

# Procedimento para a formulação de asfaltos-borracha com vistas a atender os requisitos da dosagem Marshall

Fernanda Pilati<sup>1</sup>; Adalberto Leandro Faxina<sup>2</sup>;  
Glauco Túlio Pessa Fabbri<sup>3</sup>; Antonio Carlos Gigante<sup>4</sup>;  
Manoel Henrique Alba Sória<sup>5</sup>; Leni Figueiredo Mathias Leite<sup>6</sup>

**Resumo:** A seleção de proporções adequadas dos modificadores a serem adicionados ao ligante asfáltico de base é uma questão fundamental na produção de ligantes asfálticos modificados. O objetivo deste trabalho é apresentar um procedimento para a definição das concentrações de borracha moída e de óleo extensor na produção de ligantes asfalto-borracha. O procedimento em questão é de natureza empírica e tem fundamentação na teoria estatística de experimentos com misturas. Compõe-se, basicamente, do delineamento de um experimento com misturas, o qual orienta a seleção de amostras cujas propriedades são monitoradas e, posteriormente, modeladas visando a confecção de gráficos de efeitos de componentes e de superfícies de resposta. Um estudo de caso é empregado para aplicar este procedimento, no qual os parâmetros da dosagem Marshall servem de referência para a seleção de concentrações de borracha moída e de óleo extensor para a composição de ligantes asfalto-borracha cujas propriedades atendam requisitos de especificação.

**Abstract:** Selecting the appropriate proportions of modifiers to add to the base asphalt binder is a key-factor to produce modified asphalt binders. This research aims at presenting a procedure to define the concentrations of crumb rubber and extender oil to produce asphalt-rubber binders. The procedure is empiric and is based on the statistical theory of experiments with mixtures. It consists of two parts: (a) designing of an experiment with mixtures, that drives the selection of mixtures whose properties will be monitored and (b) fitting of mixture models, based on which response trace plots and contour plots will be generated. A case study is used to apply the procedure. Marshall parameters are used as a reference to select the concentrations of crumb rubber and extender oil to produce asphalt-rubber binders whose properties meet specification limits.

## 1. INTRODUÇÃO

A seleção de proporções adequadas dos modificadores a serem adicionados ao ligante asfáltico de base é uma questão fundamental na produção de ligantes asfálticos modificados. Para avaliar a adequabilidade de concentrações do modificador, selecionadas na fase de delineamento do experimento, costuma-se recorrer à avaliação de propriedades reológicas fundamentais ou empíricas do ligante asfáltico e/ou ao monitoramento de propriedades mecânicas das misturas asfálticas. Avaliações desta natureza são pontuais, o que dificulta a extrapolação para novas composições não testadas.

A modelagem representa uma ferramenta efetiva no desafio de formular composições que atendam requisitos de especificações, uma vez que permite a descrição matemática da propriedade monitorada e a extrapolação segura nas condições em que o experimento permite extrapolar.

As duas ferramentas mais empregadas na modelagem de fenômenos relativos ao comportamento de materiais de pavimentação são a regressão estatística e as redes neurais artificiais. Razoavelmente distintas no que se refere aos mecanismos empregados para ajustar modelos aos dados, a regressão estatística e as RNAs têm em comum a característica de serem altamente efetivas nas tarefas de descrever matematicamente um fenômeno e de estimar novas medidas sem a necessidade de preparação de novas amostras e realização de novos ensaios de laboratório. O requisito básico para o emprego destas duas técnicas se limita à coleta sistemática de dados, que em situações específicas pode exigir o delineamento de um experimento por meio de alguma técnica formal de delineamento de experimentos.

Fenômenos em que as variáveis explicativas são proporções de componentes apresentam a característica especial de dependência entre os níveis destas variáveis. Experimentos desta natureza requerem técnicas de delineamento que considerem a dependência entre variáveis. A técnica de experimentos com misturas (Cornell, 2002) é empregada no delineamento de experimentos em que a variabilidade das medidas seja

<sup>1</sup> **Fernanda Pilati**, Universidade de São Paulo, Escola de Engenharia de São Carlos. São Carlos, SP, Brasil. (e-mail: fepilati@sc.usp.br).

<sup>2</sup> **Adalberto Leandro Faxina**, Universidade de São Paulo, Escola de Engenharia de São Carlos. São Carlos, SP, Brasil. (e-mail: alfaxina@sc.usp.br).

<sup>3</sup> **Glauco Túlio Pessa Fabbri**, Universidade de São Paulo, Escola de Engenharia de São Carlos. São Carlos, SP, Brasil. (e-mail: glauco@sc.usp.br).

<sup>4</sup> **Antonio Carlos Gigante**, Universidade de São Paulo, Escola de Engenharia de São Carlos. São Carlos, SP, Brasil. (e-mail: gigante@sc.usp.br).

<sup>5</sup> **Manoel Henrique Alba Sória**, Universidade de São Paulo, Escola de Engenharia de São Carlos. São Carlos, SP, Brasil. (e-mail: mane@sc.usp.br).

<sup>6</sup> **Leni Figueiredo Mathias Leite**, Centro de Pesquisas e Desenvolvimento Leopoldo A. Miguez de Mello (Cenpes), Petrobras. Rio de Janeiro, RJ, Brasil. (e-mail: leniml@petrobras.com.br).

devida a variações nas proporções dos elementos que compõem a mistura (produto formado da combinação de dois ou mais componentes). Com diversas aplicações nas áreas farmacêutica e alimentícia, a técnica de experimentos com misturas se mostrou efetiva também na formulação de ligantes asfalto-borracha (Faxina, 2006; Sória *et al.*, 2007). Além de orientar o delineamento do experimento, a técnica de experimentos com misturas permite a avaliação dos efeitos isolados e de interação dos componentes, por meio da análise de efeitos de componentes e da análise de superfície de resposta, ambas baseadas nos modelos de regressão ajustados.

O objetivo deste trabalho é apresentar um procedimento para a definição das concentrações adequadas de borracha moída e de óleo extensor (resíduo de óleo de xisto) destinadas à produção de ligantes asfalto-borracha. O procedimento em questão tem natureza empírica, já que é experimental e tem fundamentação na teoria estatística de experimentos com misturas (Cornell, 2002). Compõe-se, basicamente, do delineamento de um experimento com misturas, o qual orienta a seleção de amostras cujas propriedades são monitoradas e, posteriormente, modeladas visando a confecção de gráficos de efeitos de componentes e de superfícies de resposta. Um estudo de caso é empregado para aplicar este procedimento, no qual os parâmetros da dosagem Marshall servem de referência para a seleção de concentrações de borracha moída e de resíduo de óleo de xisto para a composição de ligantes asfalto-borracha cujas propriedades atendam requisitos de especificação.

