



*Universidade Federal da Paraíba*

*Centro de Tecnologia*

**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA CIVIL E  
AMBIENTAL  
– MESTRADO –**

**USO DE PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL DE MISTURAS NA  
OTIMIZAÇÃO DA PASTA E NO EMPACOTAMENTO DE  
AGREGADOS PARA PRODUÇÃO DE CAA**

*Por*

*Guilherme Urquiza Leite*

*Dissertação de Mestrado apresentada à Universidade Federal da Paraíba para  
obtenção do grau de Mestre*

**João Pessoa – Paraíba**

**Fevereiro de 2018**



*Universidade Federal da Paraíba*

*Centro de Tecnologia*

**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA CIVIL E  
AMBIENTAL  
– MESTRADO –**

**USO DE PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL DE MISTURAS NA  
OTIMIZAÇÃO DA PASTA E NO EMPACOTAMENTO DE  
AGREGADOS PARA PRODUÇÃO DE CAA**

Dissertação submetida ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil e Ambiental da Universidade Federal da Paraíba, como parte dos requisitos para a obtenção do título de Mestre.

**Guilherme Urquiza Leite**

**Orientador: Prof. Dr. Givanildo Alves de Azeredo**

**João Pessoa – Paraíba**

**Fevereiro de 2018**

**Catálogo na publicação**  
**Seção de Catalogação e Classificação**

L533u Leite, Guilherme Urquiza.

Uso de planejamento experimental de misturas na otimização da pasta e no empacotamento de agregados para produção de CAA / Guilherme Urquiza Leite. - João Pessoa, 2018.

134 f. : il.

Orientação: Givanildo Alves de Azeredo.

Dissertação (Mestrado) - UFPB/CT.

1. Engenharia Civil e Ambiental. 2. Concreto autoadensável (CAA). 3. Métodos de dosagem. 4. Planejamento de experimentos por mistura (PEM). 5. Simplex. I. Azeredo, Givanildo Alves de. II. Título.

UFPB/BC

**USO DE PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL DE MISTURAS NA  
OTIMIZAÇÃO DA PASTA E NO EMPACOTAMENTO DE  
AGREGADOS PARA PRODUÇÃO DE CAA**

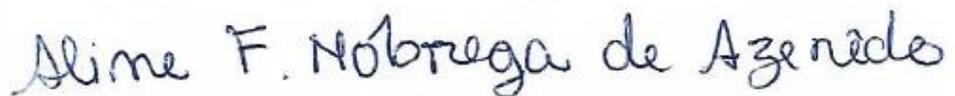
**GUILHERME URQUISA LEITE**

**Dissertação aprovada em 17 de junho de 2016.**

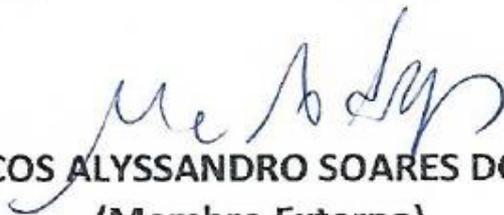
**Período Letivo: 2016.1**



**Prof. Dr. GIVANILDO ALVES DE AZEREDO – UFPB  
(Orientador)**



**Prof.ª. Dr.ª. ALINE FIGUEIRÊDO NÓBREGA DE AZEREDO - IFPB  
(Membro Interno)**



**Prof. Dr. MARCOS ALYSSANDRO SOARES DOS ANJOS - IFPB  
(Membro Externo)**

*A todas as pessoas que  
contribuíram para esta conquista.*

## **AGRADECIMENTOS**

Agradeço, antes de tudo, a Deus, que na sua infinita bondade me fez capaz de discernir, entre tantos caminhos, o que me levaria à honradez, à integridade, ao cidadão que hoje sou.

A meu orientador, Professor Dr. Givanildo Alves de Azeredo, pelos ensinamentos transmitidos e oportunidades dadas. Sem dúvida foi o melhor orientador que eu poderia ter.

Aos professores Dr<sup>a</sup> Aline Figueirêdo e Dr. Marcos Alyssandro por terem aceitado compor a banca examinadora e assim contribuir para o enriquecimento desse trabalho.

Aos meus pais, que me carregaram enquanto aprendia a caminhar com os meus próprios passos e continuam me guiando, apoiando as minhas escolhas e aplaudindo as minhas conquistas.

Aos meus irmãos e a toda a minha família pelo carinho.

A Juliane França, por estar comigo nos momentos mais difíceis e pelo incondicional apoio na realização deste trabalho.

Agradeço aos primos Vinicius, Érico e Eduardo e ao meu irmão Henrique pelas horas de feriados e finais de semana que abdicaram do lazer para ajudar na realização dos experimentos. Ajuda, sem a qual seria impossível concluir esse trabalho.

A todos os colegas do PPGE CAM

A Capes pelo apoio e incentivo financeiro

A todos, muito obrigado!

## RESUMO

O concreto autoadensável (CAA) foi proposto no final da década de 80 e desde então vem sendo tratado como uma grande evolução na tecnologia do concreto. Muitos estudos vêm sendo desenvolvidos desde os materiais componentes, viabilidade técnica e econômica e também métodos de dosagem. Este último tópico representa uma importante etapa do desenvolvimento deste tipo de concreto, uma vez que o CAA necessita de características específicas tanto no estado fresco quanto no endurecido, características tais que são relacionadas exclusivamente à proporção entre os materiais constituintes. A utilização de um planejamento de experimentos de mistura parece incorporar as premissas necessárias para o entendimento da relação entre as proporções dos constituintes e as propriedades do CAA. Dessa forma, um planejamento de experimentos de mistura (PEM) foi utilizado para mapear, em uma região experimental simplex, as proporções ideais entre os constituintes para se obter um CAA. Considerando o CAA como um material composto por duas fases (pasta e esqueleto granular), foi realizado um PEM para cada uma dessas fases. No caso do esqueleto granular, foi utilizado um planejamento clássico em centroide simplex. Já no caso da pasta, foi desenvolvido um planejamento diferenciado chamado de método do Pseudossimplex duplo (PSD). Os resultados evidenciaram a otimização do processo de dosagem de CAA através do planejamento de misturas, pois foi possível obter um CAA com uma quantidade mínima de ensaios e materiais. A utilização dessa ferramenta pode ser extremamente útil para a dosagem de CAA, principalmente em grande escala, uma vez que permite prever características básicas da produção, garantindo ao gestor mais controle sobre o processo.

**Palavras-chave:** Concreto autoadensável; dosagem; planejamento de experimentos de mistura; simplex.

## ABSTRACT

The self-compacting concrete (SCC) was created in the late 80s and since then has been treated as a great evolution in concrete technology. Many studies have been developed, such as: component materials, technical and economic feasibility and also mixture methods. The latter topic is an important step in the development of this type of concrete, since it must comply with specific performance in both the fresh and hardened states, performance is related to the proportion between the constituent materials. The use of a mixture experiments design (MED) seems to incorporate the assumptions necessary to understand the relationship between the proportion of the constituents and the SCC physical characteristics. Considering that the SCC is made of two phases (paste and aggregate), a MED was used in each one of them. The aggregate phase only required the use of a simplex-centroid design. On the paste phase, it was necessary to develop a distinct method, double pseudo-simplex (DPS). Results made it clear that the mix process of SCC, using MED methodology, made it possible to obtain a SCC with minimum experiments and amounts of materials. The use of this tool may be extremely relevant to mix SCC in a large scale, allowing the prediction of basic characteristics of production and securing a more effective planning and production control.

**Keywords:** Self compacting concrete; mix design; mixture experiments design; simplex.

## SUMÁRIO

RESUMO

ABSTRACT

LISTA DE FIGURAS

LISTA DE TABELAS

1.	INTRODUÇÃO .....	14
1.1	HIPÓTESE BÁSICA E PONTO DE PARTIDA .....	16
1.2	OBJETIVO GERAL.....	16
1.3	OBJETIVOS ESPECÍFICOS .....	17
1.4	ESTRUTURA DA DISSERTAÇÃO .....	17
2.	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....	18
2.1	INTRODUÇÃO.....	18
2.2	CONCRETO AUTOADENSÁVEL (CAA).....	18
2.2.1	PROPRIEDADES NO ESTADO FRESCO E REOLOGIA .....	21
2.2.2	ENSAIOS PARA A AVALIAÇÃO DO CAA .....	24
2.2.2.1	ENSAIO DO CONE DE ABRAMS (ESPALHAMENTO E $T_{500}$ ).....	24
2.2.2.2	ENSAIO DO FUNIL-V.....	25
2.2.2.3	ENSAIO DA CAIXA-L .....	26
2.2.2.4	ENSAIO GTM ( <i>GTM-Test</i> ).....	27
2.2.2.5	CLASSIFICAÇÃO DO CAA NO ESTADO FRESCO .....	28
2.2.3	PROPRIEDADES NO ESTADO ENDURECIDO.....	31
2.3	MÉTODOS DE DOSAGEM DE CAA.....	31
2.3.1	MÉTODO DE OKAMURA <i>et al.</i> .....	33
2.3.2	MÉTODO DE SU <i>et al.</i> (2001).....	36
2.3.3	MÉTODO DE GOMES <i>et al.</i> (2003).....	42
2.4	PLANEJAMENTO DE EXPERIMENTOS.....	47
2.5	PLANEJAMENTO FATORIAL .....	50
2.5.1	CÁLCULO DOS EFEITOS.....	51
2.5.2	INTERPRETAÇÃO GEOMÉTRICA DOS EFEITOS .....	52
2.5.3	ESTIMATIVA DO ERRO EXPERIMENTAL .....	53
2.5.4	MODELOS ESTATÍSTICOS .....	56
2.5.5	AJUSTE DE MODELOS PELO MÉTODO DOS MÍNIMOS QUADRADOS .....	58
2.6	PLANEJAMENTO DE EXPERIMENTOS DE MISTURA.....	65
2.6.1	A REGIÃO SIMPLEX.....	66

2.6.2	MODELOS ESTATÍSTICOS PARA PEM .....	69
2.6.2.1	PARA MISTURAS DE DOIS COMPONENTES.....	69
2.6.2.2	PARA MISTURAS DE TRÊS COMPONENTES .....	73
2.6.2.3	PARA MISTURAS COM MAIS DE TRÊS COMPONENTES.....	76
2.6.3	TIPOS DE PLANEJAMENTO .....	77
2.6.3.1	REDE SIMPLEX ( <i>SIMPLEX-LATTICE</i> ).....	77
2.6.3.2	CENTROIDE SIMPLEX ( <i>SIMPLEX-CENTROID</i> ).....	79
2.6.4	RESTRIÇÕES NAS PROPORÇÕES DOS COMPONENTES .....	81
2.6.4.1	RESTRIÇÕES INFERIORES E OS <i>L-PSEUDOCOMPONENTES</i> .....	81
2.6.4.2	RESTRIÇÕES SUPERIORES E OS <i>U-PSEUDOCOMPONENTES</i> .....	83
2.6.4.3	RESTRIÇÕES INFERIORES E SUPERIORES SIMULTÂNEAS .....	85
3.	MATERIAIS E MÉTODOS .....	87
3.1	MATERIAIS .....	87
3.1.1	CIMENTO.....	87
3.1.2	AGREGADO MIÚDO .....	87
3.1.3	AGREGADO GRAÚDO .....	88
3.1.4	ADIÇÕES MINERAIS.....	88
3.1.5	ADITIVO SUPERPLASTIFICANTE .....	89
3.1.6	ÁGUA .....	89
3.2	MÉTODOS .....	89
3.3	DOSAGEM DE CAA.....	89
3.4	PLANEJAMENTO DE EXPERIMENTOS DE MISTURA.....	91
3.4.1	PEM PARA DETERMINAÇÃO DA PASTA.....	91
3.4.1.1	MÉTODO DO <i>PSEUDOSSIMPLEX DUPLO</i> (PSD).....	93
3.4.1.2	APLICAÇÃO DO MÉTODO PSD AO ESTUDO DA PASTA .....	98
3.4.2	PEM PARA DETERMINAÇÃO DO ESQUELETO GRANULAR.....	100
3.4.3	PRODUÇÃO DO CONCRETO .....	101
4.	RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	102
4.1	RESULTADOS DA PASTA.....	102
4.1.1	RESULTADOS $T_{115}$ .....	103
4.1.2	RESULTADOS <i>Flow</i> .....	111
4.1.3	AUTOADENSABILIDADE DA PASTA.....	117
4.2	RESULTADOS DOS AGREGADOS .....	119
4.3	RESULTADOS DO CONCRETO .....	122
5.	CONCLUSÕES.....	126
6.	RECOMENDAÇÕES PARA TRABALHOS FUTUROS .....	129
	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....	130

## LISTA DE FIGURAS

FIGURA 1 - REQUERIMENTOS PARA UM CONCRETO DE ALTA PERFORMANCE.....	19
FIGURA 2 - DIFERENÇA ENTRE CONCRETO DE ALTA PERFORMANCE NO JAPÃO E CONCRETO DE ALTA PERFORMANCE NA EUROPA E AMÉRICA.....	20
FIGURA 3 - ESQUEMA DA AUTOADENSABILIDADE DO CAA .....	21
FIGURA 4 - MODELO REOLÓGICO DE BINGHAM .....	22
FIGURA 5 - COMPORTAMENTO REOLÓGICO DOS TIPOS DE CONCRETO .....	23
FIGURA 6 – ENSAIO DO CONE DE ABRAMS .....	25
FIGURA 7 – FUNIL-V.....	26
FIGURA 8 - TESTE DA CAIXA-L.....	27
FIGURA 9 - EFEITO DO SP NA FLUIDEZ E VISCOSIDADE DA PASTA .....	34
FIGURA 10 - MÉTODO PARA SE ATINGIR A AUTOADENSABILIDADE.....	35
FIGURA 11 - LIMITE DA PROPORÇÃO DOS AGREGADOS .....	35
FIGURA 12 – MÉTODO DE DOSAGEM DE GOMES ET AL. (2003) .....	43
FIGURA 13 – ENSAIO DO FUNIL DE MARSH .....	44
FIGURA 14 – ENSAIO DO MINI CONE.....	45
FIGURA 15 – ENSAIO DE MASSA UNITÁRIA SECA E NÃO COMPACTADA .....	46
FIGURA 16 – O MÉTODO DA ENGENHARIA .....	48
FIGURA 17 – DEFINIÇÃO DE PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL .....	48
FIGURA 18 – INTERPRETAÇÃO GRÁFICA DE UM PLANEJAMENTO $2^2$ .....	53
FIGURA 19– REPRESENTAÇÃO DE MISTURAS EM EIXOS CARTESIANOS .....	67
FIGURA 20 – REPRESENTAÇÃO DE MISTURAS EM REGIÕES SIMPLEX .....	67
FIGURA 21 – SISTEMA DE COORDENADAS TRILINEAR .....	68
FIGURA 22 – REPRESENTAÇÃO DA VARIAÇÃO DA RESPOSTA EM UMA MISTURA DE TRÊS COMPONENTES.....	68
FIGURA 23 – REPRESENTAÇÃO DOS EFEITOS SINERGÉTICO E ANTAGÔNICO.....	73
FIGURA 24 – LOCALIZAÇÃO DOS PONTOS EM UM PLANEJAMENTO EM REDE SIMPLEX $\{q, m\}$ ....	79
FIGURA 25 – LOCALIZAÇÃO DOS PONTOS EM UM PLANEJAMENTO CENTROIDE SIMPLEX .....	80
FIGURA 26 – RESTRIÇÕES INFERIORES EM UMA MISTURA HIPOTÉTICA DE TRÊS COMPONENTES .	83
FIGURA 27 – RESTRIÇÕES SUPERIORES EM UMA MISTURA HIPOTÉTICA DE TRÊS COMPONENTES	84
FIGURA 28 – CURVA GRANULOMÉTRICA DA AREIA .....	87
FIGURA 29 – CURVAS GRANULOMÉTRICA DAS BRITAS .....	88

