modo la señal de amplitud se ajusta cuando la punta entra en contacto con la muestra, ejerciendo un periodo de atracción, repulsión y oscilación (Ver Figura 4).

La Figura 4 muestra la señal de modulación sinusoidal que se obtiene el modo de contacto intermitente, en el cual se obtiene una señal de fuerza vs el tiempo, cuando la muestra entra en contacto con la punta se da el pico de adhesión máximo, luego este registra una regresión de rigidez lineal hasta llegar a una fuerza máxima (F_{max}) esto en un rango de tiempo repulsivo donde se da una separación entre la punta y la muestra, lo que permite un proceso oscilatorio a una razón de frecuencia, terminado este último se vuelve a repetir la modulación sinusoidal bajo la integración punta muestra (García, 2017).

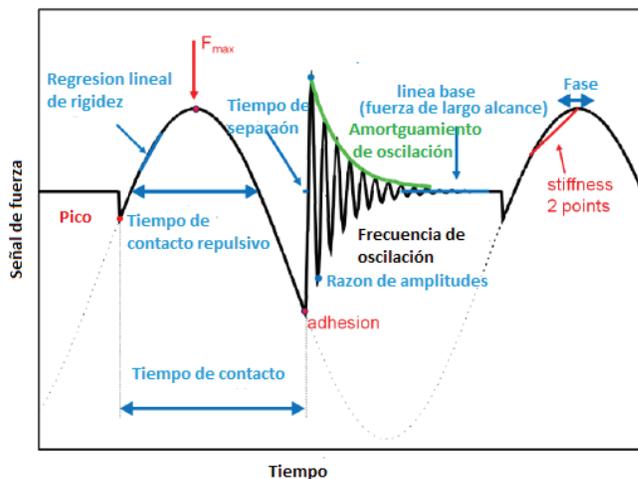


Figura 4. Modo de contacto intermitente modulación sinusoidal (García, 2018).

La curva fuerza distancia (Ver Figura 3b) obtenida en el modo de contacto es posible correlacionarla con el modo intermitente para determinar la fuerza máxima que se ejerce sobre la muestra en un rango de oscilación específico.

Geometría de las puntas usadas en AFM

Las puntas que se emplean en el AFM son elaboradas empleando la microfabricación, donde las puntas se producen con radios de curvatura en el rango de 1 nm a 10 nm. La longitud del *cantilever* puede variar entre 50 micras y varios centenares de micras, y este valor dicta su dureza final o su constante de fuerza del *cantilever* (k). La punta se elige según la aplicación o la superficie que se desee estudiar, ya que la geometría, dimensiones de la punta y la longitud del *cantilever* se pueden combinar de muchas formas. El *cantilever* puede ser de diferentes formas, por ejemplo: triangular y rectangular. En la Figura 5, en la parte a, se muestra un ejemplo de ello.

La determinación de la punta ideal según el tipo de ensayo es uno de los primeros pasos a realizar. En algunos casos, las puntas se fabrican con recubrimientos finos, lo que permite un aumento de la reflectividad. Las puntas suelen ser de nitruro de silicio o silicio monolítico; la primera no se recomienda utilizar en ensayos a altas temperaturas por la diferencia en los coeficientes de expansión térmica entre los materiales de la punta y el *cantilever*, que podrían producir tensiones y a su vez un momento de torsión capaz de romperla. Por lo anterior, las puntas más utilizadas son de silicio, independiente del modo de operación. Para ejemplificar lo anterior en la Figura 5, parte b, se muestran las características simétricas de una punta de silicio monolítico en modo de fuerza pulsada. La importancia de la geometría de la punta radica en la resolución de las imágenes, además de la veracidad de los datos que se obtengan; los cuales dependen estrechamente de la geometría de la punta y de su material (Sánchez, 2018).