## 2. DESCRIÇÃO SUSCINTA DO PROCEDIMENTO DE DOSAGEM

O procedimento descrito a seguir tem fundamentação na teoria de experimentos com misturas (Cornell, 2002) e pode ser implementado em pacotes estatísticos como, por exemplo, o Minitab, que é bastante recomendável em termos de praticidade e de interface amigável. Trata-se, especificamente, de um experimento com misturas com restrições nas proporções dos componentes, já que é necessário estabelecer quais os limites mínimo e máximo de borracha moída e de óleo extensor empregados. Com base nas restrições dos componentes, é definida região experimental sobre a qual são localizadas as misturas (composições) objeto de estudo. Após coletados os dados, efetua-se o ajuste do modelo polinomial específico para modelar problemas de misturas (modelos canônicos). Com base no modelo, são gerados os gráficos de efeitos dos componentes e as superfícies de resposta. Em linhas gerais, o procedimento é composto das seguintes etapas:

1. definir as restrições dos componentes, por exemplo, proporção de borracha entre 0 e 18% e de óleo extensor entre 0 e 14%, com base nas quais é definida a região experimental (ver como exemplo a Figura 1, a seguir);
2. definir o grau do modelo a ser ajustado, o que leva à definição do número mínimo de misturas a serem preparadas: para modelo linear, são necessárias pelo menos três misturas, para modelo quadrático, pelo menos seis misturas, e para modelo cúbico especial (mais recomendável), pelo menos sete misturas;
3. definido o número mínimo de misturas, localiza-las na região experimental segundo o seguinte critério: primeiro nos vértices da figura, depois no ponto médio dos lados e por último no centro; misturas extras podem ser alocadas, pois contribuem para a qualidade do ajuste do modelo;
4. preparar as misturas, separar as amostras e submetê-las aos ensaios de laboratório para o levantamento dos dados necessários para o ajuste dos modelos: duas medidas são essenciais (uma determinação e uma réplica), porém mais réplicas contribuem para a qualidade do ajuste do modelo;
5. efetuar o ajuste do modelo, respeitando os critérios relativos à distribuição normal e aleatória dos resíduos e à homocedasticidade (igualdade de variâncias), descritos, por exemplo, em Montgomery e Peck (1992) e Myers e Montgomery (1995);
6. gerar os gráficos de efeitos de componentes e as superfícies de resposta.

Os gráficos de efeitos de componentes são uma ferramenta excelente para avaliar os efeitos isolados dos componentes, mantendo em mente que se trata de um artifício estatístico para visualizar os efeitos isolados da variação das proporções dos componentes em um sistema em que, por se tratar de uma mistura, não é possível variar a proporção de um dos componentes sem variar a dos demais. Neste caso, ao se variar a proporção de um dos componentes, a relação entre proporções dos outros dois se mantém constante. As superfícies de resposta são recursos efetivos na avaliação dos efeitos de interação dos componentes e na delimitação de regiões em que figuram composições que atendem requisitos de especificação, que podem ser representados nas superfícies como curvas de nível.

### 3. ESTUDO DE CASO: DELINEAMENTO DO EXPERIMENTO

As misturas asfálticas avaliadas foram compostas com ligantes asfálticos selecionados com base em um experimento delineado por meio da técnica estatística de “experimentos com misturas” (Cornell, 2002), com restrições nas proporções dos componentes. Chamando  $x_1$  o teor de ligante asfáltico,  $x_2$  o teor de borracha moída e  $x_3$  o teor de resíduo de óleo de xisto, as restrições impostas, em porcentagem, foram:  $0,68 \leq x_1 \leq 1,00$ ;  $0,00 \leq x_2 \leq 0,18$  e  $0,00 \leq x_3 \leq 0,14$ . Outras duas restrições, provenientes da teoria de experimentos com misturas, foram impostas:  $x_i > 0$ ,  $i = 1, 2, \dots, q$ , sendo  $q$  o número de componentes da mistura, e  $x_1 + x_2 + x_3 = 1$ .

A Figura 1 ilustra o simplex e a sub-região delimitada para o experimento, onde estão indicadas as misturas projetadas. Temperatura, tempo e velocidade de agitação são variáveis de processo intervenientes sobre as características do asfalto-borracha, mas não foram incluídas neste experimento. Os ligantes asfálticos obtidos do delineamento do experimento foram: 100-0-0, 93-0-7, 86-0-14, 91-9-0, 77-9-14, 82-18-0, 75-18-7 e 68-18-14, onde o primeiro número corresponde ao teor de asfalto, o segundo ao teor de borracha e o terceiro ao teor de óleo. O experimento foi delineado de forma a ajustar um modelo polinomial de terceiro grau, específico para problemas com misturas, denominado modelo cúbico especial (Cornell, 2002).

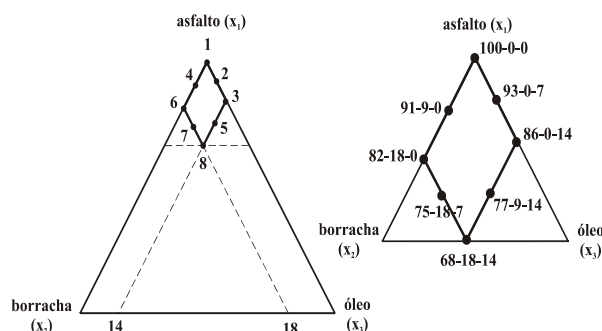


Figura 1: Simplex do experimento, sub-região delimitada e ligantes asfálticos escolhidas

O agregado mineral não é considerado um quarto componente, o que tornaria o experimento mais complexo. Como a porcentagem de agregado no corpo-de-prova não muda (1.200 g) e cada modelo é definido para teores controlados de ligante asfáltico, assume-se que as porcentagens de agregado mineral e de ligante asfáltico são constantes nas oito misturas asfálticas, para cada teor de ligante asfáltico. Assim, é possível avaliar o efeito das variações dos teores de asfalto, de borracha e óleo sobre as propriedades volumétricas das misturas asfálticas, admitindo que as interferências sobre os valores das propriedades sejam devidas exclusivamente às variações nas porcentagens desses

componentes.

### 4. MATERIAIS EMPREGADOS

A borracha, cuja composição granulométrica é mostrada na Tabela 1, foi produzida pela empresa Artgoma S.A., de São Paulo, SP, obtida da trituração de pneus de veículos pesados. O ensaio de termogravimetria indicou a presença de 64,3% de polímeros e plastificantes, 31,4% de negro de fumo e 4,3% de material inorgânico na composição química da borracha. O cimento asfáltico de petróleo CAP 30/45, com classificação PG 70-10 pela especificação Superpave, foi empregado como ligante asfáltico de base. O resíduo de óleo de xisto, tipo AR-5 conforme especificação ASTM D 4552, foi fornecido pela Unidade de Negócios da Industrialização do Xisto (SIX-Petrobras), de São Mateus do Sul, PR. O agregado mineral foi fornecido pela Pedreira Said, de Ribeirão Preto, SP, e é oriundo da britagem de rocha basáltica. A composição granulométrica das misturas asfálticas, correspondente ao centro da faixa C do DER-SP, foi obtida por separação dos agregados nas frações correspondentes a cada uma das peneiras desta especificação e posterior mistura. O agregado apresenta Abrasão Los Angeles de 11% e a massa específica aparente da composição é de 28,730 kN/m<sup>3</sup>.

Tabela 1: Composição granulométrica da borracha empregada

Abertura da peneira (mm)	% passada
1,19	100
0,59	99,24
0,42	59,74
0,297	44,99
0,175	15,84
0,150	11,31
0,074	2,46

### 5. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

A rotina de laboratório foi dividida em três etapas: preparação dos ligantes asfálticos, moldagem dos corpos-de-prova e obtenção das medidas para a determinação dos parâmetros volumétricos das misturas asfálticas. Foram preparados oito ligantes asfálticos e, em seguida, confeccionados corpos-de-prova em cinco teores de ligante asfáltico. A densidade efetiva do agregado mineral foi determinada segundo o método Rice (ASTM D 2041-00) e a densidade aparente da composição granulométrica foi obtida da ponderação das densidades aparentes dos materiais miúdo e graúdo nas porcentagens em que são empregados, obtidas pelos métodos ASTM C 128-93 e ASTM C 127-91. Foi considerado material graúdo o retido na peneira de

malha #4,8 mm e miúdo o material passado na peneira de malha #4,8 mm. O agregado mineral empregado apresenta valores baixos de absorção de ligante asfáltico e, por isso, a absorção não foi considerada. Foi empregado um único valor de densidade efetiva para cada ligante asfáltico, corrigido para os teores utilizados.