FIGURA 30 – ESBOÇO DO MÉTODO DE DOSAGEM PROPOSTO .....	90
FIGURA 31 – SIMPLEX DA PASTA COM RESTRIÇÕES.....	92
FIGURA 32 – SIMPLEX PARA MISTURAS DE TRÊS COMPONENTES COM RESTRIÇÕES .....	94
FIGURA 33 – PSEUDOSIMPLEX DUPLO DA MISTURA ENTRE A, B E C. ....	96
FIGURA 34 – ANÁLISE DE PADRÃO DE RESÍDUOS DOS MODELOS PARA $T_{115}$ .....	108
FIGURA 35 – PROBABILIDADE NORMAL DOS RESÍDUOS DOS MODELOS PARA $T_{115}$ .....	109
FIGURA 36 – SUPERFÍCIE DE RESPOSTA DA VARIÁVEL DEPENDENTE $T_{115}$ .....	110
FIGURA 37 – ANÁLISE DE PADRÃO DE RESÍDUOS DOS MODELOS PARA $FLOW$ .....	114
FIGURA 38 – PROBABILIDADE NORMAL DOS RESÍDUOS DOS MODELOS PARA $FLOW$ .....	115
FIGURA 39 – SUPERFÍCIE DE RESPOSTA DA VARIÁVEL DEPENDENTE $FLOW$ .....	116
FIGURA 40 – ZONA DE OCORRÊNCIA DE PASTA ADEQUADA PARA CAA.....	118
FIGURA 41 – SUPERFÍCIE DE RESPOSTA DA VARIÁVEL MU .....	121
FIGURA 42 – ESPALHAMENTO.....	123
FIGURA 43 – ESPALHAMENTO DO TRAÇO FORTE APÓS 15 MINUTOS DE REPOUSO .....	124

## LISTA DE TABELAS

TABELA 1 - CLASSES DE ESPALHAMENTO (SLUMP-FLOW).....	29
TABELA 2 - CLASSES DE VISCOSIDADE PLÁSTICA APARENTE $T_{500}$ (SOB FLUXO LIVRE).....	29
TABELA 3 - CLASSES DE VISCOSIDADE PLÁSTICA APARENTE PELO FUNIL V (SOB FLUXO CONFINADO).....	30
TABELA 4 - CLASSES DE HABILIDADE PASSANTE CAIXA L (SOB FLUXO CONFINADO).....	30
TABELA 5 - CLASSES DE RESISTÊNCIA À SEGREGAÇÃO (GTM).....	30
TABELA 6 – NÚMERO DE ENSAIOS TRATAMENTOS OU COMBINAÇÕES DE ESQUEMAS FATORIAIS COMPLETOS .....	51
TABELA 7 – EXEMPLO DE RESULTADOS DE UM PLANEJAMENTO FATORIAL $2^2$ .....	51
TABELA 8 – NÚMERO DE TERMOS DOS POLINÔMIOS CANÔNICOS .....	77
TABELA 9 – NÚMERO DE PONTOS EM UM PLANEJAMENTO EM REDE SIMPLEX $q, m$ .....	78
TABELA 10 – PONTOS EXPERIMENTAIS CONSIDERADOS PARA O ESTUDO DA PASTA.....	99
TABELA 11 – PONTOS EXPERIMENTAIS DO ESTUDO DO ESQUELETO GRANULAR.....	100
TABELA 12 – RESPOSTAS OBSERVADAS PARA OS PONTOS EXPERIMENTAIS DA TABELA 10.....	102
TABELA 13 – COEFICIENTES DO MODELO DE SETE TERMOS DA MISTURA 1 PARA $T_{115}$ .....	103
TABELA 14 – COEFICIENTES DO MODELO DE CINCO TERMOS DA MISTURA 2 PARA $T_{115}$ .....	103
TABELA 15 – CONSTRUÇÃO DA TABELA ANOVA.....	104
TABELA 16 – ANOVA DO MODELO DE SETE TERMOS DA MISTURA 1 PARA $T_{115}$ .....	105
TABELA 17 – ANOVA DO MODELO DE CINCO TERMOS DA MISTURA 2 PARA $T_{115}$ .....	105
TABELA 18 – COEFICIENTES DO MODELO DE OITO TERMOS DA MISTURA 1 PARA $T_{115}$ .....	106
TABELA 19 – COEFICIENTES DO MODELO DE SETE TERMOS DA MISTURA 2 PARA $T_{115}$ .....	106
TABELA 20 – ANOVA DO MODELO DE OITO TERMOS DA MISTURA 1 PARA $T_{115}$ .....	107
TABELA 21 – ANOVA DO MODELO DE SETE TERMOS DA MISTURA 2 PARA $T_{115}$ .....	107
TABELA 22 – COEFICIENTES DO MODELO DE SETE TERMOS DA MISTURA 1 PARA $FLOW$ .....	111
TABELA 23 – COEFICIENTES DO MODELO DE SEIS TERMOS DA MISTURA 2 PARA $FLOW$ .....	112
TABELA 24 – ANOVA DO MODELO DE SETE TERMOS DA MISTURA 1 PARA $FLOW$ .....	112
TABELA 25 – ANOVA DO MODELO DE SEIS TERMOS DA MISTURA 2 PARA $FLOW$ .....	112
TABELA 26 – COEFICIENTES DO MODELO DE OITO TERMOS DA MISTURA 1 PARA $FLOW$ .....	113
TABELA 27 – COEFICIENTES DO MODELO DE SETE TERMOS DA MISTURA 2 PARA $FLOW$ .....	113
TABELA 28 – ANOVA DO MODELO DE OITO TERMOS DA MISTURA 1 PARA $FLOW$ .....	113
TABELA 29 – ANOVA DO MODELO DE SETE TERMOS DA MISTURA 2 PARA $FLOW$ .....	114

TABELA 30 – RESULTADOS DA MASSA UNITÁRIA (MU) DA MISTURA DOS AGREGADOS.....	119
TABELA 31 – COEFICIENTES DO MODELO DE CINCO TERMOS PARA MU DOS AGREGADOS .....	120
TABELA 32 – ANOVA DO MODELO DE CINCO TERMOS PARA MU DOS AGREGADOS .....	120
TABELA 33 – COMPOSIÇÃO DOS TRAÇOS ESTUDADOS .....	122
TABELA 34 – RESULTADOS DOS ENSAIOS DE AUTOADENSABILIDADE.....	123

## 1. INTRODUÇÃO

O Concreto autoadensável (CAA) é um concreto especial que apresenta a capacidade de fluir dentro das formas e preenchê-las completamente sem a necessidade de nenhuma vibração externa, mantendo a homogeneidade durante esse processo. Essas qualidades são obtidas através de uma grande fluidez e uma viscosidade suficiente que lhe garanta resistência à segregação dos agregados (SHINDOH e MATSUOKA, 2003; SEDRAN e LARRARD, 1999).

Desde o seu surgimento no Japão na década de 80, um grande número de estudos vem sendo desenvolvido acerca de seu tema e a sua utilização é cada vez mais frequente. Porém, ainda é bastante subutilizado no Brasil, ficando restrito praticamente a situações específicas ou às fábricas de peças pré-moldadas. Esse fato ocorre principalmente porque o CAA exige um maior investimento na sua concepção, o que acaba por elevar o seu custo. Isso gera uma espécie de recusa por grande parte das construtoras e das produtoras de concreto, pois com suas visões imediatistas, deixam de perceber o quão vantajoso seu uso pode ser.

Diniz (2010), Barros (2009) e Tutikian (2004) citam como algumas das vantagens em se utilizar o CAA em comparação com o concreto convencional (CCV): Maior durabilidade, diminuição da mão de obra, melhor qualidade de acabamento, entre outras.

A diferença entre o CAA e o CCV encontra-se principalmente no estado fresco, uma vez que as propriedades mecânicas são bastante semelhantes. Ambos utilizam os mesmos materiais: cimento, água, agregado miúdo, agregado graúdo, adições e aditivos, porém em proporções diferentes. Em geral, o CAA apresenta uma maior proporção de finos em detrimento do agregado graúdo (COUTINHO, 2011; OKAMURA e OUCHI, 2003).

Segundo Goodier (2003) e Gomes *et al.* (2003), para que um concreto seja classificado como um CAA ele deve atender a performance adequada para as três características básicas no seu estado fresco: capacidade de preenchimento, habilidade de passagem e resistência à segregação.

Essas características estão estritamente relacionadas com a reologia do concreto através das propriedades de fluidez e viscosidade. Embora essas grandezas sejam de natureza inversa, existe uma relação ótima entre elas a qual representa a chave para a dosagem do CAA (SEDRAN e LARRARD, 1999).

Muitos autores, como Bucher *et al.* (2015), Wu e An (2014), Bouvet *et al.* (2010), Gomes *et al.* (2003) e Gomes (2002), consideram que a autoadensabilidade do concreto é governada, primordialmente, pelas propriedades da pasta (fase líquida) e dessa forma assumem

que uma pasta otimizada, desde que em quantidade suficiente, confere ao concreto o status de autoadensável. Essa premissa é o fundamento de vários métodos de dosagem de CAA conhecidos.

Já outros métodos, associam a capacidade de fluxo do CAA à argamassa e se fundamentam em testes para avaliação da mesma (OKAMURA e OUCHI, 2003). Outros ainda, introduzem o conceito de fator de empacotamento, e consideram que as relações entre e os agregados miúdo e graúdo, assim como o teor de vazios do esqueleto granular serão os responsáveis pela reologia do CAA, baseando seus conceitos na distância mínima entre partículas e no atrito entre elas (LARRARD e SEDRAN, 2002; SU *et al.* 2001).

Em geral, os métodos de dosagem de CAA são baseados em conceitos empíricos (GOMES e BARROS, 2009) e demandam um grande esforço inicial, pois são necessários muitos ensaios para a avaliação das propriedades reológicas, seja na etapa de pasta, argamassa ou de concreto. Isso representa uma quantidade considerável de tempo e de materiais, o que pode representar um fator de inviabilidade de produção. Portanto, é extremamente importante que esse processo de experimentação seja otimizado para reduzir os custos associados e ganhar competitividade de mercado. Sendo assim, o planejamento de experimentos aparece como uma ferramenta fundamental para permitir a diminuição da quantidade destes, mantendo a qualidade e representatividade dos dados obtidos (RODRIGUES e LEMMA, 2009).

Com o aumento da industrialização da construção, o planejamento de experimentos ganha importância nos processos produtivos, pois gera economia e qualidade (MONTGOMERY e RUNGER, 2013). Por isso, cada vez mais, está sendo integrado às pesquisas da área (OLUBANWO e KARADELIS 2015), seja por meio de planejamentos fatoriais (ABOUHUSSIEN e HASSAN, 2015; AHMAD *et al.*, 2014; AHMAD e ALGHAMDI, 2014; FIGUEIRAS *et al.*, 2014) ou de misturas (BOUZIANI, 2013; MEBROUKI *et al.*, 2010; MEBROUKI *et al.*, 2009). Este último é bem menos conhecido e, portanto, pouco utilizado, todavia há situações em que sua aplicabilidade é a mais adequada.

Segundo Scheffé (1963), experimentos de misturas são aqueles em que as propriedades estudadas (as respostas), dependem basicamente das proporções relativas entre os constituintes e não das quantidades individuais. Um exemplo clássico citado por Barros Neto *et al.* (2009) é a confecção de um bolo, pois ao se dobrar as quantidades de todos os seus ingredientes, espera-se que esse novo bolo seja duas vezes maior, mas que o sabor seja idêntico ao do primeiro. O mesmo pode ser considerado para um concreto, uma vez que as suas propriedades dependem do traço, ou seja, das proporções entre seus constituintes.

Para este trabalho, foi desenvolvido um planejamento experimental de misturas (PEM) que foi aplicado na dosagem de um CAA, apresentando uma proposta de método para dosagem de fácil utilização e que permite a apresentação gráfica de algumas das propriedades da pasta e dos agregados, previstas por um modelo estatístico.

## **1.1 HIPÓTESE BÁSICA E PONTO DE PARTIDA**

O CAA, assim como o CCV, é um material formado pela mistura de certos “ingredientes” (cimento, água, areia, brita, etc.) e suas propriedades dependem do traço considerado. Dessa forma, sua dosagem parece incorporar as premissas necessárias para a utilização de um PEM. Tendo em vista que o processo de dosagem de CAA envolve um número considerável de experimentos, sua otimização vem ao encontro dos avanços e do desenvolvimento deste tipo de concreto.

A utilização do PEM em um CAA é um estudo complexo, pois este deve atender a especificidades em ambos os estados, fresco e endurecido, sendo suas características extremamente sensíveis à qualidade dos constituintes. Sabe-se também, que dificilmente se tem um controle de qualidade adequado, principalmente em relação aos agregados. Além disso, o número de elementos constituintes é alto, o que aumenta e dificulta ainda mais a aquisição e o processamento dos dados. Contudo, as pesquisas que sugerem a divisão do concreto em duas fases, líquida (pasta) e sólida (agregado), são bem aceitas pela comunidade científica do CAA. Essa premissa permite

Gomes *et al.* (2003) apresentam um método de dosagem bastante objetivo, propondo a otimização das fases separadamente e através de ensaios práticos e rápidos. Isso representa uma alternativa bem mais viável para que o estudo proposto pelo presente trabalho possa ser realizado, servindo assim, como ponto de partida deste trabalho.

## **1.2 OBJETIVO GERAL**

Apresentar uma proposta de método para dosagem de CAA otimizado pela utilização de um PEM, baseado em um modelo estatístico que represente e possa prever, satisfatoriamente, as suas características.

### 1.3 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Adequar um planejamento experimental de misturas para o estudo da pasta através do ensaio do mini cone, tendo como variáveis a proporção de cimento, superplastificante (SP) e fíler;
- Mapear, em um sistema de coordenadas simplex, as propriedades T115 e Flow previstas por modelos estatísticos ajustados aos resultados obtidos nos ensaios;
- Adequar um planejamento experimental de misturas para o estudo do agregado, tendo como variáveis a proporção de areia, a de brita 0 e a de brita 1;
- Mapear, em um sistema de coordenadas simplex, a propriedade de massa unitária prevista pelo modelo estatístico ajustado aos resultados obtidos nos ensaios;
- Produzir o concreto e testá-lo quanto aos critérios de autoadensabilidade da ABNT NBR 15823-1 (2010) e European Project Group - EPG (2005).

### 1.4 ESTRUTURA DA DISSERTAÇÃO

A dissertação está estruturada da seguinte maneira: o *Capítulo 1* refere-se à introdução, onde é apresentada uma contextualização do tema. Também são apresentados a hipótese básica e o ponto de partida, bem como os objetivos que se pretendeu atingir com o trabalho. No *Capítulo 2*, consta a revisão bibliográfica, que apresenta os fundamentos teóricos que serviram de base para a realização do trabalho, bem como a sua colocação no contexto científico. Já no *Capítulo 3* (materiais e métodos), são listados os materiais utilizados e apresentada a metodologia utilizada para atingir os objetivos propostos. O *Capítulo 4* trata dos resultados e discussões, onde são apresentados os resultados obtidos na pesquisa, tecidos alguns comentários a respeito destes e comparações com resultados de outros pesquisadores. Por último, o *Capítulo 5* apresenta as conclusões. Lá, estão as considerações finais acerca dos resultados, mostrando a importância do estudo e sugerindo recomendações para trabalhos futuros. Por fim, estão listadas as referências consultadas para a realização desta dissertação.

## **2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA**

### **2.1 INTRODUÇÃO**

Neste capítulo serão apresentadas as considerações necessárias para realização do estudo. Inicialmente, o tema abordado é o concreto autoadensável (CAA), com um perfil histórico englobando o seu surgimento e desenvolvimento, suas propriedades no estado fresco, ensaios para a sua avaliação, materiais empregados na sua produção e seu comportamento no estado endurecido. Na sequência, são listados alguns métodos de dosagem, com explicações sobre: seus surgimentos; ensaios específicos; o que deve ser levado em consideração; e o que representam para o desenvolvimento do CAA. Finalmente, é tratado o planejamento de experimentos, com ênfase no planejamento de misturas, onde serão apresentadas as características e considerações para a utilização desta ferramenta, os modelos experimentais e a representação do sistema simplex pleno e com restrições.