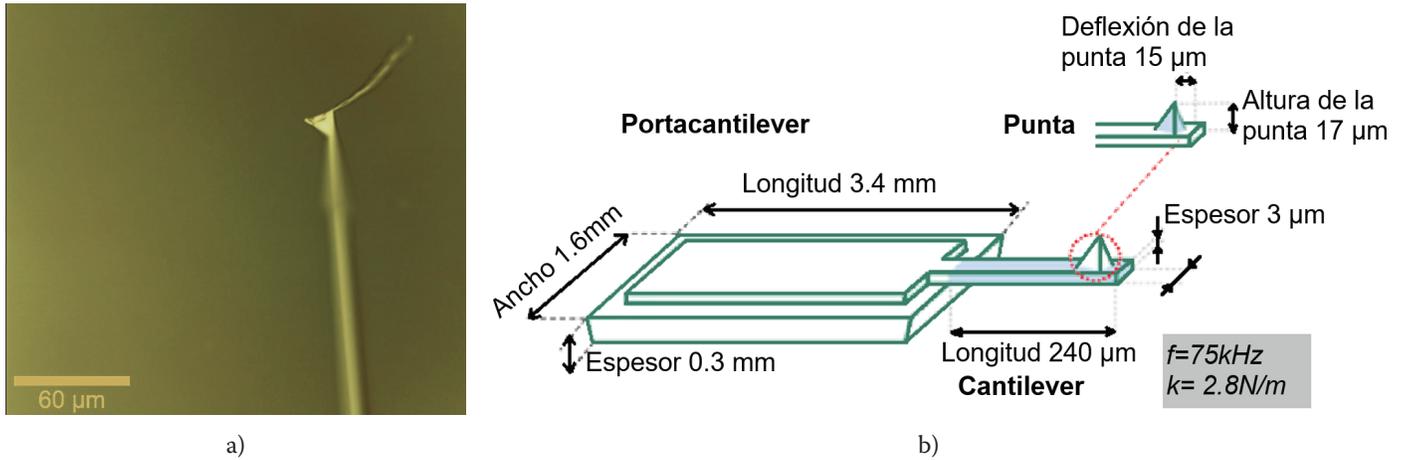


Figura 5. a) Punta empleada en el AFM (García, Aguiar, Salazar, Baldi y Loría, 2019), b) Configuración de la simetría de la punta para el modo de fuerza pulsada (García, 2018).

Existe una gran variedad de puntas disponibles en el mercado con diversas constantes de fuerza, frecuencias de resonancia, recubrimientos superficiales, longitud de la punta, espesor y forma. En la Tabla 1 se detallan las características simétricas de las puntas y del *cantilever* que se utilizan en LanammeUCR para el estudio de materiales, las cuales van en función de su modo de operación. La utilización del tipo de punta y el modo de operación para analizar las muestras asfálticas está en dependencia de las propiedades mecánicas que se desean obtener.

Usos en asfalto

En los siguientes párrafos se comentarán los hallazgos más relevantes sobre los usos recientes de la técnica de Microscopía de Fuerza Atómica en el asfalto.

Existen algunas propiedades a nivel micro que se pueden determinar la respuesta microestructural del asfalto utilizando la técnica de Microscopía de Fuerza Atómica. De acuerdo con García (2018), algunas de ellas son: penetración, fuerza

Tabla 1. Detalles simétricos de las puntas de silicio en función de su modo de operación.

Datos de <i>cantilever</i>	Valor	Rango	Valor	Rango	Valor	Rango
	CM		AC		PFM	
Frecuencia Resonante	14 kHz	10 - 19	285 kHz	240 - 380	75 kHz	58 - 97
Constante de fuerza	0,2 N/m	0,06 - 0,38	42 N/m	27 - 80	2,8 N/m	1,4 - 5,8
Longitud	450 μm	445 - 455	160 μm	155 - 165	240 μm	235 - 245
Anchura media	45 μm	40 - 50	45 μm	40 - 50	35 μm	30 - 40
Espesor	2,0 μm	1,5 - 2,5	4,6 μm	4,1 - 5,1	3,0 μm	2,5 - 3,5
Altura de la punta	17 μm ± 2 μm					
Deflexión de la punta	15 μm ± 5 μm					
Radio de la punta	< 10 nm					
Ángulo del medio cono	20°-25° del eje del <i>cantilever</i>					
	25°-30° de ambos lados					
	10° de la punta					

Fuente: Nanoworld, 2020.

máxima, adhesividad, rigidez y respuesta viscoelástica (Ver Figura 6). Asimismo, esta técnica presenta otra ventaja, la cual es que caracteriza los procesos de envejecimiento del material. Este envejecimiento se ve a su vez compuesto por procesos como: la oxidación, la pérdida de componentes volátiles y la exudación; que resultan ser irreversibles en el asfalto. Además, la Microscopía de Fuerza Atómica, permite caracterizar las cuatro principales fases del asfalto, las cuales son: catana-fase, peri-fase, para-fase y sal-fase; con lo anterior al comprender los cambios microscópicos del asfalto se pueden predecir los cambios a nivel macroscópico de este.