### 5.1. Preparação dos ligantes asfálticos

As composições contendo apenas asfalto e borracha e aquelas contendo asfalto, borracha e óleo foram processadas a 170°C, durante 90 min, a 4.000 rpm, em misturador de alto cisalhamento, marca Silverson, modelo L4RT. As composições contendo apenas asfalto e óleo foram processadas a 135°C, durante 25 min, sob rotação de 400 rpm em misturador de baixo cisalhamento, marca Fisatom, modelo 722D. Foram compostos 7 ligantes asfálticos, aos quais se soma a mistura de referência (CAP 30/45), totalizando 8 ligantes asfálticos.

### 5.2. Moldagem dos corpos-de-prova

O agregado mineral foi aquecido em uma misturadora de massa adaptada para este fim e, em seguida, foi adicionado o ligante asfáltico e realizada a homogeneização do material. Foram separados 1.200 g e armazenados em tigelas metálicas, que foram acondicionadas em estufa por 2 h na temperatura de compactação. Foram usados cinco teores de ligante asfáltico, 4,5, 5,0, 5,5, 6,0 e 6,5%, e compactados sete corpos-de-prova para cada teor. Todas as misturas asfálticas foram compactadas nestes teores, por se tratar de um requisito do delineamento do experimento. A Tabela 2 apresenta as temperaturas de usinagem e de compactação.

**Tabela 2:** Temperaturas de usinagem e de compactação (°C)

<i>Ligante asfáltico</i>	<i>Usinagem</i>	<i>Compactação</i>
100-0-0	158	148
91-9-0	165	155
82-18-0	180	170
93-0-7	150	140
86-0-14	143	132
75-18-7	175	165
77-9-14	155	145
68-18-14	165	155

### 5.3. Determinação dos parâmetros modelados

Após a moldagem dos corpos-de-prova, foram realizadas as medidas de diâmetro e altura e, em seguida, os corpos-de-prova foram submetidos à determinação de massa ao ar, sob imersão e sob saturação com superfície seca. Os parâmetros volumétricos obtidos foram: densidade aparente, volume de vazios, vazios do agregado mineral e relação betume-vazios. Em segui-

da os corpos-de-prova foram rompidos, para determinação da estabilidade e fluência Marshall.

## 6. ANÁLISE DOS RESULTADOS

A Tabela 3 apresenta os modelos de regressão referentes à densidade aparente, ao volume de vazios, aos vazios do agregado mineral, à relação betume-vazios, à estabilidade Marshall e à fluência Marshall, para os teores de ligante asfáltico de 4,5, 5,0, 5,5, 6,0 e 6,5%. Por economia de espaço, serão apresentados os gráficos de efeitos dos componentes e as superfícies de resposta apenas para dois dos cinco teores de ligante asfáltico. Na discussão dos resultados, serão comentados os resultados dos cinco teores.

As Figuras de 2 e 3 trazem os gráficos de efeitos dos componentes e as superfícies de resposta, respectivamente, para a densidade aparente. As Figuras 4 e 5 apresentam estes mesmos gráficos para o volume de vazios. As Figuras 6 e 7 mostram estes gráficos para os vazios do agregado mineral. As Figuras 8 e 9 mostram estes gráficos para a relação betume-vazios. As Figuras 10 e 11 trazem estes gráficos para a estabilidade Marshall e a Figura 12 apresenta estes gráficos para a fluência Marshall. Tanto os gráficos de efeitos dos componentes quanto as superfícies de resposta foram gerados com base nos modelos de regressão apresentados na Tabela 3. Na ausência de limites específicos das propriedades modeladas para ligantes asfalto-borracha, optou-se por empregar como referência os requisitos da especificação de serviço do DNIT para concretos asfálticos destinados a camada de rolamento (DNIT 031/2006 – ES).

Os gráficos de efeitos dos componentes representados na Figura 2 indicam que a borracha e o óleo têm efeito parabólico sobre a densidade aparente: à medida que se aumenta a concentração destes modificadores, a densidade aparente aumenta e passa a diminuir a partir de um ponto de máximo. Exceções a esta tendência ocorrem apenas em relação ao efeito da borracha nos teores de 5,5 e 6,5%. Nestes dois casos, a borracha apenas reduz a densidade aparente e se mostra, inclusive, pouco efetiva nas concentrações altas quando o teor de ligante asfáltico é 6,5%. A posição do ponto de máximo na escala horizontal (escala das proporções) depende do teor de ligante asfáltico. Em linhas gerais, o ponto de máximo gira em torno da mistura de referência (84-9-7), correspondendo, nos gráficos, ao zero da escala horizontal. Para a condição particular em que estes gráficos são gerados, é possível obter aumento da densidade aparente aumentando as concentrações de borracha e de óleo na composição, até proporções de borracha de 9% e de óleo de 7%. Nos casos em que o efeito da borracha é linear, o aumento da sua proporção reduz a densidade aparente.