### **2.2 CONCRETO AUTOADENSÁVEL (CAA)**

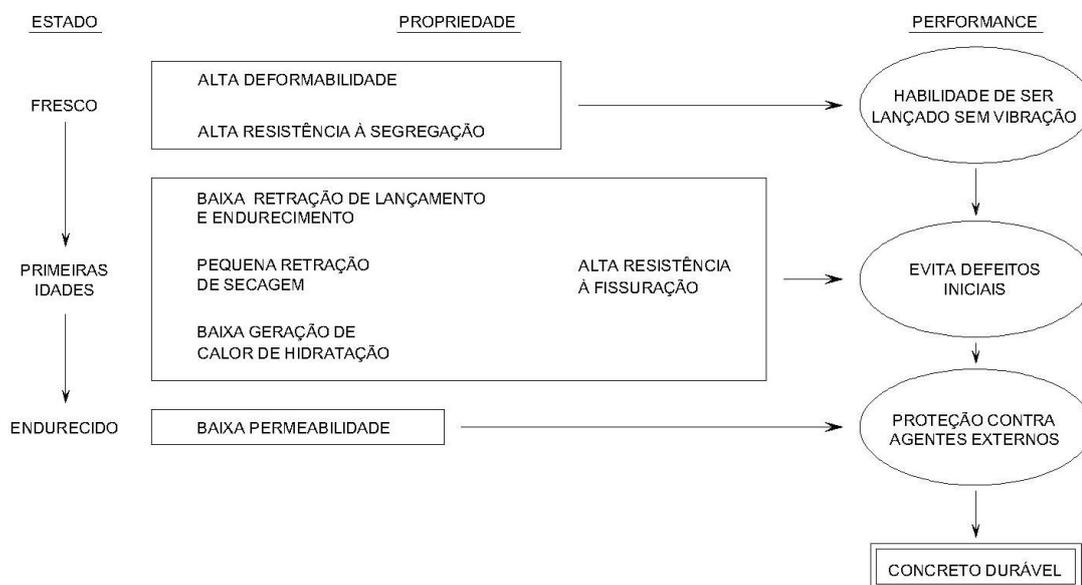
O CAA foi considerado “o desenvolvimento mais revolucionário da construção em estruturas de concreto nas últimas décadas” (EFNARC, 2002, p. 4). Consiste em um concreto especial, com excelente deformabilidade e alta resistência à segregação. Tais características lhe dão a capacidade de preencher completamente a forma sem a necessidade de vibração, adensando-se por meio do peso próprio e sem a separação de nenhum dos materiais componentes da mistura, mesmo em estruturas com altas taxas de armadura (SHINDOH e MATSUOKA, 2003). Isso minimiza a influência do fator humano e o consumo de energia e mão-de-obra, além de acabar com o ruído durante o processo de compactação do concreto fresco (EPG, 2005).

O CAA começou a ser desenvolvido no Japão na década de 80. Naquele momento, problemas relacionados à durabilidade de estruturas de concreto mostravam-se cada vez mais frequentes, fato esse que foi atribuído à falta de mão de obra especializada durante a execução e, conseqüentemente, compactação das peças estruturais. Além disso, a utilização de concretos convencionais dificultava o adensamento de estruturas de formas complexas e com grande densidade de armadura (OKAMURA e OUCHI, 2003).

Em 1986, o professor Hajime Okamura, da *Kochi University of Technology*, propôs que para se atingir estruturas mais duráveis, uma das soluções seria investir na criação de um concreto especial que fosse independente do processo de vibração (OKAMURA e OUCHI, 2003).

Segundo Ozawa *et al.* (1992), os estudos sobre o CAA foram continuados pelos professores Ozawa e Maekawa na *University of Tokyo*. Em 1988, surgiu o primeiro protótipo do concreto autoadensável, que foi desenvolvido com materiais presentes no mercado local. O protótipo apresentou performance satisfatória no que diz respeito a retração de secagem e endurecimento, calor de hidratação, adensamento após o endurecimento entre outras propriedades (*Figura 1*).

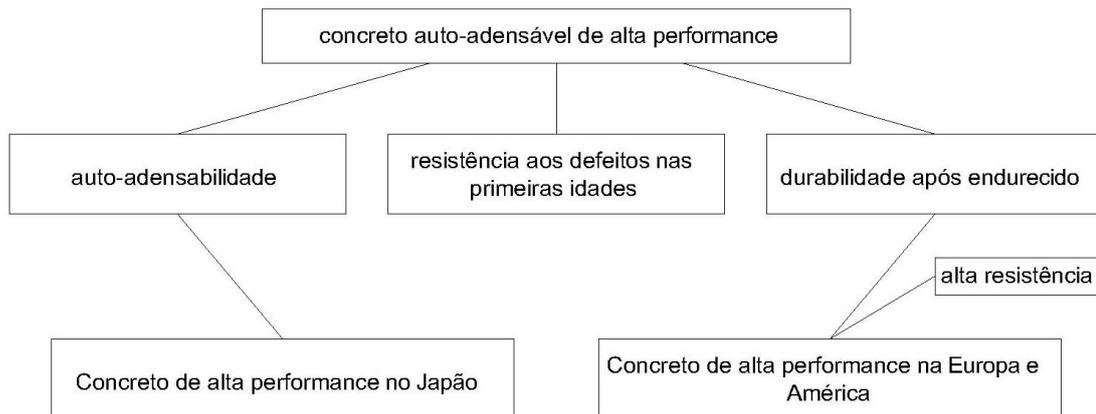
Figura 1 - Requerimentos para um concreto de alta performance



Fonte: Ozawa *et al.* (1992)

Este concreto foi chamado inicialmente de concreto de alta performance, porém essa denominação vinha sendo utilizada mundialmente para definir concretos de alta durabilidade devido à baixa relação água/cimento (*a/c*). Desde então, passou-se a utilizar o termo “concreto autoadensável de alta performance” para defini-lo (OKAMURA e OZAWA, 1995). A *Figura 2* especifica a diferença, à época, entre o termo “concreto de alta performance” adotado no Japão e o adotado na Europa e América.

Figura 2 - Diferença entre concreto de alta performance no Japão e concreto de alta performance na Europa e América



Fonte: Okamura e Ozawa (1995)

Desde o surgimento do protótipo do CAA, iniciou-se um intenso trabalho nos institutos de pesquisa das grandes companhias de construção do Japão, o que fez com que o CAA fosse utilizado em várias estruturas reais, como a construção de um edifício em 1990, seguindo com a construção, em concreto protendido, de uma ponte estaiada em 1991. Foi também utilizado em grandes obras como os suportes da ponte suspensa *Akashi Straits*, que apresenta um vão de 1991 m e na construção das paredes de um grande tanque de GNL (gás natural liquefeito) (OKAMURA e OUCHI, 2003).

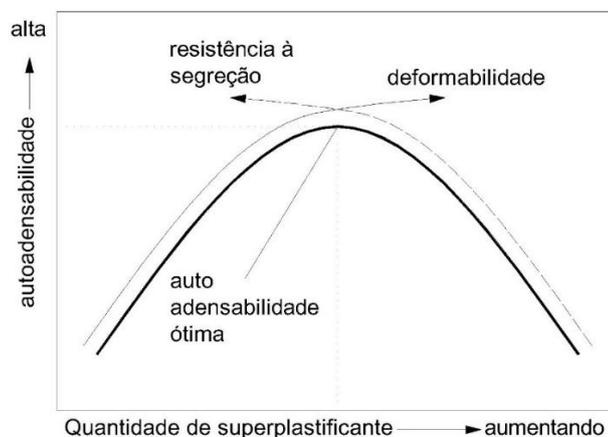
Na Europa, o CAA começou a ser estudado na Suécia nos anos de 1990 e em pouco tempo, praticamente todos os países já desenvolviam pesquisas sobre este material. Sua aceitação junto à comunidade acadêmica, produtores de concreto, fornecedores de aditivo, construtores e fábricas de pré-moldados tornava-se cada vez mais aparente (GOODIER, 2003). Gomes e Barros (2009) destacam que o crescimento do interesse pelo CAA pode ser notado pelo grande número de eventos, congressos, simpósios e seminários sobre ele.

O Brasil também se mostrou interessado pelo produto e, apesar de ainda ser subutilizado, o seu crescimento também pôde ser percebido. Em 2010 foi divulgada a NBR 15823, norma brasileira, em seis partes, que trata especificamente do CAA. Desde então a utilização é cada vez mais frequente, principalmente em fábricas de pré-moldados, onde em 2014 cerca de 66,7% já o utilizavam (AMORIM, 2015). Há também casos como a concretagem do bloco de fundação do *Infinity Coast* que, naquele momento, era o maior edifício residencial da América do Sul exemplificando a utilização do CAA (LOUZAS, 2014).

## 2.2.1 PROPRIEDADES NO ESTADO FRESCO E REOLOGIA

As principais características do CAA no estado fresco são a alta deformabilidade e a resistência à segregação que estão intimamente ligadas às propriedades de fluidez e viscosidade. Uma vez opostas por natureza, tendem a ser muito sensíveis a variações na qualidade dos materiais. Isso dificulta a dosagem deste tipo de concreto, pois a maioria das concreteiras não dispõem de muito rigor no controle das matérias-primas. Normalmente, a adequação dessas propriedades é feita através da incorporação de um agente fluidificante: água; superplastificante (SP), e um estabilizante: finos; modificador de viscosidade. Dessa forma, a autoadensabilidade é um parâmetro que dependerá de uma relação ótima entre eles (*Figura 3*) (SHINDOH e MATSUOKA, 2003).

Figura 3 - Esquema da autoadensabilidade do CAA



Fonte: Shindoh e Matsuoka (2003)

Sedran e Larrard (1999) afirmam que o CAA deve apresentar alta fluidez e suficiente viscosidade para evitar a segregação do agregado. Assim pode-se ter um fluxo contínuo e uniforme. O CAA é definido no estado fresco mediante a observação de três características básicas (GOODIER, 2003; EFNARC, 2002; ABNT NBR 15823-1, 2010):

- i.** Capacidade de preenchimento: Habilidade de preencher todos os cantos da forma sem a necessidade de vibração externa;
- ii.** Habilidade passante: Habilidade de transpor os obstáculos, como as armaduras e seções estreitas, sem perder sua uniformidade e sem que ocorra o bloqueio do fluxo;
- iii.** Resistência à segregação: Habilidade de manter o agregado graúdo em suspensão mantendo a homogeneidade do material.

As características do CAA são relacionadas com as suas propriedades reológicas. Assim, a deformabilidade depende que uma tensão mínima seja vencida para que o concreto flua e a viscosidade impede que haja um atrito muito relevante sobre as partículas dos agregados (GOMES e BARROS, 2009).

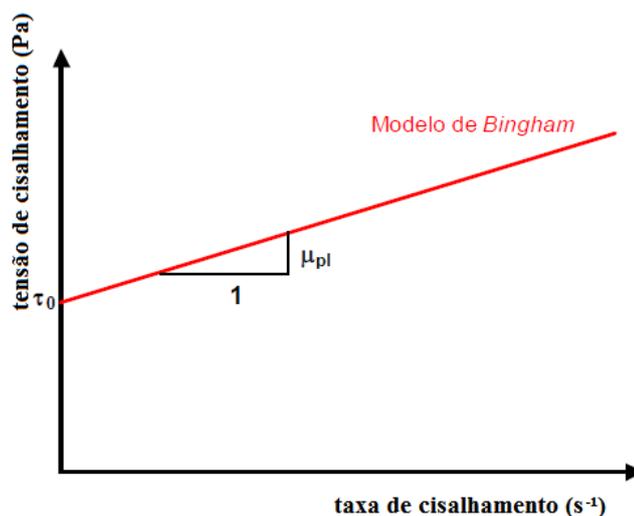
A reologia de suspensões concentradas, tais como o CAA, o CCV e as pastas de cimento, assemelha-se a um fluido de Herschel-Bulkley; entretanto, a simplificação para o modelo de Bingham também consegue descrever com satisfação tal comportamento e é bastante utilizada em pesquisas correntes (DIAMANTONIS *et al.*, 2010; CARDOSO *et al.*, 2015; CHEN e KWAN, 2012; ZERBINO *et al.*, 2009).

Nunes (2001) acrescenta que apesar de ser uma composição complexa, devido a extensa granulometria de suas partículas e ao fato das propriedades variarem com o tempo, o comportamento do CAA no estado fresco pode ser descrito por meio de dois parâmetros: tensão de escoamento e viscosidade plástica aparente.

Tensão de escoamento pode ser definido como a tensão inicial que deve ser aplicada para que o material comece a escoar (NUNES, 2001). Já a viscosidade plástica aparente, pode ser definida como a propriedade que se relaciona com a coesão do material, e que influencia, de forma direta, na resistência ao escoamento (ABNT NBR 15823-1, 2010).

A *Figura 4* representa um gráfico onde a abscissa é representada pela taxa de cisalhamento e a ordenada pela tensão de escoamento. Assim, modelo de Bingham pode ser definido por  $\tau_0$  (tensão de escoamento) e pela inclinação da reta,  $\mu_{PL}$  (viscosidade plástica) (NUNES, 2001).

Figura 4 - Modelo reológico de Bingham

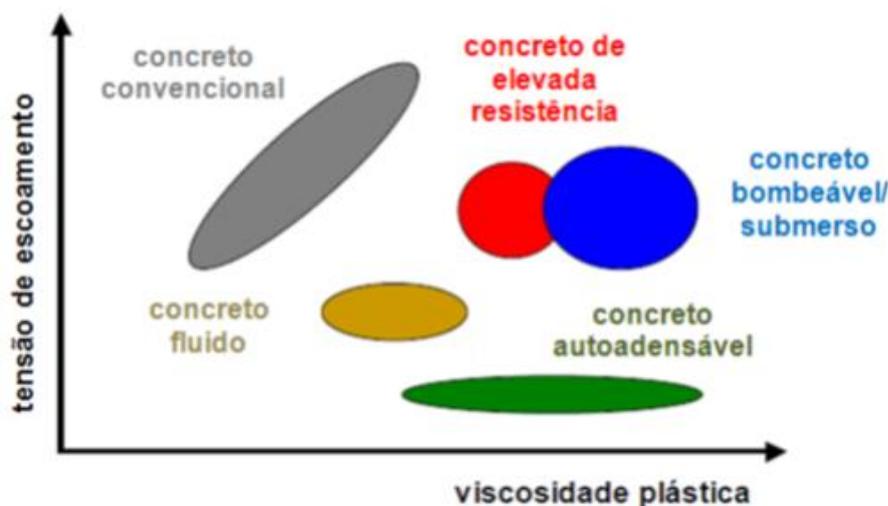


Fonte: Adaptado de Nunes (2001)

Segundo Tattersall (1991) *apud* Fochs (2011), o termo “viscosidade” só é utilizado quando tem referência com fluidos newtonianos, uma vez que nesse caso a razão da tensão de cisalhamento pela taxa de cisalhamento é constante. Nos demais casos, o termo que deve ser utilizado é o de “viscosidade aparente”.

O CAA, se comparado a outros tipos de concretos, apresenta um valor de tensão de escoamento muito baixo, aproximando-se do comportamento de um fluido newtoniano (NUNES, 2001). Quanto à viscosidade aparente, se assemelha a concretos do tipo submersos ou de alta resistência, pois, assim como no CAA, as características que definem esses tipos de concreto são atingidas, geralmente, através de adição de finos, aditivos modificadores de viscosidade e/ou pela redução da relação *a/c*. A comparação entre o campo reológico do CAA e o de outros tipos de concreto pode ser observada na *Figura 5*.

Figura 5 - Comportamento reológico dos tipos de concreto



Fonte: Nunes (2001)

A ABNT NBR 15823-1 (2010) acrescenta que uma avaliação qualitativa da viscosidade plástica aparente de uma amostra de CAA pode ser obtida através de ensaios que consideram o tempo de escoamento, uma vez que concretos de maiores viscosidades precisam de mais tempo para escoar. Zerbino *et al.* (2009) confirma essa afirmação comparando resultados obtidos por um reômetro aos obtidos por meio de ensaios de tempo de escoamento, como  $T_{500}$  e *Funil-V*, e evidenciando a correlação entre eles. No mesmo trabalho também foi demonstrada uma leve correlação entre a tensão de escoamento e o resultado do diâmetro de espalhamento no ensaio com o cone de Abrams.

## 2.2.2 ENSAIOS PARA A AVALIAÇÃO DO CAA

As propriedades do CAA são medidas através de ensaios que simulam o seu comportamento durante a aplicação, avaliando-o e classificando-o mediante quatro parâmetros (ABNT NBR 15823-1, 2010; EPG, 2005):

- i. Fluidez e escoamento (SF);
- ii. Viscosidade plástica aparente (VF ou VS);
- iii. Habilidade passante (PL ou PJ);
- iv. Resistência à segregação (SR).

Muitos desses ensaios dão interpretações sobre mais de uma característica simultaneamente (EPG, 2005). Segundo Su *et al.* (2001), uma das maiores dificuldades em se desenvolver um CAA está em como avaliar as propriedades do concreto obtido.

