Claudia Cristina Ferro

**EFEITO DO TEOR E GRANULOMETRIA DE BORRACHA,
DO TEMPO E DA TEMPERATURA DE MISTURA E DO
TEMPO DE ARMAZENAMENTO SOBRE PROPRIEDADES
DO LIGANTE ASFALTO-BORRACHA**

DEDALUS - Acervo - EESC

Serviço de Pós-Graduação EESC/USP

EXEMPLAR REVISADO

Data de entrada no Serviço: 06.1.02.1.2004

Ass.: *Leandro Caroli*

Dissertação apresentada à Escola de Engenharia de São Carlos da Universidade de São Paulo, como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Engenharia dos Transportes

ORIENTADOR: Prof. Dr. José Leomar Fernandes Júnior

São Carlos
2003

Class.	TESE EESC
Cult.	2566
Tombo	1041104
Sysno	135 9665

Ficha catalográfica preparada pela Seção de Tratamento
da Informação do Serviço de Biblioteca – EESC/USP

F395e Ferro, Claudia Cristina
Efeito do teor e granulometria de borracha, do tempo e da temperatura de mistura e do tempo de armazenamento sobre propriedades do ligante asfalto-borracha / Claudia Cristina Ferro. -- São Carlos, 2003.

Dissertação (Mestrado) -- Escola de Engenharia de São Carlos-Universidade de São Paulo, 2003.

Área: Transportes

Orientador : Prof. Dr. José Leomar Fernandes Júnior.

1. Ligante asfáltico. 2. Asfalto-borracha.
3. Processo úmido. 4. Método Superpave. I. Título.

FOLHA DE JULGAMENTO

Candidata: Engenheira **CLAUDIA CRISTINA FERRO**

Dissertação defendida e julgada em 23-01-2004 perante a Comissão Julgadora:

Prof. Assoc. **JOSÉ LEOMAR FERNANDES JÚNIOR** (Orientador)
(Escola de Engenharia de São Carlos/USP) APROVADA

Prof. Dr. **GLAUCO TÚLIO PESSA FABBRI**
(Escola de Engenharia de São Carlos/USP) APROVADA

Profª. Dra. **ELIANE VIVIANI**
(UNESP/Campus de Bauru) APROVADA

Prof. Assoc. **JOSÉ REYNALDO ANSELMO SETTI**
Coordenador do Programa de Pós-Graduação em
Engenharia de Transportes

Prof. Assoc. **MURILO ARAUJO ROMERO**
Vice-Presidente em exercício da Comissão de Pós-Graduação

Dedicatória

***À minha filha Giovanna, ao meu marido Rogério,
aos meus pais, Luciano e Maria Ferro e minha
nonna Violeta in memoriam.***

Agradecimentos

Ao Prof. Dr. José Leomar Fernandes Júnior, pelo interesse demonstrado para a elaboração deste trabalho.

Aos técnicos do Laboratório de Estradas do Departamento de Transporte da Escola de Engenharia de São Carlos - USP, Antonio C. Gigante, João Domingos P. Filho e Paulo Toyama.

A engenheira Leni F. M. Leite pela atenção e colaboração junto ao CENPES (Petrobrás, RJ).

Aos técnicos do laboratório de asfalto do CENPES (Petrobrás, RJ), Áurea C. da Silva, Adriana Tinoco Martins, Mariana G. Oliveira Macedo e Sérgio do Nascimento, pelo auxílio na realização da parte experimental da dissertação.

Ao engenheiro Rafael Marçal M. dos Reis (Ipiranga Asfaltos S/A) e Midas Elastômeros do Brasil Ltda, pelo fornecimento da borracha utilizada neste trabalho.

A Marco Antonio Furtado de Souza, pela ajuda com a análise estatística.

Aos colegas Benedito Coutinho Neto e Adalberto Leandro Faxina pela atenção com este trabalho e a Claudio Luiz D. Neves Filho pelo auxílio na preparação dos materiais, no laboratório.

Ao engenheiro Paulo Pita e Usina Bandeirantes – São Carlos, pelo fornecimento do asfalto.

Aos professores e funcionários do Departamento de Transporte – EESC – USP.

Sumário

<i>Lista de Tabelas</i>	i
<i>Lista de Figuras</i>	vii
<i>Resumo</i>	xi
<i>Abstract</i>	xiii
<i>1 - Capítulo 1 – Introdução</i>	1
<i>2 - Capítulo 2 – Ligante Asfáltico</i>	5
<i>2.1 - Comportamento do Ligante Asfáltico</i>	5
<i>2.2 - Comportamento Reológico</i>	7
<i>2.2.1 – Viscosidade</i>	10
<i>2.2.2 – Fluido Newtoniano</i>	14
<i>2.3 - Envelhecimento do Ligante Asfáltico</i>	16
<i>2.4 - Classificação do Ligante Asfáltico</i>	17
<i>2.4.1 -Por penetração</i>	18
<i>2.4.2 -Por viscosidade</i>	20
<i>2.4.3 - Superpave</i>	21
<i>3 - Capítulo 3 – Ligante Asfalto-Borracha</i>	23
<i>3.1 -Histórico</i>	23
<i>3.2 - Meio Ambiente</i>	25
<i>3.3 - Asfalto-Borracha</i>	26
<i>4 - Capítulo 4 – Materiais, Equipamento e Métodos Empregados</i>	35
<i>4.1 - Programação Fatorial</i>	35
<i>4.1.1 - Variáveis Independentes</i>	35
<i>4.1.1.1 - Tipo de Borracha</i>	36
<i>4.1.1.2 – Teor e Granulometria da Borracha</i>	39
<i>4.1.1.3 - Temperatura e Tempo de Mistura</i>	40

4.1.1.4 - Tempo de Armazenamento	40
4.1.1.5 - Ligante Asfáltico	40
4.2 -Preparação das amostras asfalto-borracha	41
4.3 -Variáveis Dependentes	42
4.3.1 -Ensaio Tradicionais	42
4.3.1.1 -Penetração	42
4.3.1.2 -Ponto de Amolecimento	43
4.3.1.3 -Ponto de Fulgor	43
4.3.2 -Ensaio do Método Superpave	43
4.3.2.1 - Viscosidade Aparente Brookfield	44
4.3.2.2 -Cisalhamento Dinâmico	45
4.3.2.3 -Envelhecimento de Curto Prazo	47
5 - Capítulo 5 – Resultados e Análises	49
5.1 -Ensaio Tradicionais	50
5.1.1 - Penetração	50
5.1.2 - Ponto de Amolecimento	51
5.1.3 - Ponto de Fulgor	52
5.2 - Tempo de Armazenamento de 6 meses	53
5.2.1 – Ponto de Amolecimento	53
5.2.2 – Penetração	54
5.3 - Tempo de Armazenamento de 24 meses	55
5.3.1 – Penetração	55
5.3.2 – Ponto de Amolecimento	57
5.4 - Ensaio do Método Superpave	62
5.4.1 - Envelhecimento de Curto Prazo (RTFOT)	62
5.4.2 - Cisalhamento Dinâmico (DSR) do Ligante não- envelhecido	62
5.4.3 - Cisalhamento Dinâmico(DSR) do ligante após envelhecimento de Curto Prazo	65
5.4.4 - Viscosidade Aparente Brookfield	67

5.5 - <i>Análise Estatística</i>	69
6 - <i>Capítulo 6 – Conclusão</i>	117
<i>Referência Bibliográfica</i>	121
<i>Anexos</i>	129
<i>Anexo 1 – Resultados da viscosidade Brookfield a 135° C ..</i>	130
<i>Anexo 2 – Valores da perda de massa</i>	136

Lista de Tabelas

TABELA 1 -	Requisitos para classes de penetração (ASTM D946)	19
TABELA 2 -	Tipos de ligantes Superpave	22
TABELA 3 -	Especificação para diferentes tipos de ligante asfalto-borracha proposta pela BAKER RUBBER Inc (1998)	33
TABELA 4 -	Propriedades físicas de ligante asfalto-borracha (ASTM, 1997)	33
TABELA 5 -	Especificação Superpave de ligantes asfálticos (D4 – Proposal P248)	34
TABELA 6 -	Resumo de projetos de pesquisa que analisaram o ligante asfalto-borracha	37
TABELA 6 -	Continuação - Resumo de projetos de pesquisa que analisaram o ligante asfalto-borracha	38
TABELA 7 -	Combinações de fatores e níveis executados na pesquisa .	39
TABELA 9 -	Resultados de penetração das misturas asfalto-borracha ...	50
TABELA 10 -	Resultados de ponto de amolecimento das misturas asfalto-borracha	51
TABELA 11 -	Resultados do ponto de fulgor das misturas asfalto-borracha	52
TABELA 12 -	Resultados de ponto de amolecimento após 6 meses de armazenamento	53
TABELA 13 -	Resultados de penetração após 6 meses de armazenamento	54

TABELA 14 - Resultados de penetração das amostras produzidas por Oda (2000)	55
TABELA 15 - Resultados de penetração após 24 meses de armazenamento	56
TABELA 16 - Resultados de ponto de amolecimento das amostras produzidas por Oda (2000)	58
TABELA 17 - Resultados de ponto de amolecimento das amostras produzidas por Oda (2000)	58
TABELA 18 - Resultados do ensaio DSR do ligante não-envelhecido – G^* (Pa) (temperatura de ensaio = 64° C)	63
TABELA 19 - Resultados do ensaio DSR do ligante não-envelhecido – δ (graus)	63
TABELA 20 - Resultados do ensaio DSR do ligante não-envelhecido – $G^*/\sin \delta$ (kPa)	63
TABELA 21 - Resultados do ensaio DSR após envelhecimento de curto prazo – G^* (Pa) (temperatura de ensaio = 64° C)	65
TABELA 22 - Resultados do ensaio DSR após envelhecimento de curto prazo – δ (graus)	65
TABELA 23 - Resultados do ensaio DSR após envelhecimento de curto prazo – $G^*/\sin \delta$ (kPa)	65
TABELA 24 - Resultados do ensaio de viscosidade Brookfield a 135° C	68
TABELA 25 - Resultados de Penetração das amostras de asfalto-borracha	70
TABELA 26 - Análise de variância dos resultados dos ensaios de penetração	70
TABELA 27 - Análise de variância particionada dos resultados dos ensaios de penetração	71
TABELA 28 - Teste de comparações múltiplas de Duncan para o ensaio de penetração	72

TABELA 29 - Resultados do ponto de amolecimento para amostras de asfalto-borracha	73
TABELA 30 - Análise de variância dos resultados do ensaio de ponto de amolecimento	74
TABELA 31 - Análise de variância particionada dos resultados do ensaio de ponto de amolecimento	74
TABELA 32 - Teste de comparações múltiplas de Duncan para o ensaio de ponto de amolecimento	75
TABELA 33 - Resultados do ponto de fulgor para as amostras de asfalto-borracha	76
TABELA 34 - Análise de variância dos resultados do ensaio de ponto de fulgor	77
TABELA 35 - Resultados do DSR – amostra não-envelhecida – δ (graus)	77
TABELA 36 - Análise de variância dos resultados do ensaio DSR – amostra virgem (δ – graus)	77
TABELA 37 - Análise de variância particionada dos resultados do ensaio DSR – amostra virgem (δ – graus)	78
TABELA 38 - Teste de comparações múltiplas de Duncan para o ensaio DSR – amostra virgem (δ – graus)	79
TABELA 39 - Resultados do DSR – amostra não-envelhecida – G^* (Pa)	81
TABELA 40 - Análise de variância dos resultados do ensaio DSR – amostra virgem (G^* - Pa)	82
TABELA 41 - Análise de variância particionada dos resultados do ensaio DSR – amostra virgem (G^* - Pa)	82
TABELA 42 - Teste de comparações múltiplas de Duncan para o ensaio DSR – amostra virgem (G^* - Pa)	83
TABELA 43 - Resultados do DSR – amostra não-envelhecida - ($G^*/\sin\delta$ - kPa)	85

TABELA 44 -	Análise de variância dos resultados do ensaio DSR – amostra virgem ($G^*/\text{sen}\delta$ - kPa)	85
TABELA 45 -	Análise de variância particionada dos resultados do ensaio DSR – amostra virgem ($G^*/\text{sen}\delta$ - kPa)	86
TABELA 46 -	Teste de comparações múltiplas de Duncan para o ensaio DSR – amostra virgem ($G^*/\text{sen}\delta$ - kPa)	87
TABELA 47 -	Resultados do ensaio DSR – amostra envelhecida após RTFOT - (δ – graus)	89
TABELA 48 -	Análise de variância dos resultados do ensaio DSR – amostra envelhecida após RTFOT (δ – graus)	89
TABELA 49 -	Análise de variância particionada dos resultados do ensaio DSR – amostra envelhecida após RTFOT (δ – graus)	90
TABELA 50 -	Teste de comparações múltiplas de Duncan para o ensaio DSR – amostra envelhecida após RTFOT (δ – graus)	90
TABELA 51 -	Resultados do ensaio DSR – amostra envelhecida após RTFOT - (G^* - Pa)	92
TABELA 52 -	Análise de variância dos resultados do ensaio DSR – amostra envelhecida após RTFOT (G^* - Pa)	93
TABELA 53 -	Análise de variância particionada dos resultados do ensaio DSR – amostra envelhecida após RTFOT (G^* - Pa)	93
TABELA 54 -	Teste de comparações múltiplas de Duncan para o ensaio DSR – amostra envelhecida após RTFOT (G^* - Pa)	94
TABELA 55 -	Resultados do ensaio DSR – amostra envelhecida após RTFOT - ($G^*/\text{sen}\delta$ - kPa)	96
TABELA 56 -	Análise de variância dos resultados do ensaio DSR – amostra envelhecida após RTFOT ($G^*/\text{sen}\delta$ - kPa)	97

TABELA 57 - Análise de variância particionada dos resultados do ensaio DSR – amostra envelhecida após RTFOT ($G^*/\sin\delta$ - kPa)	97
TABELA 58 - Teste de comparações múltiplas de Duncan para o ensaio DSR – amostra envelhecida após RTFOT ($G^*/\sin\delta$ - kPa)	98
TABELA 59 - Resultados do ensaio de viscosidade Brookfield	100
TABELA 60 - Análise de variância dos resultados do ensaio de viscosidade Brookfield	100
TABELA 61 - Análise de variância particionada dos resultados do ensaio de viscosidade Brookfield	101
TABELA 62 - Teste de comparações múltiplas de Duncan para o ensaio de viscosidade Brookfield	102
TABELA 63 - Resultados do ponto de amolecimento após 6 meses de armazenamento	105
TABELA 64- Análise de variância dos resultados do ensaio de ponto de amolecimento após 6 meses de armazenamento	105
TABELA 65- Análise de variância dos resultados do ensaio de ponto de amolecimento após 6 meses de armazenamento	106
TABELA 66 - Análise de variância particionada dos resultados do ensaio de ponto de amolecimento após 6 meses de armazenamento	107
TABELA 67- Teste de comparações múltiplas de Duncan para o ensaio de ponto de amolecimento após 6 meses de armazenamento	108
TABELA 68 - Resultados de penetração após 6 meses de armazenamento	110
TABELA 69 - Análise de variância dos resultados do ensaio de penetração após 6 meses de armazenamento	110
TABELA 70- Análise de variância particionada dos resultados do ensaio de penetração após 6 meses de armazenamento	111

TABELA 71-	Teste de comparações múltiplas de Duncan para o ensaio de penetração após 6 meses de armazenamento	112
TABELA 72 -	Resumo dos fatores relevantes de cada ensaio	114
TABELA 73 -	Resultados da viscosidade Brookfield da amostra 1	130
TABELA 74 -	Resultados da viscosidade Brookfield da amostra 2	130
TABELA 75 -	Resultados da viscosidade Brookfield da amostra 3	131
TABELA 76 -	Resultados da viscosidade Brookfield da amostra 4	131
TABELA 77 -	Resultados da viscosidade Brookfield da amostra 5	132
TABELA 78 -	Resultados da viscosidade Brookfield da amostra 6	132
TABELA 79 -	Resultados da viscosidade Brookfield da amostra 7	133
TABELA 80 -	Resultados da viscosidade Brookfield da amostra 8	133
TABELA 81 -	Resultados da viscosidade Brookfield da amostra 9	134
TABELA 82 -	Resultados da viscosidade Brookfield da amostra 10	134
TABELA 83 -	Resultados da viscosidade Brookfield da amostra 11	135
TABELA 84-	Valores da perda de massa	136

Lista de Figuras

FIGURA 1 -	Vista microscópica das características do fluxo de um fluido (Asphalt Institute, 1994)	6
FIGURA 2 -	Comportamento reológico dos ligantes asfálticos em função do tempo de aplicação de carga (ROBERTS, et al. 1991)	9
FIGURA 3 -	Deformação de um corpo sólido (SCHRAMM, 1994)	10
FIGURA 4 -	Fluxo entre placas paralelas (SCHRAMM, 1994)	11
FIGURA 5 -	Comportamento viscoelástico de materiais asfálticos (Asphalt Institute, 1995)	13
FIGURA 6 -	Comportamento tensão-deformação de materiais asfálticos (Asphalt Institute, 1995)	14
FIGURA 7 -	Tipos de comportamento do fluxo (SCHRAMM, 1994) ...	15
FIGURA 8 -	Comparação entre as especificações tradicionais (ROBERST et al., 1998)	21
FIGURA 9 -	Corte de um pneu radial de automóvel	26
FIGURA 10 -	Curva Granulométrica da borracha	39
FIGURA 11 -	Operação do viscosímetro rotacional (Asphalt Institute, 1995)	45
FIGURA 12 -	Funcionamento de um reômetro de cisalhamento dinâmico (Asphalt Institute, 1995)	46
FIGURA 13 -	Efeito do teor de borracha na penetração (1/10 mm) do ligante asfalto-borracha	50

FIGURA 14 -	Efeito do teor de borracha no ponto de amolecimento (°C) do ligante asfalto-borracha	51
FIGURA 15 -	Efeito do teor de borracha no ponto de fulgor (°C) do ligante asfalto-borracha	52
FIGURA 16 -	Comparação dos resultados do ponto de amolecimento para cada amostra	54
FIGURA 17 -	Comparação dos resultados de penetração para cada amostra	55
FIGURA 18 -	Efeito do tempo de armazenamento sobre os resultados de penetração para o teor de borracha (# 50 - # 100) e temperatura de mistura de 160° C	56
FIGURA 19 -	Efeito do tempo de armazenamento sobre os resultados de penetração para o teor de borracha (# 50 - # 100) e temperatura de mistura de 170° C	56
FIGURA 20 -	Efeito do tempo de armazenamento sobre os resultados de penetração para o teor de borracha (# 40 - # 50) e temperatura de mistura de 160° C	57
FIGURA 21 -	Efeito do tempo de armazenamento sobre os resultados de penetração para o teor de borracha (# 40 - # 50) e temperatura de mistura de 170° C	57
FIGURA 22 -	Efeito do tempo de armazenamento sobre os resultados de ponto de amolecimento para o teor de borracha (# 50 - # 100) e temperatura de mistura de 160° C	58
FIGURA 23 -	Efeito do tempo de armazenamento sobre os resultados de ponto de amolecimento para o teor de borracha (# 50 - # 100) e temperatura de mistura de 170° C	59
FIGURA 24 -	Efeito do tempo de armazenamento sobre os resultados de ponto de amolecimento para o teor de borracha (# 40 - # 50) e temperatura de mistura de 160° C	59

FIGURA 25 -	Efeito do tempo de armazenamento sobre os resultados de ponto de amolecimento para o teor de borracha (# 40 - # 50) e temperatura de mistura de 170° C	59
FIGURA 26 -	Exemplo da formação de “crosta” em amostra de asfalto-borracha para ensaio de penetração	61
FIGURA 27 -	Exemplo da formação de “crosta” em amostra de asfalto-borracha para ensaio de penetração	61
FIGURA 28 -	Efeito do teor de borracha no módulo de cisalhamento complexo	64
FIGURA 29 -	Efeito do teor de borracha no ângulo de fase	64
FIGURA 30 -	Efeito do teor de borracha na resistência à deformação permanente	64
FIGURA 31 -	Efeito do teor de borracha no módulo de cisalhamento complexo após envelhecimento de curto prazo	66
FIGURA 32 -	Efeito do teor de borracha no ângulo de fase após envelhecimento de curto prazo	66
FIGURA 33 -	Efeito do teor de borracha na resistência à deformação permanente após envelhecimento de curto prazo	67
FIGURA 34 -	Efeito do teor de borracha na viscosidade Brookfield a 135° C	68
FIGURA 35 -	Gráfico normal probabilístico do ensaio de penetração	73
FIGURA 36 -	Gráfico normal probabilístico do ensaio de ponto de amolecimento	76
FIGURA 37 -	Gráfico normal probabilístico do ensaio DSR – amostra virgem (δ – graus)	80
FIGURA 38 -	Gráfico dos Resíduos versus Preditos do ensaio DSR - amostra virgem (δ – graus)	81
FIGURA 39 -	Gráfico normal probabilístico do ensaio DSR – amostra virgem (G^* - Pa)	84
FIGURA 40 -	Gráfico dos Resíduos versus Preditos do ensaio DSR - amostra virgem (G^* - Pa)	84

FIGURA 41 - Gráfico normal probabilístico do ensaio DSR – amostra virgem ($G^*/\sin\delta$ - kPa)	87
FIGURA 42 - Gráfico dos Resíduos versus Preditos do ensaio DSR - amostra virgem ($G^*/\sin\delta$ - kPa)	88
FIGURA 43 - Gráfico normal probabilístico do ensaio DSR – amostra envelhecida após RTFOT (δ - graus)	91
FIGURA 44 - Gráfico dos Resíduos versus Preditos do ensaio DSR - amostra envelhecida após RTFOT (δ - graus)	92
FIGURA 45 - Gráfico normal probabilístico do ensaio DSR – amostra envelhecida após RTFOT (G^* - Pa)	95
FIGURA 46 - Gráfico dos Resíduos versus Preditos do ensaio DSR - amostra envelhecida após RTFOT (G^* - Pa).....	96
FIGURA 47 - Gráfico normal probabilístico do ensaio DSR – amostra envelhecida após RTFOT ($G^*/\sin\delta$ - kPa)	99
FIGURA 48 - Gráfico dos Resíduos versus Preditos do ensaio DSR - amostra envelhecida após RTFOT ($G^*/\sin\delta$ - kPa)	100
FIGURA 49 - Gráfico normal probabilístico do ensaio de viscosidade Brookfield a 135° C	104
FIGURA 50 - Gráfico dos Resíduos versus Preditos do ensaio de viscosidade Brookfield a 135° C	109
FIGURA 51 - Gráfico normal probabilístico do ensaio de ponto de amolecimento	109
FIGURA 52 - Gráfico dos Resíduos versus Preditos do ensaio de ponto de amolecimento	110
FIGURA 53 - Gráfico normal probabilístico do ensaio de penetração	113
FIGURA 54 - Gráfico dos Resíduos versus Preditos do ensaio de penetração	113

Resumo

A produção de um ligante modificado com a borracha de pneus usados tem-se tornado viável em virtude do aumento da rigidez a temperaturas elevadas e da flexibilidade a baixas temperaturas que ele proporciona no revestimento dos pavimentos flexíveis, contribuindo para amenizar dois dos principais defeitos que afetam este tipo de pavimento, a saber, a deformação permanente nas trilhas de roda e as trincas por fadiga. Em acréscimo, consegue-se diminuir a quantidade de pneus dispostos em aterros sanitários, disponibilizando espaço e evitando problemas ambientais e de saúde pública, pois o acúmulo de pneus facilita a procriação de insetos e de outros vetores de doenças. Utilizando-se ensaios tradicionais e ensaios do método Superpave, neste trabalho são analisados os efeitos dos principais fatores que condicionam o comportamento do ligante asfalto-borracha (teor e granulometria das partículas de borracha, tempo e temperatura de mistura, mantida constante em 155° C) e as alterações nas propriedades físicas do ligante asfalto-borracha durante o tempo de armazenamento.

Palavras-chaves: ligante asfáltico, asfalto-borracha, processo úmido, método Superpave.

Abstract

The production of a modified binder with used tire has become possible because of the increase in the stiffness at high temperature and the flexibility at low temperature that it brings to the surface layers of flexible pavements. The asphalt-rubber binders help to prevent two of the most important problems that affect flexible pavements, that is, the permanent deformation in the wheel tracks and fatigue cracking. In addition, it is possible to reduce the amount of tires disposed in sanitary landfills, increasing the service-life and avoiding environmental and health problems. Using traditional tests and tests of the Superpave method, this study analyses the effects of the main factors that affects the behavior of the asphalt-rubber binder (content and gradation of rubber particles, reaction temperature fixed in 155° C and time) and the changes in the physical properties of asphalt-rubber binder during the storage time.

Key-word: asphalt binder, asphalt-rubber, wet process and Superpave method.

1 - Capítulo 1 – INTRODUÇÃO

O objetivo de pesquisas sobre a adição de borracha de pneus usados (natural, sintética e a combinação de ambas) no ligante asfáltico (processo “úmido”) é o de desenvolver misturas com melhores características físicas, particularmente aquelas que aumentam a elasticidade do ligante asfáltico.

Com o ligante asfalto-borracha, formado pela incorporação de borracha de pneus moída ao ligante asfáltico antes da adição do agregado, tem-se, conforme vários trabalhos mostraram, maior resistência à deformação permanente, melhor resistência à derrapagem, aumento do ponto de amolecimento, retardamento do envelhecimento e a redução da susceptibilidade térmica.

O aumento da elasticidade faz com que o ligante asfáltico seja mais resistente à deformação permanente. As medidas com altas temperaturas para a análise da deformação permanente são feitas com amostras originais e com amostras envelhecidas no ensaio RTFOT (*Rolling Thin Film Oven Test* – ensaio de filme fino em estufa rotativa). A amostra envelhecida no ensaio RTFOT representa o ligante asfáltico imediatamente após a sua aplicação, mas antes do início da ação oxidante de longo prazo. Como a ação oxidante de longo prazo aumenta a rigidez do ligante asfáltico, o mesmo ocorre com a resistência à deformação permanente do ligante.

As pesquisas do programa SHRP (*Strategic Highway Research Program*) consideram o fenômeno de carregamento cíclico, sob tensão controlada, na determinação dos parâmetros de deformação permanente (G^* e δ). O trabalho dissipado em cada ciclo de carregamento pode ser reduzido ou pelo aumento do valor G^* ou pela diminuição do valor de δ . Isto porque o aumento de G^* de um ligante asfáltico aumenta a sua rigidez e assim aumenta a resistência à deformação permanente. Também a diminuição do δ faz com que o ligante asfáltico fique mais elástico, novamente aumentando sua resistência à deformação permanente.

Devido à sua natureza termoplástica, um ligante asfáltico apresenta grande variação de consistência quando submetido a diferentes temperaturas. Para evitar que ocorram problemas como, por exemplo, deformação permanente devido a baixa consistência sob elevadas temperaturas e formação de trincas devido a alta rigidez sob baixas temperaturas, é importante conhecer a susceptibilidade térmica do ligante asfáltico ou, melhor ainda, o seu comportamento reológico.

A deformação permanente nas trilhas de roda é um tipo de distorção que se manifesta sob a forma de depressões longitudinais, sendo decorrente da densificação dos materiais e, principalmente, de ruptura por cisalhamento. A resistência ao cisalhamento de uma mistura asfáltica depende da estrutura dos agregados e também das características de rigidez do ligante asfáltico.

As trincas por fadiga ocorrem devido à ação das cargas repetidas do tráfego e, também, devido à falta de flexibilidade ou elasticidade na camada asfáltica do pavimento, que não consegue suportar as solicitações do tráfego sem trincar.

Outro interesse no ligante asfalto-borracha é a contribuição para a minimização de graves problemas ambientais e de saúde pública causados pela

disposição dos pneus usados em locais inadequados. Além disso, existe a dificuldade de compactação dos pneus, que ocupam muito espaço e reduzem a vida útil dos aterros sanitários.

Há uma tendência de enrijecimento do ligante asfáltico com o tempo de armazenamento, o qual pode ser benéfico do ponto de vista da redução da deformação permanente, mas que também pode resultar em trincamentos precoces, desgaste e maior susceptibilidade à umidade.