**Tabela 3:** Modelos de regressão referentes às propriedades monitoradas

<i>Propriedade</i>	<i>Modelo de regressão</i>	<i>R<sup>2</sup> (%)</i>	<i>n</i>
D <sub>ap</sub> 4,5%	= 2,44x <sub>1</sub> + 2,42x <sub>2</sub> - 4,08x <sub>3</sub> + 7,52x <sub>1</sub> x <sub>3</sub> - 24,17 x <sub>2</sub> x <sub>3</sub> + 44,01x <sub>1</sub> x <sub>2</sub> x <sub>3</sub>	75,54	55
D <sub>ap</sub> 5,0%	= 2,46x <sub>1</sub> + 2,43x <sub>2</sub> - 3,22x <sub>3</sub> + 6,64x <sub>1</sub> x <sub>3</sub> - 33,08x <sub>2</sub> x <sub>3</sub> + 54,52x <sub>1</sub> x <sub>2</sub> x <sub>3</sub>	92,17	56
D <sub>ap</sub> 5,5%	= 2,48x <sub>1</sub> + 2,54x <sub>2</sub> - 0,567x <sub>3</sub> + 3,97x <sub>1</sub> x <sub>3</sub>	71,66	54
D <sub>ap</sub> 6,0%	= 2,51x <sub>1</sub> + 2,58x <sub>2</sub> + 1,42x <sub>3</sub> + 1,54x <sub>1</sub> x <sub>3</sub> - 28,82x <sub>2</sub> x <sub>3</sub> + 37,49x <sub>1</sub> x <sub>2</sub> x <sub>3</sub>	95,06	55
D <sub>ap</sub> 6,5%	= 2,52x <sub>1</sub> + 3,22x <sub>2</sub> - 0,13x <sub>3</sub> - 1,02x <sub>1</sub> x <sub>2</sub> + 3,31x <sub>1</sub> x <sub>3</sub>	75,67	56
V <sub>v</sub> 4,5% (%)	= 8,70x <sub>1</sub> + 19,10x <sub>2</sub> + 254,90x <sub>3</sub> - 274,50x <sub>1</sub> x <sub>3</sub> - 482,30x <sub>1</sub> x <sub>2</sub> x <sub>3</sub>	64,21	55
V <sub>v</sub> 5,0% (%)	= 6,85x <sub>1</sub> + 15,21x <sub>2</sub> + 9,74x <sub>3</sub>	40,67	56
V <sub>v</sub> 5,5% (%)	= 5,21x <sub>1</sub> - 43,30x <sub>2</sub> + 82,03x <sub>3</sub> + 71,79x <sub>1</sub> x <sub>2</sub> - 90,89x <sub>1</sub> x <sub>3</sub>	76,51	56
V <sub>v</sub> 6,0% (%)	= 3,51x <sub>1</sub> + 11,46x <sub>2</sub> + 52,77x <sub>3</sub> - 58,67x <sub>1</sub> x <sub>3</sub>	91,63	54
V <sub>v</sub> 6,5% (%)	= 1,7x <sub>1</sub> - 127,2x <sub>2</sub> - 53,1x <sub>3</sub> + 180,8x <sub>1</sub> x <sub>2</sub> + 70,2x <sub>1</sub> x <sub>3</sub> + 671,3x <sub>2</sub> x <sub>3</sub> - 670,2x <sub>1</sub> x <sub>2</sub> x <sub>3</sub>	97,20	52
VAM 4,5% (%)	= 19x <sub>1</sub> + 5102x <sub>2</sub> + 392x <sub>3</sub> - 427x <sub>1</sub> x <sub>3</sub> + 1058x <sub>2</sub> x <sub>3</sub> - 4290x <sub>1</sub> x <sub>2</sub> x <sub>3</sub>	99,88	56
VAM 5,0% (%)	= 19x <sub>1</sub> + 49x <sub>2</sub> + 230x <sub>3</sub> - 35x <sub>1</sub> x <sub>2</sub> - 247x <sub>1</sub> x <sub>3</sub> + 909x <sub>2</sub> x <sub>3</sub> - 1627x <sub>1</sub> x <sub>2</sub> x <sub>3</sub>	93,51	56
VAM 5,5% (%)	= 18,5x <sub>1</sub> + 16,2x <sub>2</sub> + 119,4x <sub>3</sub> - 131,5x <sub>1</sub> x <sub>3</sub>	71,57	54
VAM 6,0% (%)	= 18x <sub>1</sub> + 16x <sub>2</sub> + 53x <sub>3</sub> - 502x <sub>1</sub> x <sub>3</sub> + 928x <sub>2</sub> x <sub>3</sub> - 1206x <sub>1</sub> x <sub>2</sub> x <sub>3</sub>	94,85	55
VAM 6,5% (%)	= 18,0x <sub>1</sub> - 4,0x <sub>2</sub> + 103,3x <sub>3</sub> + 32,3x <sub>1</sub> x <sub>2</sub> - 106,8x <sub>1</sub> x <sub>3</sub>	75,18	56
RBV 4,5% (%)	= 54,7x <sub>1</sub> + 159,4x <sub>2</sub> - 431,6x <sub>3</sub> - 197,2x <sub>1</sub> x <sub>2</sub> + 504,2x <sub>1</sub> x <sub>3</sub> + 1083,5x <sub>1</sub> x <sub>2</sub> x <sub>3</sub>	70,30	55
RBV 5,0% (%)	= 62,8x <sub>1</sub> + 2,4x <sub>2</sub> - 633,8x <sub>3</sub> + 759,9x <sub>1</sub> x <sub>3</sub> + 1584,6x <sub>1</sub> x <sub>2</sub> x <sub>3</sub>	87,88	56
RBV 5,5% (%)	= 72,2x <sub>1</sub> + 369,0x <sub>2</sub> + 59,4x <sub>3</sub> - 441,7x <sub>1</sub> x <sub>2</sub> - 275,5x <sub>2</sub> x <sub>3</sub>	91,91	51
RBV 6,0% (%)	= 80,61x <sub>1</sub> + 30,94x <sub>2</sub> - 30,71x <sub>3</sub> + 121,65x <sub>1</sub> x <sub>3</sub>	94,01	55
RBV 6,5% (%)	= 90x <sub>1</sub> + 663x <sub>2</sub> + 350x <sub>3</sub> - 820x <sub>1</sub> x <sub>2</sub> - 343x <sub>1</sub> x <sub>3</sub> - 2121x <sub>2</sub> x <sub>3</sub> + 1844x <sub>1</sub> x <sub>2</sub> x <sub>3</sub>	97,60	53
E 4,5% (N)	= 16.839x <sub>1</sub> + 28.103x <sub>2</sub> - 7.265x <sub>3</sub>	29,39	16
E 5,0% (N)	= 15.413x <sub>1</sub> + 41.854x <sub>2</sub> - 6485x <sub>3</sub>	27,38	16
E 5,5% (N)	= 13.878x <sub>1</sub> + 61.058x <sub>2</sub> - 285.458x <sub>3</sub> + 338.167x <sub>1</sub> x <sub>3</sub>	78,25	16
E 6,0% (N)	= 14.366x <sub>1</sub> + 39.836x <sub>2</sub> - 15.449x <sub>3</sub>	76,17	15
E 6,5% (N)	= 11.433x <sub>1</sub> - 105.931x <sub>2</sub> + 6.357x <sub>3</sub> + 172.508x <sub>1</sub> x <sub>2</sub>	76,38	16
F 4,5% (mm)	= 3,31x <sub>1</sub> - 27,93x <sub>2</sub> + 55,05x <sub>3</sub> + 35,70x <sub>1</sub> x <sub>2</sub> - 63,04x <sub>1</sub> x <sub>3</sub>	62,50	16
F 5,0% (mm)	= 3,250x <sub>1</sub> + 5,685x <sub>2</sub> + 1,107x <sub>3</sub>	29,97	16
F 5,5% (mm)	= 3,880x <sub>1</sub> + 3,565x <sub>2</sub> + 0,451x <sub>3</sub>	39,22	16
F 6,0% (mm)	= 4,715x <sub>1</sub> - 0,164x <sub>2</sub> + 3,013x <sub>3</sub>	37,86	16
F 6,5% (mm)	= 4,449x <sub>1</sub> + 5,681x <sub>2</sub> + 3,795x <sub>3</sub>	2,08	16

x<sub>1</sub>: porcentagem de CAP; x<sub>2</sub>: porcentagem de borracha; x<sub>3</sub>: porcentagem de óleo

As superfícies da Figura 3 indicam que há um núcleo de composições que proporcionam densidade aparente máxima, em que figuram ligantes asfálticos compostos por concentrações intermediárias de borracha e de óleo, para o teor de 5,0%, e por concentrações de baixas a intermediárias de borracha e de intermediárias a altas de óleo, no teor de 6,0%. A tendência de formação de um núcleo de densidade máxima também é verificada no teor de 4,5%, mas não nos teores de 5,5 e 6,5%. No teor de 4,5%, as composições que geram maiores valores de densidade, a exemplo do teor de 5,0%, são as que contêm proporções intermediárias de borracha e de óleo. O teor de ligante asfáltico afeta o formato das curvas de nível de forma significativa. Ao comparar as superfícies para os teores de 4,5, 5,0 e 6,0% (Figura 3), observa-se um deslocamento lateral do núcleo de densidades máximas, indicando que é possível aumentar a densidade

aumentando o teor de ligante asfáltico e as proporções dos modificadores. Nos teores de 5,5 e 6,5%, os valores mais altos de densidade são obtidos para ligantes asfálticos com proporções baixas de borracha e de intermediárias a altas de óleo.