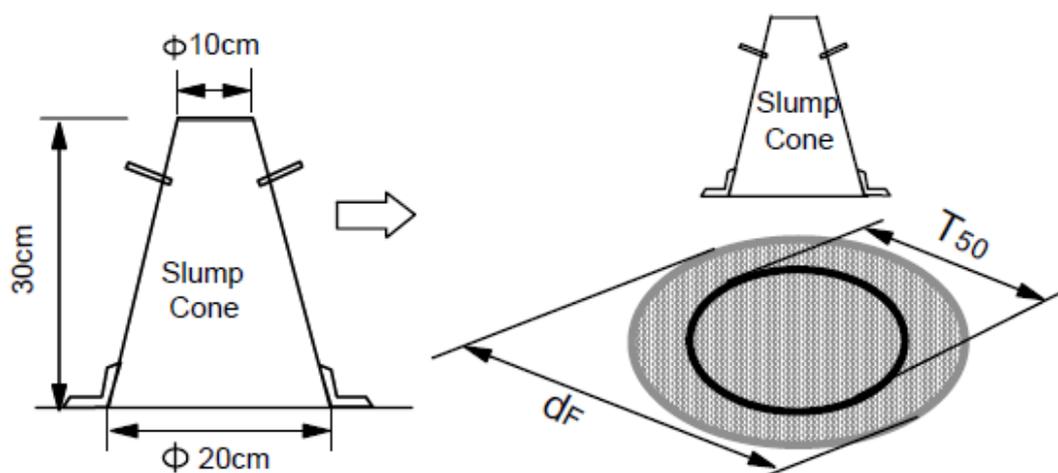
A seguir, serão mostrados alguns métodos conhecidos para a avaliação das propriedades do CAA. Normalmente, os resultados desses ensaios auxiliam na classificação do concreto de acordo com a sua finalidade (EFNARC, 2002; EPG, 2005; ABNT NBR 15823-1, 2010).

### 2.2.2.1 ENSAIO DO CONE DE ABRAMS (ESPALHAMENTO E $T_{500}$ )

Segundo Ozawa *et al.* (1995) este teste, que foi especificado pela Sociedade Japonesa de Engenheiros Cívicos (JSCE), mede a capacidade que o concreto tem de se deformar sobre uma superfície sem nenhuma restrição externa. É um método bastante convencional do qual são obtidas duas respostas: o espalhamento e o  $T_{500}$ , onde a primeira dá uma ideia da fluidez e a segunda é relacionada à viscosidade da amostra (EPG, 2005; GOMES e BARROS, 2009).

Para a realização do ensaio, são necessários: o tronco de cone (Abrams) e uma placa que servirá de substrato para o fluxo do concreto. A ABNT NBR 15823-2 (2010) regulamenta esse ensaio o qual consiste em posicionar o cone de Abrams no centro da placa, preenchê-lo, sem compactação, com concreto e em seguida levantá-lo, liberando o escoamento (*Figura 6*).

Figura 6 – Ensaio do cone de Abrams



Fonte: Gomes (2002)

O espalhamento pode ser definido como a média de dois diâmetros perpendiculares atingidos pelo concreto ao final do movimento. Já o  $T_{500}$  é definido como o intervalo de tempo entre o momento em que o tronco de cone é levantado e o momento em que o diâmetro do escoamento do concreto atinge o valor de 500 mm.

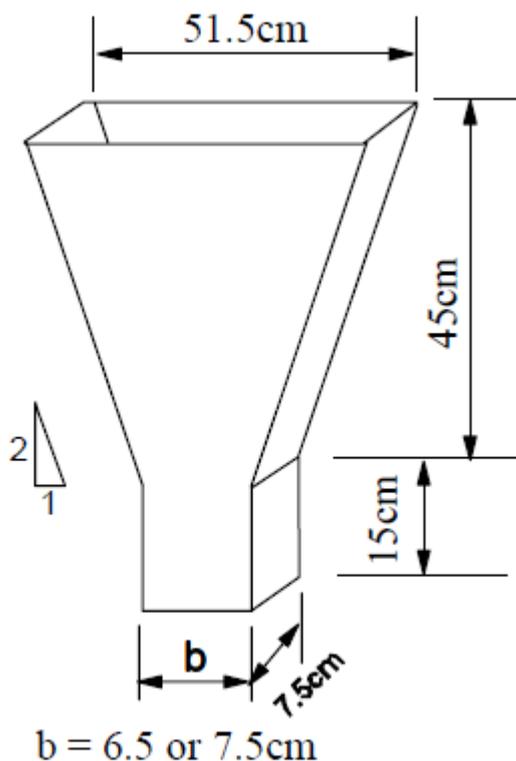
Além dessas medidas, que auxiliam na classificação do concreto no que diz respeito à capacidade de preenchimento e viscosidade, este ensaio também pode apontar a ocorrência de segregação, caso seja observada a distribuição irregular dos agregados ou uma camada de pasta ou de água nas bordas e na parte superior do concreto (DINIZ, 2010).

#### 2.2.2.2 ENSAIO DO FUNIL-V

O ensaio do *Funil-V* simula a capacidade de passagem do CAA através do estreitamento de uma seção. Consiste na medição do tempo que o concreto leva para fluir através de um funil em forma de “V”. Este tempo é então registrado e denominado tempo de fluxo do ensaio do *Funil-V* ( $T_V$ ) e está relacionado com a viscosidade aparente do concreto (ABNT NBR 15823, 2010; EPG, 2005).

A *Figura 7* mostra um esquema do ensaio do *Funil-V*, que é regulamentado pela ABNT NBR 158233-5 (2010).

Figura 7 – Funil-V



Fonte: Gomes (2002)

Uma variação do ensaio do Funil-V também pode ser realizada para apontar a ocorrência de segregação. Para isso o ensaio é repetido esperando-se, dessa vez, cinco minutos após o preenchimento do funil para então liberar o fluxo. Essa medida de tempo é denominada  $T_{V5min}$ . Caso o  $T_{V5min}$  seja significativamente maior do que o  $T_V$ , pode-se afirmar que houve alguma segregação (EFERNAC, 2002).

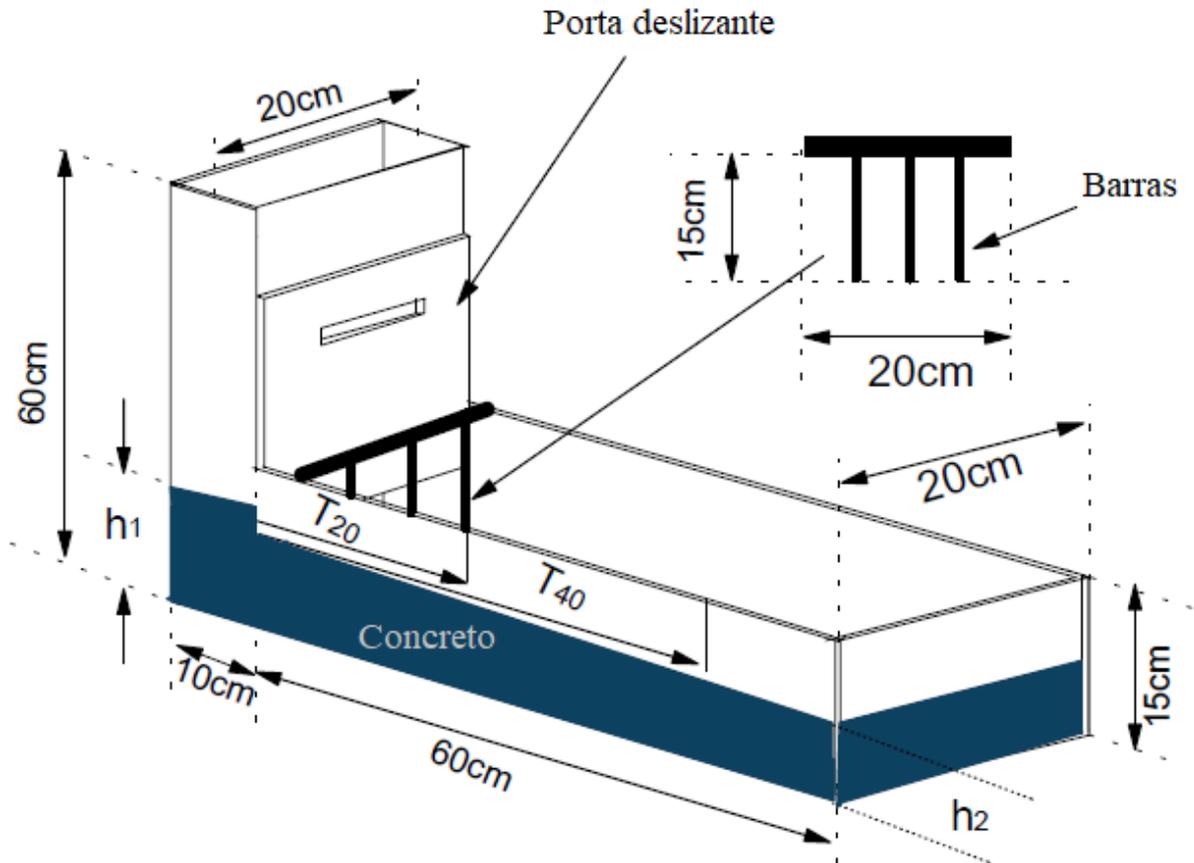
### 2.2.2.3 ENSAIO DA CAIXA-L

O ensaio da *Caixa-L* avalia a capacidade de passagem do CAA, verificando se este consegue transpor obstáculos sem que ocorra o bloqueio. Para a sua realização, utiliza-se um aparato em forma de “L” composto por dois compartimentos: uma câmara vertical e outra horizontal, separadas por uma porta deslizante. Entre elas, também é imposto um obstáculo composto por duas ou três barras de aço (ABNT NBR 15823-4, 2010; EPG, 2005).

A câmara vertical é preenchida com a amostra do concreto, que deve fluir para a câmara horizontal atravessando as barras de aço. Ao final do movimento, são tomadas duas medidas da altura do concreto dentro do aparato: uma no final do trecho horizontal ( $h_2$ ) e

outra do concreto remanescente na parte vertical ( $h_1$ ), conforme a *Figura 8*. A relação de bloqueio é então calculada através da *Equação 1* (ABNT NBR 15823-4, 2010; EPG, 2005):

Figura 8 - Teste da Caixa-L



Fonte: Gomes (2002)

$$RB = \frac{h_2}{h_1} \quad [\text{Eq. 1}]$$

#### 2.2.2.4 ENSAIO GTM (*GTM-Test*)

Este ensaio mede a resistência à segregação do concreto através da relação entre a massa de argamassa passante e a massa de concreto lançado sobre uma peneira durante um determinado período (GOMES e BARROS, 2009; EPG, 2005).

Os equipamentos utilizados nesse ensaio são: uma peneira com abertura de malha de 4,8 mm; um recipiente que acomode a peneira; uma balança com uma plataforma plana de

capacidade de pelo menos 10 kg e com precisão de menos de 20 g; e um recipiente com tampa para colocação da amostra de concreto.

Uma amostra de aproximadamente 10 l de concreto deve ser colocada em um recipiente tampado em repouso por um período de aproximadamente 15 minutos. Paralelamente, o recipiente da peneira deve ser pesado e sua massa deve ser anotada em gramas ( $P_r$ ). Em seguida, a peneira deve ser acoplada ao recipiente deixando-os ainda sobre a balança. A massa do conjunto ( $P_{r+p}$ ) servirá de referência para o cálculo da massa de concreto.

Ao fim do período de repouso, a tampa do recipiente da amostra de concreto deve ser retirada verificando-se a presença de possível exsudação. Com a peneira acoplada ao recipiente e ainda sobre a balança, deve ser lançada uma quantidade de  $4800 \pm 200$  g (incluindo a água da exsudação) do concreto da amostra no centro da peneira, a uma distância vertical de 50 cm. A massa exata de concreto lançado em gramas ( $P_c$ ) pode ser obtida diminuindo-se a massa do conjunto peneira/recipiente ( $P_{r+p}$ ) do valor final mostrado na balança após o lançamento do concreto ( $P_{r+p+c}$ ).

Após um período de 120 s, a peneira é retirada em um movimento vertical e sem agitação, tomando nota da massa da argamassa que passou e do recipiente em gramas ( $P_{rcp}$ ).

A relação de segregação pode então ser calculada através da *Equação 2* e o valor deve ser arredondado para o 1% mais próximo.

$$RS = \frac{(P_{rcp} - P_r)}{P_c} \times 100 (\%) \quad [\text{Eq. 2}]$$

#### **2.2.2.5 CLASSIFICAÇÃO DO CAA NO ESTADO FRESCO**

A classificação do CAA é feita mediante os resultados dos ensaios no estado fresco, levando-se em conta os quatro parâmetros que definem suas características do CAA. Tal classificação tem o objetivo de relacionar um tipo de concreto com uma aplicação prática, facilitando assim a sua identificação, controle e aceitação na obra (ABNT NBR 15823-1, 2010).

Tratando-se da fluidez e escoamento do CAA (capacidade de preenchimento), a classificação é feita de acordo com o espalhamento da amostra. São estabelecidas três classes, que estão apresentadas na *Tabela 1*. Os concretos da classe *SF 1* são mais indicados para estruturas não armadas ou com baixa densidade de armadura, com deslocamento livre ou que não exigem muita distância de espalhamento horizontal sendo concretados pelo topo, como

lajes, estacas ou revestimento de túneis. A classe *SF 2* é a indicada para a maioria das aplicações correntes, como paredes, vigas, pilares e outras. Já a classe *SF 3* é indicada para estruturas com alta densidade de armadura ou forma complexa, onde geralmente se utilizam agregados graúdos de menores dimensões, como pilares-paredes, paredes-diafragma e pilares (ABNT NBR 15823-1, 2010).

Tabela 1 - Classes de espalhamento (slump-flow)

Classe	Espalhamento (mm)	Método de ensaio
SF 1	550 a 650	
SF 2	660 a 750	ABNT NBR 15823-2
SF 3	760 a 850	

Fonte: ABNT NBR 15823-1 (2010)

A classificação quanto à viscosidade plástica aparente é feita de acordo com os resultados dos ensaios que levam em consideração o tempo de fluxo, como o  $T_{500}$  e o *Funil-V*. A *Tabela 2* evidencia as classes de viscosidade para o  $T_{500}$  e a *Tabela 3* para o *Funil-V*. Onde as classes *VS 1* e *VF 1* são mais indicadas para as estruturas com maior densidade de armaduras ou que exigem um melhor acabamento da peça, como lajes, paredes-diafragma, pilares-paredes, peças pré-moldadas ou de concreto aparente. Os concretos dessas classes exigem um maior controle quanto à exsudação e à segregação. Já as classes *VS 2* e *VF 2*, são indicadas para a maioria das estruturas correntes, como vigas e pilares. O efeito tixotrópico pode aparecer com mais frequência para esses casos, afetando positivamente com a menor pressão nas formas e maior resistência à segregação, e negativamente com relação ao acabamento, ao aparecimento de bicheiras (ar aprisionado), e a dificuldade de preenchimento dos cantos (ABNT NBR 15823-1, 2010).

Tabela 2 - Classes de viscosidade plástica aparente  $T_{500}$  (sob fluxo livre)

Classe	$t_{500}$ (s)	Método de ensaio
VS 1	$\leq 2$	
VS 2	$\geq 2$	ABNT NBR 15823-2

Fonte: ABNT NBR 15823-1 (2010)

Tabela 3 - Classes de viscosidade plástica aparente pelo funil V (sob fluxo confinado)

Classe	Funil V (s)	Método de ensaio
VF 1	< 9	ABNT NBR 15823-5
VF 2	9 a 25	

Fonte: ABNT NBR 15823-1 (2010)

A habilidade passante, que pode ser avaliada através de ensaios na *Caixa-L* (ou *Anel-J*), é representada por duas classes vistas na *Tabela 4*, onde os concretos da classe *PL 1* são mais indicados para estruturas onde o espaçamento entre as barras da armadura tem uma distância entre 80 a 100 *mm*, como lajes, painéis e elementos de fundação. Já os da classe *PL 2* são indicados para aquelas onde essa distância é entre 60 e 80 *mm*, como vigas, pilares, tirantes ou pré-moldados (ABNT NBR 15823-1, 2010).

Tabela 4 - Classes de habilidade passante caixa L (sob fluxo confinado)

Classe	Funil V (s)	Método de ensaio
PL 1	≥ 0,8 com duas barras	ABNT NBR 15823-4
PL 2	≥ 0,8 com três barras	

Fonte: ABNT NBR 15823-1 (2010)

Com relação a resistência à segregação, são especificadas duas classes que estão apresentadas na *Tabela 5* onde a *RS 1* é adequada para concretagens onde a distância percorrida pelo concreto é menor do que 5 *m* e o espaço de confinamento é maior do que 80 *mm*, por exemplo lajes de pouca espessura e estruturas convencionais de pouca complexidade. A classe *RS 2* é indicada nos casos de distâncias de concretagens maiores do que 5 *m* e espaço de confinamento maior 80 *mm*. Para concretagens verticais com um confinamento menor do que 80 *mm* e distância menor do que 5 *m* também é aconselhável a classe *RS 2*; entretanto, se a distância for maior do que 5 *m*, recomenda-se, especificamente, que o valor de *RS* seja menor do que 10 (EPG, 2005).