Neste trabalho foram utilizadas amostras de asfalto-borracha produzidas em 2000, com a finalidade de avaliação do tempo de armazenamento, e também amostras recém produzidas, variando-se o teor de borracha (12% e 18%), a granulometria da borracha (# 40 a # 50 ou 0,42 a 0,297 mm, # 50 a # 80 ou 0,297 a 0,177 mm e material passado na #80 ou menor que 0,177 mm) e o tempo de reação (20 e 50 minutos), visando caracterizar os efeitos desses fatores e de suas interações, mesmo com a temperatura mantida constante em 155° C, em virtude dos equipamentos do laboratório.

1.1 - Objetivo do Trabalho

Este trabalho, através dos ensaios tradicionais (de penetração, de ponto de amolecimento e de ponto de fulgor) e dos ensaios do método Superpave (de viscosidade aparente Brookfield, de cisalhamento dinâmico antes e após o envelhecimento a curto prazo), avalia os efeitos da combinação dos fatores teor de borracha, granulometria, tempo de reação e temperatura de mistura no comportamento do ligante asfalto-borracha. Avalia-se, também, o tempo de armazenamento das misturas por períodos de 6 meses e de 24 meses, através dos ensaios convencionais (de penetração e de ponto de amolecimento).

1.2 - Organização do Trabalho

Capítulo 2 – Descreve o comportamento do ligante asfáltico em função da temperatura e do tempo de carregamento e como pode ser caracterizado através do módulo de rigidez, viscosidade e de ensaios dinâmicos.

Capítulo 3 – Apresenta um resumo da revisão bibliográfica sobre o ligante asfalto-borracha desenvolvido pelo processo úmido.

Capítulo 4 – Mostra os materiais e equipamentos utilizados neste trabalho para a preparação das misturas de asfalto-borracha. Define os fatores e níveis e descreve os procedimentos dos ensaios tradicionais (penetração, ponto de amolecimento e ponto de fulgor) e dos ensaios do método Superpave (Viscosidade Brookfield, Cisalhamento Dinâmico e envelhecimento de curto prazo) para avaliação dos ligantes asfalto-borracha.

Capítulo 5 – Apresenta os resultados dos ensaios tradicionais e os ensaios do método Superpave, junto com a análise estatística.

Capítulo 6 – Apresenta as conclusões finais e sugestões para futuros trabalhos.

2 - Capítulo 2 – LIGANTE ASFÁLTICO

Asfalto é um material cimentante escuro ou preto, em que os constituintes principais são betumes. Betume é uma substância cimentante natural ou fabricada, composta principalmente de hidrocarbonetos de alto peso molecular, que pode ocorrer na natureza ou ser obtido pelo processamento do petróleo.

O asfalto natural é encontrado em veios de formações rochosas ou impregnados em várias formações de calcário e arenito. Materiais asfálticos típicos são os do lago de Trinidad, na Ilha de Trinidad, e do lago de Bermudez, na Venezuela. Em Trinidad a porcentagem de asfalto varia de 50 a 57.

O asfalto do petróleo é obtido pelo refinamento do petróleo cru, que separa os vários produtos e permite que se extraia o asfalto. Atualmente, a maior parte da produção de asfalto é resultante da destilação do petróleo em unidades industriais (refinarias). Em obras de pavimentação, os asfaltos podem ser denominados ligantes asfálticos, cimentos asfálticos ou materiais asfálticos, sendo adotado neste trabalho o termo mais genérico ligante asfáltico.

2.1 - Comportamento do Ligante Asfáltico

O comportamento do ligante asfáltico depende da temperatura e do tempo de aplicação de carga. Em temperaturas elevadas ou sob carregamento demorado (por exemplo, movimento lento de caminhões), o cimento asfáltico se comporta como um líquido viscoso. A viscosidade é uma característica usada para descrever a resistência dos líquidos ao fluxo. Se fosse possível observar um

líquido viscoso fluindo lentamente, seriam vistas camadas superpostas, deslizando umas sobre as outras, conforme mostrado na Figura 1.

Figura 1 - Vista microscópica das características do fluxo de um fluido (Asphalt Institute, 1994)

A força de resistência entre essas camadas é descrita pela velocidade relativa com a qual elas deslizam uma sobre a outra. A relação entre a força de resistência e a velocidade relativa é diferente para os vários tipos de líquidos. A viscosidade (η) é característica usada para expressar essa diferença (Equações 1 e 2).

$$\eta = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} \quad \text{Eq. 1}$$

$$\dot{\gamma} = \frac{\Delta\gamma}{\Delta t} \quad \text{Eq. 2}$$

onde:

- τ é a resistência cisalhante entre as camadas;
- $\dot{\gamma}$ é a taxa de distorção, velocidade relativa com que a camada 1 desliza sobre a camada 2.

Nas baixas temperaturas (inverno) ou sob a aplicação rápida de carga, o asfalto se comporta como um sólido elástico. O aumento da rigidez sob baixas temperaturas pode tornar o asfalto frágil, razão pela qual se desenvolvem as trincas nos pavimentos durante o inverno, quando as tensões internas vão se acumulando à medida que o pavimento tenta se retrair mas é impedido.

2.2 - Comportamento Reológico

A reologia compreende o estudo da deformabilidade dos materiais quando submetidos a um carregamento qualquer, levando em consideração o tempo de aplicação do carregamento e temperatura (PINTO, 1991).

Para a caracterização dos ligantes asfálticos foi introduzido, por VAN DER POEL, um parâmetro denominado módulo de rigidez (S), expresso pela Equação 3, definido pela relação entre tensão e deformação em função do tempo de carregamento e da temperatura (ROBERTS et al., 1991).

$$(S)_{t,T} = \left(\frac{\sigma}{\varepsilon} \right)_{t,T} \quad \text{Eq. 3}$$

onde:

S : módulo de rigidez;

σ : tensão normal aplicada durante um certo tempo “ t ”;

ε : deformação específica verificada após o tempo “ t ”, a uma temperatura “ T ”.

O módulo de rigidez, que caracteriza o comportamento mecânico dos asfaltos sob tensões causadas pelo tráfego e de origem térmica, está associado às características de durabilidade (variações nas propriedades devido à aplicação e estocagem) e de adesividade com os agregados (resistência que o asfalto oferece ao seu deslocamento pela água).

Nos materiais betuminosos, se a tensão aplicada for mantida constante por um período, a deformação aumenta com o tempo e, conseqüentemente, há uma

diminuição do módulo de rigidez a uma velocidade que depende da temperatura. É interessante notar que, para baixas temperaturas ($T \leq 0^\circ \text{C}$) e carregamentos de curta duração ($t \leq 10^{-2} \text{s}$), os asfaltos puros têm um comportamento aproximadamente elástico, ou seja, o módulo de rigidez (S) é praticamente igual ao módulo de elasticidade (E), atingindo valores da ordem de 3 000 Mpa.

Para tempos de carregamento muito longos e em temperaturas elevadas ($T \geq 60^\circ \text{C}$) a resistência à deformação quando o escoamento viscoso é predominante pode ser definida pela Lei de Newton, onde a velocidade de deformação é proporcional à tensão (PINTO, 1991).

Em um pavimento asfáltico, o aumento da rigidez do cimento asfáltico é desejável sob alta temperatura para evitar a deformação permanente. Por outro lado, a diminuição da rigidez do cimento asfáltico é desejável, em baixas temperaturas, para resistir às trincas por contração térmica (ROBERTS *et al.*, 1991).

A Figura 2 mostra como a rigidez das misturas asfálticas varia com o tempo de carregamento:

- tempo de aplicação da carga muito pequeno: comportamento elástico;
- tempo de aplicação da carga muito grande: comportamento viscoso;
- tempo de aplicação intermediário: comportamento viscoelástico.

O ligante asfáltico é, na maior parte das vezes, viscoelástico. Sob condições de carregamento rápido e baixa temperatura, apresenta comportamento elástico. Sob condições de carregamento lento e alta temperatura, comportamento viscoso. Sob condições intermediárias, comportamento viscoelástico.

Figura 2 - Comportamento reológico dos ligantes asfálticos em função do tempo de aplicação de carga (ROBERTS et al., 1991)

O sólido ideal deforma-se elasticamente. A energia requerida para a deformação é inteiramente recuperada quando a tensão é removida. O fluido ideal, por sua vez, deforma-se irreversivelmente e a energia requerida para a deformação é dissipada na forma de calor.

A grande maioria dos fluidos mostra um comportamento reológico entre os líquidos e os sólidos: variação tanto da elasticidade quanto da viscosidade e, portanto, são chamados “viscoelástico”. Deve-se destacar que os fluidos podem estar sujeitos a tensões cisalhantes.

Um sólido ideal, sujeito a tensão cisalhante, reage com a seguinte deformação (dL) (Figura 3). O módulo de Young (Equação 4) quantifica a ligação de natureza físico-química do sólido envolvido, ou seja, define a resistência do sólido à deformação.

Figura 3 - Deformação de um corpo sólido (SCHRAMM, 1994)

$$\tau = G \cdot \frac{dL}{dy} = G \cdot \tan \gamma \approx G \cdot \gamma \quad \text{Eq. 4}$$

onde:

τ : tensão de cisalhamento, em Pa;

G: Módulo de Young, em Pa;

$\gamma = \frac{dL}{y}$ = deformação de cisalhamento ou distorção;

y: altura do corpo sólido, em m;

dL: deformação do corpo como resultado da tensão cisalhante.

2.2.1 - Viscosidade

A resistência de um fluido a qualquer mudança irreversível de posição é chamada de viscosidade. Para manter o fluxo de um fluido, energia deve ser adicionada continuamente. Para a caracterização dos ligantes asfálticos, visando o controle de qualidade nas etapas de mistura e de compactação, tem sido mais utilizado o viscosímetro Brookfield (detalhado no capítulo 4) que determina a viscosidade aparente. A viscosidade do ligante é usada para garantir um asfalto fluido o suficiente para ser bombeado e misturado com o agregado. Apesar de

algumas especificações recomendarem a temperatura de 135° C para a realização do ensaio, tem-se utilizado também a temperatura de 175° C quando se trabalha com ligantes modificados.

A medida da viscosidade de líquidos primeiro requer a definição de parâmetros ao qual o fluxo está envolvido. Isaac Newton foi o primeiro a expressar a lei básica da viscosidade, já mostrada na Equação 1.

Uma força F aplicada a uma área A , na interface entre a placa superior e o fluido, orienta o fluxo na camada líquida (Figura 4). A velocidade de fluxo que pode ser mantida para uma dada força é controlada pela resistência interna do líquido, isto é, pela viscosidade.

Figura 4 - Fluxo entre placas paralelas (SCHRAMM, 1994)

A velocidade máxima de fluxo $V_{\text{máx}}$ é encontrada no limite superior, diminuindo até $V_{\text{mín}} = 0$ no contato com a placa fixa (Figura 4). O fluxo laminar significa que infinitesimalmente existem camadas que se deslocam em relação às vizinhas, por uma fração do deslocamento total encontrado no líquido entre ambas as placas. A velocidade de escoamento das partículas entre as placas é chamada de “taxa de cisalhamento”.

A taxa de cisalhamento é indicada como $\dot{\gamma}$. O ponto acima do γ indica que a taxa de cisalhamento é a deformação em função do tempo da ação da tensão de cisalhamento no fluxo laminar.

$$\dot{\gamma} = \frac{dv}{dy} \quad \text{Eq. 5}$$

$$\dot{\gamma} = \frac{Vmáx}{y} [s^{-1}] \quad \text{Eq. 6}$$

As equações [1] e [2] indicam outra diferença básica entre sólidos e líquidos: a tensão de cisalhamento causa deformação nos sólidos, mas nos líquidos causa uma taxa de cisalhamento. Isto significa que sólidos deformam-se enquanto que os líquidos escoam. Os parâmetros G (módulo de Young – Equação 4) e η (viscosidade – Equação 1) servem para o mesmo propósito, o de introduzir um fator de resistência, função principalmente do tipo de corpo cisalhado.

A caracterização de um ligante asfáltico geralmente é feita através de ensaios dinâmicos. Num ensaio dinâmico, a amostra de asfalto atinge uma condição estável após um número limitado de ciclos. Nessa condição são determinados o pico de tensão e o pico de deformação, cuja razão é o valor absoluto do módulo de cisalhamento dinâmico ou módulo complexo, G^* .

O G^* é, portanto, a medida da resistência total do material à deformação, quando exposto a pulsos repetidos de tensão de cisalhamento, e consiste de dois componentes: um elástico (recuperável) e um viscoso (não-recuperável). As setas indicam, na Figura 5, G^*_1 e G^*_2 , que representam os módulos complexos dos asfaltos 1 e 2.

O ângulo de fase, δ , é um indicador da quantidade de deformação recuperável e não-recuperável e corresponde ao intervalo de tempo entre a aplicação da carga (tensão aplicada) e a resposta obtida (deformação) conforme apresentado na Figura 6. Para materiais puramente elásticos, o ângulo de fase é zero, enquanto que para materiais puramente viscosos é de 90° .

Figura 5 - Comportamento viscoelástico de materiais asfálticos (Asphalt Institute, 1995)

Os valores de G^* e δ dos asfaltos dependem da temperatura e da frequência de carregamento. A temperaturas altas, os asfaltos comportam-se como fluidos viscosos, sem nenhuma capacidade de recuperação ou restauração. Neste caso, a componente viscosa do asfalto é representada pelo eixo vertical da Figura 5, sem nenhum componente elástico de G^* , já que $\delta = 90^\circ$. A baixas temperaturas (menores que 0° C), os asfaltos comportam-se como sólidos elásticos e esta condição é representada pelo eixo horizontal da Figura 5, sem nenhum componente viscoso de G^* , já que $\delta = 0^\circ$.

Figura 6 - Comportamento tensão-deformação de materiais asfálticos (Asphalt Institute, 1995)

2.2.2 - Fluido Newtoniano

Quando o escoamento é puramente viscoso, a viscosidade (η) independe da tensão de cisalhamento (τ) ou do tempo, ou seja, a velocidade de deformação é proporcional à tensão de cisalhamento.

Newton assumiu que o gráfico equivalente à Equação (1), para um fluido ideal, seria uma reta começando na origem da curva de fluxo e subindo com uma inclinação de ângulo α . Cada ponto da reta define pares de valores de τ (tensão de cisalhamento) e γ (taxa de cisalhamento). Dividindo um pelo outro encontra-se um valor para η (viscosidade). Este valor pode ser também definido como a tangente do ângulo α .

Como a curva de fluxo de um fluido ideal é contínua, a razão de todos os pares τ e γ é constante. Isto significa que a viscosidade (η) não é afetada por mudanças na taxa de cisalhamento. Todos os fluidos para os quais esta condição é verdadeira são chamados de “Newtonianos” (Curva 1, Figura 7). Todos os

outros líquidos que não exibem comportamento de fluxo “ideal” são chamados de “Não-Newtonianos”.

Figura 7 - Tipos de comportamento do fluxo (SCHRAMM, 1994)

No fluido pseudoplástico, a tensão cisalhante aplicada destrói a estrutura coloidal e produz uma nova estrutura, orientada no sentido do cisalhamento, reduzindo a viscosidade, que é a resistência ao movimento. Normalmente, o asfalto soprado é pseudoplástico. A viscosidade aparente diminui com o aumento da tensão de cisalhamento ou taxa cisalhante.

A tensão cisalhante aplicada, no fluido dilatante, favorece a formação de aglomerados, opondo-se ao movimento, aumentando o atrito e, por consequência, aumentando a viscosidade. Fornece resposta contrária ao pseudoplástico.

Muitos fluidos mostram um decréscimo na viscosidade quando a taxa de cisalhamento cresce. Outro aspecto que merece destaque é que muitos fluidos tidos como homogêneos são, de fato, compostos por partículas de forma irregular, gotículas dispersas, soluções polimerizadas com grandes emaranhados e cadeias moleculares entrelaçadas. Em repouso, esses materiais mantêm uma ordem interna e são caracterizados por uma resistência ao fluxo, isto é, grande viscosidade. Com o aumento das taxas de cisalhamento, as partículas começam a

se alinhar na direção do fluxo. Moléculas do tipo cadeia podem ser desemaranhadas, estendidas e orientadas paralelamente à força. Partículas ou moléculas alinhadas admitem deslizamento mais facilmente.

2.3 - Envelhecimento do Ligante Asfáltico

O primeiro envelhecimento significativo de um ligante asfáltico ocorre na usina, onde o agregado aquecido é misturado com o cimento asfáltico, também aquecido. Durante o tempo de mistura, o cimento asfáltico é exposto a temperaturas que variam de 135 a 163° C. Mudanças reológicas, percebidas através da diminuição da penetração e do aumento da viscosidade do cimento asfáltico, ocorrem durante esse curto período de mistura, devido à oxidação pela exposição ao ar e perda dos componentes voláteis.

O envelhecimento do cimento asfáltico continua, embora a uma taxa menor, enquanto a mistura asfáltica é processada, armazenada, transportada ao local de lançamento, lançada e compactada. Depois que a mistura asfáltica esfria e é aberta ao tráfego, o processo de envelhecimento diminui ainda mais nos primeiros 2 a 3 anos. Após esse período, são necessários longos períodos de tempo para discernir as mudanças nas propriedades reológicas do cimento asfáltico.

O envelhecimento do cimento asfáltico ocorre a uma taxa acelerada se o volume de vazios da camada asfáltica for alto, que proporciona a entrada de ar e água. A oxidação depende do tipo de cimento asfáltico e da temperatura, enquanto a volatilização, ou seja, a evaporação dos componentes mais leves do cimento asfáltico, é função da temperatura.

O ensaio RTFOT (rotação de filme fino em estufa) simula o envelhecimento do cimento asfáltico que ocorre na usina. Os ligantes asfálticos

de diferentes origens envelhecem diferentemente em serviço depois de misturados em usina (ROBERTS *et al.*, 1991).

O envelhecimento de longo prazo, simulado pelo ensaio PAV (vaso de pressão), é consequência da oxidação progressiva da mistura na pista. Em geral, o envelhecimento pode resultar em endurecimento da mistura, benéfico, do ponto de vista de distribuição do carregamento, para a resistência ao acúmulo de deformação permanente, mas que pode resultar em aumento da tendência ao aparecimento e propagação de trincas e aumento da susceptibilidade à umidade (LIANG & LEE, 1996).

2.4 - Classificação do Ligante Asfáltico

Em 1888, H.C. Bowen desenvolveu o aparelho de penetração com a finalidade de determinar a consistência dos cimentos asfálticos. Além do ensaio de penetração, há outros ensaios para medida da consistência de cimentos asfálticos, como por exemplo a viscosidade absoluta a 60° C, a viscosidade cinemática a 135° C e o ponto de amolecimento.

Após modificações no primeiro aparelho de penetração, este tornou-se o principal meio de medida e controle da consistência do cimento asfáltico semi-sólido a 25° C. Em 1901, a *Federal Highway Administration* (FHWA) e, em 1903, a *American Society for Testing and Materials* (ASTM), tornaram padrão o ensaio de penetração para controle da consistência do cimento asfáltico para pavimentação.

Em 1918, a *Federal Highway Administration* (FHWA) introduziu o sistema de classificação por penetração, adaptando várias classes às diversas condições climáticas e de aplicação. Em 1931, *American Association of State Highway Officials* (AASHO) publicou a especificação para o sistema de classificação por penetração para cimento asfáltico.

Em 1960, a *Federal Highway Administration* (FHWA), a *American Society for Testing and Materials* (ASTM), a *American Association of State Highway Officials* (AASHO) e alguns departamentos de estradas de rodagem americanos mudaram o sistema de classificação de penetração a 25° C para viscosidade a 60° C. Os objetivos foram substituir o ensaio de penetração (empírico) por um ensaio de viscosidade (fundamental) e medir a consistência a 60° C, que é a temperatura próxima da máxima que um pavimento atinge em dias quentes.

Em 1960, o Departamento de Estradas da Califórnia desenvolveu um sistema de classificação por viscosidade mediante ensaio do ligante envelhecido (AR – aged residue), após o ensaio de filme fino em estufa (TFOT).

2.4.1 - Por penetração

A classificação por penetração é baseada na consistência do cimento asfáltico a uma temperatura de 25° C, considerada a temperatura média do pavimento em serviço nos Estados Unidos. Cinco classes de penetração são especificadas: 40-50, 60-70, 85-100, 120-150 e 200-300. No Brasil são utilizadas as classes 30-45, 50-60, 85-100 e 120-150. A unidade da penetração é décimos de milímetro. Quanto menor for a penetração, mais consistente o asfalto.

A Tabela 1 informa os requisitos para as classes de penetração (ASTM D946).

Tabela 1 - Requisitos para classes de penetração (ASTM D946)

	Classes de Penetração									
	40-50		60-70		85-100		120-150		200-300	
	Min.	Máx.	Min.	Máx.	Min.	Máx.	Min.	Máx.	Min.	Máx.
Penetração a 25° C 100 g, 5 s	40	50	60	70	85	100	120	150	200	300
Ponto de Fulgor, ° C	232	-	232	-	232	-	218	-	177	-
Ductilidade a 25° C 5 cm/min., cm	100	-	100	-	100	-	100	-	100	-
Penetração depois TFOT	55+	-	52+	-	47+	-	42+	-	37+	-
Ductilidade a 25° C 5 cm/min. depois TFOT, cm	-	-	50	-	75	-	100	-	100*	-

As vantagens da classificação por penetração são:

- as classes são baseadas na consistência do cimento asfáltico a 25° C, perto da média da temperatura do pavimento em serviço. O ensaio a 25° C pode proporcionar uma melhor relação com as propriedades a baixas temperaturas que a viscosidade a 60° C;
- o tempo do ensaio é relativamente pequeno;
- o ensaio de penetração é adaptável às condições do campo. Pode ser usado para detectar a contaminação do cimento asfático (no transporte do asfalto diluído ou na destilação do petróleo);
- o custo do equipamento é relativamente baixo;
- os limites de precisão para o ensaio de penetração são bem estabelecidos;
- a susceptibilidade térmica (mudança na consistência do cimento asfáltico em função da mudança na temperatura) pode ser determinada medindo a penetração a temperaturas diferentes de 25° C.

As desvantagens da classificação por penetração são:

- a penetração é um ensaio com interpretação empírica, não avalia as tensões e deformações;
- a taxa de cisalhamento é alta durante o ensaio;
- a taxa de cisalhamento é variável porque depende da consistência do cimento asfático;

- penetrações similares a 25° C não refletem grandes diferenças entre asfaltos, não fornecem informações sobre o desempenho a temperaturas de mistura e compactação.

2.4.2 - *Por Viscosidade*

O ensaio de viscosidade a 60° C procura considerar a temperatura máxima obtida na superfície do pavimento. Foram estabelecidas seis classes de viscosidade para o cimento asfáltico: AC-2,5, AC-5, AC-10, AC-20, AC-30 e AC-40. No sistema de classificação pela viscosidade, a unidade de medida é o poise, P (1P = 0,1 Pa.s).

As vantagens da classificação por viscosidade são:

- a viscosidade é uma propriedade fundamental;
- amplo intervalo de temperaturas (temperaturas do pavimento de 25 a 60° C);
- é baseada na viscosidade a 60° C, próxima da máxima temperatura da superfície de pavimento;
- precisão do ensaio bem estabelecida;
- determinação da susceptibilidade térmica do cimento asfáltico, desde que a consistência seja medida a 3 temperaturas;
- avalia o envelhecimento (mudança de propriedades);
- informa sobre temperaturas de mistura e compactação.

As desvantagens da classificação por viscosidade são:

- à temperatura de 60° C, não é confiável a estimativa de desempenho;
- é mais caro que o ensaio de penetração;
- os ensaios são mais demorados;
- não é aplicável a materiais não-Newtonianos, cujas propriedades são dependentes da taxa de cisalhamento;
- ampla faixa de propriedades para uma mesma classe: falta de limite inferior para a susceptibilidade térmica.

- a viscosidade do resíduo de um ensaio de filme fino em estufa (TFOT) pode variar dentro de uma mesma classe, ou seja, os asfaltos de uma mesma classe podem ter comportamento diferente durante e depois da construção.

O sistema de classificação AR, baseado na viscosidade do resíduo envelhecido no ensaio de filme fino em estufa (TFOT), é dividido em 5 classes: AR-1000, AR-2000, AR-4000, AR-8000 e AR-16000. O valor numérico representa a viscosidade do resíduo envelhecido (a 60° C) em poises (ROBERTS *et al.*, 1991). A Figura 8 mostra a comparação da classificação por penetração e a viscosidade do cimento asfáltico.

Figura 8 - Comparação entre as especificações tradicionais (ROBERTS *et al.*, 1998)

2.4.3 - Superpave

A especificação Superpave para ligantes asfálticos controla os principais defeitos do pavimento, que são a deformação permanente, as trincas por fadiga e as trincas por contração térmica. As propriedades físicas exigidas são constantes para todas as classes, mas as temperaturas em que as propriedades devem ser determinadas variam dependendo do clima em que o ligante asfáltico é empregado e do tráfego a que o pavimento será submetido.

Baseada em propriedades fundamentais, a especificação Superpave seleciona o ligante em função do desempenho (PG, *performance grade*) sob condições climáticas da região em que será utilizado. A classificação Superpave é composta por dois números: o primeiro número corresponde à média das máximas temperaturas do pavimento durante 7 dias consecutivos e o segundo número corresponde, à mínima temperatura do mês mais frio. A Tabela 2 mostra as classes de ligantes da especificação Superpave.

Tabela 2 - Tipos de ligantes Superpave

Classificação a alta temperatura	Classificação a baixa temperatura
PG 46	-34, -40, -46
PG 52	-10, -16, -22, -28, -34, -40, -46
PG 58	-16, -22, -28, -34, -40
PG 64	-10, -16, -22, -28, -34, -40
PG 70	-10, -16, -22, -28, -34, -40
PG 76	-10, -16, -22, -28, -34
PG 82	-10, -16, -22, -28, -34

Na Tabela 2, PG 76 e 82 são usados em locais de carregamento lento ou estático ou ainda tráfego excessivo de caminhões pesados.

A seleção de um ligante pelo método Superpave começa pela determinação das temperaturas máxima e mínima do pavimento no local de projeto. O Superpave possui três métodos para auxiliar na seleção de um ligante:

- pela área geográfica: desenvolvimento de um mapa mostrando o tipo de ligante com base no clima e/ou em normas e orientações;
- pela temperatura do pavimento: necessidade de conhecer as temperaturas (máxima e mínima) de projeto do pavimento;
- pela temperatura do ar: necessidade de determinar as temperaturas do ar para convertê-las em temperaturas de projeto (do pavimento).

3 - Capítulo 3 - LIGANTE ASFALTO-BORRACHA

3.1 - Breve Histórico

Tentativas do uso de borracha de pneus descartados em pavimentação foram feitas a partir de 1920. Durante muitos anos, engenheiros e químicos trabalharam misturando borracha natural e borracha sintética em ligantes asfálticos na tentativa de melhorar suas propriedades elásticas. Porém, a história oficial da adição de borracha de pneu em materiais para pavimentação asfáltica teve início na década de 1940. A Companhia de Reciclagem de Borracha (“U.S. Rubber Reclaiming Company”) introduziu no mercado, nesta época, um produto composto de material asfáltico e borracha desvulcanizada reciclada, denominado “Ramflex”.

Em 1963, o Engenheiro de Materiais Charles H. McDonald, considerado o pai do ligante asfalto-borracha nos Estados Unidos, iniciou estudos visando o emprego da borracha de pneus na criação de um material altamente elástico para ser aplicado na manutenção de pavimentos asfálticos. O resultado de sua pesquisa foi o desenvolvimento de um produto composto de cimento asfáltico e 25% de borracha de pneu moída (com partículas de 0,6 a 1,2 mm), misturados à temperatura de 190° C, durante 20 minutos, para ser utilizado em remendos de pavimento e também como selante de juntas e em camadas de reforço (SAMI – “stress absorbing membrane interlayer”).

Em 1968, o Departamento de Transportes do Arizona construiu o primeiro pavimento usando o sistema SAM (“stress absorbing membrane”) e, em 1971, um trecho experimental de 21 Km, no qual foi adicionado querosene ao asfalto-borracha para facilitar sua aplicação. Em 1972, executou o primeiro trecho utilizando o sistema SAMI e a primeira experiência com CAUQ (Cimento Asfáltico Usinado à Quente) em camada de revestimento foi feita em 1975.

Na Europa, as pesquisas sobre a incorporação de borracha ao cimento asfáltico começaram na década de 1960. Na França, a incorporação de borracha ao cimento asfáltico foi iniciada em 1981, pela empresa Beugnet. No processo desenvolvido, denominado “Flexochape”, a borracha moída era adicionada ao cimento asfáltico à temperatura de 200° C, empregando óleo extensor. A proporção de borracha utilizada variava de 10 a 30% e a de óleo extensor entre 3 a 15% sobre o peso do cimento asfáltico.