Os gráficos de efeitos dos componentes indicados na Figura 4 mostram que a borracha e o óleo têm efeitos concorrentes sobre o volume de vazios: borracha e óleo aumentam o volume de vazios, sendo o efeito da borracha mais intenso que o do óleo. No entanto, esta tendência se mantém apenas para os teores de ligante asfáltico de 5,0, 5,5 e 6,0%. Para 5,5% de ligante asfáltico, o efeito do óleo é praticamente inexpressivo e, no teor de 6,0%, o efeito do óleo é pouco expressivo nas concentrações baixas. Já no teor de 4,5%, a borracha mantém a tendência de aumentar o volume de vazios, porém seu efeito é pouco expressivo nas concentrações baixas. No teor de 4,5%, o óleo tem efeito pa-

rabólico, com ponto de mínimo em torno dos 7%: o óleo reduz o volume de vazios para concentrações entre 0 e 7% e o aumenta para concentrações entre 7 e 14%. No teor de 6,5%, a borracha também aumenta o volume de vazios, porém tem efeito pouco expressivo nas concentrações altas. No teor de 6,5%, o óleo provoca redução do volume de vazios.

As superfícies representadas na Figura 5 indicam que volumes de vazios entre 3 e 5% só podem ser obtidos para teores altos de ligante asfáltico. No teor de 4,5%, o volume de vazios mínimo é de 8,0%. No teor de 5,0%, o volume de vazios mínimo é de 6,9%. No teor de 5,5%, o volume de vazios mínimo é de 5,1%. Já no teor de 6,0%, é possível obter volumes de vazios

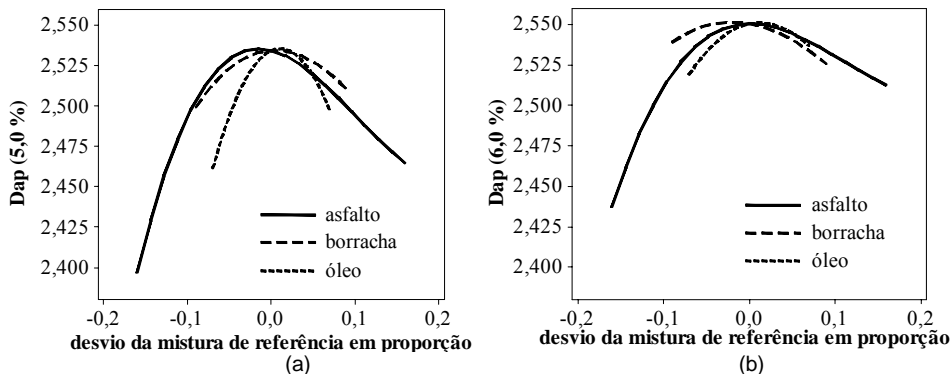


Figura 2: Efeitos dos componentes sobre a densidade aparente nos teores de ligante asfáltico de (a) 5,0 e (b) 6,0%

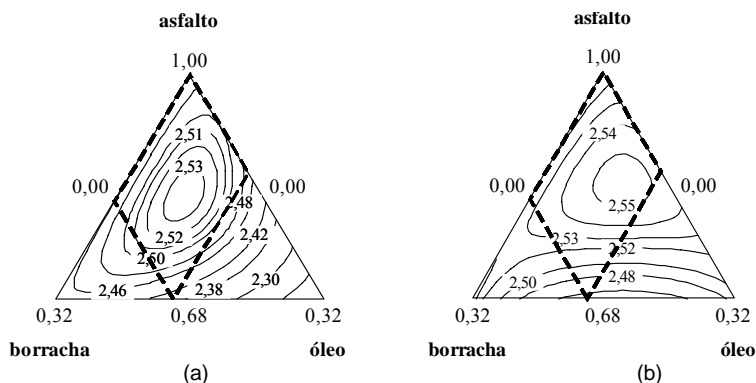


Figura 3: Superfícies de resposta para a densidade aparente nos teores de ligante asfáltico de (a) 5,0 e (b) 6,0%

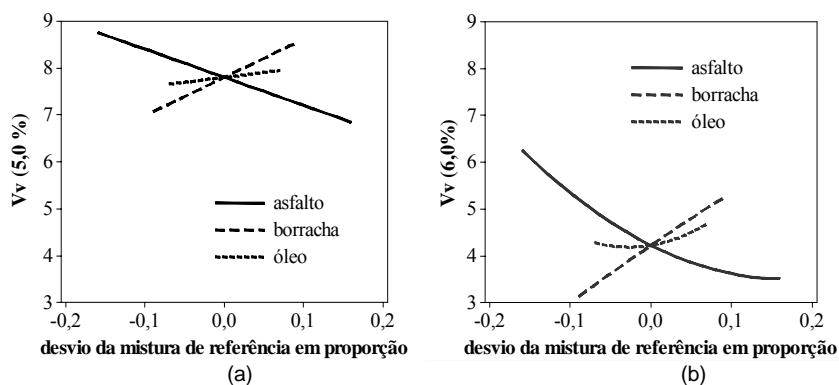


Figura 4: Efeitos dos componentes sobre o volume de vazios nos teores de ligante asfáltico de (a) 5,0 e (b) 6,0%

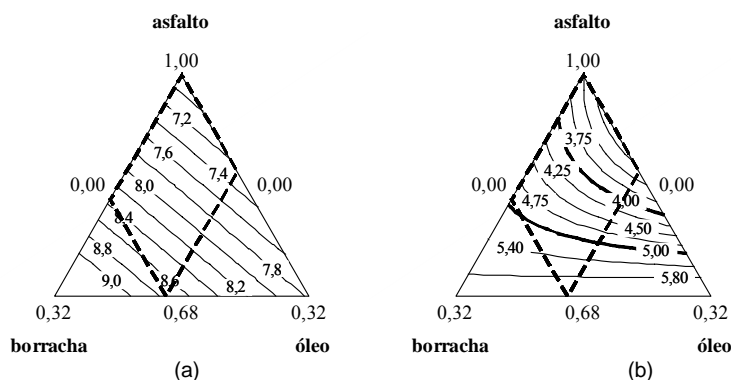


Figura 5: Superfícies de resposta para o volume de vazios nos teores de ligante asfáltico de (a) 5 e (b) 6%

entre 3,1 e 5%. Neste teor, volumes de vazios superiores a 5,0% são obtidos para composições com proporções altas de borracha e de intermediárias a altas de óleo, sendo recomendáveis concentrações de borracha até 10,0%, para qualquer teor de óleo, ou qualquer concentração de borracha, para proporções de óleo não superiores a 5,0%. No teor de 6,5%, misturas com volume de vazios entre 3 e 5% são obtidas ao se empregar composições com proporções de baixas a intermediárias de borracha, independente da proporção de óleo, sendo recomendáveis composições com concentração de borracha entre 2 e 10%, para qualquer proporção de óleo, e com concentrações de borracha entre 2 e 14%, para proporções de óleo entre 10 e 14%. As superfícies de resposta indicam que o efeito do óleo é expressivo nos teores de ligante asfáltico de 4,5, 5,0 e 6,0% e pouco expressivo nos teores de 5,5 e 6,5%. O aspecto crítico, associado à observação dos limites de 3 a 5% para o volume de vazios, é a eliminação de um número gradativamente maior de composições com proporções altas de borracha, à medida que se adotam teores de ligante asfáltico menores. A faixa de 3-5% limita o uso de proporções maiores de borracha, além de obrigar o uso de teores de ligante asfáltico mais altos.