Tabela 5 - Classes de resistência à segregação (GTM)

Classe	Funil V (s)	Método de ensaio
RS 1	≤ 20	EPG, 2005
RS 2	≤ 15	

Fonte: EPG (2005)

### 2.2.3 PROPRIEDADES NO ESTADO ENDURECIDO

Desde que o concreto autoadensável (CAA) foi apresentado à indústria da construção no início da década de 1990, grande parte do extenso trabalho de pesquisa e desenvolvimento tem, por necessidade, se preocupado com a realização e avaliação das propriedades no estado fresco. É, no entanto, as propriedades no estado endurecido que são de interesse primordial para os projetistas estruturais e usuários [...] (DOMONE, 2007, p. 1).

Para a mesma relação *a/c*, o CAA apresenta uma resistência à compressão maior do que o CCV, principalmente devido ao maior teor de pasta do CAA, motivo este, que também faz com que o módulo de elasticidade do CAA seja menor. Além disso, o maior teor de pasta tem grande relação com a retração e fluência, muito embora estas propriedades sejam fortemente influenciadas pela composição do cimento (LEEMAN *et al.*, 2011).

Domone (2007), no entanto, compara concretos (CAA e CCV) de mesma resistência, afirmando que a adição de fíler calcário, que costuma ser a principal adição fina usada no CAA, contribui para o aumento da resistência em idades superiores aos 28 dias. Ele também verificou que o módulo de elasticidade do CAA pode ser 40% menor do que o do CCV em baixas resistências (20 MPa), mas essa diferença cai para menos de 5% nas maiores resistências (90-100 MPa).

Quanto à resistência de aderência ao aço, Domone (2007) afirma que o CAA tem comportamento semelhante ao CCV. Almeida Filho (2006) concorda e complementa que em altas resistências a ruptura se dá por fendilhamento do prisma, sendo determinado principalmente pela resistência à tração do concreto. Já em baixas resistências, o CAA apresenta resultados levemente melhores do que o CCV, uma vez que a ruptura se dá pelo deslizamento da barra e o CAA costuma apresentar melhor qualidade da zona de transição.

Santos *et al.*, (2015) complementa que a distribuição granulométrica do agregado também influencia nas resistências à compressão e à tração e no módulo de elasticidade do CAA, mas não exerce influência significativa com relação à resistência de aderência ao aço.

### 2.3 MÉTODOS DE DOSAGEM DE CAA

Dosagem de concreto é a seleção de materiais brutos em proporções ótimas que garantam ao concreto as propriedades requeridas, tanto no estado fresco quanto no estado endurecido, para a sua aplicação. (SHI *et al.*, 2015, p. 388)

Uma das etapas mais importantes na produção do concreto é a dosagem e com relação ao CAA, essa etapa é ainda mais crítica, pois a dosagem de um CAA exige uma relação ótima entre a deformabilidade e a estabilidade. Em geral, o controle dessa antítese faz com que a dosagem seja uma tarefa bastante penosa, pois as propriedades reológicas do CAA, assim como as mecânicas, exigem a manipulação de muitas variáveis (Aggarwal *et al.*, 2007).

Visando a otimização do processo de dosagem do CAA, vários pesquisadores concentraram e ainda concentram esforços no estudo e desenvolvimento de métodos de dosagem, portanto foi trivial o surgimento de diversos destes. Comumente, apresentam diferenças entre os critérios ou parâmetros de controles considerados em cada um deles. Tais métodos vêm sendo amplamente aplicados em diferentes países, entretanto não há um consenso que padronize os critérios de dosagem ou os fatores de sua avaliação. Por esse motivo, torna-se muito difícil comparar a efetividade de um método em relação a outro (SHI *et al.*, 2015).

Baseando-se nos princípios de vários métodos de dosagem de CAA existentes, Shi *et al.* (2015) os dividiram em cinco grupos, são eles:

- i. Métodos empíricos:** São baseados em dados empíricos, onde as estimativas das proporções dos materiais para se obter as características desejadas são melhoradas com base em alguns ensaios em misturas de teste e com os ajustes necessários;
- ii. Métodos baseados na resistência à compressão:** Esses métodos se baseiam na resistência à compressão exigida para determinar as proporções dos materiais;
- iii. Métodos baseados no empacotamento de agregados:** São métodos que se baseiam primeiro no modelo de empacotamento dos agregados buscando sua proporção ótima, ou seja, a que apresente o mínimo de vazios para que então a pasta seja aplicada para preenchê-los;
- iv. Métodos baseados em modelos estatísticos fatoriais:** Modelos que se baseiam no estudo de parâmetros-chave em intervalos racionais (níveis), onde se tenta encaixar algum modelo estatístico ao comportamento estudado.
- v. Métodos baseados na reologia da pasta:** métodos que se baseiam primeiramente nas propriedades da pasta, acreditando que esta é responsável pelas propriedades do concreto.

A seguir são mostrados e tecidos comentários sobre alguns desses métodos.

### 2.3.1 MÉTODO DE OKAMURA *et al.*

Segundo Sedran e Larrard (1999), o método de Okamura foi o primeiro a ser utilizado para se obter um CAA. Okamura e Ouchi (2003) complementam que ele foi o responsável pela obtenção do primeiro protótipo do CAA em 1988 na universidade de Tóquio.

Uma de suas premissas é a de que o concreto é composto por duas fases: o agregado graúdo e a argamassa, onde as propriedades de autoadensabilidade são atingidas mediante as seguintes alegações (OKAMURA e OUCHI 2003):

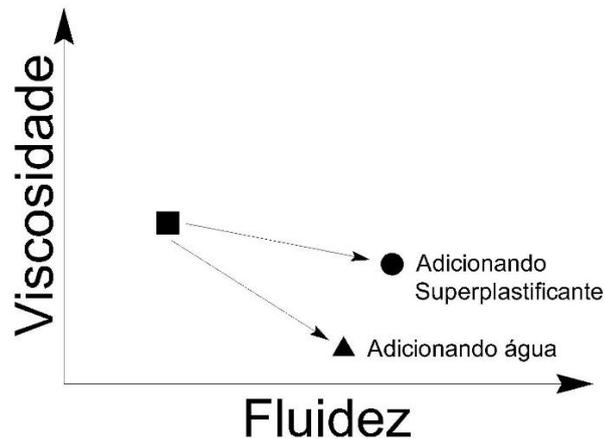
- Teor de agregado graúdo limitado;
- Baixa relação água/finos;
- Uso de SP.

Para se obter a autoadensabilidade, é necessário não só uma alta deformabilidade da argamassa como também uma alta resistência à segregação entre esta e o agregado graúdo, para que o concreto possa se manter estável enquanto flui e transpõe os obstáculos. As pesquisas demonstraram que a energia necessária para o escoamento do concreto é consumida pela alta tensão interna que é gerada pela frequência de colisão e contato entre partículas do agregado e que, tal frequência é inversamente proporcional à distância entre as partículas. Dessa forma, quando o volume de agregado graúdo for superior a um certo limite, é alta a probabilidade de ocorrer bloqueio do fluxo quando o concreto passar por espaços pequenos, como entre as barras de aço. Tal limite demonstrou ser em torno de 50% do volume de sólidos. Sendo assim, limitar a proporção de agregado graúdo na mistura assim como uma pasta com viscosidade elevada são boas maneiras para evitar esse bloqueio (OKAMURA e OUCHI, 2003; OKAMURA e OZAWA, 1995).

Similarmente, quando o agregado miúdo ultrapassa uma certa proporção, o atrito entre as partículas de areia causa uma diminuição na fluidez. Portanto, este também deve ser limitado. Tal valor limite mostrou-se ser em torno de 40% do volume da argamassa (OKAMURA, 1997).

Okamura (1997) complementa que a baixa relação água/finos ( $a/f$ ) representava o controle da viscosidade da pasta, mas para se obter alta fluidez foi necessária a utilização do SP, pois só assim, a fluidez pôde ser aprimorada com uma redução razoavelmente pequena na viscosidade se comparado com aquela de quando aumenta-se a relação  $a/f$  (Figura 9).

Figura 9 - Efeito do SP na fluidez e viscosidade da pasta



Fonte: Okamura (1997)

Okamura e Ozawa (1995) apresentam um sistema simples para a dosagem do CAA, onde as proporções do agregado graúdo e miúdo são fixadas e assim a autoadensabilidade é conseguida pelo simples ajuste da relação  $a/f$  e dosagem do SP. Os procedimentos são descritos a seguir e estão esquematizados na *Figura 10*; já os limites das proporções dos agregados graúdos e miúdos estão mostrados na *Figura 11*.

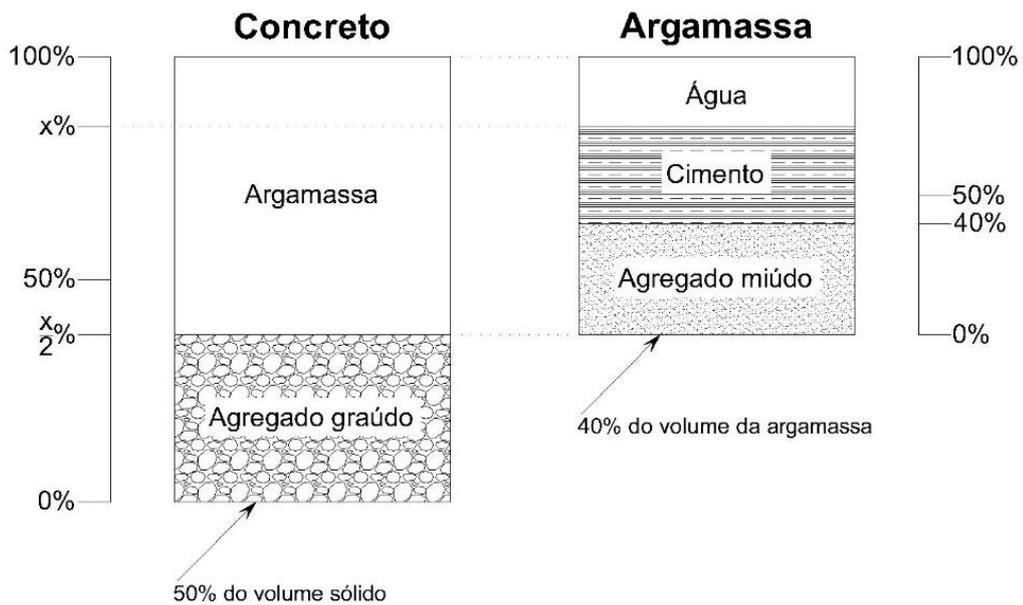
- i. Fixar o agregado graúdo em 50% do volume de sólidos do concreto;
- ii. Fixar o agregado miúdo em 40% do volume da argamassa;
- iii. Adotar a relação  $a/f$  (cimento, pozolanas, fíler) entre 0.9 e 1.0, em volume, dependendo das características desses materiais;
- iv. Determinar a dosagem, na argamassa, do SP e a relação  $a/f$  para que os requisitos de fluidez e viscosidade sejam atendidos;
- v. Testar o concreto quanto a autoadensabilidade, em ensaios como os de espalhamento, *Caixa-U* e *Funil-V*.

Figura 10 - Método para se atingir a autoadensabilidade



Fonte: Okamura e Ouchi (2003)

Figura 11 - Limite da proporção dos agregados



Fonte: Adaptado de Okamura (1997)

A dosagem do SP e a definição da relação  $a/f$  são feitas através de ensaios com a argamassa, dos quais são obtidos dois parâmetros:  $G_m$ , calculado pela Equação 3 e medido pelo ensaio de espalhamento; e  $R_m$ , calculado pela Equação 4 e medido pelo ensaio do Funil-V. São relacionados, respectivamente, com a fluidez e viscosidade da argamassa (OKAMURA e OUCHI, 2003).

$$G_m = (d_1 \cdot d_2 - d_0^2) / d_0^2 \quad [\text{Eq. 3}]$$

Onde  $d_1$  e  $d_2$  são medidas paralelas do diâmetro do espalhamento; e  $d_0$  é o diâmetro da base do cone.

$$R_m = 10/t \quad [\text{Eq. 4}]$$

Onde  $t$  é o tempo, em segundos, de escoamento através do *Funil-V*.

Dessa forma, um alto valor de  $G_m$  indica uma alta fluidez, enquanto que um baixo valor de  $R_m$  indica uma alta viscosidade.

Edamatsu *et al.* (1999) desenvolveram um método de dosagem baseado no método convencional (método de Okamura), porém mais aplicável a uma variação mais ampla de agregados miúdo e de materiais finos a ser usados. Os testes são realizados na argamassa para que esta obtenha valores de deformabilidade e viscosidade que garantirão ao concreto a autoadensabilidade através da dosagem adequada do SP e da relação  $a/c$ , o que permitiu diminuir a quantidade de testes no concreto.

### 2.3.2 MÉTODO DE SU *et al.* (2001)

Segundo Su *et al.* (2001), o método proposto por Okamura exige um rigoroso controle de qualidade da pasta e da argamassa antes da preparação do concreto. Entretanto os produtores de concreto usinado não tem os meios necessários para a realização de testes que podem ser muito complexos para uma aplicação prática. Dessa forma, apresentam o seu método como mais eficaz, pois reduz o tempo gasto e a carga de trabalho, uma vez que não se faz necessária a repetição do mesmo tipo de ensaio para a verificação do controle de qualidade.

O método de dosagem de Su *et al.* (2001) sugere que primeiramente deve ser obtida uma relação ótima entre a quantidade de agregados que, de acordo com a sua estruturação no estado solto, gera vazios que são preenchidos pela pasta de ligantes o que dá ao concreto as propriedades desejadas de autoadensabilidade. A resistência do CAA vem da ligação dos agregados feita pela pasta no estado endurecido, enquanto que a trabalhabilidade é promovida pela pasta no estado fresco. O processo de dosagem é constituído de: seleção dos materiais adequados; cálculos; misturas de teste; e ajustes finais. Tal processo pode ser apresentado em nove etapas:

### i. Cálculo do consumo de agregados graúdo e miúdo.

A configuração estrutural de uma mistura de agregados no estado solto e na condição de superfície seca apresenta vazios que estão relacionados ao atrito que existe entre as partículas. Dessa forma, ao se adicionar a pasta, que passa a agir como um lubrificante, há uma diminuição desse atrito. Isso promove um rearranjo das partículas em uma configuração mais compacta, chamada de estado empacotado. Pode ser definido então o fator de empacotamento (PF, do inglês “*packing factor*”) como sendo a razão entre a massa unitária dos agregados no estado empacotado, aquela que ocorre dentro do CAA, e a sua massa unitária no estado solto.

O fator de empacotamento (PF) é proporcional à quantidade de agregado e inversamente proporcional à quantidade de pasta no CAA. Por conseguinte, um alto valor de PF impacta de forma negativa em propriedades como a fluidez e a resistência a compressão. Já um baixo valor do PF aumenta o consumo de cimento, o que aumenta a retração de secagem, além de elevar os custos. Portanto esses aspectos devem ser considerados para que seja selecionado um valor ótimo para o PF. O consumo de agregado graúdo e miúdo podem ser calculadas pelas *Equações 5 e 6*:

$$W_g = PF \cdot W_{gL} \cdot \left(1 - \frac{S}{a}\right) \quad [\text{Eq. 5}]$$

$$W_s = PF \cdot W_{sL} \cdot \frac{S}{a} \quad [\text{Eq. 6}]$$

Onde:

$W_g$ : Quantidade de agregado graúdo no CAA ( $kg/m^3$ );

$W_s$ : Quantidade de agregado miúdo no CAA ( $kg/m^3$ );

$W_{gL}$ : Massa unitária, ao ar, do agregado graúdo no estado solto na condição saturado com a superfície seca ( $kg/m^3$ );

$W_{sL}$ : Massa unitária, ao ar, do agregado miúdo no estado solto na condição saturado com a superfície seca ( $kg/m^3$ );

$PF$ : Fator de empacotamento;

$\frac{S}{a}$ : Razão entre os volumes de agregado miúdo e do total de agregados, que deve se situar entre 50% e 57%.