Em 1991, foi criada, nos Estados Unidos, a Lei sobre a Eficiência do Transporte Intermodal de Superfície (ISTEA), estabelecendo o uso de borracha de pneus em pavimentação asfáltica, como uma tentativa de diminuir o problema ambiental provocado pelos pneus descartados. A partir de então, as agências de transportes estaduais, nos Estados Unidos, intensificaram os estudos sobre a incorporação de borracha de pneus descartados em pavimentação asfáltica.

No Brasil, desde o início da década de 1990, alguns centros de pesquisa e universidades estão desenvolvendo pesquisas sobre o emprego de borracha de pneus descartados em pavimentação asfáltica, especialmente sobre o ligante asfalto-borracha.

Há, também, o processo seco, em que as partículas de borracha substituem parte dos agregados minerais. O processo seco emprega de 3 a 5%, em relação à massa total de agregados minerais, de partículas de borracha variando de 1,6 a 6,4 mm. Normalmente utilizam-se agregados minerais de

granulometria descontínua ou aberta, a fim de acomodar a borracha. A quantidade de borracha empregada neste processo chega a ser de 2 a 4 vezes maior que a incorporada pelo processo úmido (ROBERTS et al., 1991).

3.2 - Meio Ambiente

A cada ano, nos Estados Unidos, aproximadamente duzentos e quarenta milhões de pneus são inutilizados. No Brasil não existe monitorização por parte do governo nem por parte do setor privado sobre a disposição final dos pneus usados, assim como não há levantamento dos depósitos de pneus abandonados em todo o país.

A estimativa de geração de resíduos de pneus está baseada na frota de veículos e na produção anual de pneus novos. Segundo a Associação Brasileira da Indústria de Pneumáticos, a produção brasileira de pneus, em 1999, foi de aproximadamente 43 milhões de unidades. O mercado interno absorveu cerca de 28 milhões, dos quais, 8 milhões foram destinados à indústria automobilística e 20 milhões ao mercado de reposição (TOMMASINI, 2000).

Em 1999, entrou em vigor a resolução nº 258 do CONAMA (Conselho Nacional do Meio Ambiente), exigindo que, a partir de 2002, as indústrias de pneumáticos se responsabilizem pelo destino final dos pneus inservíveis. Esta regulamentação já está motivando o desenvolvimento de novos estudos da reciclagem de pneus em pavimentação bem como em outras áreas.

No Brasil, menos de 10% dos artefatos de borracha são reciclados, segundo o Cempre (Compromisso Empresarial para Reciclagem) e não há estatística sobre as taxas referentes à reciclagem de pneus.

Existem os problemas ambientais e de saúde pública associados ao acúmulo de pneus usados, como a procriação de insetos e outros vetores de

doenças e o risco de incêndios, implicando na necessidade, portanto, da disposição adequada desses pneus usados e de suas opções de reciclagem capazes de eliminá-los em grandes quantidades. Uma alternativa para o problema é viabilizar o uso de misturas asfálticas contendo borracha de pneus.

3.3 - Asfalto-Borracha

3.3.1 - A borracha de pneu

Figura 9 - Corte de um pneu radial de automóvel

(fonte: <http://www.reciclarepreciso.hpg.ig.com.br/recipneus.htm>)

O pneu de veículos de passeio é constituído de:

- **banda de rolamento:** é a parte do pneu que entra diretamente em contato com o solo. Oferece grande resistência ao desgaste devido à sua composição de borracha e agentes químicos especiais. Seus desenhos, criteriosamente estudados, visam proporcionar boa tração, estabilidade e segurança ao veículo;
- **cinturão:** cinturões de aço (cinta circunferencial e inextensível) dos pneus radiais, com função de estabilizar a carcaça;
- **carcaça de lonas:** composta de cordonéis de nylon ou poliéster, formando a parte resistente do pneu. Sua função é reter o ar sob pressão, que suporta o peso total do veículo;

- flancos: são constituídos de um composto de borracha de alto grau de flexibilidade, com o objetivo de proteger a carcaça contra os agentes externos;
- talões, são constituídos internamente por arames de aço de grande resistência. Sua finalidade é manter o pneu acoplado firmemente ao aro, impedindo-o de ter movimentos independentes.

Um pneu é construído, basicamente, com uma mistura de borracha natural e de elastômeros (polímeros com propriedades físicas semelhantes às da borracha natural), também chamados de "borrachas sintéticas". A adição de negro de fumo confere à borracha propriedades de resistência mecânica e de resistência à ação dos raios ultra-violeta e também, durabilidade e desempenho. A vulcanização é feita a uma temperatura entre 120 e 160°C, utilizando enxofre, compostos de zinco como aceleradores e outros compostos ativadores e anti-oxidantes. Um fio de aço é embutido no talão, que se ajusta ao aro da roda e, nos pneus de automóveis do tipo radial (Figura 9), uma manta de tecido de nylon reforça a carcaça.

3.3.2 - O ligante asfalto-borracha

O ligante asfalto-borracha é um tipo de asfalto modificado que contém borracha de pneu moída. O ligante asfáltico modificado com borracha de pneu moída pode ser produzido pelo processo seco ou úmido. Também podem ser adicionados aos ligantes asfálticos outros tipos de polímeros, diluentes e óleos extensores, com grandes variações nas suas propriedades.

No processo úmido são adicionadas partículas de borracha moída ao cimento asfáltico, produzindo um ligante modificado denominado ligante asfalto-borracha enquanto que no processo seco, as partículas de borracha moída são misturadas aos agregados pétreos antes da incorporação ao ligante asfáltico onde o produto final é denominado "agregado-borracha".

O processo úmido mistura e reage a borracha moída com o ligante asfáltico, podendo ser aplicado como selante de juntas e trincas, membranas de absorção de tensões (SAM – *Stress Absorbing Membrane*), membranas intercamadas de absorção de tensões (SAMI - *Stress Absorbing Membrane Interlayer*) e concreto asfáltico usinado a quente.

O aumento do interesse no uso de materiais reciclados tem induzido a ampliação do uso de borracha moída em ligantes asfálticos. O uso dos ligantes modificados com borracha requer um melhor entendimento de suas propriedades físicas, químicas e reológicas (KIM et al., 2001).

A quantidade de borracha incorporada ao cimento asfáltico pelo processo úmido varia de 5 a 25% do total de ligante asfáltico, geralmente com partículas inferiores a 2,00 mm. A reação entre a borracha e o cimento asfáltico deve ocorrer a temperaturas elevadas, geralmente na faixa de 150 a 200° C, durante um determinado tempo, que pode variar de 20 a 120 minutos (ROBERTS et al., 1991).

Há quatro métodos de trituração da borracha de pneus: processo “crackermill”, processo “granulator”, processo “micromill” e processo “cryogenic”. Cada método fornece partículas de borracha com características específicas. Os três primeiros processos são realizados sob temperatura ambiente e o processo “cryogenic” é realizado sob baixas temperaturas.

O processo “crackermill” é, atualmente, o mais comum para a produção de borracha moída e fornece partículas de formato irregular com grande área superficial, cujo tamanho varia de 4,8 a 0,42 mm. O processo “granulator” gera partículas de forma cúbica e uniforme, com pequena área superficial e tamanho de 9,5 a 2,0 mm. O processo “micromill” fornece partículas finas com tamanho variando de 0,42 a 0,075 mm. O processo “cryogenic” consiste na imersão da

borracha em nitrogênio líquido (-90 a -200° C). Abaixo de -60° C a borracha se torna um material bastante frágil, o que facilita a sua trituração.

Após a trituração, ocorre a separação e a retirada dos demais componentes dos pneus, como o aço e as fibras. Em geral, um pneu pesando aproximadamente 9 Kg produz de 4,5 a 5,5 Kg de borracha. (HEITZMAN, 1992).

O Departamento de Transportes do Estado da Flórida especifica o uso, em misturas asfálticas, de borracha moída obtida por processos nos quais a trituração ocorre à temperatura ambiente. Acredita-se que a textura irregular das partículas obtidas por esses processos proporcione maiores velocidades de reação e maior viscosidade e estabilidade à estocagem do ligante obtido. As partículas obtidas pelo processo “cryogenic” são quebradiças e angulares, presumindo que ocorra diminuição da velocidade de reação e, conseqüentemente, a obtenção de um ligante asfalto-borracha com baixa viscosidade e com maior tendência à sedimentação (WEST et al., 1998).

Os processos de trituração da borracha de pneus têm efeito significativo na forma, na textura e em certas propriedades físicas das partículas de borracha que, por sua vez, influenciam a qualidade do ligante produzido. Com relação à viscosidade do ligante, as partículas de borracha com maior área superficial e formas mais irregulares resultam em viscosidades maiores (WEST et al., 1998).

No processo úmido, a interação entre o ligante asfáltico e a borracha moída é classificada como uma reação. O grau de modificação do ligante depende de vários fatores, incluindo a granulometria e a textura da borracha, a proporção de ligante asfáltico e borracha, o tempo e a temperatura de reação, a compatibilidade com a borracha, a energia mecânica durante a mistura e reação, o uso de aditivos e óleos extensores (ODA, 2000).

A reação entre a borracha e o ligante asfáltico é influenciada pelo tamanho das partículas de borracha, em função do efeito da superfície específica, que pode ser avaliada através dos resultados do ensaio de viscosidade do ligante asfalto-borracha com equipamento Brookfield (ASTM D2994).

Sendo o asfalto um material de consistência semi-sólida à temperatura ambiente, é necessário torná-lo fluido para facilitar a mistura e incorporação da borracha moída. Para tanto, deve-se aquecer o asfalto até se atingir a viscosidade adequada. Além disso, a borracha, que também é aquecida previamente, deve ser misturada ao ligante durante um período de tempo suficiente para que resulte um produto uniforme, com consistência homogênea (ODA, 2000).

O tempo de reação pode ser reduzido quando se utiliza uma borracha muito fina, asfaltos menos viscosos e temperaturas altas durante a mistura. Entretanto, deve-se tomar cuidado com a temperatura, pois temperaturas elevadas podem reduzir a qualidade do ligante asfalto-borracha em razão da perda de voláteis e do envelhecimento precoce (PAGE et al., 1992).

Os resultados de ensaios de curto e de longo prazo mostram alterações no comportamento do ligante modificado com borracha. A viscosidade tem um aumento significativo no ligante asfalto-borracha após um determinado tempo comparado com o ligante convencional. O ligante modificado também mostra um maior módulo complexo G^* (LIANG & LEE, 1996).

O ensaio de Cisalhamento Dinâmico – DSR – (AASHTO TP5) mede o módulo complexo ou módulo de cisalhamento (G^*) e o ângulo de fase (δ) do ligante asfáltico. É aplicado a ligantes asfálticos tendo um valor de módulo complexo entre 100 a 10 MPa, tipicamente encontrados em ligantes com temperaturas entre 5° C e 85° C. Determina as propriedades visco-elásticas dos ligantes asfálticos, como requerido pela especificação SUPERPAVE (LIANG & LEE, 1996).

O teor e o tamanho da borracha moída alteram a viscosidade dos ligantes modificados. Manter os ligantes modificados com borracha sob agitação durante a armazenagem pode reduzir a separação dos componentes. Com base em ensaios reológicos, verifica-se que tanto as trincas por fadiga como a deformação permanente são defeitos altamente sensíveis ao tipo de ligante asfáltico, tamanho das partículas de borracha e concentração da borracha (KIM et al., 2001).

LIANG & LEE (1996) adicionaram três porcentagens de borracha, 10, 15 e 20%, e consideraram duas granulometrias de borracha. Verificaram que o aumento da porcentagem de borracha moída no ligante asfáltico modificado aumenta a sua viscosidade, antes e depois do ensaio de envelhecimento de curto prazo.

O tamanho das partículas de borracha moída também afeta a viscosidade, ela será maior quanto menores forem as partículas. Os ligantes modificados mostraram menor perda de peso, após o ensaio de envelhecimento a curto prazo, que os ligantes não-modificados. Com o ensaio DSR, o valor do módulo complexo (G^*), antes e depois do ensaio de envelhecimento a curto prazo, aumentou para os ligantes modificados com borracha de pneus.

As misturas asfálticas modificadas estão cada vez mais presentes na construção de pavimentos flexíveis. A adição de borracha de pneus à mistura de concreto asfáltico aumenta a resistência à deformação permanente a altas temperaturas enquanto reduzem a ocorrência de contração térmica a baixas temperaturas (KRUTZ & STROUP-GARDINER, 1992).

Existem especificações técnicas para o ligante asfalto-borracha, com exigências de propriedades que devem ser atendidas visando sua utilização sob diferentes condições climáticas. Merecem destaque as especificações da BAKER RUBBER Inc. (Tabela 3) e da ASTM – D6114 (Tabela 4).

Pode-se observar que as duas especificações propostas são baseadas nas características climáticas. A ASTM (1997) apresenta uma especificação para três tipos de ligantes, que foram divididos de acordo com a média das temperaturas máxima e mínima. Considerando a temperatura média das máximas semanais, os limites estabelecidos foram: maior que 43° C, de 27 a 43° C e menor que 27° C enquanto que, segundo a temperatura média das mínimas mensais, os limites estabelecidos são: maior que -1° C, de -9 a -1° C e menor que -9° C.

No Estado de São Paulo, a média das temperaturas máximas de 1995 a 2000 foi 33,1° C, enquanto que a média das temperaturas mínimas nesse período foi 9,1° C. Nesse caso, se for considerado a média das mínimas de temperatura, o ligante asfalto-borracha deve atender ao tipo I da ASTM (ASTM, 1997) e ao tipo ARB-1 proposto pela BAKER RUBBER Inc. (1988). No entanto, se for considerado a média das máximas temperaturas, o ligante asfalto-borracha deve atender ao tipo II da ASTM e ao tipo ARB-2 proposto pela BAKER RUBBER Inc. (1988). Como no Brasil os principais defeitos ocorrem sob temperaturas elevadas ou temperaturas médias em serviço, considera-se o tipo II da especificação ASTM e o ARB-2 da especificação proposta por BAKER RUBBER Inc. (1988).

A especificação Superpave de ligantes asfálticos (D4 – Proposal P248) define a classe (PG) em função da temperatura do pavimento (Tabela 5) e estabelecendo valores limites para os ligantes ensaiados antes do envelhecimento, e após o envelhecimento em estufa de filme fino rotativo (RTFOT) e para os resíduos envelhecidos em vaso de pressão (PAV).

Tabela 3 - Especificação para diferentes tipos de ligante asfalto-borracha proposta pela BAKER RUBBER Inc (1998)

TIPO DE LIGANTE	ARB-1	ARB-2	ARB-3
Método de ensaio	ZONA CLIMÁTICA		
Média das máximas temperaturas semanais (° C)	> 38	26 a 38	< 26
Média das mínimas temperaturas mensais (° C)	> 0	-12 a 0	< -12
Viscosidade Aparente (cP) 175° C	1000 mín	1000 mín	1000 mín
ASTM D2994 haste 3, 12 rpm	4000 máx	4000 máx	4000 máx
Penetração (1/10 mm), 25° C	25 mín	50 mín	75 mín
AASHTO T49, 100 g, 5 s	75 máx	100 máx	150 máx
Penetração (1/10 mm), 4° C - AASHTO T49, 200 g, 60 s	15 mín	25 mín	40 mín
Ponto de amolecimento (° C) - ASTM D36	54 mín	49 mín	43 mín
Resiliência (%) 25° C - ASTM D3407	20 mín	10 mín	0 mín
Ductilidade (cm) 4° C - AASHTO T51, 1 cm/min	5 mín	10 mín	20 mín
Ensaio com resíduo envelhecido em estufa de filme fino (AASHTO T179)			
Penetração 4° C (% original) - AASHTO T49, 200 g, 60 s	75 mín	75 mín	75 mín
Ductilidade 4° C (% original) - AASHTO T51, 1 cm/min	50 mín	50 mín	50 mín

Tabela 4 - Propriedades físicas de ligante asfalto-borracha (ASTM, 1997)

LIGANTE		TIPO I	TIPO II	TIPO III
MÉTODO DE ENSAIO				
Viscosidade Aparente, 175° C: cP	mín	1500	1500	1500
Método Modificado ASTM D2196, Método A ^{A,B}	máx	5000	5000	5000
Penetração, 25° C, 100 g, 5 s; 1/10 mm	mín	25	25	50
(ASTM D5)	máx	75	75	100
Penetração, 4° C, 200 g, 60 s; 1/10 mm (ASTM D5)	mín	10	15	25
Ponto de Amolecimento: ° C (ASTM D36)	mín	57,2	54,4	51,7
Resiliência, 25° C: % (ASTM D5329)	mín	25	20	10
Ponto de Fulgor: ° C (ASTM D93)	mín	232,2	232,2	232,2
Ensaio com resíduo em estufa de filme fino (ASTM D1754)^C				
Penetração, 4° C: % original (ASTM D5)	mín	75	75	75

^A Pode ser utilizado um Viscosímetro Brookfield com leitura digital

Para modelos da série LV, usar spindle 3 a 12 rpm

Para modelos das séries RV e HA, usar spindle 3 a 12 rpm.

^B Podem ser utilizados viscosímetros tipo Rion ou Haake (com Rotor N° 1) quando correlacionado com as medidas do Brookfield. De qualquer forma, o Brookfield será o "método" de referência.

^C O ensaio de Resíduo RTFO (ver Método de Ensaio D2872) pode ser substituído pelo Ensaio de Resíduo TFOT.

Tabela 5 - Especificação Superpave de ligantes asfálticos (D4 - Proposal P248)

Grau de desempenho	PG 52										PG 58										PG 64										PG 70										
	-10	-16	-22	-28	-34	-40	-46	-52	-58	-64	-70	-76	-82	-88	-94	-100	-106	-112	-118	-124	-130	-136	-142	-148	-154	-160	-166	-172	-178	-184	-190	-196	-202	-208	-214	-220	-226	-232			
Temperatura máxima de projeto de pavimento, °C ^a (média das máximas de 7 dias consecutivos)	< 52										< 58										< 64										< 70										
Temperatura mínima de projeto de pavimento, °C ^b	> 10	> 16	> 22	> 28	> 34	> 40	> 46	> 52	> 58	> 64	> 70	> 76	> 82	> 88	> 94	> 100	> 106	> 112	> 118	> 124	> 130	> 136	> 142	> 148	> 154	> 160	> 166	> 172	> 178	> 184	> 190	> 196	> 202	> 208	> 214	> 220	> 226	> 232			
LIGANTE ORIGINAL																																									
Temperatura de Ponto de Fulgor, T48: mín. °C	230																																								
Viscosidade, ASTM D4402: máx. 3 Pa.s (3000 cP), °C	135																																								
Cisalhamento Dinâmico, TP5 ^c G ^o /scnd, mín. 1,00kPa Temp. Teste @ 10 rad/s, °C	52										58										64										70										
RESÍDUO DA ESTUFA DE FILME FINO ROTATIVO (RTOT) OU ESTUFA DE FILME FINO (ECA TI79)																																									
Perda de massa máxima, %	1,00																																								
Cisalhamento Dinâmico, TP5 ^c G ^o /scnd, mín. 2,20kPa Temp. Teste @ 10 rad/s, °C	52										58										64										70										
RESÍDUO DA ESTUFA DE ENVELHECIMENTO SOB PRESSÃO (PAV PPI)																																									
Temperatura de envelhecimento PAV, °C ^d	90										100										100										100 (110)										
Cisalhamento Dinâmico, TP5 ^c G ^o /scnd, máx. 5,0 Mpa Temp. Teste @ 10 rad/s, °C	25	22	19	16	13	10	7	28	25	22	19	16	13	31	28	25	22	19	16	34	31	28	25	22	19	16	34	31	28	25	22	19	16	34	31	28	25				
Endurecimento físico ^e																																									
Rigidez a Fluência, TP1 ^f S, máx., 300 Mpa e valor-m, mín. 0,300, Temp. do Teste @ 60s	0	-6	-12	-18	-24	-30	-36	0	-6	-12	-18	-24	-30	0	-6	-12	-18	-24	-30	0	-6	-12	-18	-24	-30	0	-6	-12	-18	-24	-30	0	-6	-12	-18	-24	-30	0	-6	-12	-18
Tração Direta, TP3 ^f deformação de ruptura, mín. 1,0% Temp. Teste @ 1mm/min, °C	0	-6	-12	-18	-24	-30	-36	0	-6	-12	-18	-24	-30	0	-6	-12	-18	-24	-30	0	-6	-12	-18	-24	-30	0	-6	-12	-18	-24	-30	0	-6	-12	-18	-24	-30	0	-6	-12	-18

^a A temperatura do pavimento pode ser estimada a partir da temperatura do ar usando uma equação contida no programa Superpave ou pode ser fornecida por uma agência específica, ou seguindo os procedimentos descritos no PPX.

^b Este requisito pode ser mudado a critério de uma agência específica, se o fornecedor garantir que o ligante asfáltico possa ser adequadamente bombeado e misturado em temperaturas onde todos os padrões de qualidade são atendidos.

^c Para controle de qualidade de produção de asfaltos não modificados, medidas de viscosidade do cimento asfáltico original podem substituir medidas de cisalhamento dinâmico G^o/scnd, na temperatura em que o asfalto é um fluido Newtoniano. Qualquer medida padrão de viscosidade pode ser usada, incluindo medidas com os viscosímetros capilar e rotacional (AASHTO T201 ou T202).

^d A temperatura de envelhecimento PAV é baseada nas condições climáticas: 90° C, 100° C ou 110° C. A temperatura de envelhecimento de 100° C é usada para PG-58 (e acima), exceto em condições de clima desértico, onde utiliza-se 110° C.

^e O ensaio de rigidez a fluência (TP1) é realizado em um grupo de vigas de asfalto de acordo com a Seção 13.1. O valor da rigidez (S) e do módulo de relaxação (m) são determinados apenas para fins de informação.

^f Se a rigidez a fluência é inferior a 300 Mpa, o teste de tração direta é desnecessário. Se a rigidez estiver entre 300 e 600 Mpa, é necessário determinar o valor da ruptura no teste de tração direta.

4 - Capítulo 4 – MATERIAIS, EQUIPAMENTOS e MÉTODOS EMPREGADOS

O ligante asfalto-borracha foi avaliado a partir de uma programação fatorial de ensaios laboratoriais, com os tradicionais (penetração, ponto de amolecimento e ponto de fulgor) e também com ensaios adaptados durante o Programa SHRP, que resultou no método Superpave (viscosidade aparente – Brookfield e cisalhamento dinâmico - DSR, após envelhecimento de curto prazo).

A análise estatística dos resultados foi feita através de Análise de Variância e de equações de regressão. A Análise de Variância é um método que permite identificar a diferença entre as médias dos fatores e níveis devido a várias causas atuando simultaneamente. Uma equação de regressão é a expressão utilizada para avaliar o comportamento da variável dependente (X) em função das variáveis independentes (Y).

4.1 - Programação Fatorial

4.1.1 - Variáveis Independentes – Fatores e Níveis

Para definir os fatores mais importantes para o desempenho do ligante asfalto-borracha foi realizada uma revisão bibliográfica sobre os trabalhos desenvolvidos, basicamente em outros países, utilizando o processo úmido de mistura.

Os trabalhos analisados apresentam uma variação de combinações de fatores muito grande, sendo tais diferenças função, principalmente, de características de cada região e do tipo de aplicação.

A Tabela 6 apresenta um resumo dos principais trabalhos analisados, os quais permitiram que se conhecesse, qualitativa e quantitativamente, a influência dos muitos fatores sobre o desempenho do ligante asfalto-borracha. É dado destaque para os pesquisadores e a data de publicação do trabalho e, principalmente, para os fatores: tempo de reação, temperatura de mistura da borracha de pneus usados no cimento asfáltico, granulometria da borracha, teor de borracha, tipo de ligante e finalidade de aplicação do asfalto-borracha (elemento da estrutura do pavimento).

Duas combinações de fatores e níveis são avaliadas neste trabalho. Para a avaliação de amostras armazenadas por 24 meses são utilizados ligantes asfalto-borracha produzidos por ODA (2000), que têm as seguintes características:

- temperatura de mistura: 160 e 170° C;
- tempo de reação: 35 minutos;
- granulometria da borracha: # 40 - # 50, # 50 - # 100;
- teor de borracha: 6, 12, 18 e 24%.

Foram produzidas novas amostras com diferentes granulometrias de borracha, tempo e temperatura de mistura e teores de borracha, em relação às amostras analisadas por ODA (2000). As combinações de fatores e níveis adotadas para a preparação das amostras constam da Tabela 7.

4.1.1.1 - Tipo de borracha

A borracha utilizada nesta pesquisa foi fornecida pela Empresa Midas Elastômeros do Brasil Ltda., e apresenta a curva granulométrica mostrada na Figura 10.

Tabela 6 - Resumo de projetos de pesquisa que analisaram o ligante asfalto-borracha

PESQUISADOR (ano)	TEMPO (minutos)	TEMPERATURA (°C)	GRANULOMETRIA (mm)	TEOR DE BORRACHA (%)	TIPO DE LIGANTE	APLICAÇÃO
Arizona (HICKS et al., 1995)	30 a 60	175	<2,00	20	AC-10	SAMI, SAMI; selante
BAKER e CONNOLLY (1995)	-	175	0,42	10,15 e 18	AC-10 e AC-20	CAUQ, reforço
BILLITER et al. (1996)	60	175, 190 e 200	2,0; 0,42; 0,177	5, 10 e 20	AC-10 e AC-5	CAUQ
BROWN et al. (1997)	35	170	19,0-0,075	10	AC-20	CAUQ, SAMI
CHEHOVITS e MANNING (1984)	-	175	-	15 e 30	-	Selante
COETZEE e m MONISMITH (1979)	-	175 a 200	-	20	-	SAMI, SAMI; selante, CAUQ, prevenir graduação aberta e de graduação densa
COOMARASAMY ET AL. (1996)	-	160 a 180	<0,60	10	CAP 85/100 CAP 150/200	CAUQ, camada de rolamento de graduação aberta e de graduação densa
DALY e NEGULESCU (1997)	20 a 40	170 a 220	0,075	15, 20	AC-5, AC-20 e AC-30	-
EMERY (1995)	45	175	4,8; 2,0; 0,84 e	7	-	Selante, CAUQ, impermeabilizante
Florida (HICKS et al., (1995)	10 10 a 15	150 a 170 150 a 175	0,177 a 0,42 0,177 a 0,42	5 (DGFC) 12 (OGFC)	AC-30 AC-30	Reabilitação, SAMI
HEIZTMAN (1992 ⁹)	-	-	0,177	20 a 30 (SAMI); 15 a 20 (CAUQ); 8 a 9 (OGFC)	-	SAMI, SAMI, selante, CAUQ
HUEF e VALLERGA (1981)	-	175 a 204	-	20 ± 2	AR-4000	SAMI, SAMI, CAUQ
JIMENES (1982)	60	200	0,075 a 2,4	20	AR-4000	CAUQ
KHEDAYWI et al. (1993)	30	160 a 230	0,075 a 1,2	5, 10, 15 e 20	CAP 85/100	CAUQ
KRUTZ e STROUP-GARDINER (1992)	30	175	0,075 a 2,0	16 e 17	AC-5, AC-20 e AC-40	CAUQ, prevenir trincas
LEITE (1999)	120	190	-	20	CAP 20	-
LIANG e LEE (1996)	120	175	0,075 a 12,7	10, 15 e 20	AC-5, AC-20 e AC-20	CAUQ
MADAPATI et al. (1996)	-	-	0,177	15	AC-10 E AC-20	CAUQ
MALPASS e KHOSLA (1995)	90	175	0,177 a 4,8	11	AC-20	Reduzir trincas, CAUQ
MORRIS e MCDONALD (1976)	20	190	0,42 a 0,71	25	CAP 85/100	SAMI, SAMI, selante, Impermeabilizante, capa selante

Tabela 6 – Continuação - Resumo de projetos de pesquisa que analisaram o ligante asfalto-borracha

PESQUISADOR (ano)	TEMPO (minutos)	TEMPERATURA (°C)	GRANULOMETRIA (mm)	TEOR DE BORRACHA (%)	TIPO DE LIGANTE	APLICAÇÃO
OLIVER(1981)	60	200 a 220	0,3 a 0,6; 0,075 a 0,15	15	LIGANTE	Selante, CAUQ
OTOO (1999)	20	150	0,177	5, 10 e 15	CAP 85/100	-
Ravendale (REESE, 1994)	45	175	-	18	AC-30	SAM, SAMI, selante, CAUQ
REESE (1994)	45	190	-	5, 10, 15, 20 e 25	AR-4000	CAUQ
REESE (1994)	5, 10, 15, 30 e 45	190	-	20	AR-4000	CAUQ
ROBERTS e LYTON	30 a 120	165 a 215	0,075 a 2,0	15 a 28	AR-4000	CAUQ
ROBERTS et al. (1997)	60 a 120	190 a 215	0,30 a 0,71	15 a 26	AC-10	SAM, SAMI, selante, CAUQ
RUTH et al. (1997)	5, 15 e 30	135, 150, 165, 180	0,177; 0,42; 0,84	0, 6, 12, 18 e 24	-	-
SHIH et al.	-	190	0,177	10 a 15	AC-5 e AC-30	CAUQ
SHULER (1982)	-	215 a 220	0,15 a 2,4	18 a 26	AC-20 e AC-30	SAM, SAMI, selante, CAUQ
STROUP-GARDNER et al.	-	185	0,15, 0,30; 0,60 e 1,2	0, 10, 15 e 20	CAP 85/100	SAM, SAMI, selante, CAUQ
TAKALLOU e SAINTON	120	180 a 200	-	8, 9 e 10	CAP 85/100; CAP 120/200	-
TAKALLOU et al. (1997)	45	200	0, 15 a 2,4	15	CAP 80/100	prevenir trincas, reforço, CAUQ
TROY et al. (1996)	-	170 a 185	0,075 a 2,4	10 e 20	AR-4000	CAUQ
TULELAKE (REESE,	45	175	-	17	AC-5, AC-10 e AC-20	SAM, SAMI, selante, CAUQ
VALLEGA (1981)	45	190 a 215	0,075 a 2,4	20 e 25	AC-5, AC-40, AR-1000, AR-8000	CAUQ
WAY (1999)	60	175	0,075 a 2,0	20	AC-10 E AC-20	Selante, CAUQ, prevenir trincas, Reforço, OGFC
WEST et al. (1998)	60	165	<0,42	20	AC-30	CAUQ
ZAMAN et al. (1995)	30	175 a 200	0,177	2, 5; 5, 7, 5 e 10	AC-30	Reduzir trincas, CAUQ
KHATTAK et al. (2001)	30	177	-	10	AC-5, AC-10	-

Tabela 7 - Combinações de fatores e níveis executados na pesquisa

Fatores	Tamanho das partículas de borracha (mm)		-	# 40 - # 50		# 50 - # 80		Passado #80		
	Teor de borracha (%)		0	12	18	12	18	12	18	
	Teor de ligante (%)	CAP 20	100	88	82	88	82	88	82	
Temperatura (° C)	155	Tempo de mistura (minutos)	20	11	1	2	5	6	9	10
		50			3	4	7	8	-	-

4.1.1.2 – Teor e Granulometria da borracha

Os teores de borracha foram escolhidos com base nos resultados da pesquisa de ODA (2000), que mostraram que os melhores teores de borracha foram 12% e 18%. Os tamanhos das partículas de borracha escolhidos para a preparação das misturas foram: uma fração grossa, passada na peneira #40 e retida na #50 (ou de 0,42 a 0,297mm); uma fração intermediária, passada na peneira # 50 e retida na # 80 (ou de 0,297 a 0,177 mm) e uma fração fina, passada na peneira # 80 (ou 0,177 mm).