A Figura 6 apresenta os gráficos de efeitos de componentes sobre os vazios do agregado mineral, para os teores de ligante asfáltico de 5,0 e 6,0%. Borracha e óleo têm efeito parabólico, com ponto de mínimo em torno da mistura de referência. O VAM diminui para

concentrações de borracha entre 0 e 9% e de óleo entre 0 e 8%, no teor de ligante asfáltico de 5,0%, e aumenta a partir destas concentrações. Já no teor de 6,0%, o VAM diminui para concentrações de borracha entre 0 e 7% e de óleo entre 0 e 8%, e aumenta a partir destas concentrações. O efeito da borracha observado nos teores de 5,0 e 6,0% se mantém apenas no teor de 4,5% de ligante asfáltico. Nos teores de 5,5 e 6,5%, a borracha aumenta linearmente o VAM. Já o efeito do óleo se mantém em todos os teores de ligante asfáltico, sendo mais destacado no teor de 4,5%.

As superfícies de resposta representadas na Figura 7 indicam que todas as composições de dentro da região experimental proporcionam misturas asfálticas que atendem o requisito de vazios do agregado mineral mínimo (16%), nos teores de ligante asfáltico de 5,0 e 6,0%. O mesmo se dá para os teores de 5,5 e 6,5%. Apenas no teor de 4,5% existem composições que proporcionam valores de VAM inferiores a 16%. A 4,5%, a maioria das composições não atende este nível de VAM mínimo, restando como alternativas os ligantes asfálticos sem borracha e qualquer concentração de óleo ou os com qualquer proporção de borracha, desde que seja empregada alguma concentração de óleo entre 13 e 14% ou os com proporções de borracha de intermediárias a altas e de óleo de baixas a intermediárias, por exemplo, proporções de borracha entre 13 e 18% e de óleo entre 0 e 4,5%.

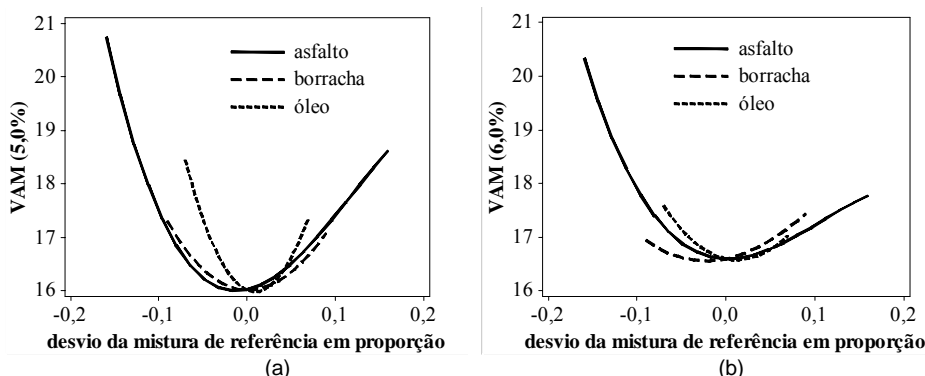


Figura 6: Efeitos dos componentes sobre os vazios do agregado mineral nos teores de ligante asfáltico de (a) 5,0 e (b) 6,0%

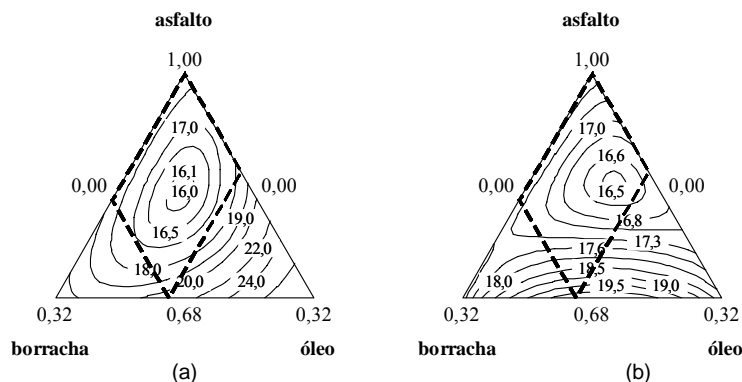


Figura 7: Superfícies de resposta para os vazios do agregado mineral nos teores de ligante asfáltico de (a) 5,0 e (b) 6,0%

Os gráficos de efeitos dos componentes representados na Figura 8 mostram que a borracha tende a reduzir a relação betume-vazios, ao passo que o óleo tem um comportamento diferenciado dependendo do teor de ligante asfáltico. A tendência da borracha de reduzir a relação betume-vazios se repete nos cinco teores de ligante asfáltico, atuando de forma linear nos teores de 4,5, 5,0 e 6,0% (Figura 8) e de forma aproximadamente linear nos teores de 5,5 e 6,5%, nos quais a borracha tem efeito pouco expressivo quando concentrações altas são adicionadas. Já o efeito do óleo é mais dependente do teor de ligante asfáltico. Nos teores de 4,5 e 5,0% de ligante asfáltico (Figura 8), o efeito do óleo é parabólico, com ponto de máximo em torno da mistura de referência, isto é, à medida que se aumenta a concentração de óleo, a relação betume-vazios aumenta, até em torno dos 7% de óleo, passando a diminuir a partir de então. No teor de ligante asfáltico de 5,5%, o efeito do óleo é praticamente inexpressivo. No teor de ligante asfáltico de 6,5%, o óleo reduz ligeiramente a relação betume-vazios de forma linear, e no teor de 6,5%, o óleo aumenta ligeiramente a relação betume-vazios, também de forma linear.

As superfícies de resposta da Figura 9 indicam que a relação betume-vazios não atinge os limites de especificação para teores baixos de ligante asfáltico. Apenas nos teores de 6,0 e 6,5% são verificados valores de relação betume-vazios na faixa especificada pelo DNIT. No teor de 6,0%, valores de RBV entre 75 e 81% são obtidos para proporções de borracha entre 0 e 7%, para qualquer concentração de óleo, ou propor-

ções de borracha entre 0 e 11%, para concentrações de óleo entre 0 e 7%. No teor de 6,5%, valores de RBV entre 72 e 82% são obtidos para proporções de borracha entre 3 e 8%, para qualquer proporção de óleo. Como já constatado para os limites de volume de vazios, os limites de RBV restringem o uso de concentrações mais altas de borracha, além de exigirem o uso de teores mais altos de ligante asfáltico.

Os gráficos de efeitos dos componentes representados na Figura 10 mostram que a borracha tende a aumentar a estabilidade Marshall e o óleo tende a reduzi-la. A borracha aumenta a estabilidade Marshall, com tendência linear, no teor de ligante asfáltico de 5,5%, e com tendência parabólica, no teor de 6,5%. No teor de 5,5%, a borracha aumenta a estabilidade Marshall em 266 N para cada 1% adicionado. No teor de 6,0%, o efeito da borracha também é linear, aumentando a estabilidade à taxa de 278 N para cada 1% adicionado. No teor de 6,5%, a borracha aumenta a estabilidade para concentrações entre 0 e 13% e passa a diminuí-la nas concentrações superiores. O óleo reduz a estabilidade Marshall nas taxas de 410 N, 323 N e 219 N, para cada 1% adicionado, nos teores, respectivamente, de 5,5, 6,0 e 6,5%. No teor de 5,5%, o óleo tem efeito pouco expressivo quando empregado em proporções baixas. Foram gerados gráficos de efeitos de componentes apenas nos teores de 5,5, 6,0 e 6,5%, uma vez que os modelos obtidos para os teores de 4,5 e 5,0% não apresentaram bom ajuste, em parte por causa do número reduzido de amostras.