## ii. Cálculo do consumo de cimento.

O cálculo da quantidade do cimento pode ser feito com base na resistência à compressão que se deseja obter, mas é necessário um maior cuidado uma vez que os ligantes (pós) interferem na fluidez e na resistência à segregação do concreto. Su *et al.* (2001), baseando-se nos CAA produzidos no Taiwan, consideraram uma resistência à compressão de 20 *psi/kg de cimento* (0,14 *MPa/kg de cimento*) para cada metro cúbico de concreto. Dessa forma, utilizaram a *Equação 7* para esse cálculo:

$$C = \frac{f'c}{20} \text{ (psi)} \quad \text{ou} \quad C = \frac{f'c}{0.14} \text{ (MPa)} \quad [\text{Eq. 7}]$$

Onde  $C$  é o consumo de cimento por  $m^3$  de concreto ( $kg/m^3$ ); e  $f'c$  é a resistência à compressão desejada.

## iii. Cálculo da quantidade de água requerida pelo cimento.

A relação  $a/c$  tem um efeito na resistência à compressão do CAA de forma similar ao que ocorre com o concreto convencional, por isso as normas técnicas para o concreto convencional podem ser utilizadas para defini-la de acordo com especificações de projeto (SU *et al.*, 2001). A quantidade de água pode ser obtida pela *Equação 8*.

$$W_{a,c} = \left(\frac{a}{c}\right) \cdot C \quad [\text{Eq. 8}]$$

Onde:

$W_{a,c}$ : Quantidade de água requerida pelo cimento ( $kg/m^3$ );

$\frac{a}{c}$ : Relação  $a/c$  em peso, determinada pela resistência a compressão desejada.

## iv. Cálculo do consumo de cinza volante e escória granulada de alto forno.

O consumo de cimento e a relação  $a/c$  (determinados em etapas anteriores) devem ser definidos de acordo com as recomendações literárias para que o concreto obtenha a resistência

adequada para o qual foi projetado. No entanto, o CAA exige também especificações que devem ser atendidas em seu estado fresco, como a alta fluidez e a resistência a segregação.

Para ter performance satisfatória em seu estado fresco, o CAA precisa de uma grande quantidade de finos, quantidade essa que não pode ser suprida apenas com o cimento, pois com um grande consumo deste, surgiriam problemas quanto à retração de secagem além dos de ordem econômica, uma vez que esse fato aumentaria o preço final do produto e que ele apresentaria uma resistência maior do que aquela especificada. Por esse motivo, é importante que sejam incorporados a este concreto outros materiais que possam compor a pasta de ligantes, tais como a cinza volante (CV) e a escória granulada de alto forno (EG) (SU *et al.*, 2001). Com isso, os volumes da pasta de CV e de EG que devem ser incorporados ao concreto podem ser calculadas através da *Equação 9*.

$$V_{Pcv} + V_{Peg} = 1 - \frac{W_g}{1000 \cdot G_g} - \frac{W_s}{1000 \cdot G_s} - \frac{C}{1000 \cdot G_c} - \frac{W_{a,c}}{1000 \cdot G_a} - V_{ar} \quad [\text{Eq. 9}]$$

Onde:

$V_{Pcv}$ : Volume de pasta de cinza volante;

$V_{Peg}$ : Volume de pasta de escória granulada de alto forno;

$G_g$ : Densidade específica do agregado graúdo;

$G_s$ : Densidade específica do agregado miúdo;

$G_c$ : Densidade específica do cimento;

$G_a$ : Densidade específica da água;

$V_{ar}$ : Quantidade de ar no CAA (%).

Su *et al.* (2001) recomendam que devem ser feitos ensaios prévios de espalhamento (segundo a norma ASTM C230) variando-se a quantidade de água na pasta feita com CV e na feita com EG, tomando-se nota das relações  $a/cv$  e  $a/eg$  para quando tais pastas obtiverem o mesmo valor de espalhamento que a pasta de cimento produzida com as especificações das etapas anteriores.

Supondo ainda que o consumo total de material pozolânico (CV e EG) no CAA seja  $W_{mp}$  ( $kg/m^3$ ) e que a proporção relativa entre eles seja na forma de traço  $A:B$ , onde  $A\%$  representa a porcentagem de CV e  $B\%$  representa a porcentagem de EG, então segue-se com a [Eq. 10]. Os valores  $A$  e  $B$  são definidos de acordo com as propriedades dos materiais locais e com a experiência do profissional envolvido.

$$V_{P_{cv}} + V_{P_{eg}} = \left(1 + \frac{a}{cv}\right) \cdot A\% \cdot \frac{W_{mp}}{1000 \cdot G_{cv}} + \left(1 + \frac{a}{eg}\right) \cdot B\% \cdot \frac{W_{mp}}{1000 \cdot G_{eg}} \quad [\text{Eq. 10}]$$

Onde:

$W_{mp}$ : Consumo total de material pozolânico no CAA ( $kg/m^3$ );

$A\%$ : Porcentagem de cinza volante na  $W_{pm}$ ;

$B\%$ : Porcentagem de escória de alto forno na  $W_{mp}$ ;

$G_{cv}$ : Densidade específica da cinza volante;

$G_{eg}$ : Densidade específica da escória de alto forno;

$\frac{a}{cv}$ : Relação água/cinza volante;

$\frac{a}{eg}$ : Relação água/escória granulada de alto forno.

Substituindo-se o valor encontrado na *Equação 9* na *Equação 10*, calcula-se  $W_{pm}$  e dessa forma, o consumo de CV e o de EG podem ser obtidos, respectivamente, através das *Equações 11 e 12*.

$$W_{cv} = A\% \times W_{mp} \quad [\text{Eq. 11}]$$

$$W_{eg} = B\% \times W_{mp} \quad [\text{Eq. 12}]$$

Onde:

$W_{cv}$ : Consumo de cinza volante no CAA ( $kg/m^3$ );

$W_{eg}$ : Consumo de escória granulada de alto forno no CAA ( $kg/m^3$ ).

A quantidade de água requerida pelas pastas de CV e EG podem ser obtidas, respectivamente, pelas *Equações 13 e 14*.

$$W_{a,cv} = \left(\frac{a}{cv}\right) W_{cv} \quad [\text{Eq. 13}]$$

$$W_{a,eg} = \left(\frac{a}{eg}\right) W_{eg} \quad [\text{Eq. 14}]$$

Onde:

$W_{a,cv}$ : Quantidade de água requerida pela cinza volante ( $kg/m^3$ );

$W_{a,eg}$ : Quantidade de água requerida pela escoria granulada de alto forno ( $kg/m^3$ ).

**v. Cálculo da quantidade de água requerida pelo CAA.**

A quantidade de água requerida pelo CAA ( $W_a$ ), em  $kg/m^3$ , pode ser calculada através da *Equação 15*.

$$W_a = W_{a,c} + W_{a,cv} + W_{a,eg} \quad [\text{Eq. 15}]$$

**vi. Cálculo do consumo de SP.**

A dosagem do SP deve ser feita seguindo as recomendações dos fabricantes e experiência do profissional responsável. Sendo assim, usa-se a *Equação 16* para o cálculo do consumo de SP:

$$W_{SP} = n\%(C + W_{cv} + W_{eg}) \quad [\text{Eq. 16}]$$

Onde:

$W_{SP}$ : Consumo de superplastificante no CAA ( $kg/m^3$ );

$n\%$ : Dosagem de superplastificante recomendada sobre a quantidade de ligantes.

A quantidade de água presente no SP pode ser calculada pela *Equação 17*:

$$W_{a,SP} = (1 - m\%)W_{SP} \quad [\text{Eq. 17}]$$

Onde:

$W_{a,SP}$ : Quantidade de água presente no superplastificante ( $kg/m^3$ );

$m\%$ : Teor de sólidos do SP.

**vii. Ajuste na quantidade de água no CAA.**

A quantidade de água deve ser corrigida pela *Equação 18*. Nesse ponto, também devem ser levados em consideração os teores de umidade dos agregados para que sejam feitas as devidas correções.

$$W = W_{a,c} + W_{a,cv} + W_{a,eg} - W_{a,SP} \quad [\text{Eq. 18}]$$

### **viii. Misturas de teste e ensaios sobre as propriedades do CAA.**

Efetuada os cálculos das quantidades de todos os componentes do concreto, devem ser produzidas misturas de teste que terão sua performance avaliada através de ensaios de espalhamento, *Caixa-U*, *Caixa-L* e *Funil-V*.

### **ix. Ajuste nas proporções da mistura.**

Ajustes devem ser feitos quando as especificações desejadas não forem atendidas. Por exemplo, concretos com baixa fluidez podem ser aprimorados através da diminuição do PF o que ocasiona um aumento na quantidade de pasta, melhorando a sua trabalhabilidade.

O PF determina a proporção dos agregados no concreto, o que acaba influenciando na resistência e na autoadensabilidade. Se comparado com o método de Okamura, ele consegue produzir concretos com maior quantidade de agregado miúdo e menor de graúdo melhorando a habilidade passante. O maior teor de areia também faz com que sejam necessárias menores quantidades de ligantes, o que pode reduzir o preço final do produto. Entretanto, essa menor quantidade de agregado graúdo pode afetar o módulo de elasticidade do concreto (SU *et al.* 2001).

Embora esse método apresente vantagens em relação ao primeiro, alguns aspectos são tratados com subjetividade, onde a experiência das pessoas envolvidas é primordial para o seu funcionamento, o que dificulta um pouco a sua aplicação.

### **2.3.3 MÉTODO DE GOMES *et al.* (2003)**

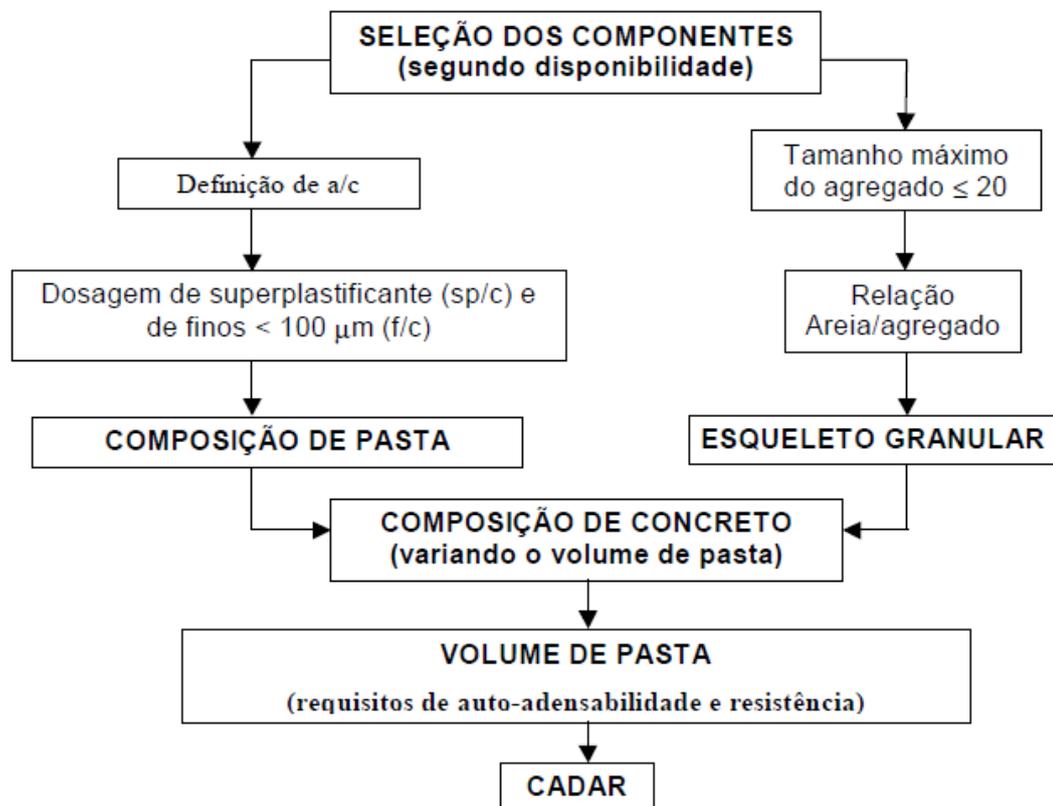
O método de Gomes *et al.* (2003) pode ser utilizado para a dosagem de concreto autoadensável de alta resistência (CADAR). Gomes *et al.* (2003) consideram que o concreto é um material formado por duas fases: pasta e esqueleto granular. À pasta é atribuída o governo do comportamento de fluxo do concreto, de maneira que um volume mínimo, mas suficiente, desta deve ser associado ao esqueleto granular para que o concreto possa apresentar as propriedades desejadas tanto em seu estado fresco quanto no endurecido.

A grande vantagem apresentada é a de que a pasta e o esqueleto granular podem ser otimizados separadamente, o que diminui os parâmetro e variáveis do sistema. Todo o processo de dosagem pode ser dividido em três etapas: determinação da composição da pasta;

determinação do esqueleto granular; e determinação da composição do CAA. A *Figura 12* mostra um esboço desse método. Os mecanismos utilizados para a obtenção do concreto são (GOMES *et al.*, 2003):

- Utilização de baixa relação  $a/c$  ( $\leq 0,4$ );
- Otimização dos teores de SP ( $sp/c$ ) e de finos ( $f/c$ ) com relação à massa de cimento, de forma que as pastas apresentem alta fluidez e coesão suficiente;
- Determinação do esqueleto granular que apresente o menor índice de vazios;
- Determinação da quantidade de pasta suficiente para garantir as propriedades mecânicas do concreto assim como os critérios de autoadensabilidade no estado fresco (capacidade de preenchimento, habilidade de passagem e resistência à segregação).

Figura 12 – Método de dosagem de Gomes et al. (2003)



Fonte: Gomes *et al.* (2003)

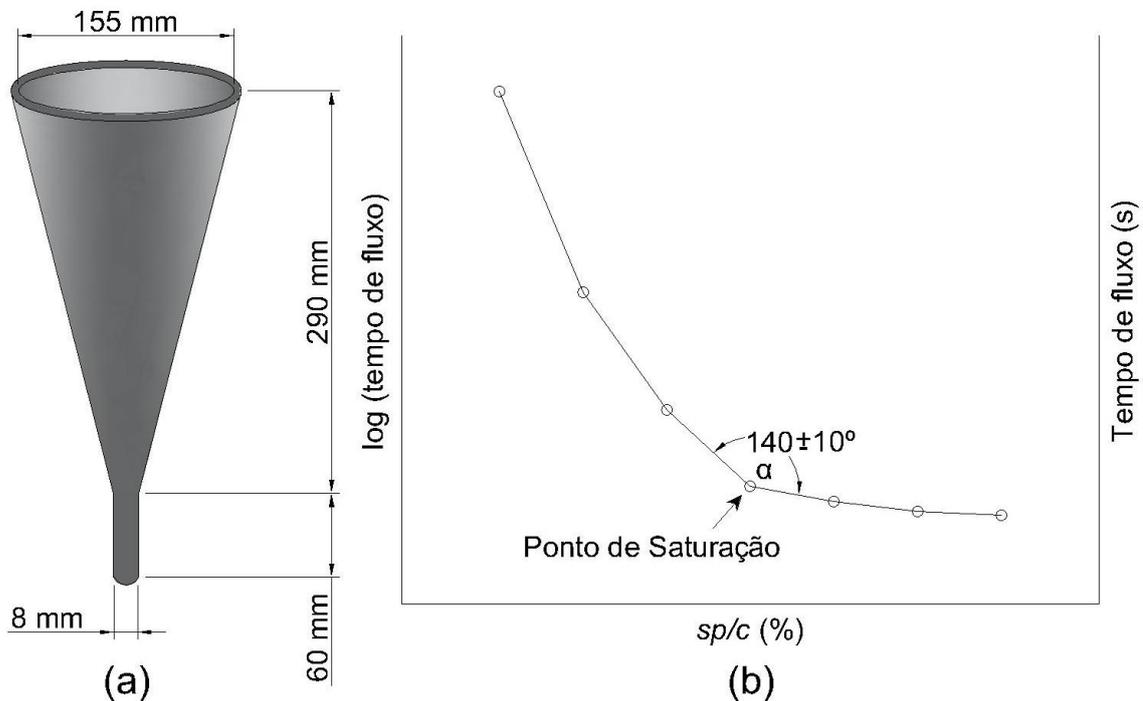
#### i. Determinação da composição da pasta

Para a definição da composição da pasta, devem ser obtidos os teores de SP ( $sp/c$ ) e de finos ( $f/c$ ) para que esta apresente alta fluidez e coesão suficiente. A dosagem de SP ( $sp/c$ )

utilizada deve ser aquela que represente o ponto de saturação do SP, ou seja, o ponto em que um acréscimo na relação  $sp/c$  já não apresenta ganhos consideráveis para a fluidez. Tal ponto de saturação pode ser determinado através do ensaio do *funil de Marsh* (Figura 13.a), que consiste em determinar o tempo necessário para que um certo volume de pasta atravesse o funil. Esse tempo de fluxo ( $T$ ) representa um parâmetro inverso da fluidez da pasta (GOMES e BARROS, 2009).