Con base en lo anterior, Yang, Zhu, Yuan y Li (2020) ejemplifican que, al estudiar las propiedades micro, se pueden comprender mecanismos como daño por fatiga y agrietamiento del asfalto. También, con ayuda de microscopios, se descubrió la estructura inestable y dependiente del tiempo llamada estructura de abeja, que ahora se relaciona al asfalto. De igual forma, las técnicas como la Microscopía de Fuerza Atómica permiten caracterizar el envejecimiento del asfalto, que resulta ser un proceso dependiente de la temperatura y se determina dependiendo de la estructura de los cristales.

También, el AFM presenta ventajas sobre otras técnicas, como que logra examinar a detalle la interacción sólido-sólido que resulta beneficioso para el estudio de los asfaltos; ya que la mezcla asfáltica se compone del ligante y los agregados. Asimismo, esta técnica posee el potencial para investigar a fondo las propiedades nano-mecánicas de los agregados del asfalto. Donde dichas propiedades nano dictan las propiedades físicas a gran escala del asfalto, como: elasticidad, plasticidad, dureza, adhesión, y energía superficial, entre otras. De igual forma, la AFM, permite visualizar la interacción de las fases compuestas del asfalto, que interactúan en esta escala.

En el estudio realizado por Rahmad, Yusoff, Rosyidi, Haji y Widyatmoko (2020), utilizan un Microscopio de Fuerza Atómica para observar los cambios de un asfalto PG76 modificado con diferentes porcentajes de mezcla asfáltica tibia (WMA por sus siglas en inglés).

En otros avances se empleó AFM utilizando puntas suaves y duras para escanear la superficie de una muestra de asfalto modificado con *bio-binder*. El *bio-binder* es un material renovable que se obtiene de fuentes naturales. Con el AFM, se descubrió que las muestras poseían estructuras típicas de abeja lo que indica un buen acople entre las mezclas asfálticas con el *bio-binder*. Asimismo, para este estudio, se observó que al agregar el *bio-binder* no hubo mayores cambios en la morfología del asfalto. De igual manera, se midió la fuerza adhesiva del material, y se obtuvo que al añadir el *bio-binder* hay cambios importantes en la fuerza adhesiva del asfalto. Es importante mencionar, que al utilizar diferentes puntas para el análisis de fuerza adhesiva se obtienen resultados diferentes que resultan no ser comparables entre sí. Posteriormente, se realizó una comparación entre el uso de AFM para medir la propiedad adhesiva de la superficie, y el método de la energía libre superficial. Al utilizar dos puntas en el AFM, se obtuvieron resultados un tanto diferentes que se le atribuyen a la sustancia de prueba, la escala de prueba y los componentes medidos (Gong *et al.*, 2017). La importancia de este estudio realizado por Gong *et al.* (2017), es que se observa una aplicación del AFM para determinar los cambios morfológicos del asfalto al ser modificados con otras sustancias.

Abd, Al-Khalid y Akhtar (2017) concuerdan con Rahmad *et al.* (2020), debido a que ambos enfatizan en lo poderosa que es la técnica de Microscopía de Fuerza Atómica para comprender cómo se comporta el asfalto en la escala nano. La importancia

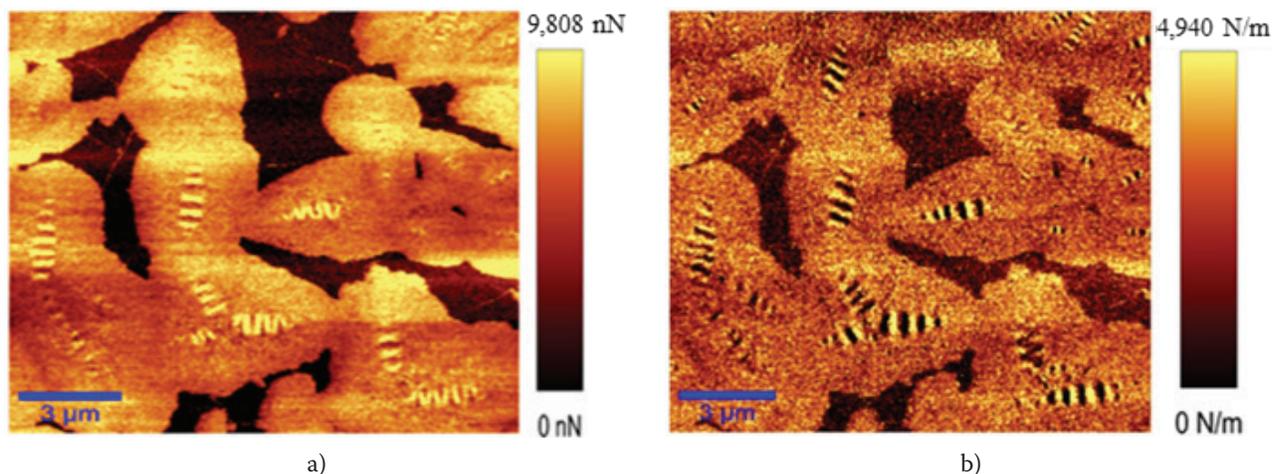


Figura 6. Respuesta microestructural del asfalto a) adhesión y b) rigidez (García *et al.*, 2019).