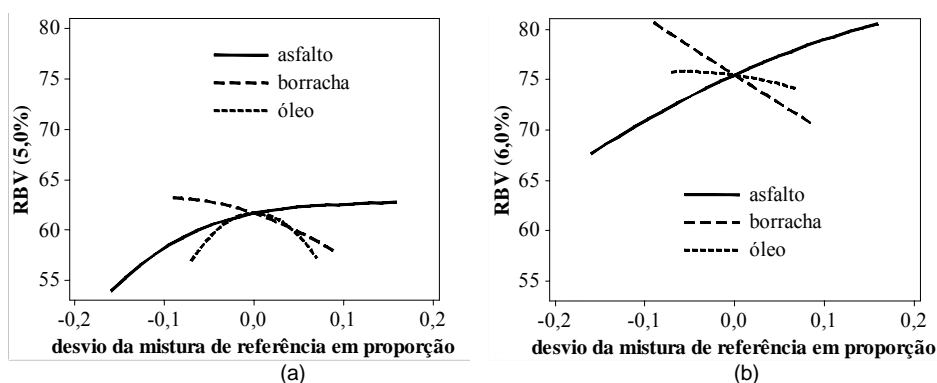


Figura 8: Efeitos dos componentes sobre a relação betume-vazios nos teores de ligante asfáltico de 5,0 e 6,0%

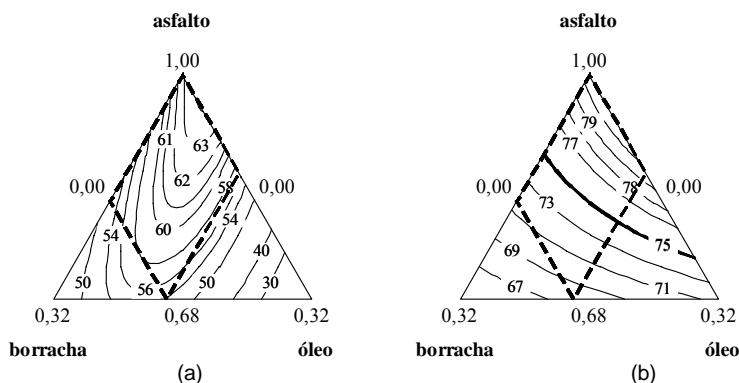


Figura 9: Superfícies de resposta para a relação betume-vazios nos teores de ligante asfáltico de 5,0 e 6,0%



As superfícies de resposta representados na Figura 11 indicam que todas as composições internas à região experimental atendem o requisito de especificação para a estabilidade Marshall (estabilidade mínima de 5,0 kN). Isto se dá também no teor de 6,0%. Misturas contendo proporções altas de borracha e baixas de óleo apresentam valores mais altos de estabilidade Marshall. Valores mais baixos de estabilidade são obtidos para misturas contendo concentrações altas de óleo, independente da concentração de borracha, no teor de 5,5%, para misturas contendo concentrações baixas de borracha e altas de óleo, no teor de 6,0%, e para misturas contendo proporções altas de borracha e de óleo e proporções baixas de borracha e altas de óleo, no teor de 6,5%. Não foram geradas superfícies de resposta nos teores de 4,5 e 5,0%, uma vez que os modelos obtidos para estes teores não apresentaram bom ajuste.

O gráfico de efeitos dos componentes representado na Figura 12.a mostra que tanto a borracha quanto o

óleo tem efeito parabólico sobre a fluência Marshall, porém, o efeito da borracha tem ponto de máximo e o efeito do óleo tem ponto de mínimo. A borracha aumenta a fluência Marshall para concentrações entre 0 e 9% e a reduz para proporções entre 9 e 18%. Já o óleo reduz a fluência para concentrações entre 0 e 7% e a aumenta para proporções entre 7 e 14%. A superfície de resposta representada na Figura 12.b indica que valores mais baixos de fluência são obtidos ao se compor misturas com concentrações baixas de borracha e de intermediárias a altas de óleo (canto direito superior da figura) e com concentrações altas de borracha e de baixas a intermediárias de óleo (canto esquerdo inferior da figura). Os modelos obtidos nos demais teores de ligante asfáltico não apresentaram bom ajuste, o que se deve, em parte, ao pequeno número de amostras. Não foram gerados os gráficos de efeitos de componentes e as superfícies de resposta empregando estes modelos.

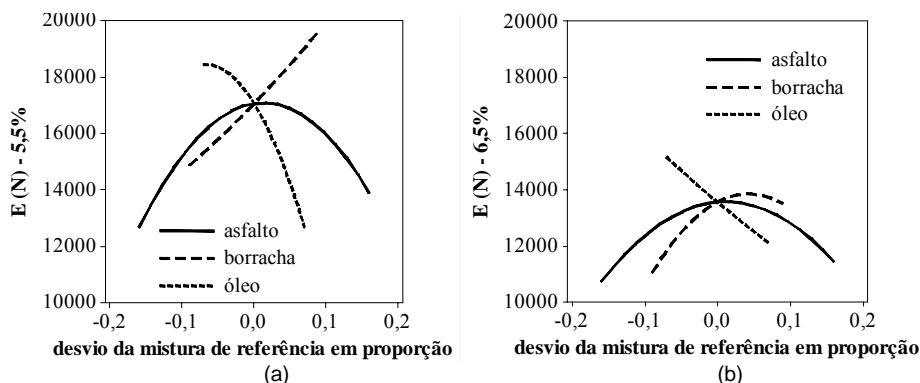


Figura 10: Efeitos dos componentes sobre a estabilidade Marshall nos teores de ligante asfáltico de (a) 5,5 e (b) 6,5%

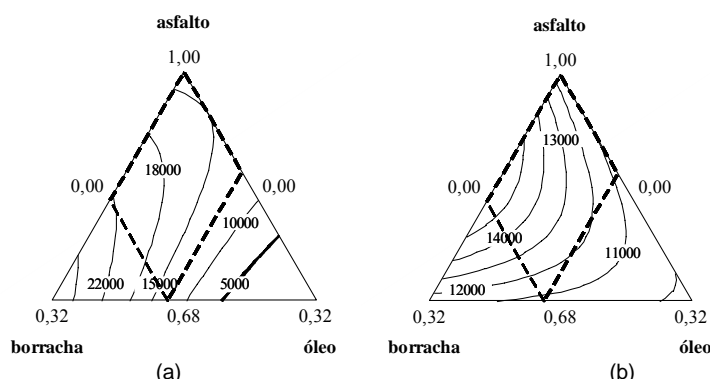


Figura 11: Superfícies de resposta para a estabilidade Marshall, em N, nos teores de ligante asfáltico de (a) 5,5 e (b) 6,5%

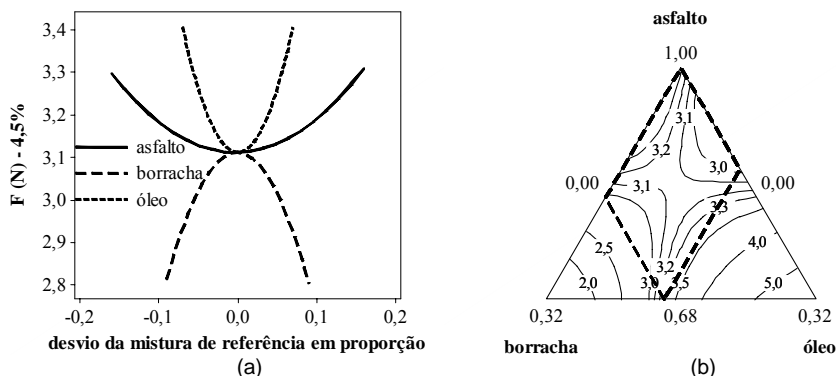


Figura 12: (a) Efeitos dos componentes e (b) superfície de resposta, para a fluência Marshall, em mm, no teor de ligante asfáltico de 4,5%

É natural associar os diferentes comportamentos constatados nos gráficos de efeitos dos componentes sobre as propriedades monitoradas à influência do teor de ligante asfáltico presente na mistura. No entanto, é importante lembrar que estes gráficos são provenientes de modelos cujos coeficientes foram ajustados com base nas amostras disponíveis. A variabilidade inerente aos dados determina se um certo coeficiente será estatisticamente significativo ou não, no nível de confiança de 95%, gerando modelos em que nem todos os termos estão presentes. Os diferentes comportamentos observados nestes gráficos são, portanto, influenciados pelo teor de ligante asfáltico, mas também pelos termos presentes no modelo, o que não permite atribuir estas diferenças apenas ao teor de ligante asfáltico.