O ensaio do *funil de Marsh* deve ser repetido sucessivas vezes, onde em cada repetição a relação  $sp/c$  é propositalmente incrementada para que possa ser gerado um gráfico ( $\log T \times sp/c$ ). Gomes *et al.* (2003) afirmam que o ponto de saturação de SP pode ser definido objetivamente como a relação  $sp/c$  que corresponde a um ângulo interno de  $140 \pm 10^\circ$  na curva do gráfico (Figura 13.b).

Figura 13 – Ensaio do funil de Marsh



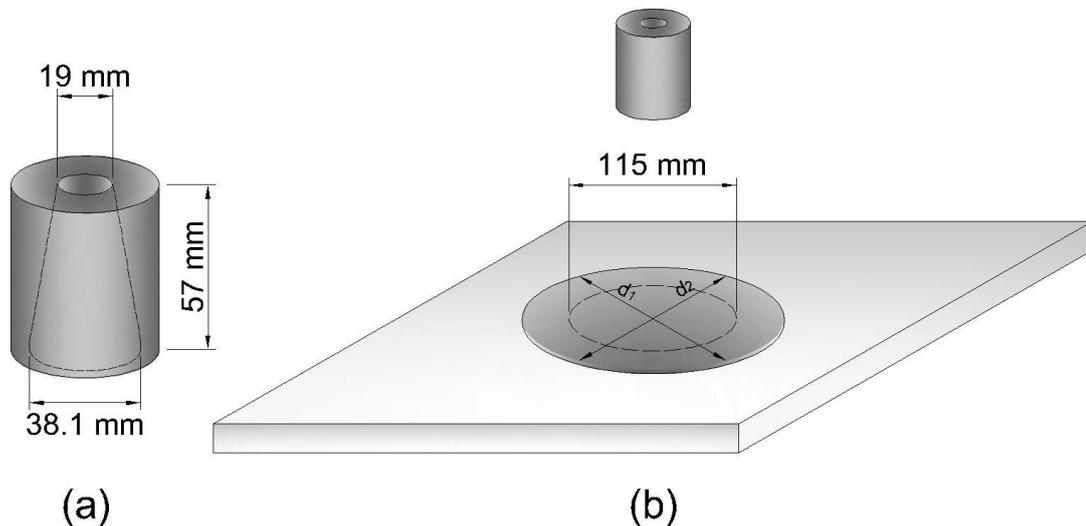
a) Funil de Marsh; b) Gráfico para determinação do ponto de saturação do SP.

Fonte: Adaptado de Gomes e Barros (2009)

A dosagem ótima para o teor de finos ( $f/c$ ) deve ser feita através do ensaio do mini cone (*mini-slump*). Trata-se de um molde em formato de tronco de cone (Figura 14.a) que deve ser posicionado em uma superfície plana e nivelada, preenchido com a pasta e então levantado, permitindo o escoamento (Figura 14.b). Desse ensaio são obtidos duas repostas: o

espalhamento (*flow*) e o  $T_{115}$ . O espalhamento é calculado pela média de dois diâmetros perpendiculares do círculo formado pela pasta ao final do escoamento, já o  $T_{115}$  é o intervalo de tempo entre o momento em que o mini cone é levantado e o momento em que a pasta atinge um diâmetro de 115 mm (GOMES e BARROS, 2009).

Figura 14 – Ensaio do mini cone



a) Mini cone; b) Ensaio do mini cone

Fonte: Autor

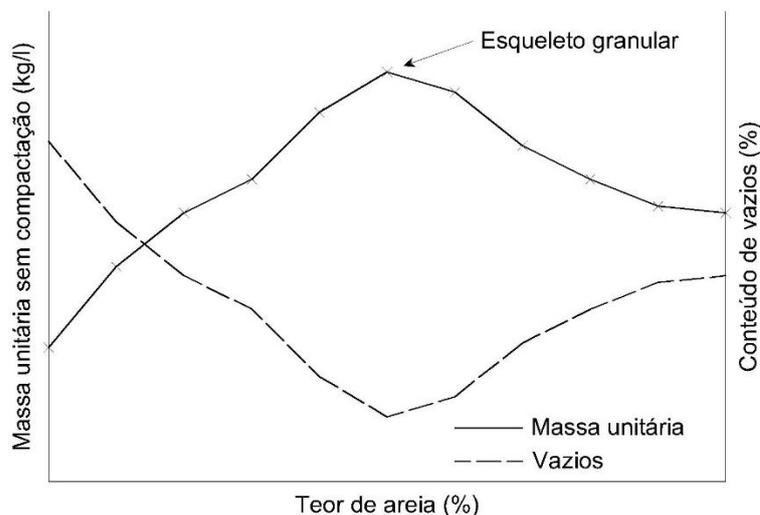
O ensaio do mini cone deve ser realizado para diferentes pastas, das quais o  $f/c$ , partindo de um certo limite inferior, vai sendo aumentado sucessivamente. A pasta que obtiver resultado de espalhamento entre 170 mm e 190 mm e de  $T_{115}$  entre 2 s e 3,5 s representa a composição que deve ser utilizada para a produção do concreto. É importante notar que o ponto de saturação do SP varia junto com o  $f/c$  e por esse motivo, o ensaio do *funil de Marsh* deve ser realizado para cada uma dessas pastas (GOMES e BARROS, 2009).

## ii. Determinação do esqueleto granular

O esqueleto granular pode ser definido como a relação entre os agregados graúdos e miúdos que será usada para a produção do concreto. Para a sua determinação, devem ser preparadas algumas misturas secas entre os agregados, onde o teor de miúdos vai sendo aumentado gradativamente e então, devem ser calculadas as massas unitárias não compactadas dessas misturas. A mistura que deve ser usada no concreto é aquela que apresente a maior massa

unitária, pois representa aquela com o menor índice de vazios (*Figura 15*) e conseqüentemente, menor quantidade de pasta será necessária para que o concreto seja considerado autoadensável (GOMES *et al.*, 2003). A determinação da massa unitária deve seguir as recomendações do método C da ABNT NBR NM 45 (2006).

Figura 15 – Ensaio de massa unitária seca e não compactada



Fonte: Adaptado de Gomes *et al.* (2003)

### iii. Determinação da composição do CAA

Com a pasta e o esqueleto granular definidos, cabe a terceira etapa determinar a composição do CAA, ou seja, definir a quantidade de pasta que irá garantir as propriedades desejadas para esse concreto. O volume de pasta necessário corresponde ao conteúdo de vazios presente nos agregados acrescido de uma parcela que garanta uma separação mínima entre suas partículas, diminuindo o atrito interno e assegurando uma boa fluidez (GOMES e BARROS, 2009).

Variando-se a quantidade de pasta, alguns concretos devem ser dosados e avaliados quanto à autoadensabilidade. O concreto com a menor quantidade de pasta, mas que consiga satisfazer os requisitos em seu estado fresco, assim como os de suas propriedades mecânicas, deve ser considerado o adequado para a produção (GOMES *et al.*, 2003).

O método de dosagem apresentado por Gomes *et al.* (2003) garante uma abordagem muito mais objetiva, onde a experiência das pessoas envolvidas não é de alta relevância. Isso representa uma aplicação muito mais fácil, pois cada etapa é comprovada por experimentos práticos e simples. Apesar da alegação de que a pasta é a principal responsável pelas

propriedades reológicas do concreto já ser muito bem aceita pelos pesquisadores, Gomes *et al.* (2003) conseguiram apresentar de forma bem mais direta a relação entre elas, evidenciando as características que a pasta deve ter para que possa assegurar ao concreto as propriedades desejadas.

Em geral, todos os métodos de dosagem exigirão um processo de experimentação. Por esse motivo, é importante que haja uma programação conduzindo esse processo no intuito de lhe garantir segurança, veracidade e economia em suas análises. Assim, o planejamento de experimentos vem a calhar como uma ferramenta bastante útil e que pode ser somada às técnicas de produção de CAA. A seguir, são apresentadas algumas características e propriedades que fundamentam o planejamento de experimentos.

## **2.4 PLANEJAMENTO DE EXPERIMENTOS**

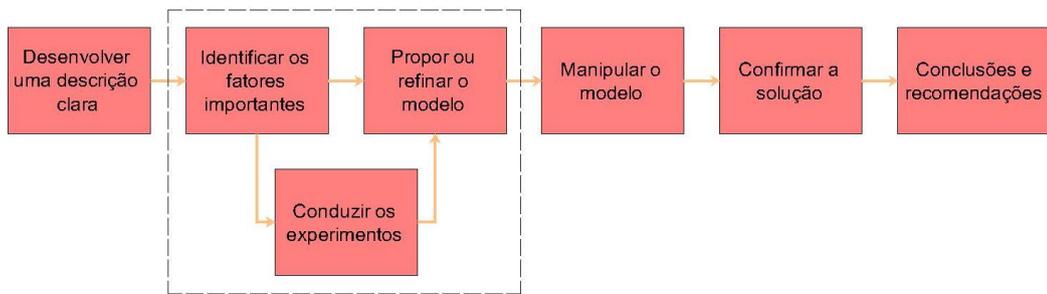
Para Montgomery e Runger (2013), o engenheiro é aquele que se utiliza dos princípios científicos para resolver os problemas no mundo real e o faz através da utilização do método científico, ou método da engenharia, que passa pelas seguintes etapas:

- i.** Descrição objetiva do problema a ser resolvido;
- ii.** Identificação dos principais fatores que possam afetar aquele problema ou que possam desempenhar algum papel na sua solução;
- iii.** Sugestão de um modelo que possa descrever o fenômeno a ser estudado, se utilizando dos conhecimentos científicos e deixando claro as limitações e suposições desse modelo;
- iv.** Coleta de dados através dos experimentos apropriados para validação do modelo e dos fatores estabelecidos nas etapas anteriores;
- v.** Ajuste do modelo com base nos dados observados;
- vi.** Manipulação do modelo para extração de uma possível solução para o problema;
- vii.** Confirmação da eficácia e eficiência da solução proposta através de um experimento adequado;
- viii.** Conclusões e recomendações sobre a solução do problema.

Há uma forte relação entre o problema, os fatores, o modelo e a experimentação. Entre as etapas **ii** e **iv** é possível que sejam necessários alguns ciclos ou iterações até que se obtenham

os fatores e o modelo adequado para a extração da solução final. Portanto os engenheiros devem saber como planejar de forma eficiente os experimentos, coletar dados, analisar, interpretar e entender como eles estão relacionados com o modelo que foi proposto para o problema em estudo (MONTGOMERY e RUNGER, 2013). A *Figura 16* mostra um resumo esquemático desse método.

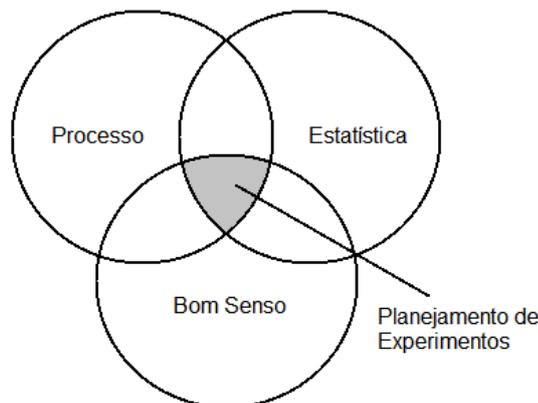
Figura 16 – O método da engenharia



Fonte: Traduzido de Montgomery e Runger (2013)

Rodrigues e Lemma (2009) afirmam que o planejamento de experimentos é uma metodologia cada vez mais requisitada pelos profissionais, pois o desenvolvimento da sociedade exige a otimização dos processos produtivos através da diminuição de tempo e custos e aumento da produtividade e da qualidade dos produtos. Porém para que se atinjam os objetivos desejados é necessário que haja uma interação entre o processo, a estatística e o bom senso (*Figura 17*).

Figura 17 – Definição de planejamento experimental



Fonte: Adaptado de Rodrigues e Lemma (2009)

Para Montgomery e Runger (2013) os experimentos são, naturalmente, intrínsecos de qualquer processo de tomada de decisões científicas e servirão como base para a investigação do processo. Barros Neto *et al.* (2010) afirmam que um dos problemas mais comuns na experimentação é determinar a influência de uma variável em outra de interesse, ou seja, um certo número de fatores, atuando sobre um sistema, produz uma quantidade de respostas. Nesse caso, o sistema atua como uma função, desconhecida inicialmente, que opera sobre as variáveis de entrada (fatores) e produz as respostas observadas. Portanto, o principal objetivo dos experimentos é a definição, ou pelo menos uma aproximação satisfatória, dessa função.

O planejamento de experimentos deve ser utilizado para determinar ou quantificar a influência das variáveis de um processo sobre as respostas desejadas garantindo resultados confiáveis e análises estatísticas consistentes. Substitui os procedimentos do tipo de tentativa e erro que podem inviabilizar um processo (RODRIGUES e LEMMA, 2009).

Em um experimento planejado, são feitas alterações propositas nas variáveis de controle do sistema observando-se os dados de saída. Em seguida são feitas inferências sobre quais variáveis são responsáveis pelas respostas obtidas (MONTGOMERY e RUNGER, 2013).

O planejamento experimental reduz o número de experiências ou repetições, além de melhorar a qualidade da informação obtida através dos resultados. Observa-se ainda, que diminui o trabalho, o tempo e conseqüentemente o custo. Entretanto, é necessário que se invista algum tempo no planejamento do processo e no estudo das variáveis envolvidas para a definição da estratégia de realização dos ensaios. A análise dos fatores é feita simultaneamente, o que permite a quantificação de efeitos sinérgicos ou antagônicos entre estes (RODRIGUES e LEMMA, 2009).

Todos os experimentos são projetados, infelizmente, alguns deles são mal concebidos, e como resultado, recursos valiosos são utilizados de forma ineficaz. Experimentos estatisticamente planejados permitem eficiência e economia no processo experimental, e a utilização de métodos estatísticos para examinar os dados resulta em objetividade científica ao tirar as conclusões (MONTGOMERY e RUNGER, 2013, p. 541).

Para Barros Neto *et al.* (2010), deve-se inicialmente decidir quais são os fatores e as respostas de interesse, em seguida define-se o objetivo dos experimentos para que se possa escolher o planejamento mais apropriado. Barros Neto *et al.* (2010) definem então o planejamento de experimentos como o detalhamento de todas as operações experimentais que serão realizadas a depender de seu objetivo, de forma que objetivos diferentes exigem planejamentos diferentes. Oehlert (2010) afirma que um bom planejamento experimental deve

ser preciso, evitar erros sistemáticos, permitir uma estimativa dos erros e ter uma ampla validade.

## 2.5 PLANEJAMENTO FATORIAL

O planejamento fatorial trabalha em cima do sistema que liga os fatores em determinados níveis às respostas obtidas com os experimentos. Barros Neto *et al.* (2010) definem fatores como as variáveis que o experimentador tem condições de controlar e que se imagina que exerce influência nas respostas. Já Rodrigues e Lemma (2009) os chamam de variáveis independentes ou preditoras e definem os níveis como os valores prefixados dos fatores, sejam eles qualitativos ou quantitativos, sendo definidos de acordo com o interesse do pesquisador.

Quando se deseja analisar mais de um fator em um experimento, o planejamento experimental mais utilizado é o fatorial. Quando se tem, por exemplo, dois fatores *A* e *B*, sendo *a* e *b*, respectivamente, suas quantidades de níveis, devem ser feitos ensaios em todas as possíveis combinações dos níveis, ou seja,  $a \times b$  combinações (MONTGOMERY e RUNGER, 2013). Para Barros Neto *et al.* (2010) este planejamento pode ser chamado de fatorial  $a \times b$ .

Cornell (2002) define planejamento fatorial como o estudo do efeito em certa quantidade de observações, ou respostas, quando se variam os níveis de dois ou mais fatores. Assim, para cada fator são definidos uma série de níveis e as suas combinações são testadas. Em um planejamento fatorial completo, todas as combinações possíveis entre os níveis de todos os fatores devem ser testadas.

Rodrigues e Lemma (2009, p. 95) definem experimentos fatoriais como “aqueles que envolvem combinações entre os níveis de dois ou mais fatores”. Seja *K* o número de fatores presentes no estudo e *N* o número de níveis considerados pelo pesquisador, o esquema fatorial completo pode ser denotado como  $N^K$ , ou seja, este é o número mínimo de ensaios distintos que deverão ser feitos no estudo (*Tabela 6*). Entende-se por ensaios distintos, aqueles que são realizados em combinações de níveis diferentes.