de conocer cómo se comporta el asfalto en dicha escala radica en que la interacción entre las fases compuestas de la mezcla asfáltica sucede a esta escala. Este estudio tuvo como objetivo la investigación del efecto de aditivos tibios en las propiedades mecánicas, topografía, módulo y la adhesión de microestructuras en el asfalto. Las microestructuras encontradas, con ayuda del AFM, correspondieron a para-fase y peri-fase. Uno de los aditivos utilizados fue Sasobit y los autores concluyeron que este aumenta significativamente el módulo del asfalto en una escala nano (Abd *et al.*, 2017).

Cabe mencionar que los primeros avances que se realizaron con AFM en tema de asfaltos lograron demostrar la asociación entre asfaltenos y partículas coloidales con grupos funcionales polares. Este estudio se basó en la medición de las propiedades microreológicas del asfalto empleando la Microscopía de Fuerza Atómica; se utilizaron tres asfaltos, los cuales se envejecieron y se analizaron por medio de esta técnica. Como conclusión, de acuerdo con Allen, Little y Bhasin (2012), se obtuvo que el envejecimiento del asfalto a largo plazo no solo impacta el comportamiento de las microestructuras del material, sino que también varía su tamaño, forma y distribución. También, se descubrió que al envejecer el asfalto no solo aumenta su dureza por la presencia de componentes nuevos que endurecen el asfalto, sino por el aumento general de dureza de las fases continua y dispersa (Allen *et al.*, 2012).

Asimismo, se consultaron documentos, como revisiones bibliográficas del uso del AFM en el estudio de asfaltos; se halló que el AFM es capaz de obtener información micro-mecánica del asfalto. Información como las propiedades del mismo, tales como: dureza relativa, módulo de Young, adhesión, pérdida de energía y deformación, entre otras. De igual manera, el AFM se utiliza para observar las propiedades micro-reológicas del asfalto, mediante nanoindentación, se descubrió que la micro-estructura con forma de abeja presentó entre 40%-50% más dureza que la matriz en la que se encontraba. También, el AFM, se ha utilizado para investigar los cambios de fase como consecuencia de modificaciones y lograr relacionar los cambios en la escala micro y como se reflejan en las propiedades físicas, químicas y reológicas del asfalto modificado (Das *et al.*, 2016).

CONCLUSIONES

La Microscopía de Fuerza Atómica es un instrumento versátil, con diversos modos de operación y selección de geometrías para obtener diversos resultados que se adecuen al estudio que se esté realizando. En cuanto a la investigación en asfaltos, la Microscopía de Fuerza Atómica es una herramienta vanguardista que permite conocer las propiedades microscópicas del asfalto, que generan efectos importantes en las propiedades macroscópicas; lo que amplía el rango de conocimiento y permite la mejora de la vida útil del material.

REFERENCIAS

- Abd, D., Al-Khalid, H. y Akhtar, R. (2017). Nano-scale properties of warm-modified bituminous binders determined with atomic force microscopy, *Road Materials and Pavement Design*, 18(sup2), 189-202. DOI: 10.1080/14680629.2017.1304262
- Aguiar, J., Loria, L. y Salazar, J. (2017). Respuesta micromecánica del asfalto mediante AFM. *ASFALTO*, VII(26), 25-34.
- Aguiar, J., Salazar, J., Bonilla, V., Rodríguez, E., Leiva, F. y Loria, L. (2015). Morphological analysis of bitumen phases using atomic force microscopy. *Road Materials and Pavement Design*, 16(sup1), 138-152. DOI: 10.1080/14680629.2015.1029672
- Allen, G., Little, D. y Bhasin, A. (2012). Structural Characterization of Micromechanical Properties in Asphalt Using Atomic Force Microscopy. *Journal of Materials in Civil Engineering*, 24(10), 1317-1327. DOI: 10.1061/(ASCE)MT.1943-5533.0000510.
- Binnig, G., Quate, C. F. y Gerber, C. (1986). Atomic Force Microscope. *Physical Review Letters*, 56(9), 930-933. DOI: 10.1103/PhysRevLett.56.930
- Carrión, V., Valbuena, J. y Gomez, H. (2010). *Dispositivo interfase digital para la integración del modo de imagen en espectroscopio de fuerza monomolecular*. ES 2 316 285 B1 España: Oficina española de patentes y marcas.
- Carvajal, D.F. (2010). *Caracterización mecánica de materiales mediante técnicas de microscopía de fuerza atómica y nanoindentación*. (Tesis de grado). Colombia, Universidad de Los Andes.
- Das, P., Baaj, H., Tighe, S. y Kringos, N. (2016). Atomic force microscopy to investigate asphalt binders: a state-of-the-art review. *Road Materials and Pavement Design*, 17(3), 693-718. DOI: 10.1080/14680629.2015.1114012