Figura 10 - Curva Granulométrica da borracha

4.1.1.3 - Temperatura e Tempo de Mistura

A temperatura escolhida para os ensaios foi de 155°C, em virtude dessa temperatura foi a máxima atingida com os equipamentos do laboratório e os tempos de mistura de 20 e de 50 minutos. Esses valores foram baseados em pesquisas feitas anteriormente, conforme Tabela 6, e estão igualmente espaçados para facilitar a análise estatística. Por exemplo, como ODA (2000) utilizou um tempo de reação de 35 minutos para as misturas de asfalto-borracha, decidiu-se preparar as misturas variando o tempo de reação, com um mínimo de 20 minutos e com um outro valor superior ao de 35 minutos e considerando o mesmo intervalo de variação para facilitar a análise estatística. Portanto, os tempos de reação escolhidos para a preparação das misturas foram 20 e 50 minutos.

4.1.1.4 - Tempo de Armazenamento

Para a avaliação do tempo de armazenamento foram feitos ensaios nos tempos:

- imediatamente após a preparação dos ligantes;
- após 6 meses da preparação dos ligantes;
- após 24 meses da preparação dos ligantes (com as amostras produzidas por ODA, 2000).

4.1.1.5 - Ligante Asfáltico

Em particular, no Estado de São Paulo, o CAP 20 é o mais utilizado. A especificação Superpave para ligantes asfálticos seleciona o tipo de ligante em função do clima da região onde será utilizado o material. No Estado de São Paulo o ligante utilizado, em função do clima, deveria ser um PG 64-10, mas dependendo do tráfego poderia ser exigido um PG 70-10 ou um PG 76-10. Neste trabalho foi considerada apenas a influência do clima. Portanto, com o CAP

selecionado foram produzidos ligantes asfalto-borracha, os quais deverão atender aos requisitos da especificação Superpave para um PG 64-10.

4.2 - Preparação das amostras asfalto-borracha

As amostras asfalto-borracha foram produzidas no Laboratório de Estradas do Departamento de Transportes da Escola de Engenharia de São Carlos – USP, seguindo os procedimentos adotados por ODA (2000). O equipamento consiste de um recipiente de porcelana, uma panela elétrica com controle de temperatura até 200°C e um misturador. O misturador consiste de um agitador mecânico indicado para produtos viscosos, marca FISATOM (modelo 722), com potência de 255 W, 230 V, 60 Hz, com controle de rotação variando de 530 a 2000 rpm, haste de 600 mm de comprimento e hélice tipo naval com 80 mm de diâmetro.

Para produzir a mistura asfalto-borracha foi necessário peneirar a borracha com o seguinte intervalo granulométrico # 40 - # 50; # 50 - # 80 e passado na # 80. Foram produzidas em torno de 2000 g de cada amostra de asfalto-borracha. O asfalto foi mantido na estufa por uma hora antes da mistura, à temperatura de 150° C, tempo suficiente para o asfalto tornar-se fluido. Também a borracha foi mantida na estufa, à temperatura de 50° C, por uma hora antes do ensaio.

O recipiente de cerâmica também foi mantido na estufa, à temperatura de 170°C, aproximadamente por duas horas antes de se efetuar o ensaio. O recipiente foi aquecido a uma temperatura maior que a temperatura do ensaio porque quando ele é retirado há uma queda na temperatura e a panela elétrica não consegue manter a temperatura próxima da máxima, conforme especificado anteriormente.

Por não se conseguir atingir uma temperatura mais alta, conforme especificado no equipamento, a temperatura de mistura escolhida para os ensaios

foi de 155° C, temperatura máxima que se conseguiu manter constante durante o tempo de reação da mistura asfalto-borracha.

4.3 - Variáveis Dependentes - Ensaios Tradicionais e Superpave

As variáveis dependentes são representadas pelos ensaios utilizados para caracterização e avaliação do ligante asfalto-borracha.

4.3.1 - Ensaios Tradicionais

Para controle de qualidade dos diferentes tipos de asfaltos, foram desenvolvidos, desde o início do século XX, ensaios que hoje são tradicionais para a avaliação laboratorial e certificação de ligantes asfálticos.

Apesar de tradicionais, eles não fornecem as propriedades fundamentais de engenharia, permitindo apenas a inferência das propriedades reológicas. Em virtude da enorme importância que tiveram e ainda continuam tendo, foram considerados neste trabalho os seguintes ensaios:

4.3.1.1 - Penetração

O ensaio de penetração é um ensaio usado para medir a consistência do ligante asfáltico. Um recipiente com o ligante asfáltico é levado à temperatura padrão de ensaio (25°C), através de um banho de água com temperatura controlada. A amostra é colocada embaixo de uma agulha de dimensões prescritas. O conjunto da agulha tem 100g e é permitido penetrar a amostra de ligante asfáltico durante 5 segundos. A profundidade de penetração é medida em décimos de milímetro e é informada como unidades de penetração. O ensaio de penetração é feito conforme o método ASTM D5 e ABNT/MB107/NBR6576 (1998).

4.3.1.2 - Ponto de Amolecimento

O ensaio de ponto de amolecimento é medido conforme o método ASTM D36 e ABNT/MB164/NBR6560 e é conhecido como método de “Anel e Bola”. O ponto de amolecimento de um material é considerado como o valor da temperatura onde a consistência de um ligante asfáltico passa do estado plástico ou semi-sólido para o estado líquido. No ensaio “anel e bola”, o ponto de amolecimento corresponde à temperatura lida no momento em que a esfera metálica padronizada atravessa o anel (também padronizado), cheio de material betuminoso, e toca uma placa de referência após ter percorrido uma distância de 25,4 mm, sob condições especificadas.

4.3.1.3 - Ponto de Fulgor

Quando o ligante asfáltico é aquecido a uma temperatura elevada, libera voláteis que podem flamejar na presença de uma faísca ou chama. O ponto de fulgor indica a temperatura a que pode ser aquecido o ligante asfáltico sem o perigo de fulgor instantâneo na presença de uma chama aberta. O método do vaso aberto de Cleveland, descrito na ASTM D92 e na ABNT/MB50/NBR11341, é usado para determinar o ponto de fulgor dos ligantes asfálticos. Um vaso de metal parcialmente preenchido com ligante asfáltico é aquecido a uma taxa prescrita. Uma chama pequena é passada periodicamente em cima da superfície do vaso, sendo o resultado do ensaio a temperatura em que são liberados vapores suficientes para produzir uma chama.

4.3.2 - Ensaios do Método Superpave

A especificação Superpave classifica os ligantes asfálticos com base no critério de desempenho, levando em consideração as variações de temperatura bem como o volume e as cargas do tráfego. Para identificar as propriedades dos materiais relacionadas a vários defeitos, a especificação Superpave apresenta

uma série de ensaios laboratoriais. A especificação é baseada em propriedades fundamentais da engenharia. Os principais ensaios do método Superpave para avaliar o comportamento do ligante asfalto-borracha usados neste trabalho são descritos a seguir.

4.3.2.1 - Viscosidade Aparente (Brookfield)

O ensaio para determinação da viscosidade aparente de ligantes asfálticos utiliza um viscosímetro rotacional cilíndrico (Figura 11), que mede a viscosidade através do torque necessário para rodar uma haste de prova (*spindle*) imersa na amostra de asfalto quente, com velocidade constante. Para avaliar os vários tipos de ligantes asfálticos utiliza-se o método descrito na ASTM D4402 (ASTM, 1995).

Para preparar a amostra a ser ensaiada deve-se aquecer o ligante asfáltico em uma estufa, a uma temperatura de até 150°C, para que ele fique fluido. O ligante deve ser misturado durante o aquecimento para remover o ar e deve ser pesado dentro de uma câmara pré-aquecida. A quantidade de ligante asfáltico varia de 8 a 11 gramas, dependendo do tamanho da haste de prova *spindle*.

O viscosímetro rotacional, geralmente, caracteriza a rigidez do asfalto a 135°C, temperatura em que o material se comporta quase que inteiramente como um fluido viscoso. Para o ensaio de asfalto-borracha tem-se utilizado, também, temperaturas mais elevadas (175°C, por exemplo, adotado pela ASTM D6114-97). A viscosidade do ligante é usada para garantir um asfalto fluido o suficiente para ser bombeado, transportado e misturado com o agregado.

Figura 11 - Operação do viscosímetro rotacional (Asphalt Institute, 1995)

4.3.2.2 - Cisalhamento Dinâmico – DSR

O ensaio de cisalhamento dinâmico, realizado com o equipamento Reômetro de Cisalhamento Dinâmico (DSR, *Dynamic Shear Rheometer*), é usado para caracterizar tanto o comportamento viscoso como o elástico, através da medida do módulo de cisalhamento complexo (G^*) e do ângulo de fase (δ) dos ligantes asfálticos.

O DSR avalia a rigidez do ligante asfáltico, função do módulo complexo e do ângulo de fase, sob condições de temperaturas máximas em serviço e taxas de carregamento compatíveis com o tráfego ($t = 0,1$ s; $v = 80$ Km/h). São ensaiadas amostras virgens ou envelhecidas em estufa de filme fino rotativo (RTFOT, envelhecimento de curto prazo), sendo estabelecidos valores mínimos capazes de garantir adequada resistência ao acúmulo de deformação permanente ($G^*/\sin\delta$ maiores que 1,0 kPa e 2,2 kPa, respectivamente para amostras virgens e envelhecidas no RTFOT).

O ensaio de cisalhamento dinâmico também é realizado com amostras envelhecidas em vaso de pressão (PAV, envelhecimento de longo prazo), a temperaturas médias do pavimento em serviço, sendo fixados valores máximos

de rigidez para garantir elasticidade suficiente para prevenir o aparecimento de trincas por fadiga ($G^* \sin \delta$ menores que 5000 kPa).

A deformação de cisalhamento (“amplitude da deformação”), que varia de 1 a 20%, depende do estado de envelhecimento do ligante a ser ensaiado. Ligantes não envelhecidos (originais) e os envelhecidos apenas no RTFOT são ensaiados com valores de deformação que variam de 10 a 20%. Os ligantes envelhecidos no PAV são ensaiados com um valor de deformação de 1%. Em todos os casos, os valores de deformação devem ser pequenos o suficiente para que a resposta do ligante (G^*) esteja dentro do intervalo viscoelástico-linear, ou seja, onde o G^* não é afetado por mudanças no nível de deformação.

Figura 12 - Funcionamento de um reômetro de cisalhamento dinâmico (Asphalt Institute, 1995)

A operação do Reômetro de Cisalhamento Dinâmico (DSR) é simples. O asfalto é colocado entre duas placas paralelas, uma fixa e outra oscilante (Figura 12) e o eixo geométrico da placa move-se do ponto A para o ponto B e do ponto B volta para o A e depois se move para o ponto C, voltando em seguida para o ponto A. Essa oscilação representa um ciclo e é constantemente repetida durante a operação do DSR. A velocidade de oscilação é a frequência. Os ensaios de ligantes usando um reômetro DSR Superpave são realizados a uma frequência de 10 radianos por segundo, que equivale a aproximadamente 1,59 Hz (ciclos por segundo).

4.3.3.3 - Envelhecimento de Curto Prazo

O ensaio RTFOT (Estufa de filme fino rotativo - *Rolling Thin Film Oven Test* – ASTM D 2872), que simula o envelhecimento que ocorre na usina, tem duas finalidades: fornecer ligante asfáltico envelhecido para a realização de ensaios que avaliam a resistência ao acúmulo de deformação permanente e determinar a quantidade de voláteis perdida pelo asfalto durante o processo de envelhecimento. A perda de voláteis é um indicador do envelhecimento que pode ocorrer no asfalto durante a mistura em usina e a construção do pavimento.

A perda de massa é definida como a média percentual de perda de duas amostras após envelhecimento na RTFOT e é calculada através da Equação 7.

$$Perdademassa, \% = \frac{massaoriginal - massaenvelhecida}{massaoriginal} \times 100 \quad \text{Eq. 7}$$

O envelhecimento em estufa de filme fino rotativo (RTFOT) é realizado em uma estufa pré-aquecida, à temperatura de 163°C, que sustenta oito frascos com as amostras. Ao girar há um revolvimento contínuo das amostras, sendo que no ponto baixo há, também, a injeção de jato de ar.

Para realizar o ensaio de envelhecimento no RTFOT, a amostra de ligante deve ser aquecida até que fique fluida, não excedendo 150°C. Os frascos do RTFOT são “preenchidos” com $35 \pm 0,5$ gramas de ligante virgem. Duas amostras são utilizadas para determinar a perda de massa e os outros seis frascos são usados para produzir materiais para ensaios adicionais.

Os frascos com as amostras são colocados no suporte e submetidos a uma rotação de 15 revoluções por minuto. O fluxo de ar é introduzido a uma taxa de 4000 ml/min e as amostras são expostas a essas condições durante 80 ± 5 minutos. Após o envelhecimento, os dois frascos contendo as amostras

para verificação da perda de massa são resfriados, pesados e as amostras são descartadas. O resíduo do RTFOT dos outros frascos é despejado em um único recipiente e misturado até ficar homogêneo. Geralmente, uma pequena parte do ligante envelhecido é submetida ao ensaio com o DSR, cerca de 50 gramas são submetidos ao envelhecimento acelerado em vaso de pressão (PAV) e o restante é armazenado para uso futuro.

5 - Capítulo 5 – APRESENTAÇÃO E ANÁLISE DOS RESULTADOS

Neste capítulo são apresentados os resultados dos ensaios tradicionais (penetração, ponto de amolecimento e ponto de fulgor) e dos ensaios do método Superpave (viscosidade Brookfield, cisalhamento dinâmico e envelhecimento de curto prazo), na forma de tabelas e gráficos em função do teor de borracha.

Para a avaliação do tempo de armazenamento de 6 e 24 meses foram feitos ensaios de penetração e de ponto de amolecimento, para comparação com os resultados dos ensaios realizados imediatamente após a preparação do asfalto-borracha. Foram utilizadas amostras produzidas por ODA (2000) para os 24 meses de armazenamento.

Os resultados do envelhecimento de curto prazo (RTFOT) são apresentados no Anexo 2, que inclui também o cálculo da perda de massa para cada amostra. Os resultados do ensaio de cisalhamento dinâmico, antes e depois do envelhecimento de curto prazo, são apresentados nas Tabelas 19 a 24 e nas Figuras 28 a 33.

5.1 – Ensaio Tradicional

5.1.1 – Ensaio de Penetração

A Tabela 9 mostra os resultados do ensaio de penetração para as amostras de asfalto borracha. A Figura 13 mostra o efeito do teor de borracha na penetração de ligantes asfalto-borracha.

Tabela 9 - Resultados de penetração das amostras de asfalto-borracha

Penetração (1/10 mm)	Tamanho das Partículas de Borracha																	
	# 40 - # 50						# 50 - # 80						Passado na # 80					
Teor de Borracha (%)	Tempo de Mistura (minutos)																	
	20			50			20			50			20			50		
0	54	55	55	54	55	55	54	55	55	54	55	55	54	55	55	54	55	55
12	32	30	32	27	26	27	30	30	30	28	27	29	32	33	34	-	-	-
18	27	27	29	32	32	31	29	28	28	28	28	27	28	28	30	-	-	-

Figura 13 - Efeito do teor de borracha na penetração do ligante asfalto-borracha

O comportamento previsto era que a adição de borracha tornaria o ligante mais consistente, resultando em valores mais baixos de penetração em função do aumento do teor de borracha. Os resultados obtidos, apresentados na Tabela 9 e na Figura 13, mostram que, em quase todas as amostras, a penetração decresce com o aumento do teor de borracha. Apenas a amostra que tem granulometria

40 - # 50 e tempo de mistura de 50 minutos mostra um acréscimo na penetração quando o teor de borracha é aumentado de 12% para 18%.

5.1.2 - Ponto de amolecimento

O ponto de amolecimento consiste no valor da temperatura na qual a consistência de um ligante asfáltico passa do estado plástico ou semi-sólido para o estado líquido. A Tabela 10 mostra os resultados do ensaio de ponto de amolecimento e a Figura 14 ilustra o efeito do teor de borracha no ponto de amolecimento do ligante asfalto-borracha.

Tabela 10 - Resultados de ponto de amolecimento das amostras de asfalto-borracha

Ponto de Amolecimento ° C	Tamanho das Partículas de Borracha																	
	# 40 - # 50						# 50 - # 80						Passado na # 80					
Teor de Borracha (%)	Tempo de Mistura (minutos)																	
	20			50			20			50			20			50		
0	47,5	48	49,5	47,5	48	49,5	47,5	48	49,5	47,5	48	49,5	47,5	48	49,5	47,5	48	49,5
12	58,5	60	58,5	65	66	65,5	61,5	63	63,5	68	67,5	67,5	59	60,5	60,5	-	-	-
18	69,5	68,5	69	67	67,5	66,5	69	68	67,5	69,5	68	69	63,5	64,5	63,5	-	-	-

Figura 14 - Efeito do teor de borracha no ponto de amolecimento (° C) do ligante asfalto-borracha

A Figura 14 mostra que o ponto de amolecimento é crescente em função do teor de borracha, indicando um aumento na resistência à deformação

permanente das amostras contendo asfalto-borracha. De acordo com as especificações BAKER RUBBER (1988) e ASTM D6114 (1997), todas as amostras de asfalto-borracha atendem ao limite mínimo.

5.1.3 - Ponto de Fulgor

O ensaio de ponto de fulgor tem como objetivos garantir a segurança durante o transporte e manuseio dos materiais asfálticos e verificar a contaminação do ligante asfáltico. A Tabela 11 mostra os resultados do ensaio de ponto de fulgor e a Figura 15 apresenta o efeito do teor de borracha sobre o ponto de fulgor.

Tabela 11 - Resultados do ponto de fulgor (° C) de asfalto-borracha

Ponto de Fulgor (° C)	Tamanho das Partículas de Borracha																	
	# 40 - # 50						# 50 - # 80						Passado na # 80					
Teor de Borracha (%)	Tempo de Mistura (minutos)																	
	20			50			20			50			20			50		
0	269	274	250	269	274	250	269	274	250	269	274	250	269	274	250	269	274	250
12	279	275	264	263	267	266	274	271	273	275	265	259	266	264	270	-	-	-
18	269	219*	210*	258	290	266	282	286	250	262	281*	284*	**	**	**	-	-	-

* Formação de espuma durante o ensaio

** Não foi possível realizar o ensaio com a amostra 10 (formação demasiada de espuma).

Figura 15 – Efeito do teor de borracha no ponto de fulgor (° C) do ligante asfalto-borracha

A maioria das amostras apresentou valores superiores ou próximos aos limites estabelecidos pela especificação ASTM D6114 e pela especificação Superpave.

A espuma do asfalto é um risco para a segurança, de modo que é indicado que o asfalto não espume em temperaturas de até 175° C. Durante a realização dos ensaios pôde-se verificar a formação de espuma quando se atingia temperatura próxima a 200° C. Na amostra 10, cujo fatores são borracha passada na peneira # 80 e 18% de borracha, observou-se a formação exagerada de espuma, impossibilitando a realização do ensaio.

5.2 - Avaliação do tempo de armazenamento de 6 meses

A seguir apresentam-se os resultados dos ensaios de ponto de amolecimento e de penetração, respectivamente para amostras armazenadas por um período de 6 meses. As Tabelas 12 e 13 expressam os resultados obtidos nos ensaios e as Figuras 16 e 17 comparam os resultados obtidos imediatamente após a produção das misturas de ligante asfalto-borracha e os resultados das amostras armazenadas por um período de 6 meses.

5.2.1 - Ensaio de Ponto de Amolecimento

Tabela 12 - Resultados de ponto de amolecimento após 6 meses de armazenamento

Ponto de Amolecimento ° C	Tamanho das Partículas de Borracha					
	# 40 - # 50		# 50 - # 80		Passado na # 80	
Teor de Borracha (%)	Tempo de Mistura (minutos)					
	20	50	20	50	20	50
0	50,5	50,5	50,5	50,5	50,5	50,5
12	63	64	63	68	64	-
18	67,5	67,5	69,5	71	67,5	-

Figura 16 - Comparação dos resultados do ponto de amolecimento para cada amostra

A tendência dos resultados do ensaio de Ponto de Amolecimento com relação ao envelhecimento do ligante puro e do ligante asfalto-borracha é de aumento da temperatura.

Com exceção das amostras 2 e 3, caracterizadas, respectivamente, por 18% de teor de borracha, granulometria da borracha entre as peneiras # 40 - # 50 e 20 minutos de tempo de mistura, e 12% de teor de borracha, granulometria da borracha entre as peneiras # 40 - # 50 e 50 minutos de tempo de mistura, as demais apresentaram uma diminuição na temperatura do Ponto de Amolecimento.

5.2.2 – Ensaio de Penetração

Tabela 13 - Resultados de penetração após 6 meses de armazenamento

Penetração (1/10 mm)	Tamanho das Partículas de Borracha																	
	# 40 - # 50						# 50 - # 80						Passado na # 80					
Teor de Borracha (%)	Tempo de Mistura (minutos)																	
	20			50			20			50			20			50		
0	58	57	57	58	57	57	58	57	57	58	57	57	58	57	57	58	57	57
12	30	31	31	26	26	26	29	29	29	27	28	27	31	31	30	-	-	-
18	28	28	28	27	27	26	24	25	24	29	28	28	26	26	27	-	-	-

Figura 17- Comparação dos resultados de penetração para cada amostra

O envelhecimento das amostras provoca o enrijecimento do ligante puro e do ligante asfalto-borracha fazendo com que ocorra diminuição no resultado do ensaio de Penetração. Com exceção das amostras 2 e 8, todas as outras tiveram um decréscimo no resultado do ensaio de Penetração.

5.3 - Avaliação do tempo de armazenamento de 24 meses

A Tabela 14 mostra os resultados obtidos no ensaio de penetração por ODA (2000) e a Tabela 15 mostra os resultados para as mesmas amostras após 24 meses de armazenamento.

5.3.1 – Ensaio de Penetração

Tabela 14 - Resultados de penetração das amostras produzidas por ODA, 2000

Penetração (1/10 mm)	Tamanho das Partículas de Borracha											
	# 50 - # 100						# 40 - # 50					
Teor de Borracha (%)	Temperatura da Mistura (°C)											
	160			170			160			170		
0	42	42	42	42	42	42	42	42	42	42	42	42
6	39	40	42	41	39	39	36	36	38	35	36	37
12	59	60	60	48	46	47	51	52	51	46	47	46
18	43	44	42	47	46	47	40	41	39	49	49	49
24	48	47	49	47	46	46	47	48	46	48	49	50

Tabela 15 - Resultados de penetração após 24 meses de armazenamento

Penetração (1/10 mm)	Tamanho das Partículas de Borracha											
	# 50 - # 100						# 40 - # 50					
Teor de Borracha (%)	Temperatura da Mistura (°C)											
	160			170			160			170		
0	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30
6	24	24	24	26	23	22	22	21	22	21	20	20
12	-	-	-	11	14	15	-	-	-	14	14	15
18	20	19	24	-	-	-	29	32	26	-	-	-
24	28	24	28	25	25	24	30	25	29	30	33	31

As Figuras 18 a 21 mostram os efeitos do tempo de armazenamento sobre os resultados do ensaio de penetração, para diferentes teores de borracha, tamanho das partículas (# 40 - # 50 e # 50 - # 100) e temperatura de mistura (160° C e 170° C).

Figura 18 - Efeito do tempo de armazenamento sobre os resultados de penetração: # 50 - # 100 e temperatura de mistura de 160° C

Figura 19 - Efeito do tempo de armazenamento sobre os resultados de penetração: # 50 - # 100 e temperatura de mistura de 170°C

Figura 20 - Efeito do tempo de armazenamento sobre os resultados de penetração: # 40 - # 50 e temperatura de mistura de 160°C

Figura 21 - Efeito do tempo de armazenamento sobre os resultados de penetração: # 40 - # 50 e temperatura de mistura de 170°C

5.3.2 - Ensaio de Ponto de Amolecimento

A Tabela 16 mostra os resultados do ensaio de ponto de amolecimento obtidos por ODA (2000) e a Tabela 17 mostra os resultados após 24 meses de armazenamento. As Figuras 22 a 25 mostram os efeitos do tempo de armazenamento sobre os resultados do ensaio de ponto de amolecimento, para diferentes teores de borracha, tamanhos das partículas (# 40 - # 50 e # 50 - # 100) e temperaturas de mistura (160° C e 170° C).