## 7. CONCLUSÕES

Este trabalho teve por objetivo a apresentação de um procedimento empírico destinado à seleção de concentrações adequadas de borracha e de óleo extensor, para a composição de ligantes asfalto-borracha, tomando por referência os requisitos da especificação de serviço do DNIT para concretos asfálticos destinados a camada de rolamento (DNIT 031/2006 – ES). Um estudo de caso foi apresentado, a fim de demonstrar a aplicação do procedimento, do qual foram obtidas as seguintes conclusões:

- o efeito da proporção de borracha se expressa na redução da densidade aparente e da relação betume-vazios e no aumento do volume de vazios, dos vazios do agregado mineral, da estabilidade Marshall e da fluência Marshall, neste último caso, para concentrações entre 0 e 9%, reduzindo-a para proporções entre 9 e 18%;
- o óleo aumenta a densidade aparente, quando são empregadas proporções de até 7%, e a reduz para concentrações superiores, aumenta o volume de vazios, diminui os vazios do agregado mineral, para concentrações de até 8% e os aumentam para concentrações superiores, pode aumentar ou diminuir ou apresentar efeito inexpressivo sobre a relação betume-vazios, reduz a estabilidade Marshall e, no caso da fluência Marshall, o óleo a reduz para concentrações entre 0 e 7% e a aumenta para proporções entre 7 e 14%;
- para alguns teores de ligante asfáltico, indicados entre parênteses, são observados: aumento da densidade para concentrações de borracha de até 9% (4,5, 5,0 e 6,0%), efeito parabólico do óleo sobre o volume de vazios (4,5%), com ponto de mínimo em torno dos 7%, redução do volume de vazios provocada pelo óleo (6,5%), redução dos vazios do agregado mineral para

proporções de borracha de 0 a aproximadamente 8% (4,5, 5,0 e 6,0%), efeito parabólico do óleo sobre a relação betume-vazios, com ponto de máximo em torno dos 7% (4,5 e 5,0%), efeito inexpressivo do óleo sobre a RBV (5,5%), redução da RBV pelo óleo (6,0%) e aumento da RBV pelo óleo (6,5%);

- é possível aumentar a densidade aparente das misturas asfálticas aumentando o teor de ligante asfáltico e também as proporções dos modificadores;
- volumes de vazios entre 3 e 5% só podem ser obtidos para teores altos de ligante asfáltico: nos teores de 4,5, 5,0 e 5,5%, os volumes de vazios mínimos obtidos são 8,0, 6,9 e 5,1%, respectivamente; já no teor de 6,0%, é possível obter volumes de vazios entre 3,1 e 5% e valores superiores são obtidos para composições com concentrações de borracha até 10,0%, para qualquer teor de óleo, ou qualquer concentração de borracha, para proporções de óleo não superiores a 5,0%; no teor de 6,5%, volumes de vazios entre 3 e 5% são obtidos ao se empregar composições com proporções de borracha entre 2 e 10%, para qualquer proporção de óleo, e com concentrações de borracha entre 2 e 14%, para proporções de óleo entre 10 e 14%;
- o requisito de vazios do agregado mineral mínimo (16%) é atendido por todas as composições, nos teores de ligante asfáltico de 5,0, 5,5, 6,0 e 6,5%; a 4,5%, a maioria das composições não atende este nível de VAM mínimo;
- apenas nos teores de 6,0 e 6,5% são verificados valores de relação betume-vazios na faixa especificada pelo DNIT; no teor de 6,0%, valores de RBV entre 75 e 81% são obtidos quando são empregadas proporções de borracha entre 0 e 7%, para qualquer concentração de óleo, ou proporções de borracha entre 0 e 11%, para concentrações de óleo entre 0 e 7%; no teor de 6,5%, valores de RBV entre 72 e 82% são obtidos para proporções de borracha entre 3 e 8%, para qualquer proporção de óleo;
- o requisito de estabilidade Marshall é atendido por todas as composições, nos teores de ligante asfáltico de 5,5, 6,0 e 6,5%.

No que se refere à adequação de especificações destinadas ao projeto de misturas asfálticas empregando ligantes asfálticos convencionais para guiar o projeto de misturas asfálticas empregando ligantes asfalto-borracha, observa-se que os requisitos tradicionais são pouco conservadores em termos de vazios do agregado mineral e conservadores em relação a volume de vazios e a relação betume-vazios. Nas situações em que é conservadora, a norma elimina a possibilidade

do emprego de concentrações de intermediárias a altas de borracha, embora a experiência mostre que proporções altas de borracha podem proporcionar misturas com características de trabalhabilidade e propriedades mecânicas adequadas. Para que os requisitos da norma empregada sejam atendidos, por pelo menos um número pequeno de composições, é necessário o emprego de teores de ligante asfáltico altos. Tais constatações evidenciam a necessidade de reflexões adicionais acerca da aplicação de normas vigentes a materiais de natureza peculiar como o ligante asfalto-borracha.

## AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem à SIX-Petrobras, pelo fornecimento do óleo de xisto, ao Cenpes-Petrobras pela disponibilização do laboratório para a preparação das amostras e realização de ensaios, à Artgoma S.A. pelo fornecimento da borracha moída, à Capes pela concessão de bolsa de mestrado para a primeira autora e à FAPESP pela concessão de bolsa de doutorado ao segundo autor e de Auxílio à Pesquisa ao quarto autor.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Cornell J. A. (2002) *Experiments with Mixtures: Design, Models, and the Analysis of Mixture Data* (3rd. ed.). John Wiley & Sons, New York.
- Faxina A. L. (2006) *Estudo da Viabilidade Técnica do Uso do Resíduo de Óleo de Xisto como Óleo Extensor em Ligantes Asfalto-borracha*. 308 p. Tese (Doutorado) – Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2006.
- Montgomery D. C. e E. A. Peck (1992) *Introduction to Linear Regression Analysis* (2nd. ed.). John Wiley & Sons, New York.
- Myers, R. H. e D. C. Montgomery, (1995) *Response Surface Methodology: process and product optimization using designed experiments*. John Wiley & Sons. New York.
- Sória M. H. A.; A. L. Faxina; F. Pilati; G. T. P. Fabbri, A. C. Gigante; L. F. M. Leite (2007) Efeitos da Borracha Moída e do Resíduo de Óleo de Xisto sobre os Parâmetros Volumétricos da Dosagem Marshall. 38<sup>a</sup>. *Reunião Anual de Pavimentação*, 2007, Manaus, Associação Brasileira de Pavimentação.