- García, A. (2017). Análisis del comportamiento micromecánico del asfalto. *Revista Infraestructura Vial*, 18(31), 39-45. DOI: 10.15517/IV.V18I31.27763
- García, A. (2018). *Implementación de metodología para estimación del módulo de elasticidad de asfalto mediante microscopía de fuerza atómica*. (Tesis de Maestría). Ciudad Universitaria Rodrigo Facio, Costa Rica.
- García, A., Aguiar, J., Salazar, J., Baldi, A. y Loría, L. (2019). Methodology for estimating the modulus of elasticity of bitumen under different aging conditions by AFM. *Road Materials and Pavement Design*, 20(SUP1), S332-S346. DOI: 10.1080/14680629.2019.1588152
- Gong, M., Zhu, H., Pauli, T., Yang, J., Wei, J. y Yao, Z. (2017). Evaluation of bio-binder modified asphalt's adhesion behavior using sessile drop device and atomic force microscopy. *Construction and Building Materials*, 145, 42-51. DOI: 10.1016/j.conbuildmat.2017.03.114
- Haugstad, G. (2012). *Atomic Force Microscopy: Understanding Basic Modes and Advanced Applications*. Hoboken, NJ: John Wiley & Sons, Inc.
- Kyeyune, B. (2017). *Atomic Force Microscopy*. (Tesis de maestría). Tanzania: African Institute for Mathematical Sciences.
- Meyer, E. y Amer, N, M. (1988). Novel optical approach to atomic force microscopy. *Applied Physics Letters*, 53, 1045. DOI: 10.1063/1.100061
- Nanoworld (2020). AFM probes. Recuperado de <https://www.nanoworld.com>
- Olmos, D. y Gonzalez, B. (2009). *Microscopía de fuerza atómica. Práctica 1. Modos básicos de operación*. Universidad Carlos III de Madrid.
- Olmos, D. (2009). *Microscopía de efecto túnel y microscopía de fuerza atómica*. Universidad Carlos III de Madrid.
- Raghavan, D., VanLandingham, M., Gu, X. y Nguyen, T. (2000). Characterization of hetero geneous regions in polymer systems using tapping mode and force mode atomic force microscopy. *Langmuir*, 16(24), 9448–9459. DOI: 10.1021/la991694w
- Rahmad, S., Yusoff, N., Rosyidi, S., Haji, K. y Widyatmoko, I. (2020). Effects of Rediset on the adhesion, stripping, thermal and surface morphologies of PG76 binder. *Construction and Building Materials*, 241, 1-12. DOI: 10.1016/j.conbuildmat.2019.117923
- Reséndiz, M. y Castrellón-Uribe, J. (2005). Microscopio de Fuerza Atómica. *Encuentro de Investigación en Ingeniería Eléctrica*, Zacatecas.
- Roa, J., Oncins, G., Díaz, J., Sanz, F. y Segarra, M. (2011). *Calculation of Young's Modulus Value by Means of AFM. Recent Patents on Nanotechnology*, 5(1), 27-36. DOI: 10.2174/187221011794474985
- Sánchez, J. (2018). *Espectroscopía de Fuerzas Multidimensional para la Caracterización en la Nanoescala de las Interacciones Electroestática y de Dispersión*. (Tesis doctoral). España: Universidad de Murcia.
- Yang, J., Zhu, X., Yuan, Y. y Li, L. (2020). Effects of Aging on Micromechanical Properties of Asphalt Binder Using AFM. *Journal of Materials of Civil Engineering*, 32(5), 04020081. DOI: 10.1061/(ASCE)MT.1943-5533.0003030.