Tabela 16 - Resultados do ponto de amolecimento das amostras produzidas por ODA, 2000

Ponto de Amolecimento	Tamanho das Partículas de Borracha											
	# 50 - # 100						# 40 - # 50					
Teor de Borracha (%)	Temperatura da Mistura (°C)											
	160			170			160			170		
0	51	51	51	51	51	51	51	51	51	51	51	51
6	54	55	53	52	54	50	55	56	54	53	55	54
12	57	59	58	61	60	61	59	59	58	57	56	58
18	64	63	61	64	63	61	64	64	64	60	59	61
24	65	64	66	68	67	66	65,5	66	65	64	66	65

Tabela 17 - Resultados do ponto de amolecimento após 24 meses de armazenamento

Ponto de Amolecimento	Tamanho das Partículas de Borracha											
	# 50 - # 100						# 40 - # 50					
Teor de Borracha (%)	Temperatura da Mistura (°C)											
	160			170			160			170		
0	55	55	55	55	55	55	55	55	55	55	55	55
6	55	55	57	54	55	55	56	58	56	58	57	57
12	69	69	66	-	-	-	-	-	-	67	72	74
18	68	69	68	67	69	69	71	71	72	71	70	71
24	72	73	70	71	71	72	70	73	71	74	72	73

Figura 22 - Efeito do tempo de armazenamento sobre os resultados de ponto de amolecimento: # 50 - # 100 e temperatura de mistura de 160° C

Figura 23 - Efeito do tempo de armazenamento sobre os resultados de ponto de amolecimento: # 50 - # 100 e temperatura de mistura de 170° C

Figura 24 - Efeito do tempo de armazenamento sobre os resultados de ponto de amolecimento: # 40 - # 50) e temperatura de mistura de 160° C

Figura 25 - Efeito do tempo de armazenamento sobre os resultados de ponto de amolecimento: # 40 - # 50 e temperatura de mistura de 170°

Para as amostras armazenadas por 24 meses ocorreu uma diminuição significativa da penetração em todas as amostras e aumento da temperatura do ponto de amolecimento, também em todas as amostras ensaiadas.

A primeira etapa da pesquisa teve a intenção de avaliar o tempo de armazenamento. Foram ensaiadas as amostras preparadas entre o final do ano 1999 e começo do ano de 2000. Para a avaliação, foram feitos os ensaios de ponto de amolecimento e de penetração.

As amostras foram mantidas na estufa durante um tempo mínimo de 8 horas, tempo suficiente para a mistura tornar-se líquida e para a homogeneização do ligante asfalto-borracha, com temperaturas de 140°C e 150°C. As temperaturas de aquecimento das amostras não poderiam ultrapassar 90°C da temperatura do ponto de amolecimento. Percebeu-se a formação de uma “casca” na superfície das amostras e, também, a oxidação dessas amostras, que apresentaram uma aparência quebradiça e dura.

No ensaio de Ponto de Amolecimento, a dificuldade foi moldar o corpo de prova, pois o ligante asfalto-borracha acabava sempre se retraindo e em algumas vezes não aderiu ao molde.

As Figuras 26 e 27 exibem uma “crosta” formada na superfície da amostra. As amostras tinham sido preparadas para o ensaio de Penetração, mas devido à formação dessa “crosta” não foram ensaiadas, pois havia vazios no interior da amostra.

Os fatores da amostra da Figura 26 são: 18% de teor de borracha, 170° C de temperatura de mistura, # 50 - # 100 – tamanho das partículas e 30 minutos de tempo de reação. Os fatores da amostra da Figura 27 são: 12% de teor de borracha, 160° C de temperatura de mistura, # 40 - # 50 – tamanho das partículas e 30 minutos de tempo de reação.

Figura 21 - Exemplo da formação de "crosta" em amostra de asfalto-borracha para ensaio de penetração

Figura 22 - Exemplo da formação de "crosta" em amostra de asfalto-borracha para ensaio de penetração

5.4 - Ensaios do método Superpave

5.4.1 – Envelhecimento de Curto Prazo (RTFOT)

Para impedir o envelhecimento excessivo (volatilização) durante a produção e construção, uma perda máxima de massa é especificada para todos os ligantes. A especificação Superpave requer que a perda de massa, aplicada ao resíduo do ensaio RTFOT não exceda a 1 %.

O ensaio RTFOT pode resultar em uma perda ou ganho de massa. Durante o ensaio, componentes voláteis evaporam, causando uma diminuição da massa, enquanto que o oxigênio, reagindo com a amostra, causa um aumento de massa. O efeito combinado determina se a amostra terá um resultado de ganho ou perda de massa. Amostras com um percentual muito pequeno de componentes voláteis geralmente têm um ganho de massa, enquanto amostras com um alto percentual de componentes voláteis têm uma perda de massa.

Todos os resultados da perda de massa obtidos após o ensaio RTFOT apresentaram valores menores que 1%. A Tabela 73, no Anexo 2, apresenta os valores de perda de massa para cada amostra ensaiada. A perda de massa é calculada através da Equação 7 e apresentada no item 4.3.3.3.

5.4.2 - Cisalhamento Dinâmico (DSR) do Ligante Não-Envelhecido

O Ensaio de Cisalhamento Dinâmico (DSR) é usado para caracterizar o comportamento viscoso e elástico dos ligantes asfálticos, medindo o módulo complexo (G^*) e o ângulo de fase (δ) dos mesmos. A especificação Superpave de ligantes asfálticos define o fator $G^*/\sin \delta$ como sendo o fator de controle da deformação permanente, limitando-o a um valor mínimo de 1,00 kPa para ligante virgem e 2,20 kPa após o ensaio RTFOT. Os resultados do ensaio DSR são apresentados nas Tabelas 18 a 20.

Tabela 18 - Resultados do ensaio DSR do ligante não-envelhecido - G^* (Pa)
(temperatura do ensaio: 64° C)

G* (Pa)	Tamanho das Partículas de Borracha											
	# 40 - # 50				# 50 - # 80				Passado na # 80			
Teor de Borracha (%)	Tempo de Mistura (minutos)											
	20		50		20		50		20		50	
0	1408	1426	1408	1426	1408	1426	1408	1426	1408	1426	1408	1426
12	6619	6557	11030	12940	7228	6920	10930	10990	4816	4838	-	-
18	14880	14150	13390	13950	12850	12150	13090	12830	8490	8921	-	-

Tabela 19 - Resultados do ensaio DSR do ligante não-envelhecido - δ (graus)

δ (graus)	Tamanho das Partículas de Borracha											
	# 40 - # 50				# 50 - # 80				Passado na # 80			
Teor de Borracha (%)	Tempo de Mistura (minutos)											
	20		50		20		50		20		50	
0	87,87	87,80	87,87	87,80	87,87	87,80	87,87	87,80	87,87	87,80	87,87	87,80
12	78,13	78,15	70,27	70	74,93	75,4	67,27	66,8	80,19	80,28	-	-
18	66,32	66,74	63,2	62,6	65,91	65,8	64,55	63,87	72,98	72,22	-	-

Tabela 20 - Resultados do ensaio DSR do ligante não-envelhecido - $G^*/\text{sen } \delta$ (kPa)

G*/sen δ (kPa)	Tamanho das Partículas de Borracha											
	# 40 - # 50				# 50 - # 80				Passado na # 80			
Teor de Borracha (%)	Tempo de Mistura (minutos)											
	20		50		20		50		20		50	
0	1,409	1,427	1,409	1,427	1,409	1,427	1,409	1,427	1,409	1,427	1,409	1,427
12	6,76	6,70	11,72	13,77	7,49	7,15	11,85	11,96	4,89	4,91	-	-
18	16,25	15,40	15,00	15,71	14,08	13,32	14,50	14,29	8,88	9,37	-	-

As Figuras 28 e 29 apresentam a variação do G^* e do δ em função do teor de borracha, observando-se um aumento na resistência ao acúmulo de deformação permanente com o aumento do teor de borracha (Figura 30), decorrente do aumento do G^* e da diminuição do δ . Todas as amostras apresentaram um valor do parâmetro $G^*/\text{sen } \delta$ acima do estabelecido pela especificação Superpave.

Figura 21 - Efeito do teor de borracha no módulo de cisalhamento complexo

Figura 22 - Efeito do teor de borracha no ângulo de fase

Figura 30 - Efeito do teor de borracha na resistência à deformação permanente

5.4.3 - Cisalhamento Dinâmico (DSR) do Ligante após Envelhecimento de Curto Prazo

O ensaio com DSR após o envelhecimento de curto prazo também é feito para avaliar a resistência ao acúmulo de deformação permanente. As Tabelas 21 a 23 apresentam os resultados do ensaio DSR após envelhecimento de Curto Prazo.

Tabela 21 - Resultados do ensaio DSR após envelhecimento de curto prazo – G^* (Pa) (temperatura de ensaio: 64° C)

G* (Pa)	Tamanho das Partículas de Borracha											
	# 40 - # 50				# 50 - # 80				Passado na # 80			
Teor de Borracha (%)	Tempo de Mistura (minutos)											
	20		50		20		50		20		50	
0	4738	4738	4738	4738	4738	4738	4738	4738	4738	4738	4738	4738
12	21340	21480	17400	19010	13620	19150	16660	14360	7827	9452	-	-
18	45720	51620	20000	20390	20440	20380	19090	19250	12840	13010	-	-

Tabela 22 - Resultados do ensaio DSR após envelhecimento de curto prazo - δ (graus)

δ (graus)	Tamanho das Partículas de Borracha											
	# 40 - # 50				# 50 - # 80				Passado na # 80			
Teor de Borracha (%)	Tempo de Mistura (minutos)											
	20		50		20		50		20		50	
0	83,87	83,8	83,87	83,8	83,87	83,8	83,87	83,8	83,87	83,8	83,87	83,8
12	65,58	64,22	64,5	62,43	63,86	67,34	61,17	61,83	72,76	74,4	-	-
18	53,24	55,57	58,54	59,86	58,51	58,26	57,61	57,3	66,83	66,86	-	-

Tabela 23 - Resultados do ensaio DSR após envelhecimento de curto prazo - $G^*/\sin \delta$ (kPa)

G*/sen δ (kPa)	Tamanho das Partículas de Borracha											
	# 40 - # 50				# 50 - # 80				Passado na # 80			
Teor de Borracha (%)	Tempo de Mistura (minutos)											
	20		50		20		50		20		50	
0	4,74	4,8	4,74	4,8	4,74	4,8	4,74	4,8	4,74	4,8	4,74	4,8
12	23,44	23,85	19,28	21,45	15,17	20,75	19,02	16,29	8,2	9,81	-	-
18	57,07	62,58	23,45	23,58	23,97	23,96	22,61	22,88	13,97	14,15	-	-

As Figuras 31 e 32 mostram a variação do G^* e δ em função do teor de borracha e a Figura 33 mostra o aumento da resistência ao acúmulo de deformação permanente com o aumento do teor de borracha.

Figura 31 - Efeito do teor de borracha no módulo de cisalhamento dinâmico após envelhecimento de curto prazo

Figura 32 - Efeito do teor de borracha no ângulo de fase após envelhecimento de curto prazo

Os valores de rigidez ($G^*/\sin \delta$) cresceram conforme o aumento no teor de borracha, ou seja, maior resistência ao acúmulo de deformação permanente. Todas as amostras apresentaram valores maiores que o limite mínimo da Especificação Superpave (2,2 KPa).

Figura 33 - Efeito do teor de borracha na resistência à deformação permanente após envelhecimento de curto prazo

5.4.4 - Viscosidade aparente Brookfield

O viscosímetro Rotacional Brookfield é usado para avaliar a trabalhabilidade dos ligantes asfálticos sob temperaturas elevadas. O método de medida da viscosidade é detalhado na ASTM D4402 (*Viscosity Determination of Unfilled Asphalts Using the Brookfield Thermosel Apparatus*).

A viscosidade do ligante asfáltico à temperatura elevada é medida para garantir que o asfalto esteja suficientemente fluido quando bombeado e misturado. A viscosidade rotacional é medida de acordo com a especificação Superpave para ligantes asfálticos, que determina um valor máximo de 3 Pa-s quando medido a 135°C. A viscosidade à temperatura de 135°C é determinada como a média das três leituras. A unidade dada no ensaio é centipoise (cP), enquanto que a especificação Superpave usa Pa-s. Para conversão:

$$1000 \text{ cP} = 1 \text{ Pa-s}$$

No ensaio da viscosidade rotacional são obtidos, também, a taxa de cisalhamento ($\dot{\gamma}$) e a tensão de cisalhamento (τ). Os resultados são apresentados na Tabela 24, na Figura 34 e no Anexo 1.

Tabela 24 - Resultados do ensaio de viscosidade Brookfield à 135° C (cP)

Viscosidade (cP)	Tamanho das Partículas de Borracha																	
	# 40 - # 50					# 50 - # 80					Passado na # 80							
Teor de Borracha (%)	Tempo de Mistura (minutos)																	
	20			50			20			50			20			50		
0	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
12	589,3	589,3	589,3	343,4	343,4	343,4	1490	1498	1467	1245	1158	1138	641,6	641,6	641,6	-	-	-
18	1992	1992	1992	960	932,5	932,5	9000	8962	8988	8864	8864	8864	966,4	966,4	966,4	-	-	-

Figura 34 - Efeito do teor de borracha na viscosidade Brookfield à 135° C

Considerando-se a especificação Superpave, que determina a temperatura de ensaio de 135° C, pode-se verificar que duas amostras, uma com 18% de teor de borracha, granulometria de # 50 - # 80 e tempo de mistura de 20 minutos, e a outra com 18% de borracha, granulometria de # 50 - # 80 e tempo de mistura de 50 minutos, apresentam valores acima do limite máximo estabelecido de 3000 cP.

5.5 - ANÁLISE ESTATÍSTICA - Apresentação do experimento

Nos experimentos com os ensaios tradicionais (de penetração, de ponto de amolecimento e de ponto de fulgor) e com os ensaios do método Superpave (de viscosidade Brookfield, de cisalhamento dinâmico, antes e depois do RTFOT), têm-se três fatores contribuindo para os seus resultados. São eles:

- *teor de borracha;*
- *granulometria da borracha;*
- *tempo de mistura.*

Em cada um desses fatores há alguns níveis como para o teor de borracha em que há 2 níveis, para granulometria em que há 3 níveis e para o tempo de mistura em que há 2 níveis.

O objetivo da análise estatística é verificar qual a melhor combinação desses fatores e níveis nas misturas asfalto-borracha.

5.5.1 - Modelo associado ao problema

Para testar qual(is) seria(m) o(s) fator(es) e o(s) nível(is) mais relevante(s) para justificar os resultados dos ensaios, fez-se uma análise estatística utilizando um modelo com três fatores fixos (não foram previamente sorteados) e cruzados. O modelo usado foi:

$$y_{ijkl} = \mu + \tau_i + \beta_j + (\tau\beta)_{ij} + \alpha_k + (\tau\alpha)_{ik} + (\beta\alpha)_{jk} + (\tau\beta\alpha)_{ijk} + \varepsilon_{ijkl}$$

i : 1,2 – teor da borracha;

j : 1,2,3 – granulometria da borracha; e

k : 1,2 – tempo de mistura.

onde:

y_{ijkl} = resposta observada para a l -ésima medida do i -ésimo nível de borracha, do

μ = efeito comum para os três fatores;

j -ésimo nível de granulometria e do k -ésimo nível de tempo de mistura;

τ_i = efeito do i -ésimo nível teor de borracha;

β_j = efeito do j -ésimo nível de granulometria;

α_k = efeito do k -ésimo nível de tempo de mistura;

$\tau\beta_{ij}$ = efeito de interação entre teor de borracha e granulometria;

$\tau\alpha_{ik}$ = efeito de interação entre teor de borracha e tempo de mistura;

$\beta\alpha_{jk}$ = efeito de interação entre granulometria e tempo de mistura;

$\tau\beta\alpha_{ijk}$ = efeito de interação entre borracha, granulometria e tempo de mistura;

ε_{ijkl} = erro aleatório para a l -ésima medida do i -ésimo nível de borracha, do j -ésimo nível de granulometria e do k -ésimo nível de tempo de mistura.

5.5.2 - Ensaios Tradicionais

5.5.2.1 - Penetração

Resultados do ensaio:

Tabela 25 – Resultados de Penetração das amostras de asfalto-borracha

Penetração (1/10 mm)	Tamanho das Partículas de Borracha																	
	# 40 - # 50					# 50 - # 80					Passado na # 80							
Teor de Borracha (%)	Tempo de Mistura (minutos)																	
	20			50			20			50			20			50		
0	54	55	55	54	55	55	54	55	55	54	55	55	54	55	55	54	55	55
12	32	30	32	27	26	27	30	30	30	28	27	29	32	33	34	-	-	-
18	27	27	29	32	32	31	29	28	28	28	28	27	28	28	30	-	-	-

Resultados da análise:

Utilizando o software estatístico SAS, encontraram-se os seguintes resultados, conforme mostrado na Tabela 26.

Tabela 26 - Análise de Variância dos resultados do ensaio de penetração

The GLM Procedure					
Dependent Variable: Penetração					
Source	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Pr > F
Model	9	117.6333333	13.0703704	17.82	<.0001
Error	20	14.6666667	0.7333333		
Corrected Total	29	132.3000000			

Analizando a tabela ANOVA (Analysis of Variance) geral (não-particionada), conclui-se que, ao nível de significância de 5%, pelo menos um dos componentes do modelo é significativo, pois foi atribuído ao teste um p-valor menor do que 0,05 (p-valor = 0,0001), o que implica que pelo menos um dos fatores é relevante para explicar o ensaio de penetração do asfalto.

Já que pelo menos um dos fatores mostrou-se relevante, deve-se testar a relevância de cada fator e interações associadas ao modelo. O procedimento adotado foi testar primeiramente a interação de maior ordem dos fatores (no caso a interação entre o teor de borracha, granulometria da borracha e o tempo de mistura). Se ela não se mostrar significativa, testam-se as interações de segunda ordem (no caso, as combinações dos fatores dois a dois). Se estas ainda não se mostrarem significativas, faz-se a análise dos fatores separadamente. Os resultados são apresentados na Tabela 27.

Tabela 27 - Análise de Variância particionada dos resultados do ensaio de penetração

Source	DF	Type I SS	Mean Square	F Value	Pr> F
borracha	1	7.50000000	7.50000000	10.23	0.0045
granu	2	21.80000000	10.90000000	14.86	0.0001
borracha*granu	2	25.00000000	12.50000000	17.05	<.0001
mistura	1	4.16666667	4.16666667	5.68	0.0272
borracha*mistura	1	37.50000000	37.50000000	51.14	<.0001
granu*mistura	1	1.50000000	1.50000000	2.05	0.1681
inter	1	20.16666667	20.16666667	27.50	<.0001

Ao observar a tabela ANOVA particionada, o primeiro passo foi testar a interação de maior ordem (no caso denominada **inter**). Com um p-valor = 0,0001, concluiu-se que a interação entre os três fatores (o teor de borracha, a granulometria da borracha e o tempo de mistura) foi significativa para explicar os resultados do ensaio de penetração do asfalto.

Deve-se, agora, encontrar a melhor combinação dos três fatores que daria o melhor desempenho em relação aos resultados do ensaio de penetração do asfalto. Usando o teste de Comparações Múltiplas de Duncan, obtiveram-se os seguintes resultados, conforme mostrado na Tabela 28.

Tabela 28 - Teste de comparações múltiplas de Duncan para o ensaio de penetração

Duncan's Multiple Range Test for Penetracao									
		Alpha		0.05					
		Error Degrees of Freedom		20					
		Error Mean Square		0.733333					
Number of Means	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Critical Range	1.459	1.531	1.577	1.609	1.633	1.651	1.665	1.676	1.685
Means with the same letter are not significantly different.									
Duncan Grouping		Mean		N		inter			
		A		33.0000		3		131	
		A							
B		A		31.6667		3		212	
B									
B		C		31.3333		3		111	
		C							
D		C		30.0000		3		121	
D									
D		E		28.6667		3		231	
		E							
		E		28.3333		3		221	
		E							
F		E		28.0000		3		122	
F		E							
F		E		27.6667		3		211	
F		E							
F		E		27.6667		3		222	
F									
F				26.6667		3		112	

Pelo teste concluiu-se que a interação que resultou na maior média de penetração foi a de 12% teor de borracha, granulometria da borracha passada na # 80 e 20 minutos de tempo de borracha. Porém, ela mostrou-se estatisticamente igual à interação de 18% teor de borracha, granulometria da borracha # 40 - # 50 e 50 minutos de tempo de mistura.

Análise de Resíduos

Para garantir a qualidade da análise, deve-se encontrar os resíduos e analisá-los. Ao encontrar-se a normalidade dos resíduos não será necessário aplicar qualquer outro tipo de transformação nos dados coletados. Isso pode ser verificado com o Gráfico Normal Probabilístico (Figura 35).

Figura 35 - Gráfico normal probabilístico do ensaio de penetração

Analizando o mesmo gráfico, pelo teste de Anderson-Darlin, encontra-se um p-valor igual a 0,152 ($>$ do que 0,05), ou seja, existe normalidade para os resíduos e deve-se continuar trabalhando com os dados originais.

5.5.2.2 - Ponto de amolecimento

Resultados do ensaio:

Tabela 29 – Resultados do ponto de amolecimento para amostras de asfalto-borracha

Ponto de Amolecimento ° C	Tamanho das Partículas de Borracha																	
	# 40 - # 50						# 50 - # 80						Passado na # 80					
Teor de Borracha (%)	Tempo de Mistura (minutos)																	
	20			50			20			50			20			50		
0	47,5	48	49,5	47,5	48	49,5	47,5	48	49,5	47,5	48	49,5	47,5	48	49,5	47,5	48	49,5
12	58,5	60	58,5	65	66	65,5	61,5	63	63,5	68	67,5	67,5	59	60,5	60,5	-	-	-
18	69,5	68,5	69	67	67,5	66,5	69	68	67,5	69,5	68	69	63,5	64,5	63,5	-	-	-

Resultados da análise:

Utilizando o software estatístico SAS, encontraram-se os seguintes resultados, conforme mostrado na Tabela 30.

Tabela 30 - Análise de Variância dos resultados do ensaio de ponto de amolecimento

The GLM Procedure					
Dependent Variable: Ponto de Amolecimento					
Source	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Pr > F
Model	9	354.8666667	39.4296296	57.01	<.0001
Error	20	13.8333333	0.6916667		
Corrected Total	29	368.7000000			

Analizando a tabela ANOVA (Analysis of Variance) geral (não-particionada), conclui-se que, ao nível de significância de 5%, pelo menos um dos componentes do modelo é significativo, pois foi atribuído ao teste um p-valor menor do que 0,05 (p-valor = 0,0001), o que implica que pelo menos um dos fatores é relevante para explicar os resultados do ponto de amolecimento do asfalto.

Já que pelo menos um dos fatores mostrou-se relevante, deve-se testar a relevância de cada fator e interações associadas ao modelo. Os resultados da análise de variância particionada são apresentados na Tabela 31.

Tabela 31 - Análise de Variância particionada dos resultados do ensaio de ponto de amolecimento

Source	DF	Type I SS	Mean Square	F Value	Pr > F
borracha	1	177.6333333	177.6333333	256.82	<.0001
granu	2	57.7625000	28.8812500	41.76	<.0001
borracha*granu	2	11.9291667	5.9645833	8.62	0.0020
mistura	1	38.7604167	38.7604167	56.04	<.0001
borracha*mistura	1	61.7604167	61.7604167	89.29	<.0001
granu*mistura	1	0.5104167	0.5104167	0.74	0.4005
inter	1	6.5104167	6.5104167	9.41	0.0061

Com um p-valor = 0,0061, conclui-se que a interação entre os três fatores (o teor de borracha, a granulometria da borracha e o tempo de mistura) foi significativa para explicar os resultados do ponto de amolecimento do asfalto.

Usando o teste de Comparações Múltiplas de Duncan, obteve-se os seguintes resultados, conforme mostrado na Tabela 32.

Tabela 32 - Teste de comparações múltiplas de Duncan para o ensaio de ponto de amolecimento

The GLM Procedure									
Duncan's Multiple Range Test for Ponto de Amolecimento									
		Alpha				0.05			
		Error Degrees of Freedom				20			
		Error Mean Square				0.691667			
Number of Means	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Critical Range	1.416	1.487	1.532	1.563	1.586	1.603	1.617	1.628	1.637
Means with the same letter are not significantly different.									
	Duncan Grouping		Mean		N		inter		
		A	69.0000	3	211				
		A	68.8333	3	222				
		A	68.1667	3	221				
	B	A	67.6667	3	122				
	B	A	67.0000	3	212				
	B	C	66.1667	3	231				
	D	C	65.5000	3	112				
	D		62.6667	3	121				
		E	60.0000	3	131				
		F	59.0000	3	111				
		F							
		F							

Pelo teste conclui-se que as interações que resultaram em maiores médias de ponto de amolecimento são:

- 18% teor de borracha, granulometria # 40 - # 50 e 20 minutos;
- 18% teor de borracha, granulometria # 50 - # 80 e 50 minutos;
- 18% teor de borracha, granulometria # 50 - # 80 e 20 minutos;
- 12% teor de borracha, granulometria # 50 - # 80 e 50 minutos.

Análise de Resíduos

Para garantir a qualidade da análise, deve-se encontrar os resíduos e analisá-los. Ao encontrar-se a normalidade dos resíduos não será necessário aplicar qualquer tipo de transformação nos dados coletados. Isso pode ser verificado com o Gráfico Normal Probabilístico (Figura 36), feito no software MINITAB.

Figura 36 - Gráfico normal probabilístico do ensaio de ponto de amolecimento

Analizando ainda o gráfico, pelo teste de Anderson-Darling, encontra-se um p-valor igual a 0,535 ($>$ do que 0,05), ou seja, existe normalidade para os resíduos e deve-se continuar trabalhando com os dados originais.

5.5.2.3 - Ponto de Fulgor

Resultados do ensaio:

Tabela 33 – Resultados do ponto de fulgor para as amostras de asfalto-borracha

Ponto de Fulgor (° C)	Tamanho das Partículas de Borracha																	
	# 40 - # 50						# 50 - # 80						Passado na # 80					
Teor de Borracha (%)	Tempo de Mistura (minutos)																	
	20			50			20			50			20			50		
0	269	274	250	269	274	250	269	274	250	269	274	250	269	274	250	269	274	250
12	279	275	264	263	267	266	274	271	273	275	265	259	266	264	270	-	-	-
18	269	219*	210*	258	290	266	282	286	250	262	281*	284*	**	**	**	-	-	-

* Formação de espuma durante o ensaio.

** Não foi possível realizar o ensaio com a amostra 10, devido formação demasiada de espuma.

Resultados da análise:

Utilizando o software estatístico SAS, encontraram-se os seguintes resultados, conforme mostrado na Tabela 34.

Tabela 34 - Análise de Variância dos resultados do ensaio de ponto de fulgor

The GLM Procedure					
Dependent Variable: Ponto de Fulgor					
Source	DF	Squares	Mean Square	F Value	Pr > F
Model	14	682.527132	48.751938	0.36	0.9770
Error	28	3825.333333	136.619048		
Corrected Total	42	4507.860465			

Analisando a tabela ANOVA (Analysis of Variance) geral (não-particionada), conclui-se que, ao nível de significância de 5%, nenhum dos componentes do modelo é significativo, pois foi atribuído ao teste um p-valor maior do que 0,05 (p-valor = 0,9770), ou seja, nenhum dos fatores é relevante para explicar os resultados do ensaio de ponto de fulgor do asfalto. Todas as amostras se mostraram estatisticamente iguais.

5.5.3 - Ensaios do método Superpave

5.5.3.1 - Ensaio DSR –Amostra não-envelhecida - δ (graus)

Resultados do ensaio:

Tabela 35 – Resultados do DSR–Amostra não-envelhecida - δ (graus)

δ (graus)	Tamanho das Partículas de Borracha											
	# 40 - # 50				# 50 - # 80				Passado na # 80			
Teor de Borracha (%)	Tempo de Mistura (minutos)											
	20		50		20		50		20		50	
0	87,87	87,80	87,87	87,80	87,87	87,80	87,87	87,80	87,87	87,80	87,87	87,80
12	78,13	78,15	70,27	70	74,93	75,4	67,27	66,8	80,19	80,28	-	-
18	66,32	66,74	63,2	62,6	65,91	65,8	64,55	63,87	72,98	72,22	-	-

Resultados da análise:

Utilizando o software estatístico SAS, encontraram-se os seguintes resultados, conforme mostrado na Tabela 36.

Tabela 36 - Análise de Variância dos resultados do ensaio DSR - amostra virgem (δ - graus)

The GLM Procedure					
Dependent Variable: δ (graus)					
Source	DF	Squares	Mean Square	F Value	Pr > F
Model	15	2962.464972	197.497665	2951.72	<.0001
Error	16	1.070550	0.066909		
Corrected Total	31	2963.535522			

Analisando a tabela ANOVA (Analysis of Variance) geral (não-particionada), conclui-se que, ao nível de significância de 5%, pelo menos um dos componentes do modelo é significativo, pois foi atribuído ao teste um p-valor menor do que 0,05 (p-valor < 0,0001), o que implica que pelo menos um dos fatores é relevante para explicar os resultados do ângulo de fase do ligante não-envelhecido.

Já que pelo menos um dos fatores mostrou-se relevante, deve-se testar a relevância de cada fator e interações associadas ao modelo. Os resultados são apresentados na Tabela 37.

Tabela 37 - Análise de Variância particionada dos resultados do ensaio DSR - amostra virgem (δ - graus)

Source	DF	Type I SS	Mean Square	F Value	Pr > F
borracha	2	2609.427172	1304.713586	19499.7	<.0001
tamanho	2	107.648909	53.824455	804.44	<.0001
borracha*tamanho	4	99.329041	24.832260	371.13	<.0001
mistura	1	65.484014	65.484014	978.70	<.0001
borracha*mistura	2	78.597911	39.298955	587.35	<.0001
tamanho*mistura	2	0.576600	0.288300	4.31	0.0318
inter	2	1.401325	0.700662	10.47	0.0012

Com um p-valor = 0,0012, concluiu-se que a interação entre os três fatores (o teor de borracha, a granulometria da borracha e o tempo de mistura) foi significativa para explicar os resultados do ângulo de fase do ligante não-envelhecido. Usando o teste de Comparações Múltiplas de Duncan, obteve-se os seguintes resultados, conforme mostrado na Tabela 38.

Pelo teste concluiu-se que a interação que resultou na menor média do ângulo de fase (mais elástico) foi a de 18% de teor de borracha, granulometria da entre # 40 - # 50 e tempo de mistura de 50 minutos.

Tabela 38 - Teste de comparação múltiplas de Duncan para o ensaio DSR – amostra virgem (δ - graus)

The GLM Procedure									
Duncan's Multiple Range Test for δ (graus)									
Alpha				0.05					
Error Degrees of Freedom				16					
Error Mean Square				0.066909					
Number of Means	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Critical Range	.6222	.6258	.6286	.6308	.6325	.6337	.6346	.6353	.6357
Means with the same letter are not significantly different.									
Duncan Grouping		Mean		N		inter			
A		80.2350		2		131			
B		78.1400		2		111			
C		75.1650		2		121			
D		72.6000		2		231			
E		70.1350		2		112			
F		67.0350		2		122			
F		66.5300		2		211			
G		65.8550		2		221			
H		64.2100		2		222			
I		62.9000		2		212			

Análise de Resíduos

Para garantir a qualidade da análise, deve-se estimar os valores preditos e os resíduos e logo após fazer uma análise dos resíduos e um gráfico dos preditos versus os resíduos. Espera-se obter a normalidade nos resíduos e aleatoriedade no gráfico de resíduos versus preditos. Encontradas a normalidade nos resíduos e a aleatoriedade nos gráficos não será necessário aplicar qualquer tipo de transformação nos dados coletados. O Gráfico Normal Probabilístico (Figura 37), feito no software MINITAB, verifica a normalidade nos resíduos.

Figura 37 - Gráfico normal probabilístico do ensaio DSR – amostra virgem (δ - graus)

Analizando o mesmo gráfico, agora pelo teste de Anderson-Darling, encontrou-se um p-valor igual a 0,039 ($<$ do que 0,05), o que indica que não existe normalidade para os resíduos. Isso porque foi levado em consideração um nível de significância de 5%.

Isto pode ser um indicativo de que os dados coletados devem sofrer algum tipo de transformação, o qual só será confirmado se no gráfico de resíduos versus preditos não for encontrada nenhuma aleatoriedade. O gráfico (Figura 38) foi feito no software STATISTICA.

Ao analisar o gráfico (Figura 38), notou-se que os valores estão bem distribuídos ao longo do eixo resíduos, ou seja, não existe nenhuma tendência de que os resíduos sofram mudanças de comportamento com o aumento do valor dos preditos.

Portanto pode-se concluir, mesmo sem a normalidade para os resíduos, que os dados coletados durante o experimento são válidos e as análises não devem sofrer nenhuma alteração. Isto aliado ao fato de que estudos recentes

comprovam que o teste F feito na ANOVA (Analysis of Variance) é não-robusto à não-normalidade.

Figura 38 - Gráfico dos Resíduos versus Preditos do ensaio DSR – amostra virgem (δ - graus)

5.5.3.2 - Ensaio DSR – amostra não-envelhecida – G^* (Pa)

Resultados do ensaio:

Tabela 39 – Resultados do ensaio DSR – amostra não-envelhecida – G^* (Pa)

G* (Pa)	Tamanho das Partículas de Borracha											
	# 40 - # 50				# 50 - # 80				Passado na # 80			
Teor de Borracha (%)	Tempo de Mistura (minutos)											
	20		50		20		50		20		50	
0	1408	1426	1408	1426	1408	1426	1408	1426	1408	1426	1408	1426
12	6619	6557	11030	12940	7228	6920	10930	10990	4816	4838	-	-
18	14880	14150	13390	13950	12850	12150	13090	12830	8490	8921	-	-

Resultados da análise:

Utilizando o software estatístico SAS, encontraram-se os seguintes resultados, conforme mostrado na Tabela 40.

Tabela 40 - Análise de Variância dos resultados do ensaio DSR - amostra não-envelhecida (G^* - Pa)

The GLM Procedure					
Dependent Variable: G^* (Pa)					
Source	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Pr > F
Model	15	804175266.2	53611684.4	321.11	<.0001
Error	16	2671348.5	166959.3		
Corrected Total	31	806846614.7			

Analizando a tabela ANOVA (Analysis of Variance) geral (não-particionada), conclui-se que, ao nível de significância de 5%, pelo menos um dos componentes do modelo é significativo, pois foi atribuído ao teste um p-valor menor do que 0,05 (p-valor < 0,0001), o que implica que menos um dos fatores é relevante para explicar os resultados do módulo complexo do ligante não-envelhecido.

Já que pelo menos um dos fatores mostrou-se relevante, deve-se testar a relevância de cada fator e interações associadas ao modelo. Os resultados da análise de variância particionada são apresentados na Tabela 41.

Tabela 41 - Análise de Variância particionada dos resultados do ensaio DSR - amostra virgem (G^* - Pa)

Source	DF	Type I SS	Mean Square	F Value	Pr > F
borracha	2	689806890.2	344903445.1	2065.79	<.0001
tamanho	2	37361040.1	18680520.1	111.89	<.0001
borracha*tamanho	4	31853105.9	7963276.5	47.70	<.0001
mistura	1	11310629.1	11310629.1	67.74	<.0001
borracha*mistura	2	31850527.9	15925263.9	95.38	<.0001
tamanho*mistura	2	7072.7	3536.3	0.02	0.9791
inter	2	1986000.3	993000.2	5.95	0.0117

Com um p-valor = 0,0117, concluiu-se que a interação entre os três fatores foi significativa para explicar os resultados do módulo complexo do ligante não-envelhecido. Usando o teste de Comparações Múltiplas de Duncan, obtiveram-se os seguintes resultados, conforme mostrado na Tabela 42.

Tabela 42 - Teste de comparações múltiplas de Duncan para o ensaio DSR - amostra virgem (G^* - Pa)

The GLM Procedure									
Duncan's Multiple Range Test for G^* (Pa)									
Alpha		0.05							
Error Degrees of Freedom		16							
Error Mean Square		166959.3							
Number of Means	2	3	4	5	6	7	8	9	
Critical Rang	935	953	966	976	983	989	993	996	
Means with the same letter are not significantly different.									
Duncan Grouping		Mean		N		inter			
A B		12960.0		2		222			
C B		12500.0		2		221			
C C		11985.0		2		112			
D		10960.0		2		122			
E		8705.5		2		231			
F		7074.0		2		121			
F		6588.0		2		111			
G		4827.0		2		131			

Pelo teste concluiu-se que a interação que resultou-se na maior média do módulo complexo do ligante virgem foi a 18% de teor de borracha, granulometria da borracha de # 50 - # 80 e tempo de mistura de 50 minutos.

Análise de Resíduos

O Gráfico Normal Probabilístico (Figura 39), feito no software MINITAB, verifica a normalidade nos resíduos.

Analisando o mesmo gráfico, agora pelo teste de Anderson-Darling, encontrou-se um p-valor igual a 0,0001 (< do que 0,05), o qual indica que não existe normalidade para os resíduos.

Figura 39 - Gráfico normal probabilístico do ensaio DSR - amostra não-envelhecida (G^* - P_a)

Isto pode ser um indicativo de que os dados coletados devem sofrer algum tipo de transformação, o qual só será confirmado se no gráfico de resíduos versus preditos não for encontrada nenhuma aleatoriedade. O gráfico (Figura 40) foi feito no software STATISTICA.

Figura 40 - Gráfico dos Resíduos versus Preditos do ensaio DSR - amostra virgem (G^* - P_a)

Ao analisar o gráfico (Figura 40), notou-se que os valores estão bem distribuídos ao longo do eixo resíduos, ou seja, não existe nenhuma tendência de que os resíduos sofrem mudanças de comportamento quando o valor dos preditos aumenta. Portanto, pode-se concluir, mesmo sem normalidade para os resíduos, que os dados coletados durante o experimento são válidos e as análises não devem sofrer nenhuma alteração.

5.5.3.3 - Ensaio DSR – amostra não-envelhecida - ($G^*/\text{sen } \delta$, kPa)

Resultados do ensaio:

Tabela 43 - Resultados do ensaio DSR – amostra não-envelhecida - ($G^/\text{sen } \delta$, kPa)*

G*/sen δ (kPa)	Tamanho das Partículas de Borracha											
	# 40 - # 50				# 50 - # 80				Passado na # 80			
Teor de Borracha (%)	Tempo de Mistura (minutos)											
	20		50		20		50		20		50	
0	1,409	1,427	1,409	1,427	1,409	1,427	1,409	1,427	1,409	1,427	1,409	1,427
12	6,76	6,70	11,72	13,77	7,49	7,15	11,85	11,96	4,89	4,91	-	-
18	16,25	15,40	15,00	15,71	14,08	13,32	14,50	14,29	8,88	9,37	-	-

Resultados da análise:

Utilizando o software estatístico SAS, encontraram-se os seguintes resultados, conforme mostrado na Tabela 44.

Tabela 44 - Análise de Variância dos resultados do ensaio DSR – amostra virgem ($G^/\text{sen } \delta$ - kPa)*

The GLM Procedure					
Dependent Variable: $G^*/\text{sen } \delta$ (kPa)					
Source	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Pr > F
Model	15	991.7117300	66.1141153	329.31	<.0001
Error	16	3.2122720	0.2007670		
Corrected Total	31	994.9240020			

Analisando a tabela ANOVA (Analysis of Variance) geral (não-particionada), conclui-se que, ao nível de significância de 5%, pelo menos um dos componentes do modelo é significativo, pois foi atribuído ao teste um p-valor menor do que 0,05 (p-valor < 0,0001), o que implica que pelo menos um dos

fatores é relevante para explicar os resultados do parâmetro de resistência ao acúmulo de deformação permanente.

Já que pelo menos um dos fatores mostrou-se relevante, deve-se testar a relevância de cada fator e interações associadas ao modelo. Os resultados da análise de variância particionada são apresentados na Tabela 45.

Tabela 45 - Análise de Variância particionada dos resultados do ensaio DSR - amostra virgem ($G^*/\sin\delta$ - kPa)

Source	DF	Type I SS	Mean Square	F Value	Pr > F
borracha	2	840.6644300	420.3322150	2093.63	<.0001
tamanho	2	49.6768576	24.8384288	123.72	<.0001
borracha*tamanho	4	43.4640674	10.8660169	54.12	<.0001
mistura	1	16.7400893	16.7400893	83.38	<.0001
borracha*mistura	2	39.4652232	19.7326116	98.29	<.0001
tamanho*mistura	2	0.0117042	0.0058521	0.03	0.9713
inter	2	1.6893583	0.8446792	4.21	0.0340

Com um p-valor = 0,0340, concluiu-se que a interação entre os três fatores (o teor de borracha, a granulometria da borracha e o tempo de mistura) foi significativa para explicar os resultados do parâmetro de resistência ao acúmulo de deformação permanente. Usando o teste de Comparações Múltiplas de Duncan, obtiveram-se os seguintes resultados, conforme mostrados na Tabela 42.

Pelo teste concluiu-se que a interação que resultou na maior média do parâmetro de resistência ao acúmulo de deformação permanente foi a de 18% de teor de borracha, granulometria da borracha entre # 40 - # 50 e tempo de mistura de 20 minutos. Porém, ela se mostrou-se estaticamente igual à interação de 18% de teor de borracha, granulometria da borracha entre # 40 - # 50 e tempo de mistura de 50 minutos.

Tabela 46 - Teste de comparações múltiplas de Duncan para o ensaio DSR - amostra virgem ($G^*/\text{sen}\delta$ - kPa)

The GLM Procedure										
Duncan's Multiple Range Test for $G^*/\text{sen}\delta$ (kPa)										
Alpha					0.05					
Error Degrees of Freedom					16					
Error Mean Square					0.200767					
Number of Means	2	3	4	5	6	7	8	9	10	
Critical Range	0.950	0.996	1.025	1.045	1.059	1.070	1.078	1.084	1.089	
Means with the same letter are not significantly different.										
Duncan Grouping		Mean		N		inter				
A		15.8250		2		211				
A		15.3550		2		212				
B		14.3950		2		222				
B		13.7000		2		221				
C		12.7450		2		112				
C		11.9050		2		122				
D		9.1250		2		231				
E		7.3200		2		121				
E		6.7300		2		111				
F		4.9000		2		131				

Análise de Resíduos

O Gráfico Normal Probabilístico (Figura 41), feito no software MINITAB, verifica a normalidade nos resíduos.

Figura 41 - Gráfico normal probabilístico do ensaio DSR - amostra virgem ($G^*/\text{sen}\delta$ - kPa)

Analisando o mesmo gráfico, agora pelo teste de Anderson-Darling, encontrou-se um p-valor igual a 0,0001 ($<$ do que 0,05), o que indica que não existe normalidade para os resíduos.

Isto pode ser um indicativo de que os dados coletados devem sofrer algum tipo de transformação, o qual só será confirmado se no gráfico de resíduos versus preditos não for encontrada nenhuma aleatoriedade. O gráfico (Figura 42) foi feito no software STATISTICA.

Ao analisar o gráfico, notou-se que os valores estão bem distribuídos ao longo do eixo, ou seja, não existe nenhuma tendência de que os resíduos sofrem mudanças de comportamento quando valor dos preditos aumenta. Portanto, pode-se concluir, mesmo sem normalidade para os resíduos, que os dados coletados durante o experimento são válidos e as análises não devem sofrer nenhuma alteração.

Figura 42 - Gráfico dos Resíduos versus Preditos do ensaio DSR - amostra virgem ($G^*/\sin\delta$ - kPa)

5.5.3.4 - Ensaio DSR – amostra envelhecido após RTFOT - δ (graus)

Resultados do ensaio:

Tabela 47 – Resultados do ensaio DSR – amostra envelhecido após RTFOT - δ (graus)

δ (graus)	Tamanho das Partículas de Borracha											
	# 40 - # 50				# 50 - # 80				Passado na # 80			
Teor de Borracha (%)	Tempo de Mistura (minutos)											
	20		50		20		50		20		50	
0	83,87	83,8	83,87	83,8	83,87	83,8	83,87	83,8	83,87	83,8	83,87	83,8
12	65,58	64,22	64,5	62,43	63,86	67,34	61,17	61,83	72,76	74,4	-	-
18	53,24	55,57	58,54	59,86	58,51	58,26	57,61	57,3	66,83	66,86	-	-

Resultados da análise:

Utilizando o software estatístico SAS, encontraram-se os seguintes resultados, conforme mostrado na Tabela 48.

Tabela 48 - Análise de Variância dos resultados do ensaio DSR - amostra envelhecida após RTFOT (δ - graus)

The GLM Procedure					
Dependent Variable: δ (graus)					
Source	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Pr > F
Model	15	3958.633672	263.908911	293.94	<.0001
Error	16	14.365150	0.897822		
Corrected Total	31	3972.998822			

Analizando a tabela ANOVA (Analysis of Variance) geral (não-particionada), conclui-se que, ao nível de significância de 5%, pelo menos um dos componentes do modelo é significativo, pois foi atribuído ao teste um p-valor menor do que 0,05 (p-valor < 0,0001), o que implica que pelo menos um dos fatores é relevante para explicar os resultados do ângulo de fase do ligante envelhecido após RTFOT.

Já que pelo menos um dos fatores mostrou-se relevante, deve-se testar a relevância de cada fator e interações associadas ao modelo. Os resultados da análise de variância particionada são apresentados na Tabela 49.

Tabela 49 - Análise de Variância particionada dos resultados do ensaio DSR - amostra envelhecida após RTFOT (δ - graus)

Source	DF	Type I SS	Mean Square	F Value	Pr > F
borracha	2	3617.732272	1808.866136	2014.73	<.0001
tamanho	2	160.976019	80.488010	89.65	<.0001
borracha*tamanho	4	137.199231	34.299808	38.20	<.0001
mistura	1	0.398414	0.398414	0.44	0.5148
borracha*mistura	2	22.388811	11.194405	12.47	0.0005
tamanho*mistura	2	11.732017	5.866008	6.53	0.0084
inter	2	8.206908	4.103454	4.57	0.0269

Com um p-valor = 0,0269, concluiu-se que a interação entre os três fatores (o teor de borracha, a granulometria da borracha e o tempo de mistura) é significativa para explicar os resultados do ângulo de fase do ligante envelhecido após RTFOT. Deve-se, agora, encontrar a melhor combinação dos três fatores que se obteria o melhor desempenho em relação aos resultados do ângulo de fase do ligante envelhecido após RTFOT. Usando o teste de Comparações Múltiplas de Duncan, obtiveram-se os seguintes resultados, conforme mostrado na Tabela 50.

Tabela 50 - Teste de comparações múltiplas de Duncan para o ensaio DSR - amostra envelhecida após RTFOT (δ - graus)

The GLM Procedure										
Duncan's Multiple Range Test for δ (graus)										
Alpha		0.05								
Error Degrees of Freedom		16								
Error Mean Square		0.897822								
Number of Means	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
Critical Range	2.262	2.279	2.293	2.303	2.311	2.317	2.321	2.325	2.327	2.329
Means with the same letter are not significantly different.										
Duncan Grouping		Mean		N		inter				
		A		73.5800		2		131		
		B		66.8450		2		231		
		B		65.6000		2		121		
		B		64.9000		2		111		
		C		63.4650		2		112		
		D		61.5000		2		122		
		E		59.2000		2		212		
		E		58.3850		2		221		
		E		57.4550		2		222		
		F		54.4050		2		211		

Pelo teste concluiu-se que a interação que resultou na menor média do ângulo de fase (mais elástico) do ligante envelhecido após RTFOT foi a de 18% de teor de borracha, granulometria da borracha entre # 40 - # 50 e tempo de mistura de 20 minutos.

Análise de Resíduos

O Gráfico Normal Probabilístico (Figura 43), feito no software MINITAB, verifica a normalidade nos resíduos.

Figura 43 - Gráfico normal probabilístico do ensaio DSR - amostra envelhecida após RTFOT (δ - graus)

Analizando o mesmo gráfico, pelo teste de Anderson-Darling, encontrou-se um p-valor igual a 0,0001 ($<$ do que 0,05), o qual indica que não existe normalidade para os resíduos.

Isto pode ser um indicativo de que os dados coletados devem sofrer algum tipo de transformação, o qual só será confirmado se no gráfico de resíduos versus preditos não for encontrada nenhuma aleatoriedade. O gráfico (Figura 44) foi feito no software STATISTICA.

Figura 44 - Gráfico dos Resíduos versus Preditos do ensaio DSR - amostra envelhecida após RTFOT (δ - graus)

Ao analisar este gráfico, notamos que os valores estão bem distribuídos ao longo do eixo dos resíduos, ou seja, não existe nenhuma tendência de que os resíduos sofram mudanças de comportamento quando os valores dos preditos aumentam. Portanto, pode-se concluir, mesmo sem a normalidade para os resíduos, que os dados coletados durante o experimento são válidos e as análises não devem sofrer nenhuma alteração.

5.5.3.5 - Ensaio DSR – amostra envelhecida após RTFOT – G^* (Pa)

Resultados do ensaio:

Tabela 51 – Resultados do ensaio DSR – amostra envelhecida após RTFOT – G^* (Pa)

G* (Pa)	Tamanho das Partículas de Borracha											
	# 40 - # 50				# 50 - # 80				Passado na # 80			
Teor de Borracha (%)	Tempo de Mistura (minutos)											
	20		50		20		50		20		50	
0	4738	4738	4738	4738	4738	4738	4738	4738	4738	4738	4738	4738
12	21340	21480	17400	19010	13620	19150	16660	14360	7827	9452	-	-
18	45720	51620	20000	20390	20440	20380	19090	19250	12840	13010	-	-

Resultados da análise:

Utilizando o software estatístico SAS, encontraram-se os seguintes resultados, conforme mostrado na Tabela 52.

Tabela 52 - Análise de Variância dos resultados do ensaio DSR - amostra envelhecida após RTFOT (G^* - Pa)

The GLM Procedure					
Dependent Variable: G^* (Pa)					
Source	DF	Squares	Sum of Mean Square	F Value	Pr > F
Model	15	3862300054	257486670	108.21	<.0001
Error	16	38071713	2379482		
Corrected Total	31	3900371766			

Analizando a tabela ANOVA (Analysis of Variance) geral (não-particionada), conclui-se que, ao nível de significância de 5%, pelo menos um dos componentes do modelo é significativo, pois foi atribuído ao teste um p-valor menor do que 0,05 (p-valor < 0,0001), o que implica que pelo menos um dos fatores é relevante para explicar os resultados do módulo complexo do ligante envelhecido após RTFOT.

Já que pelo menos um dos fatores mostrou-se relevante, deve-se testar a relevância de cada fator e interações associadas ao modelo. Os resultados da análise de variância particionada são apresentados na Tabela 53.

Tabela 53 - Análise de Variância dos resultados do ensaio DSR - amostra envelhecida após RTFOT (G^* - Pa)

Source	DF	Type I SS	Mean Square	F Value	Pr > F
borracha	2	2121749834	1060874917	445.84	<.0001
tamanho	2	467659096	233829548	98.27	<.0001
borracha*tamanho	4	449490249	112372562	47.23	<.0001
mistura	1	163157432	163157432	68.57	<.0001
borracha*mistura	2	286656380	143328190	60.24	<.0001
tamanho*mistura	2	145681538	72840769	30.61	<.0001
inter	2	227905525	113952763	47.89	<.0001

Com um p-valor < 0,0001, conclui-se que a interação entre os três fatores (o teor de borracha, a granulometria da borracha e o tempo de mistura) foi significativa para explicar os resultados do módulo complexo do ligante

envelhecido após RTFOT. Usando o teste de Comparações Múltiplas de Duncan, obtiveram-se os seguintes resultados, conforme mostrado na Tabela 54.

Tabela 54 - Teste de comparações múltiplas de Duncan para o ensaio DSR - amostra envelhecida após RTFOT (G^* - Pa)

The GLM Procedure										
Duncan's Multiple Range Test for G^* (Pa)										
Alpha					0.05					
Error Degrees of Freedom					16					
Error Mean Square					2379482					
Number of Means	2	3	4	5	6	7	8	9	10	
Critical Range	3270	3429	3529	3597	3646	3683	3711	3732	3749	
Means with the same letter are not significantly different.										
Duncan Grouping					Mean	N	inter			
A					48670	2	211			
B					21410	2	111			
B					20410	2	221			
B					20195	2	212			
B					19170	2	222			
C					18205	2	112			
C					16385	2	121			
C					15510	2	122			
C					12925	2	231			
E					8640	2	131			
F										

Pelo teste concluiu-se que a interação que resultou na maior média do módulo complexo do ligante envelhecido após RTFOT foi a de 18% de teor de borracha, granulometria da borracha entre # 40 – # 50 e tempo de mistura de 20 minutos.

Análise de Resíduos

Gráfico Normal Probabilístico (Figura 45), feito no software MINITAB, verifica a normalidade nos resíduos.

Figura 45 - Gráfico normal probabilístico do ensaio DSR - amostra envelhecida após RTFOT (G^* - Pa)

Analizando o mesmo gráfico, agora pelo teste de Anderson-Darling, encontramos um p-valor igual a 0,0001 ($<$ do que 0,05), o qual indica que não existe normalidade para os resíduos.

Isto pode ser um indicativo de que os dados coletados devem sofrer algum tipo de transformação, o qual só será confirmado se no gráfico de resíduos versus preditos não for encontrada nenhuma aleatoriedade. O gráfico (Figura 46) foi feito no software STATISTICA.

Ao analisar este gráfico, nota-se que os valores não estão tão bem distribuídos ao longo do eixo dos preditos, mas não se pode concluir que existe alguma tendência de que os resíduos sofram mudanças de comportamento quando os valores dos preditos aumentam. Portanto, pode-se concluir, mesmo sem a normalidade para os resíduos, que os dados coletados durante o experimento são válidos e as análises não devem sofrer nenhuma alteração.

Figura 46 - Gráfico dos resíduos versus preditos do ensaio DSR - amostra envelhecida após RTFOT ($G^* - Pa$)

5.5.3.6 - Ensaio DSR – amostra envelhecida após RTFOT – $G^*/\sin \delta$ (kPa)

Resultados do ensaio:

Tabela 55 – Resultados do ensaio DSR – amostra envelhecida após RTFOT – $G^*/\sin \delta$ (kPa)

G*/sen δ (kPa)	Tamanho das Partículas de Borracha											
	# 40 - # 50				# 50 - # 80				Passado na # 80			
Teor de Borracha (%)	Tempo de Mistura (minutos)											
	20		50		20		50		20		50	
0	4,74	4,8	4,74	4,8	4,74	4,8	4,74	4,8	4,74	4,8	4,74	4,8
12	23,44	23,85	19,28	21,45	15,17	20,75	19,02	16,29	8,2	9,81	-	-
18	57,07	62,58	23,45	23,58	23,97	23,96	22,61	22,88	13,97	14,15	-	-

Resultados da análise:

Utilizando o software estatístico SAS, encontraram-se os seguintes resultados, conforme mostrado na Tabela 56.

Tabela 56 - Análise de Variância dos resultados do ensaio DSR - amostra envelhecida após RTFOT ($G^*/\text{sen}\delta$ - kPa)

The GLM Procedure					
Dependent Variable: $G^*/\text{sen}\delta$ (kPa)					
Source	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Pr > F
Model	15	5955.394800	397.026320	165.94	<.0001
Error	16	38.281200	2.392575		
Corrected Total	31	5993.676000			

Analizando a tabela ANOVA (Analysis of Variance) geral (não-particionada), conclui-se que, ao nível de significância de 5%, pelo menos um dos componentes do modelo é significativo, pois foi atribuído ao teste um p-valor menor do que 0,05 (p-valor = 0,0001), o que implica que pelo menos um dos fatores é relevante para explicar os resultados do parâmetro ao acúmulo de deformação permanente do ligante envelhecido após RTFOT.

Já que pelo menos um dos fatores mostrou-se relevante, deve-se testar a relevância de cada fator e interações associadas ao modelo. Os resultados da análise de variância particionada são apresentados na Tabela 57.

Tabela 57 - Análise de Variância particionada dos resultados do ensaio DSR - amostra envelhecida após RTFOT ($G^*/\text{sen}\delta$ - kPa)

Source	DF	Type I SS	Mean Square	F Value	Pr > F
borracha	2	3183.591200	1591.795600	665.31	<.0001
tamanho	2	713.864619	356.932310	149.18	<.0001
borracha*tamanho	4	727.183056	181.795764	75.98	<.0001
mistura	1	241.491889	241.491889	100.93	<.0001
borracha*mistura	2	469.184673	234.592337	98.05	<.0001
tamanho*mistura	2	241.490704	120.745352	50.47	<.0001
inter	2	378.588658	189.294329	79.12	<.0001

Com um p-valor = 0,0001, conclui-se que a interação entre os três fatores (o teor de borracha, a granulometria da borracha e o tempo de mistura) é significativa para explicar os resultados do parâmetro ao acúmulo de deformação permanente do ligante envelhecido após RTFOT.

Deve-se, agora, encontrar a melhor combinação dos três fatores que se obteria o melhor desempenho em relação os resultados do parâmetro ao acúmulo

de deformação permanente do ligante envelhecido após RTFOT. Usando o teste de Comparações Múltiplas de Duncan, obteve-se os seguintes resultados, conforme são mostrados na Tabela 58.

Pelo teste concluiu-se que a interação que resultou na maior média do parâmetro ao acúmulo de deformação permanente do ligante envelhecido após RTFOT foi a de 18% de teor de borracha, granulometria da borracha entre # 40 - # 50 e tempo de mistura de 20 minutos.

Tabela 58 - Teste de comparações múltiplas de Duncan para o ensaio DSR - amostra envelhecida após RTFOT ($G^*/\sin\delta$ - kPa)

The GLM Procedure										
Duncan's Multiple Range Test for $G^*/\sin\delta$ (kPa)										
Alpha		0.05								
Error Degrees of Freedom		16								
Error Mean Square		2.392575								
Number of Means	2	3	4	5	6	7	8	9	10	
Critical Range	3.279	3.439	3.538	3.607	3.656	3.693	3.721	3.742	3.759	
Means with the same letter are not significantly different.										
Duncan Grouping		Mean		N		inter				
A		59.825		2		211				
B		23.965		2		221				
B		23.645		2		111				
B		23.515		2		212				
B		22.745		2		222				
B		20.365		2		112				
C		17.960		2		121				
C		17.655		2		122				
D		14.060		2		231				
E		9.005		2		131				

Análise de Resíduos

Gráfico Normal Probabilístico (Figura 47), feito no software MINITAB, verifica a normalidade nos resíduos.

Figura 47 - Gráfico normal probabilístico do ensaio DSR - amostra envelhecida após RTFOT ($G^*/\sin\delta$ - kPa)

Analizando o mesmo gráfico, agora pelo teste de Anderson-Darling, encontrou-se um p-valor igual a 0,0001 ($<$ do que 0,05), o qual indica que não existe normalidade para os resíduos.

Isto pode ser um indicativo de que os dados coletados devem sofrer algum tipo de transformação, o qual só será confirmado se no gráfico de resíduos versus preditos não for encontrada nenhuma aleatoriedade. O gráfico (Figura 48) foi feito no software STATISTICA.

Ao analisar o gráfico, notamos que os valores estão bem distribuídos ao longo do eixo dos resíduos, ou seja, não existe nenhuma tendência de que os resíduos sofram mudanças de comportamento quando os valores dos preditos aumentam. Portanto, pode-se concluir, mesmo sem a normalidade para os resíduos, que os dados coletados durante o experimento são válidos e as análises não devem sofrer nenhuma alteração.

Figura 48 - Gráfico dos resíduos versus preditos do ensaio DSR - amostra envelhecida após RTFOT ($G^*/\sin\delta$ - kPa)

5.5.3.7 - Ensaio de Viscosidade Brookfield

Resultados do ensaio:

Tabela 59 – Resultados do Ensaio de Viscosidade Brookfield

Viscosidade (cP)	Tamanho das Partículas de Borracha																	
	# 40 - # 50					# 50 - # 80					Passado na # 80							
Teor de Borracha (%)	Tempo de Mistura (minutos)																	
	20			50			20			50			20			50		
0	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
12	589,3	589,3	589,3	343,4	343,4	343,4	1490	1498	1467	1245	1158	1138	641,6	641,6	641,6	-	-	-
18	1992	1992	1992	960	932,5	932,5	9000	8962	8988	8864	8864	8864	966,4	966,4	966,4	-	-	-

Resultados da análise:

Utilizando o software estatístico SAS, encontraram-se os seguintes resultados, conforme mostrado na Tabela 60.

Tabela 60 - Análise de Variância dos resultados do ensaio de viscosidade Brookfield

The GLM Procedure					
Dependent Variable: Viscosidade Brookfield					
Source	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Pr > F
Model	9	306006519.3	34000724.4	82431.0	<.0001
Error	20	8249.5	412.5		
Corrected Total	29	306014768.8

Analisando a tabela ANOVA (Analysis of Variance) geral (não-particionada), concluiu-se que, ao nível de significância de 5%, pelo menos um dos componentes do modelo é significativo, pois foi atribuído ao teste um p-valor menor do que 0,05 (p-valor = 0,0001), o que implica que pelo menos um dos fatores é relevante para explicar os resultados de viscosidade Brookfield.

Já que pelo menos um dos fatores mostrou-se relevante, deve-se testar a relevância de cada fator e interações associadas ao modelo. Os resultados da análise de variância particionada são apresentados na Tabela 61.

Tabela 61 - Análise de Variância particionada dos resultados do ensaio de viscosidade Brookfield

Source	DF	Type I SS	Mean Square	F Value	Pr > F
borracha	1	91956568.1	91956568.1	222939	<.0001
tamanho	2	128069439.3	64034719.6	155245	<.0001
borracha*tamanho	2	84074418.2	42037209.1	101915	<.0001
mistura	1	1109701.0	1109701.0	2690.35	<.0001
borracha*mistura	1	143731.8	143731.8	348.46	<.0001
tamanho*mistura	1	285296.6	285296.6	691.67	<.0001
inter	1	367364.3	367364.3	890.63	<.0001

Com um p-valor = 0,0001, concluiu-se que a interação entre os três fatores (o teor de borracha, a granulometria da borracha e o tempo de mistura) é significativa para explicar os resultados do ensaio de viscosidade Brookfield. Usando o teste de Comparações Múltiplas de Duncan, obteve-se os seguintes resultados, conforme são mostrados na Tabela 62.

Tabela 62 - Teste de comparações múltiplas de Duncan para o ensaio de viscosidade Brookfield

The GLM Procedure									
Duncan's Multiple Range Test for Viscosidade Brookfield									
		Alpha				0.05			
		Error Degrees of Freedom				20			
		Error Mean Square				412.475			
Number of Means	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Critical Range	34.59	36.31	37.40	38.16	38.73	39.15	39.49	39.76	39.97
Means with the same letter are not significantly different.									
	Duncan Grouping		Mean		N		inter		
	A		8983.33		3		221		
	B		8864.00		3		222		
	C		1992.00		3		211		
	D		1485.00		3		121		
	E		1180.33		3		122		
	F		966.40		3		231		
	F		941.67		3		212		
	G		641.60		3		131		
	H		589.30		3		111		
	I		343.40		3		112		

Pelo teste concluiu-se que a interação que resultou na maior média de viscosidade Brookfield foi a de 18% de teor de borracha, granulometria entre # 50 - # 80 e 20 minutos de tempo de mistura.

Análise de Resíduos

Gráfico Normal Probabilístico (Figura 49), feito no software MINITAB, verifica a normalidade nos resíduos.

Figura 49 - Gráfico normal probabilístico do ensaio de viscosidade Brookfield

Analizando o mesmo gráfico, agora pelo teste de Anderson-Darling, encontrou-se um p-valor igual a 0,0001 ($<$ do que 0,05), o qual implica que não existe normalidade para os resíduos.

Isto pode ser um indicativo de que os dados coletados devem sofrer algum tipo de transformação, o qual só será confirmado se no gráfico de resíduos versus preditos não for encontrada nenhuma aleatoriedade. O gráfico (Figura 50), foi feito no software SAS.

Figura 50 - Gráfico dos resíduos versus preditos do ensaio de viscosidade Brookfield

Ao analisar o gráfico (Figura 50), notou-se que os valores estão bem distribuídos ao longo do eixo dos resíduos, ou seja, não existe nenhuma tendência de que os resíduos sofram mudanças de comportamento quando os valores dos preditos aumentam. Portanto, pode-se concluir, mesmo sem a normalidade para os resíduos, que os dados coletados durante o experimento são válidos e as análises não devem sofrer nenhuma alteração.

São apresentados a seguir os resultados da análise estatística dos ensaios de penetração e do ponto de amolecimento (da avaliação de 6 meses de armazenamento).

5.5.4 - Ensaio de Ponto de Amolecimento

Resultados do ensaio:

Tabela 63 – Resultados do ponto de amolecimento após 6 meses de armazenamento

Ponto de Amolecimento ° C	Tamanho das Partículas de Borracha					
	# 40 - # 50		# 50 - # 80		Passado na # 80	
Teor de Borracha (%)	Tempo de Mistura (minutos)					
	20	50	20	50	20	50
0	50,5	50,5	50,5	50,5	50,5	50,5
12	63	64	63	68	64	-
18	67,5	67,5	69,5	71	67,5	-

Resultados da análise:

Utilizando o software estatístico SAS, encontraram-se os seguintes resultados, conforme mostrado na Tabela 64.

Tabela 64 - Análise de Variância dos resultados do ensaio de ponto de amolecimento

The GLM Procedure					
Dependent Variable: Ponto de Amolecimento					
Source	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Pr > F
Model	15	1031.500000	68.766667	.	.
Error	0	0.000000	.	.	.
Corrected Total	15	1031.500000			

Analisando a tabela ANOVA (Analysis of Variance) geral (não-particionada), pode-se verificar que não há a presença do fator F. Isso acontece porque o experimento não tem réplica, tem-se apenas uma medida por tratamento, o que leva à falta de grau de liberdade para estimação do erro. Com isso não se encontra a soma de quadrados dos erros e, conseqüentemente, o quadrado médio do erro e o fator F.

Alternativa

Uma possível alternativa para a solução deste experimento é supor que a interação de maior ordem (entre teor de borracha, tamanho de partículas de borracha e tempo de mistura) é não-significativa e com isso ganhar um grau de liberdade para a estimação do erro, conseguir calcular o fator F e verificar a significância dos fatores em questão. Admitindo que a interação de grau 3 não é significativa, encontramos os seguintes resultados, conforme são mostrados na Tabela 65.

Tabela 65 - Análise de Variância dos resultados do ensaio de ponto de amolecimento

The GLM Procedure					
Dependent Variable: Ponto de Amolecimento					
Source	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Pr > F
Model	13	1029.458333	79.189103	77.57	0.0128
Error	2	2.041667	1.020833		
Corrected Total	15	1031.500000			

Analisando a tabela ANOVA (Analysis of Variance) geral (não-particionada), concluiu-se que, no nível de significância de 5%, pelo menos um dos componentes do modelo foi significativo, pois foi atribuído ao teste um p-valor menor do que 0,05 (p-valor = 0,0128), o que implica que pelo menos um dos fatores é relevante para explicar os resultados do ensaio de ponto de amolecimento do asfalto.

Já que pelo menos um dos fatores mostrou-se relevante, deve-se testar a relevância de cada fator e interações associadas ao modelo. Os resultados da análise de variância particionada são apresentados na Tabela 66.

Tabela 66 - Análise de Variância particionada dos resultados do ensaio de ponto de amolecimento

Source	DF	Type I SS	Mean Square	F Value	Pr > F
borracha	2	1004.100000	502.050000	491.80	0.0020
tamanho	2	8.287879	4.143939	4.06	0.1977
borracha*tamanho	4	4.987121	1.246780	1.22	0.4966
mistura	1	4.017857	4.017857	3.94	0.1857
borracha*mistura	2	5.544643	2.772321	2.72	0.2691
tamanho*mistura	2	2.520833	1.260417	1.23	0.4475

Ao observar a tabela ANOVA particionada, o primeiro passo foi testar as interações de maior ordem (no caso teor versus granulometria, teor versus tempo de mistura e granulometria versus tempo de mistura). Com p-valores iguais a 0,4966, 0,2691 e 0,4475, respectivamente, concluiu-se, com um nível de significância de 5%, que as interações de grau 2 não são significativas para explicar os resultados do ensaio de ponto de amolecimento do asfalto.

O passo seguinte seria analisar os efeitos principais separadamente. Ao analisá-los, o único que era significativo, com um nível de significância de 5%, foi o fator do teor de borracha, com um p-valor igual a 0,002.

Deve-se, agora, encontrar o nível do fator de teor de borracha que daria o melhor desempenho em relação aos resultados do ensaio de ponto de amolecimento. Usando o teste de Comparações Múltiplas de Duncan, obteve-se os seguintes resultados, conforme mostrado na Tabela 67.

Tabela 67 - Teste de comparações múltiplas de Duncan para o ensaio de ponto de amolecimento

The GLM Procedure			
Duncan's Multiple Range Test for Ponto de Amolecimento			
Alpha		0.05	
Error Degrees of Freedom		2	
Error Mean Square		1.020833	
Harmonic Mean of Cell Sizes		5.294118	
NOTE: Cell sizes are not equal.			
Number of Means	2	3	
Critical Range	2.672	2.553	
Means with the same letter are not significantly different.			
Duncan Grouping	Mean	N	borracha
A	68.6000	5	2
B	64.4000	5	1

Pelo teste concluiu-se que a interação que resultou na maior média foi a de 18% de teor de borracha. Logo, para se obter uma melhor resposta, o pesquisador deve utilizar em seus experimentos, o fator do teor de borracha em seu nível 2 (18%)

Análise de Resíduos

Para garantir a qualidade da análise, deve-se estimar os valores preditos e os resíduos e logo após fazer uma análise dos resíduos e um gráfico dos preditos versus os resíduos. Espera-se obter a normalidade nos resíduos e a aleatoriedade no gráfico de resíduos versus preditos. Encontradas a normalidade nos resíduos e a aleatoriedade nos gráficos não é necessário aplicar qualquer tipo de transformação nos dados coletados.

O Gráfico Normal Probabilístico (Figura 51), feito no software MINITAB, verifica a normalidade nos resíduos.

Figura 51 - Gráfico normal probabilístico do ensaio de ponto de amolecimento

Analisando o mesmo gráfico, agora pelo teste de Anderson-Darling, encontrou-se um p-valor igual a 0,535 ($>$ do que 0,05), o qual implica que existe normalidade para os resíduos e deveria-se continuar trabalhando com os dados originais.

Isto é um indicativo de que os dados coletados não devem sofrer algum tipo de transformação, o qual só será confirmado se no gráfico de resíduos versus preditos não for encontrada nenhuma aleatoriedade. O gráfico (Figura 52) foi feito no software STATISTICA.

Ao analisar este gráfico (Figura 52), notam-se os valores bem distribuídos ao longo do eixo dos resíduos, ou seja, não existe nenhuma tendência de que os resíduos sofram mudanças de comportamento quando os valores dos preditos aumentam.

Portanto, pode-se concluir, mesmo sem a normalidade para os resíduos, que os dados coletados durante o experimento são válidos e as análises não devem sofrer nenhuma alteração.

Figura 52 - Gráfico dos Resíduos versus Preditos do ensaio de ponto de amolecimento

5.5.5 - Ensaio de penetração

Resultados do ensaio:

Tabela 68 – Resultados de penetração após 6 meses de armazenamento

Penetração (1/10 mm)	Tamanho das Partículas de Borracha																	
	# 40 - # 50						# 50 - # 80						Passado na # 80					
Teor de Borracha (%)	Tempo de Mistura (minutos)																	
	20			50			20			50			20			50		
0	58	57	57	58	57	57	58	57	57	58	57	57	58	57	57	58	57	57
12	30	31	31	26	26	26	29	29	29	27	28	27	31	31	30	-	-	-
18	28	28	28	27	27	26	24	25	24	29	28	28	26	26	27	-	-	-

Resultados da análise:

Utilizando o software estatístico SAS, encontraram-se os seguintes resultados, conforme mostrado na Tabela 69.

Tabela 69 - Análise de Variância dos resultados do ensaio de penetração

The GLM Procedure					
Dependent Variable: Penetração					
Source	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Pr > F
Model	15	9650.717391	643.381159	2412.68	<.0001
Error	30	8.000000	0.266667		
Corrected Total	45	9658.717391			

Analizando a tabela ANOVA (Analysis of Variance) geral (não-particionada), conclui-se que, ao nível de significância de 5%, pelo menos um dos componentes do modelo é significativo, pois foi atribuído ao teste um p-valor menor do que 0,05 (p-valor = 0,0001), o que implica que pelo menos um dos fatores é relevante para explicar os resultados do ensaio de penetração do asfalto.

Já que pelo menos um dos fatores mostrou-se relevante, deve-se testar a relevância de cada fator e interações associadas ao modelo. Os resultados da análise de variância particionada são apresentados na Tabela 70.

Tabela 70 - Análise de Variância particionada dos resultados do ensaio de penetração

Source	DF	Type I SS	Mean Square	F Value	Pr > F
borracha	2	9569.476366	4784.738183	17942.8	<.0001
tamanho	2	4.817123	2.408561	9.03	0.0009
borracha*tamanho	4	12.923903	3.230976	12.12	<.0001
mistura	1	2.880952	2.880952	10.80	0.0026
borracha*mistura	2	32.535714	16.267857	61.00	<.0001
tamanho*mistura	2	17.361111	8.680556	32.55	<.0001
inter	2	10.722222	5.361111	20.10	<.0001

Com um p-valor = 0.0001, concluiu-se que a interação entre os três fatores (o teor de borracha, a granulometria da borracha e o tempo de mistura) é significativa para explicar os resultados do ensaio de penetração do asfalto.

Usando o teste de Comparações Múltiplas de Duncan, obteve-se os seguintes resultados, conforme mostrado na Tabela 71.

Pelo teste concluiu-se que a interação que resultou na maior média de penetração do asfalto foi a de 12% de teor de borracha, granulometria da borracha entre # 40 - # 50, 20 minutos de tempo de mistura. Porém, ela mostrou-se estatisticamente igual a interação de 12% de teor de borracha, granulometria da borracha passada na # 80 e 20 minutos de tempo de mistura.

Tabela 71 - Teste de comparações múltiplas de Duncan para o ensaio de penetração

The GLM Procedure										
Duncan's Multiple Range Test for Penetracao										
		Alpha		0.05						
		Error Degrees of Freedom		30						
		Error Mean Square		0.266667						
		Harmonic Mean of Cell Sizes		2.666667						
NOTE: Cell sizes are not equal.										
Number of Means	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
Critical Range	1.040	1.051	1.059	1.066	1.072	1.077	1.081	1.084	1.087	1.090
Means with the same letter are not significantly different.										
		Duncan Grouping		Mean		N		inter		
				A		30.6667		3		111
				A						
				A		30.6667		3		131
				B		29.0000		3		121
				B						
		C		B		28.3333		3		222
		C								
		C		D		28.0000		3		211
				D						
		E		D		27.3333		3		122
		E								
		E		F		26.6667		3		212
				F						
				F		26.0000		3		112
				F						
				F		26.0000		1		231
				G		24.3333		3		221

Análise de Resíduos

Para garantir a qualidade da análise, deve-se estimar os valores preditos e os resíduos e logo após fazer uma análise dos resíduos e um gráfico dos preditos versus os resíduos. Espera-se obter a normalidade nos resíduos e a aleatoriedade no gráfico de resíduos versus preditos. Encontradas a normalidade nos resíduos e a aleatoriedade nos gráficos não é necessário aplicar qualquer tipo de transformação nos dados coletados.

O Gráfico Normal Probabilístico (Figura 53), feito no software MINITAB, verifica a normalidade nos resíduos.

Figura 53 - Gráfico normal probabilístico do ensaio de penetração

Analisando o mesmo gráfico, agora pelo teste de Anderson-Darling, encontrou-se um p-valor igual a 0,0001 ($<$ do que 0,05), o qual indica que não existe normalidade para os resíduos.

Isto pode ser um indicativo de que os dados coletados devem sofrer algum tipo de transformação, o qual só será confirmado se no gráfico de resíduos versus preditos não for encontrada nenhuma aleatoriedade. O gráfico (Figura 53) foi feito no software STATISTICA.

Figura 53 - Gráfico dos resíduos versus preditos do ensaio de penetração

Ao analisar o gráfico (Figura 53), nota-se que os valores estão bem distribuídos ao longo do eixo dos resíduos, ou seja, não existe nenhuma tendência de que os resíduos sofram mudanças de comportamento quando os valores dos preditos aumentam.

Portanto conclui-se, mesmo sem a normalidade para os resíduos, que os dados coletados durante o experimento são válidos e as análises não devem sofrer nenhuma alteração.

Tabela 72 – Resumo dos fatores relevantes de cada ensaio

Variáveis Dependentes	Variáveis Independentes		
	Teor de Borracha (%)	Granulometria da Borracha	Tempo de Mistura (min.)
Penetração (1/10 mm)	12	passada # 80	20
	18	# 40 - # 50	50
Ponto de Amolecimento (° C)	18	# 40 - # 50	20
	18	# 50 - # 80	20
	18	# 50 - # 80	50
	12	# 50 - # 80	50
Ponto de Fulgor (° C)	Todas as amostras se mostraram iguais estatisticamente		
δ (graus)	18	# 40 - # 50	50
G^* (Pa)	18	# 50 - # 80	50
$G^*/\sin\delta$ (kPa)	18	# 40 - # 50	20
δ^1 (graus)	18	# 40 - # 50	20
G^{*1} (Pa)	18	# 40 - # 50	20
$G^*/\sin\delta^1$ (kPa)	18	# 40 - # 50	20
Viscosidade Brookfield	18	# 50 - # 80	20
Ponto de Amolecimento ² (° C)	18	-	-
Penetração ² (1/10 mm)	12	# 40 - # 50	20
	12	passada # 80	20

¹ Valores obtidos após ensaio RTFOT

² Valores obtidos após 6 meses de armazenamento

5.5.6 – Modelo estatístico dos ensaios

- Penetração

$$y_{ijkl} = 34,67 - 5,44.A + 4,67.B - 1,33.A.B - 5,33.C + 4,89.AC - 2,00.B.C + 14,67$$

$$R^2 = \frac{\sum SQ_i}{\sum SQ_{total}}$$

$$R^2 = 0,89$$

onde:

A – teor de borracha;

B – granulometria da borracha;

C – tempo de mistura.

SQ_i – somatório dos quadrados

SQ_{total} – somatório total dos quadrados

- Ponto de Amolecimento

$$y_{ijkl} = 72,08 - 14,74.A - 1,64.B - 0,48.A.B - 4,44.C + 0,14.AC + 2,32.B.C + 13,83$$

$$R^2 = 0,96$$

- Ponto de Fulgor

$$y_{ijkl} = 272,51 + 1,74.A - 4,68.B + 0,79.A.B - 6,98.C + 0,85.AC + 2,37.B.C + 3825,33$$

- DSR – amostra não-envelhecida (δ - graus)

$$y_{ijkl} = 96,76 - 9,16.A + 0,0.B + 0,87.A.B + 1,53.C - 2,34.AC - 0,39.B.C + 1,07$$

$$R^2 = 0,99$$

- DSR – amostra não-envelhecida (G^* - Pa)

$$y_{ijkl} = -6344,80 + 6924,86.A + 799,92.B - 1023,43.A.B + 780,34.C - 366,92.AC - 14,80.B.C + 2671348,50$$

$$R^2 = 0,99$$

- DSR – amostra não-envelhecida ($G^*/\sin\delta$ - kPa)

$$y_{ijkl} = -7,14 + 7,54.A + 0,94.B - 1,20.A.B + 0,59.C + 0,59.AC + 0,04.B.C + 3,21$$

$$R^2 = 0,99$$

- DSR – amostra envelhecida após RTFOT (δ - graus)

$$y_{ijkl} = 89,36 - 14,55.A + 2,68.B + 1,58.A.B + 4,47.C - 0,59.AC - 2,32.B.C + 14,37$$

$$R^2 = 0,99$$

- DSR – amostra envelhecida após RTFOT (G^* - Pa)

$$y_{ijkl} = -15989,55 + 30114,99.A + 826,57.B - 6309,95.A.B + 174,99.C - 6196,59.A.C + \\ + 3707,40.B.C + 38071713$$

$$R^2 = 0,99$$

- DSR – amostra envelhecida após RTFOT ($G^*/\sin\delta$ - kPa)

$$y_{ijkl} = -21,69 + 37,65.A + 1,12.B - 8,00.A.B + 0,06.C - 7,72.A.C + 4,81.B.C + 38,28$$

$$R^2 = 0,99$$

- Viscosidade Brookfield

$$y_{ijkl} = 10734,30 - 455,21.A - 7331,00.B + 985,92.A.B - 10563,31.C + 1558,65.A.C + \\ + 4622,96.B.C + 8249,50$$

$$R^2 = 0,99$$

- Penetração após 6 meses de armazenamento

$$y_{ijkl} = 72,08 - 14,74.A - 1,64.B - 0,48.A.B - 4,44.C + 0,14.A.C + 2,32.B.C + 8,00$$

$$R^2 = 0,99$$

- Ponto de Amolecimento após 6 meses de armazenamento

$$y_{ijkl} = 48,71 + 5,85.A - 2,24.B + 0,82.A.B - 2,77.C + 1,34.A.C + 0,77.B.C + 2,04$$

$$R^2 = 0,99$$

6 - Capítulo 6 – CONCLUSÕES E SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Neste trabalho são apresentados os resultados dos ensaios tradicionais (ponto de amolecimento, penetração e ponto de fulgor) e dos ensaios do método Superpave (viscosidade Brookfield, cisalhamento dinâmico, antes e depois do envelhecimento de curto prazo), realizados com amostras de ligante asfalto-borracha.

Foi desenvolvida uma programação fatorial de ensaios laboratoriais com o objetivo de melhor entender o processo de incorporação da borracha de pneus moída ao ligante asfáltico e que permitisse o desenvolvimento de modelos estatísticos visando otimizar a combinação da mistura do ligante asfalto-borracha.

Os fatores e níveis adotados nos experimentos foram baseados em pesquisas já realizadas, referenciados neste trabalho, e que evidenciam a melhoria decorrente da inclusão de borracha moída em um ligante asfáltico. A adição da borracha moída aumenta a elasticidade do ligante asfáltico, aumentando a resistência ao aparecimento e propagação de trincas por fadiga, e aumenta a resistência ao acúmulo de deformação permanente (maior rigidez a elevadas temperaturas).

Com base nas análises dos resultados dos ensaios de laboratório verificou-se que os teores de 12 e 18% atendem aos requisitos de penetração, de ponto de amolecimento e ponto de fulgor (segurança).

A viscosidade aparente a 135° C, importante para a produção de misturas asfálticas, foi atingida em quase todas as amostras com os teores de 12 e 18%, sendo que para o teor de 18% as amostras com granulometria entre as peneiras # 50 - # 80, com tempos de mistura de 20 e 50 minutos, apresentaram valores acima do estabelecido pela especificação Superpave.

Os resultados do ensaio DSR, antes e após o RTFOT, cresceram proporcionalmente com o aumento do teor de borracha, apresentando valores muito acima dos limites mínimos estabelecidos pela especificação Superpave. A melhor combinação dos fatores analisados continha, geralmente, 18% de teor de borracha.

A análise estatística mostrou que os maiores valores de penetração foram obtidos com 12% de teor de borracha, granulometria da borracha passada na # 80 e 20 minutos de tempo de mistura ou com 18% de teor de borracha, granulometria entre # 40 - # 50 e 50 minutos.

Para o ensaio de ponto de amolecimento, os melhores resultados foram obtidos com as interações de: 18% de teor de borracha, granulometria da borracha entre # 40 - # 50 e 20 minutos de tempo de mistura; 18% de teor de borracha, granulometria da borracha entre # 50 - # 80 e 50 minutos de tempo de mistura; 18% de teor de borracha, granulometria entre # 50 - # 80 e 20 minutos de tempo de mistura; e 12% de teor de borracha, granulometria entre # 50 - # 80 e 50 minutos de tempo de mistura.

Quanto ao último ensaio fundamental considerado, o ensaio de ponto de fulgor, não houve diferença estatisticamente significativa entre as amostras ensaiadas.

Na análise estatística dos ensaios do Método Superpave, a interação que resultou na menor média do ângulo de fase do ligante não-envelhecido, ou seja, maior elasticidade, foi com 18% de teor de borracha, granulometria entre # 40 - # 50 e 50 minutos de tempo de mistura.

Para o parâmetro $G^*/\sin\delta$, associado à resistência ao acúmulo de deformação permanente, a melhor interação de fatores continha, também, 18% de teor de borracha, granulometria entre # 40 e # 50 e 50 minutos de tempo de mistura.

Para o ligante asfalto-borracha envelhecido após RTFOT, a interação com menor média do ângulo de fase, ou seja, maior elasticidade, foi com 18% de teor de borracha, granulometria entre # 40 - # 50 e 20 minutos de tempo de mistura, assim como para o módulo complexo e, conseqüentemente, para o parâmetro $G^*/\sin\delta$, associado ao acúmulo de deformação permanente.

A maior média encontrada na análise estatística para o ensaio de viscosidade Brookfield dos fatores foi a de 18% de teor de borracha, granulometria entre # 50 - # 80 e 20 minutos de tempo de mistura.

O enrijecimento do ligante asfalto-borracha em função do tempo de armazenamento (6 a 24 meses) foi analisado através dos ensaios tradicionais de penetração e de ponto de amolecimento.

Constatou-se, nas amostras armazenadas por 24 meses, a formação de uma crosta na superfície, sinal de possível oxidação, cujo comportamento rígido e quebradiço impossibilitou a realização de vários ensaios. Percebeu-se uma

tendência de decréscimo da penetração e aumento da temperatura do ponto de amolecimento.

Na análise estatísticas das amostras armazenadas por um período de 6 meses, os maiores valores de penetração foram para 12% de teor de borracha, granulometria entre # 40 - # 50 e passada na # 80 e 20 minutos de tempo de mistura. Já para o ensaio de ponto de amolecimento, os maiores valores foram obtidos com 18% de teor de borracha.

Enfim, pode-se concluir que a produção do ligante asfalto-borracha mostrou melhores resultados do que o ligante convencional. No entanto, em todos os tipos de combinação feitas neste trabalho não houve uma mistura mais significativa, pois em cada um dos ensaios algumas combinações atingiram um melhor resultado.

Em função das limitações e problemas enfrentados durante a realização deste trabalho, algumas análises não puderam ser realizadas. Desta forma, sugerem-se, para pesquisas futuras:

- Ensaio de amostras envelhecidas no PAV (*Pressure Aging Vessel*), visando a caracterização, no reômetro de cisalhamento dinâmico, da resistência dos ligantes ao aparecimento e propagação de trincas por fadiga;
- Ensaaios com amostras de asfalto-borracha com temperaturas de mistura iguais ou superiores a 180° C;
- Ensaaios com amostras contendo borracha de pneus com granulometria passada na # 80, produzidas com 50 minutos de tempo de mistura e com teor de borracha de 12 e 18%.

Referências Bibliográficas

ASPHALT INSTITUTE (1994) – *Background of SUPERPAVE Asphalt Binder Test Methods.*

ASPHALT INSTITUTE (1995) - *Performance Graded Asphalt Binder Specification and Testing* - SP – 1.

ASTM (1997) - *Standard Specifications for Asphalt-Rubber Binder.* American Society for Testing and Materials. ASTM D6114 – 1997.

BAHIA, H.U.; ANDERSON, D.A. (1994) – *Strategic Highway Research Program Binder Rheological Parameters: Background and Comparison with Conventional Properties.* Transportation Research Record 1488, TRB, Washington, DC, p.32-39.

BAHIA, H.U. et al. (2001) – *Characterization of Modified Asphalt Binder in Superpave Mix Design.* National Cooperative Highway Research Program. Synthesis of Highway Practice 459, Transportation Research Board, Washington, D.C.

BAKER, R.F.; CONNOLY, E. (1995) – *Mix Designs and Air Quality Emissions Tests of Crumb Rubber Modified Asphalt Concrete.* Transportation Research Record 1515, TRB, Washington, DC, p.18-27.

BERTOLLO, S.A.M. (2001) - *Avaliação laboratorial de mistura asfáltica densa modificada com adição de borracha.* Tese de Doutorado. Escola de Engenharia de São Carlos – USP.

BILLITER, T.C. et at. (1996) – *Investigation of the Curing Variables of Asphalt-Rubber Binder.* Proceedings of Association of Asphalt Paving Technologists.p1221-1226.

- BROWN, D.R. et al.** (1997) – *Georgia's Experience with Crumb Rubber in Hot-Mix Asphalt*. Transportation Research Record 1583, TRB, Washington, DC, p.45-51.
- CHEHOVITS, J; MANNING, M.** (1984) – *Materials and Methods for Sealing Cracks in Asphalt Concrete Pavements*. Transportation Research Record 990, TRB, Washington, DC, p.21-30.
- COETZEE, N.F.; MONISMITH, C.L.** (1979) – *Analytical Study of Minimization of Reflection Cracking in Asphalt Concrete Overlays by Use of a Rubber-Asphalt Interlayer*. Transportation Research Record 700, TRB, Washington, DC, p.100-108.
- COELHO, V.** (1996) – *Contribuição ao estudo das deformações permanentes, nas condições do Brasil, em camadas de concreto asfálticos de pavimentação*. Tese de Doutorado. Escola de Engenharia de São Carlos – USP.
- COOMARASAMY, A; MANOLIS, S.; HESP, S.** (1996) – *High Temperature Performance of Scrap Tire Rubber Modified Asphalt Concrete*. Proceedings of Association of Asphalt Paving Technologists.p1322-1326.
- DALY, W.H.; NEGULESCU, I.I.** (1997) – *Characterization of Asphalt Cements Modified with Crumb Rubber from Discarded Tire*. Transportation Research Record 1583, TRB, Washington, DC, p.37-44.
- EMERY, J.** (1995) – *Evaluation of Rubber Modified Asphalt Demonstration Projects*. Transportation Research Record 1515, TRB, Washington, DC, p.37-46.
- EPPS, J.A.** (1994) – *Uses of Recycled Rubber Tires in Highways*. National Cooperative Highway Research Program. Synthesis of Highway Practice 198, Transportation Research Board, Washington, D.C.
- ESTAKHRI, C.K. et al.** (1992) – *Use, availability, and cost-effectiveness of asphalt rubber in Texas*. Transportation Research Record 1339, TRB, Washington, DC, p.30-37.

- FAXINA, A.L.** (2002) - *Estudo em laboratório do desempenho de concreto asfáltico usinado a quente empregando ligante tipo asfalto-borracha*. Dissertação de Mestrado. Escola de Engenharia de São Carlos – USP.
- HANSON, D.I. et al.** (1994) – *Evaluation and characterization of a rubber-modified hot mix asphalt pavement*. Transportation Research Record 1436, TRB, Washington, DC, p.98-107.
- HEITZMAN, M.** (1992) – *Design and construction of asphalt paving materials with crumb rubber modified*. Transportation Research Record 1339, TRB, Washington, DC, p.1-8.
- HICKS, R.G. et al.** (1995) – *Crumb Rubber Modifier (CRM) in Asphalt Pavement: Summary of Practices in Arizona, California, and Florida*. FHWA-AS-95-056.September.
- HUFF,B.J.; VALLERGA, B.A.** (1981) – *Characteristics and Performance of Asphalt-Rubber Material Containing a Blend of Reclaim and Crumb Rubber*. Transportation Research Record 821, TRB, Washington, DC, p.29-37
- JIMENEZ, R.A.** (1982) – *Laboratory Measurements of Asphalt-Rubber Concrete Mixtures*. Transportation Research Record 843, TRB, Washington, DC, p.04-11.
- KHATTAK, M. J.; BALADI, G. Y.** (2001) – *Fatigue and Permanent Deformation Models for Polymer-Modified Asphalt Mixtures*. Transportation Research Record 1767, TRB, Washington, DC, p.135-145.
- KIM, S. et al.** (2001) – *Advanced Characterization of Crumb Rubber-Modified Asphalts, Using Protocols Developed for Complex Binders*. Transportation Research Record 1767, TRB, Washington, DC, p.15-24.
- KRUTZ, N.C.;STROUP-GARDINER, M.**(1992) – *Permanent Deformation Characteristics of Recycled Tire Rubber-Modified and Unmodified Asphalt Concrete Mixtures*. Transportation Research Record 1339, TRB, Washington, DC, p.38-44.

- LIANG, R.Y.; LEE S.** (1996) – *Short-Term and Long-Term Aging Behavior of Rubber Modified Asphalt Paving Mixture*. Transportation Research Record 1530, TRB, Washington, DC, p.11-17.
- MADAPATI, R.R.; et al.** (1996) – *Feasibility of Crumb Rubber Use for Pavement Asphalt Construction*. Transportation Research Record 1530, TRB, Washington, DC, p.64-71.
- MALPASS, G.A.; KHOSLA, N.P.** (1995) – *Use of Ground Tire Rubber in Asphalt Concrete Pavements. A Design and Performance Evaluation*. Transportation Research Record 1315, TRB, Washington, DC, p.11-17.
- MONTGOMERY, D.C.** (1991) – *Design and Analysis of Experiments* – Ed. John Wiley & Sons.
- MORRIS, G.R.; McDONALD, C.H.** (1976) – *Asphalt-Rubber Stress Absorbing Membranes: Field Performance and State of the Art*. Transportation Research Record 595, TRB, Washington, DC, p.52-58.
- ODA, S.** (2000) – *Análise da viabilidade técnica da utilização do ligante asfalto-borracha em obras de pavimentação*. Tese de Doutorado. Escola de Engenharia de São Carlos – USP.
- OLIVER, J.W.H.** (1981) – *Modification of Paving Asphalt by Digestion with Scrap Rubber*. Transportation Research Record 821, TRB, Washington, DC, p.37-44.
- OTOO, E.A.** (1999) – *Evaluation of Field Performance of Open Graded Asphalt Rubber Friction Course*. Thesis. Civil Engineering Department – University of Florida, 148p.
- PAGE, G.C.; RUTH, B.R.; WEST, R.C.** (1992) – *Florida's Approach Using Ground Tire Rubber in Asphalt Concrete Mixtures*. Transportation Research Record 1339, TRB, Washington, DC, p.16-22.
- PINTO, S.** (1991) – *Estudo do comportamento à fadiga de misturas betuminosas e aplicação na avaliação estrutural de pavimentos*. Tese de doutorado. COPPE – UFRJ.

- RAAD, L.; SABOUNDJIAN, S.; MINASSIAN, G.** (2001) – *Field Aging Effects on Fatigue of Asphalt Concrete and Asphalt-Rubber Concrete*. Transportation Research Record 1767, TRB, Washington, DC, p.126-134.
- REESE, R.E.** (1994) – *Development of a Physical Property Specification for Asphalt-Rubber Binder*. Proceedings of Association of Asphalt Paving Technologists. Vol 63, p.373-400.
- ROBERTS, F.L.; KANDHAL, P.S.; BROWN, E.R.; LEE, DAH-YINN; KENNEDY, T.W.** (1991) - *Hot Mix Asphalt Materials, Mixture, Design and Constrution*, Terceira Edição, NAPA Education Foundation.
- ROBERTS, F.L.; LYTTON, R.** (1987) – *FAA Mixture Design Procedure for Asphalt-Rubber Concrete*. Transportation Research Record 1115, TRB, Washington, DC, p.216-225.
- ROBERTS, F.L.; KANDHAL, P.S.; BROWN, E.R.; DUNNING, R.L.** (1989) – *Investigation and Evaluation of Ground Tire Rubber in Hot Mix Asphalt*. National Center for Asphalt Technology. Auburn, n.89, 172p.
- RUTH, B.E.; TIA, M.; JONSSON, G.; SETZE, J.C.** (1997) – *Recycling of Asphalt Mixtures Containing Crumb Rubber*. Final Report. FL/DOT/MOD510717. University of Florida. Florida Department of Transportation. 221p.
- SABOUNDJIAN, S.; RAAD, L.** (1997) – *Performance of Rubberized Asphalt Mixes in Alaska*. Transportation Research Record 1583, TRB, Washington, DC, p.52-61.
- SANTANA, H., GONTIJO, P. R. A** (1984) – *Seleção dos Tipos de CAP necessários à pavimentação no Brasil*.
- SATO, S.** (1999) – *Fabricantes e importadores de pneus terão de destruir produtos usados*. O Estado de São Paulo, São Paulo, 27 ago., p. 18.
- SCHRAMM, G.** (1994) – *A practical Approach to Rheology and Rheometry*. Gebrueder HAAKE GmbH, Karlsruhe, Federal Republic of Germany.
- SHIH, C; TIA, M.; RUTH, B.E.** (1996) – *Evaluation of the Effects of Crumb Rubber and SBR on Rutting Resistance of Asphalt Concrete*. Proceedings of Association of Asphalt Paving Technologists. p.1227-1231.

- SHULER, S.** (1982) – *Specification Requirements for Asphalt-Rubber*. Transportation Research Record 843, TRB, Washington, DC, p.01-04.
- STEPHENS, J.E.** (1982) – *Field evaluation of rubber-modified bituminous concrete*. Transportation Research Record 843, TRB, Washington, DC, p.11-21.
- STROUP-GARDINER, M.; NEWCOMB, D.E.; TANQUIST, B.** (1993) – *Asphalt Rubber Interactions*. Transportation Research Record 1417, TRB, Washington, DC, p.99-108.
- TAKALLOU, H. B.; BAHIA, H.U.; PERDOMO, D. SCHWARTZ, R.** (1997) – *Use of Superpave Technology for Design and Construction of Rubberized Asphalt Mixtures*. Transportation Research Record 1538, TRB, Washington, DC, p.71-81.
- TAKALLOU, H.B.; SAINTON, A.** (1992) – *Advances in Technology of Asphalt Paving Materials Containing Used Tire Rubber*. Transportation Research Record 1339, TRB, Washington, DC, p.23-29.
- TOMMASINI, G.** (2000) – *Coleta e Reciclagem de Pneus no Brasil e no Exterior. In: SEMINÁRIO NACIONAL SOBRE REUSO/RECICLAGEM DE RESÍDUOS SÓLIDOS INDUSTRIAIS*. São Paulo. <http://www.ambiente.sp.gov.br> (03 Ago.).
- TROY, K.; SEBAALY, P.E.; EPPS, J.A.** (1996) – *Evaluation Systems for Crumb Rubber Modified Binders and Mixtures*. Transportation Research Record 1530, TRB, Washington, DC, p.03-10.
- VALERGA, B.A.** (1981) – *Design and Specifications Changes for Paving Mixes with Asphalt-Rubber Binders*. National Seminar on Asphalt-Rubber. FHWA. San Antonio, Texas. p.209-217.
- WAY, G.B.** (1999) – *Flagstaff I-40 Asphalt-Rubber Overlays Projects. Nine Years of Success*. Paper Presented to Transportation Research Board. 78th Annual Meeting, TRB.
- WAY, G.B.** (2000) – *Flagstaff I-40 Asphalt Rubber Overlay Project – Nine Years of Success*. Transportation Research Record 1723, TRB, Washington, DC, p.45-52

- WEST, R.C.; PAGE, G.C.; VEILLEUX, J.G.; CHOUBANE, B. (1998)** – *Effect of Tire Rubber Grinding Method on Asphalt-Rubber Binder Characteristics*. Transportation Research Record 1638, TRB, Washington, DC, p.134-140.
- ZAMAN, A.A.; FRICKE, A.L.; BEATTY, C.L. (1995)** – *Rheological Properties of Rubber-Modified Asphalt*. Journal Transportation Engineering, ASCE, vol.121, N° 6, nov/ dec, p.461-467.

Anexos

ANEXO 1

Tabela 73 - Resultados da viscosidade Brookfield da amostra 1

Amostra 1	Rotação (rpm)	Spindle	Porcentagem do torque	Viscosidade (cP)	Tensão (d/cm ²)	Taxa (1/seg)	Temperatura (° C)
	20	27	-9,2	-	-	-	135
	20	27	-9,2	-	-	-	135
	20	27	-9,3	-	-	-	135
Média							
	140	27	47,2	842,9	401,2	47,6	135
	140	27	47,2	842,9	401,2	47,6	135
	140	27	47,2	846,4	402,9	47,6	135
Média				844,07	401,77	47,60	
	160	27	56,7	885,9	481,9	54,4	135
	160	27	56,4	881,3	479,4	54,4	135
	160	27	56,6	884,4	481,1	54,4	135
Média				883,87	480,80	54,40	
	180	27	66,7	926,4	566,9	61,2	135
	180	27	67	930,6	569,5	61,2	135
	180	27	66,9	929,2	568,7	61,2	135
Média				928,73	568,37	61,20	

Tabela 74 - Resultados da viscosidade Brookfield da amostra 2

Amostra 2	Rotação (rpm)	Spindle	Porcentagem do torque	Viscosidade (cP)	Tensão (d/cm ²)	Taxa (1/seg)	Temperatura (° C)
	10	21	58,2	2910	270,6	9,3	135
	10	21	57	2850	265,1	9,3	135
	10	21	59	2950	274,3	9,3	135
Média				2903,33	270,00	9,30	
	15	21	79,7	2657	370,6	13,9	135
	15	21	79,7	2657	370,6	13,9	135
	15	21	79,7	2657	370,6	13,9	135
Média				2657,00	370,60	13,90	
	17	21	79,7	2344	370,6	15,8	135
	17	21	79,7	2344	370,6	15,8	135
	17	21	79,7	2344	370,6	15,8	135
Média				2344,00	370,60	15,80	
	20	21	79,7	1992	370,6	18,6	135
	20	21	79,7	1992	370,6	18,6	135
	20	21	79,7	1992	370,6	18,6	135
Média				1992,00	370,60	18,60	
	25	21	79,7	1594	370,6	23,3	135
	25	21	79,7	1594	370,6	23,3	135
	25	21	79,7	1594	370,6	23,3	135
	25	21	79,7	1594	370,6	23,3	135
Média				1594,00	370,60	23,30	

Tabela 75 - Resultados da viscosidade Brookfield da amostra 3

Amostra 3	Rotação rpm	Spindle	Porcentagem de torque	Viscosidade cP	Tensão (d/cm ²)	Taxa (1/Seg)	Temperatura (° C)
	20	27	-99,8	-	-	-	135
	20	27	-99,7	-	-	-	135
	20	27	-99,6	-	-	-	135
Média				-	-	-	
	120	27	10,1	210,4	85,9	40,8	135
	120	27	10,2	212,5	86,7	40,8	135
	120	27	10,1	210,4	85,9	40,8	135
Média				211,10	86,17	40,80	
	140	27	10,1	180,4	85,9	47,6	135
	140	27	10,2	182,1	86,7	47,6	135
	140	27	10,2	182,1	86,7	47,6	135
Média				181,53	86,43	47,60	
	160	27	10,1	157,8	85,9	54,4	135
	160	27	10,1	157,8	85,9	54,4	135
	160	27	10,1	157,8	85,9	54,4	135
Média				157,80	85,90	54,40	
	180	27	10,1	140,3	85,9	61,2	135
	180	27	10,2	141,7	86,7	61,2	135
	180	27	10,1	140,3	85,9	61,2	135
	180	27	10,1	141,7	86,7	61,2	135
Média				141,35	86,50	61,20	

Tabela 76 - Resultados da viscosidade Brookfield da amostra 4

Amostra 4	Rotação (rpm)	Spindle	Porcentagem do torque	Viscosidade (cP)	Tensão (d/cm ²)	Taxa (1/seg)	Temperatura (° C)
	20	21	38,4	960	393,9	18,6	135
	20	21	37,3	932,5	393,9	18,6	135
	20	21	37,3	932,5	393,9	18,6	135
Média				941,7	393,9	18,6	
	40	21	84,7	1059	393,9	37,2	135
	40	21	84,7	1059	393,9	37,2	135
	40	21	84,7	1059	393,9	37,2	135
Média				1059,00	393,90	37,20	
	60	21	84,7	705,8	393,9	55,8	135
	60	21	84,7	705,8	393,9	55,8	135
	60	21	84,7	705,8	393,9	55,8	135
Média				705,80	393,90	55,80	
	75	21	84,7	564,7	393,9	69,7	135
	75	21	84,7	564,7	393,9	69,7	135
	75	21	84,7	564,7	393,9	69,7	135
Média				564,70	393,90	69,70	

Tabela 77 - Resultados da viscosidade Brookfield da amostra 5

Amostra 5	Rotação (rpm)	Spindle	Porcentagem do torque	Viscosidade (cP)	Tensão (d/cm²)	Taxa (1/seg)	Temperatura (° C)
	8	18	27,8	1112	117,4	10,6	135
	8	18	27,4	1096	115,7	10,6	135
	8	18	27,4	1096	115,7	10,6	135
Média				1101,33	116,27	10,60	
	12	18	39,5	1053	166,8	15,8	135
	12	18	38,8	1035	163,9	15,8	135
	12	18	38,3	1021	161,8	15,8	135
Média				1036,33	164,17	15,80	
	17	18	53,4	1005	225,6	22,4	135
	17	18	53,1	999,5	224,3	22,4	135
	17	18	53,2	1001	224,7	22,4	135
Média				1001,83	224,87	22,40	
	20	18	93,1	1490	393,3	26,4	135
	20	18	93,6	1498	395,4	26,4	135
	20	18	91,7	1467	387,3	26,4	135
Média				1485,00	392,00	26,40	

Tabela 78 - Resultados da viscosidade Brookfield da amostra 6

Amostra 6	Rotação (rpm)	Spindle	Porcentagem do torque	Viscosidade (cP)	Tensão (d/cm²)	Taxa (1/seg)	Temperatura (° C)
	15	21	58,5	9750	497,2	5,1	135
	15	21	58,2	9700	494,7	5,1	135
	15	21	57,8	9633	491,3	5,1	135
Média				9694,33	494,40	5,10	
	17	21	63,3	9309	538	5,78	135
	17	21	63,2	9294	537,2	5,78	135
	17	21	63,3	9309	538	5,78	135
Média				9304,00	537,73	5,78	
	20	21	72	9000	612	6,8	135
	20	21	71,7	8962	609,4	6,8	135
	20	21	71,9	8988	611,2	6,8	135
Média				8983,33	610,87	6,80	
	30	21	100	8350	851,7	10,2	135
	30	21	100	8342	850,9	10,2	135
	30	21	100	8342	850,9	10,2	135
Média				8344,67	851,17	10,20	

Tabela 79 - Resultados da viscosidade Brookfield da amostra 7

Amostra 7	Rotação (rpm)	Spindle	Porcentagem do torque	Viscosidade (cP)	Tensão (d/cm ²)	Taxa (1/seg)	Temperatura (° C)
	20	21	49,8	1245	231,6	18,6	135
	20	21	46,3	1158	215,3	18,6	135
	20	21	45,5	1138	211,6	18,6	135
Média				1180,33	219,50	18,60	
	40	21	68,8	860	319,9	37,2	135
	40	21	68,8	860	319,9	37,2	135
	40	21	68,8	860	319,9	37,2	135
Média				860,00	319,90	37,20	
	60	21	68,8	573,3	319,9	55,8	135
	60	21	68,8	573,3	319,9	55,8	135
	60	21	68,8	573,3	319,9	55,8	135
Média				573,30	319,90	55,80	
	80	21	68,8	430	319,9	74,4	135
	80	21	68,8	430	319,9	74,4	135
	80	21	68,8	430	319,9	74,4	135
Média				430	319,90	74,40	

Tabela 80 - Resultados da viscosidade Brookfield da amostra 8

Amostra 8	Rotação (rpm)	Spindle	Porcentagem do torque	Viscosidade (cP)	Tensão (d/cm ²)	Taxa (1/seg)	Temperatura (° C)
	2	21	23,2	5800	107,9	1,86	135
	2	21	23,3	5825	108,3	1,86	135
	2	21	23,4	5850	108,8	1,86	135
Média				5825,00	108,33	1,86	
	4	21	42,2	5275	196,2	3,72	135
	4	21	43,1	5387	200,4	3,72	135
	4	21	42,0	5250	195,3	3,72	135
Média				5304,00	197,30	3,72	
	6	21	59,0	4917	274,3	5,58	135
	6	21	59,8	4983	278,1	5,58	135
	6	21	59,2	4933	275,3	5,58	135
Média				4944,33	275,90	5,58	
	10	21	59,0	4917	274,3	5,58	135
	10	21	59,8	4983	278,1	5,58	135
	10	21	59,2	4933	275,3	5,58	135
Média				4944,33	275,90	5,58	

Tabela 81 - Resultados da viscosidade Brookfield da amostra 9

Amostra 9	Rotação (rpm)	Spindle	Porcentagem do torque	Viscosidade (cP)	Tensão (d/cm²)	Taxa (1/seg)	Temperatura (° C)
	20	21	-47	-	-	-	135
	20	21	-47,2	-	-	-	135
	20	21	-47,5	-	-	-	135
Média				-	-	-	
	70	21	45,8	327,1	213	65,1	135
	70	21	45,7	326,4	212,5	65,1	135
	70	21	45,7	326,4	212,5	65,1	135
Média				326,63	212,67	65,10	
	90	21	45,8	254,4	213	83,7	135
	90	21	45,7	253,9	212,5	83,7	135
	90	21	45,7	243,9	212,5	83,7	135
Média				250,73	212,67	83,70	
	120	21	45,7	190,4	212,5	112	135
	120	21	45,8	190,8	213	112	135
	120	21	45,7	190,4	212,5	112	135
Média				190,53	212,67	112,00	

Tabela 82 - Resultados da viscosidade Brookfield da amostra 10

Amostra 10	Rotação (rpm)	Spindle	Porcentagem do torque	Viscosidade (cP)	Tensão (d/cm²)	Taxa (1/seg)	Temperatura (° C)
	20	18	60,4	966,4	255,1	26,4	135
	20	18	60,4	966,4	255,1	26,4	135
	20	18	60,4	966,4	255,1	26,4	135
Média				966,40	255,10	26,40	
	40	18	60,4	483,2	255,1	52,8	135
	40	18	60,4	483,2	255,1	52,8	135
	40	18	60,4	483,2	255,1	52,8	135
Média				483,20	255,10	52,80	
	60	18	60,4	322,1	255,1	79,2	135
	60	18	60,4	322,1	255,1	79,2	135
	60	18	60,4	322,1	255,1	79,2	135
Média				322,10	255,10	79,20	
	80	18	60,4	241,6	255,1	106	135
	80	18	60,4	241,6	255,1	106	135
	80	18	60,4	241,6	255,1	106	135
Média				241,60	255,10	106,00	

Tabela 83 - Resultados da viscosidade Brookfield da amostra 13

Amostra 13	Rotação (rpm)	Spindle	Porcentagem do torque	Viscosidade (cP)	Tensão (d/cm²)	Taxa (1/seg)	Temperatura (° C)
	20	21	-79,3	-	-	-	135
	20	21	-79,3	-	-	-	135
	20	21	-79,3	-	-	-	135
Média				-	-	-	
	150	21	10,3	34,3	47,9	139	135
	150	21	11	36,7	51,2	139	135
	150	21	11,2	37,3	52,1	139	135
Média				36,10	50,40	139,00	
	160	21	18,8	58,7	87,4	149	135
	160	21	18,6	58,1	86,5	149	135
	160	21	19	59,4	88,4	149	135
Média				58,73	87,43	149,00	
	180	21	32,9	91,4	153	106	135
	180	21	33	91,7	153,5	106	135
	180	21	33,1	91,9	153,9	106	135
Média				91,67	153,47	106,00	
	200	21	45,6	114	212	186	135
	200	21	45,6	114	212	186	135
	200	21	45,6	114	212	186	135
Média				114,00	212,00	186,00	

ANEXO 2

Tabela 84 - Valores da perda de massa

Amostra.Tubo	Peso Tubo (g)	Peso da amostra Antes RTFOT	Peso da amostra Depois RTFOT	Perda de Massa (%)	
1. I	162,1036	197,4463	197,2800	0,4705	
1. II	168,2503	203,0438	202,8986	0,4173	
MÉDIA				0,4439	< 1%
2. I	165,3730	200,4939	200,3266	0,4764	
2. II	170,0190	205,1343	204,9784	0,4440	
MÉDIA				0,4602	< 1%
3. I	159,9435	204,6250	204,4096	0,4821	
3. II	160,8031	195,8386	195,6559	0,5215	
MÉDIA				0,5018	< 1%
4. I	169,0513	204,3540	204,1697	0,5221	
4. II	164,6454	198,7648	198,5856	0,5252	
MÉDIA				0,5236	< 1%
5. I	161,6726	198,3606	198,1425	0,5945	
5. II	164,3614	199,4105	199,1890	0,6320	
MÉDIA				0,6132	< 1%
6. I	164,8785	200,1593	199,9626	0,5575	
6. II	163,4469	198,6343	198,4466	0,5334	
MÉDIA				0,5455	< 1%
7. I	160,1465	195,7956	195,6150	0,5066	
7. II	164,5420	199,7369	199,5583	0,5075	
MÉDIA				0,5070	< 1%
8. I	168,8127	203,9446	203,7753	0,4819	
8. II	153,9218	189,3887	189,2137	0,4934	
MÉDIA				0,4877	< 1%
9. I	180,9467	215,8585	215,6081	0,7172	
9. II	161,5827	196,9828	196,7242	0,7305	
MÉDIA				0,7239	< 1%
10. I	163,0740	198,3857	198,1667	0,6202	
10. II	161,2187	196,4491	196,2291	0,6245	
MÉDIA				0,6223	< 1%
11. I	177,9788	214,9490	214,6812	0,7244	
11. II	160,2572	195,1149	194,8205	0,8446	
MÉDIA				0,7845	< 1%