Tabela 6 – Número de ensaios tratamentos ou combinações de esquemas fatoriais completos

Níveis (N)	Fatores (K)							
	2	3	4	5	6	7	...	K
2	4	8	16	32	64	128	...	$2^K$
3	9	27	81	243	729	2187	...	$3^K$
...	...	...	...	...	...	...	...	...
N	$N^2$	$N^3$	$N^4$	$N^5$	$N^6$	$N^7$	...	$N^K$

Fonte: Adaptado de Rodrigues e Lemma (2009)

Quando são considerados muitos fatores ou níveis para o estudo, o esquema fatorial completo se torna inviável pois o número de ensaios passa a ser muito alto. Uma solução pode ser a adoção de esquemas fatoriais incompletos, ou fracionários (RODRIGUES e LEMMA, 2009; BARROS NETO *et al.*, 2010).

Os níveis não são necessariamente valores numéricos, uma vez que variáveis qualitativas, ao invés de quantitativas, podem ser definidas como fatores para o planejamento. Nesse caso, os níveis podem ser denominados também como classes (BARROS NETO *et al.*, 2010). Nas aplicações práticas, os níveis normalmente são denotados apenas como superior e inferior, sendo representados de forma codificada, respectivamente, pelos sinais matemáticos de adição (+) e subtração (−) (RODRIGUES e LEMMA, 2009).

### 2.5.1 CÁLCULO DOS EFEITOS

Supondo um planejamento fatorial do tipo  $2^2$ , ou seja, com quatro ensaios distintos entre os fatores *A* e *B* onde  $a_1$  e  $a_2$  são, respectivamente, os níveis mínimo e máximo do fator *A* e  $b_1$  e  $b_2$  os do fator *B* (Tabela 7).

Tabela 7 – exemplo de resultados de um planejamento fatorial  $2^2$

Ensaio	Fator A	Fator B	Respostas		Média
1	$a_1$	$b_1$	$y_{11}$	$y_{12}$	$\bar{y}_1$
2	$a_2$	$b_1$	$y_{21}$	$y_{22}$	$\bar{y}_2$
3	$a_1$	$b_2$	$y_{31}$	$y_{32}$	$\bar{y}_3$
4	$a_2$	$b_2$	$y_{41}$	$y_{42}$	$\bar{y}_4$

Fonte: Adaptado de Barros Neto *et al.* (2010)

Nesse caso podem ser calculados os efeitos principais de cada um dos fatores e o efeito da interação entre eles. Rodrigues e Lemma (2009) definem o efeito principal de um fator como

a variação que a alteração dos níveis desse fator causa na resposta, independentemente dos demais fatores e o efeito da interação como a variação causada na resposta quando se alteram os níveis de um fator, dentro de cada nível do outro.

O efeito principal de um fator é, por definição, a média dos efeitos deste nos níveis do outro fator. Já o efeito de interação é a metade da diferença entre o efeito que um fator causa na resposta quando está dentro de um nível do outro fator e o que ele causa quando está dentro do outro nível (BARROS NETO *et al.*, 2010). Para Oehlert (2010), o efeito principal é aquele que descreve uma variação devido a um único fator, enquanto que efeito de interação é responsável pela variação que não está descrita pelo efeito principal. Considerando o planejamento fatorial exemplificado, o efeito principal do fator *A* pode ser calculado pela *Equação 19*:

$$A = \frac{(\bar{y}_2 - \bar{y}_1) + (\bar{y}_4 - \bar{y}_3)}{2} \quad \text{ou} \quad A = \left(\frac{\bar{y}_2 + \bar{y}_4}{2}\right) - \left(\frac{\bar{y}_1 + \bar{y}_3}{2}\right) \quad [\text{Eq. 19}]$$

Já o efeito principal do fator *B* pode ser calculado pela *Equação 20*:

$$B = \frac{(\bar{y}_3 - \bar{y}_1) + (\bar{y}_4 - \bar{y}_2)}{2} \quad \text{ou} \quad B = \left(\frac{\bar{y}_3 + \bar{y}_4}{2}\right) - \left(\frac{\bar{y}_1 + \bar{y}_2}{2}\right) \quad [\text{Eq. 20}]$$

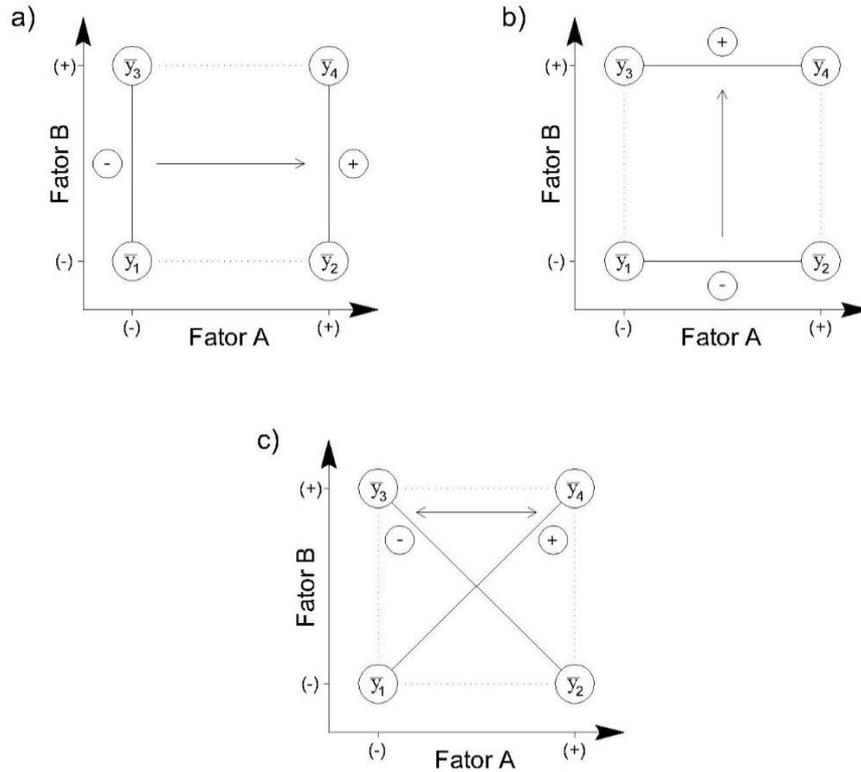
O efeito da interação (*AB*) pode ser calculado pela *Equação 21*:

$$AB = \left(\frac{\bar{y}_4 - \bar{y}_3}{2}\right) - \left(\frac{\bar{y}_2 - \bar{y}_1}{2}\right) \quad \text{ou} \quad AB = \left(\frac{\bar{y}_1 + \bar{y}_4}{2}\right) - \left(\frac{\bar{y}_2 + \bar{y}_3}{2}\right) \quad [\text{Eq. 21}]$$

### 2.5.2 INTERPRETAÇÃO GEOMÉTRICA DOS EFEITOS

Segundo Barros Neto *et al.* (2010), os efeitos calculados na seção anterior podem ser interpretados graficamente em um sistema cartesiano de coordenadas onde cada eixo representa um fator (*Figura 18*). Os efeitos principais são os contrastes, ou seja, as diferenças médias entre os valores situados nas arestas opostas e perpendiculares ao eixo do fator correspondente. Já o efeito de interação é o contraste entre as duas diagonais, considerando-se positiva a diagonal que liga o ensaio (--) ao (++)).

Figura 18 – Interpretação gráfica de um planejamento 2<sup>2</sup>



a) Efeito principal do fator A; b) Efeito principal do fator B; c) Efeito de interação AB.

Fonte: Adaptado de Barros Neto *et al.* (2010)

### 2.5.3 ESTIMATIVA DO ERRO EXPERIMENTAL

Desde que os ensaios sejam realizados com réplicas, o que significa que em uma mesma combinação de níveis sejam feitos mais de um ensaio, é possível que se tenha uma estimativa do erro experimental (BARROS NETO *et al.*, 2010). Dessa forma, a estimativa de variância de um ensaio pode ser calculada através da *Equação 22*:

$$s_i^2 = \frac{\sum_{j=1}^n (y_{ij} - \bar{y}_i)^2}{n_i - 1} \quad [\text{Eq. 22}]$$

Sendo:

$s_i^2$ : Estimativa de variância do ensaio  $i$ ;

$n_i$ : Número de ensaios para a combinação de níveis  $i$ ;

$y_{ij}$ : Resposta  $j$  do ensaio  $i$ ;

$\bar{y}_i$ : Média das respostas do ensaio  $i$ .

Não é prudente confiar em um resultado isolado. É desejável saber se ao repetirmos o processo  $n$  vezes ele terá comportamento semelhante, variando segundo um erro experimental esperado, de modo a assegurar a estabilidade do processo. Com isso estaremos em posição mais confortável para verificar se a variação drástica de uma resposta é fruto da alteração da condição de um parâmetro ou, se é proveniente de um erro experimental provocado por alterações laboratoriais [...] (RODRIGUES e LEMMA, 2009, p. 4).

Se for admitido que a variância das repetições é a mesma na região investigada, é possível combinar os resultados de todos os ensaios e obter uma estimativa com um maior número de graus de liberdade. Quando o número de repetições for igual para todos os ensaios, a estimativa da variância experimental pode ser calculada pela simples média aritmética das variâncias de cada ensaio distinto. Porém para um caso geral com  $m$  ensaios distintos, a estimativa conjunta da variância experimental pode ser calculada pela *Equação 23* (BARROS NETO *et al.*, 2010).

$$s^2 = \frac{\sum_{i=1}^m v_i s_i^2}{\sum_{i=1}^m v_i} \quad [\text{Eq. 23}]$$

Onde  $s^2$  é a estimativa conjunta de variância; e  $v_i$  é o número de graus de liberdade da estimativa de variância do ensaio  $i$ , que pode ser calculado pela *Equação 24* (BARROS NETO *et al.*, 2010).

$$v_i = n_i - 1 \quad [\text{Eq. 24}]$$

O erro-padrão ( $s$ ) é uma estimativa do desvio padrão associado a uma observação, ou seja, do erro experimental característico. Pode ser calculado pela raiz quadrada da estimativa conjunta de variância (*Equação 25*) (BARROS NETO *et al.*, 2010).

$$s = \sqrt{s^2} \quad [\text{Eq. 25}]$$

No caso do planejamento fatorial  $2^2$  considerado anteriormente, percebe-se que cada um dos efeitos (calculados nas *Equações 19, 20 e 21*), é uma combinação linear de quatro valores  $\bar{y}_i$ , multiplicados pelos coeficientes ( $a_i$ ) iguais a  $1/2$  ou  $-1/2$ . Então, admitindo que a variância populacional ( $\sigma_{\bar{y}}^2$ ) é a mesma para os efeitos, o cálculo da variância de um efeito pode ser feito pela *Equação 26*.

$$\hat{V}_{(efeito)} = \sum_i a_i^2 \sigma_i^2 = \left(\frac{1}{4} + \frac{1}{4} + \frac{1}{4} + \frac{1}{4}\right) \sigma_y^2 = \sigma_y^2 \quad [\text{Eq. 26}]$$

Cada valor  $\bar{y}_i$  representa a média de  $n$  valores observados, ou seja, é uma combinação linear dos valores  $y_{ij}$ , onde os coeficientes ( $a_i$ ) são iguais a  $1/n$ . De forma similar ao mostrado anteriormente, a *Equação 27* pode ser aplicada.

$$\sigma_y^2 = \sum_i a_i^2 \sigma^2 = n \left(\frac{1}{n^2}\right) \sigma^2 = \frac{\sigma^2}{n} \quad [\text{Eq. 27}]$$

Onde  $\sigma^2$  é a variância de uma observação individual. Dessa forma, a estimativa calculada na *Equação 23* pode ser usada no lugar de  $\sigma^2$  da *Equação 27* para que seja possível obter uma estimativa, com mais graus de liberdade, do erro-padrão de um efeito ( $s_{(efeito)}$ ) (*Equação 28*):

$$s_{(efeito)} = \sqrt{\frac{s^2}{n}} \quad [\text{Eq. 28}]$$

De posse do valor do erro-padrão, podem ser construídos intervalos de confiança para os valores dos efeitos através da distribuição de Student (*Equação 29*) e com isso verificar a significância estatística daquele efeito. São considerados estatisticamente significativos, ou seja, significativamente diferentes de zero aqueles efeitos cujas estimativas tiverem valor absoluto maior do que o produto do erro-padrão pela distribuição de Student ( $t_v \times s_{(efeito)}$ ), pois dessa forma o intervalo não incluirá o valor zero (BARROS NETO *et al.*, 2010; RODRIGUES e LEMMA, 2009).

$$\hat{\eta} - t_v \times s_{(efeito)} < \eta < \hat{\eta} + t_v \times s_{(efeito)} \quad [\text{Eq. 29}]$$

Onde:

$\eta$ : Valor verdadeiro de um efeito, ou seja, valor populacional;

$\hat{\eta}$ : Estimativa do valor do efeito obtida a partir dos ensaios;

$t_v$ : Ponto da distribuição de Student.

## 2.5.4 MODELOS ESTATÍSTICOS

Modelos estatísticos podem ser usados para descrever as respostas de um planejamento de experimentos, porém quando se analisa um planejamento fatorial, percebe-se uma situação onde há mais de uma variável preditora, ou de regressão. Nesse caso, os modelos que devem ser considerados são os chamados modelos de regressão múltipla (MONTGOMERY e RUNGER, 2013).

Supondo o planejamento fatorial representado por um modelo com  $k$  variáveis de regressão, onde a resposta observada  $y_i(x_1, x_2, \dots, x_k)$  é considerada como uma variável aleatória que se distribui em torno de uma média populacional  $\eta(x_1, x_2, \dots, x_k)$  com uma certa variância populacional  $\sigma^2(x_1, x_2, \dots, x_k)$ . Então escreve-se a *Equação 30* (BARROS NETO *et al.*, 2010):

$$y(x_1, x_2, \dots, x_k) = \eta(x_1, x_2, \dots, x_k) + \varepsilon(x_1, x_2, \dots, x_k) \quad [\text{Eq. 30}]$$

Onde  $\varepsilon(x_1, x_2, \dots, x_k)$  é o erro aleatório com que as respostas flutuam em torno da média populacional definida por  $(x_1, x_2, \dots, x_k)$ . A média populacional ( $\eta(x_1, x_2, \dots, x_k)$ ) pode ser adequadamente descrita pelo modelo representado na *Equação 31* (BARROS NETO *et al.*, 2010).

$$\eta(x_1, x_2, \dots, x_k) = \beta_0 + \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \dots + \beta_k x_k \quad [\text{Eq. 31}]$$

Onde  $\beta_0$  é o valor populacional da média de todas as respostas do planejamento; e  $\beta_i$  é o valor populacional dos efeitos, por unidade de  $x_1, x_2, \dots, x_k$  (BARROS NETO *et al.*, 2010).

Substituindo a *Equação 31* na *Equação 30*, obtém-se a forma clássica do modelo de regressão linear múltipla com  $k$  variáveis de regressão. Tal modelo está descrito em termos de valores populacionais, na *Equação 32*, onde  $\beta_j$  são chamados de coeficientes de regressão, com  $j = 0, 1, \dots, k$  (MONTGOMERY e RUNGER, 2013).

$$\begin{aligned} y(x_1, x_2, \dots, x_k) &= \beta_0 + \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \dots + \beta_k x_k + \varepsilon(x_1, x_2, \dots, x_k) \\ Y &= \beta_0 + \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \dots + \beta_k x_k + \varepsilon \end{aligned} \quad [\text{Eq. 32}]$$

Como as análises são feitas em cima de uma quantidade finita de observações, a real função que descreve a relação entre  $Y$  e  $x_1, x_2, \dots, x_k$  é desconhecida, portanto o que se calcula na verdade são estimativas dos valores dos coeficientes que gere uma aproximação adequada desta função (MONTGOMERY e RUNGER, 2013). Geralmente, utiliza-se o alfabeto latino para designar valores amostrais (*Equação 33*) (BARROS NETO *et al.*, 2010).

$$\hat{y}(x_1, x_2, \dots, x_k) = \hat{\eta}(x_1, x_2, \dots, x_k) = b_0 + b_1x_1 + b_2x_2 + \dots + b_kx_k \quad [\text{Eq. 33}]$$

Onde os coeficientes  $b_0, b_1, b_2$  e  $b_{12}$  são, respectivamente, os estimadores dos parâmetros populacionais  $\beta_0, \beta_1, \beta_2$  e  $\beta_{12}$ . O acento circunflexo que aparece em  $\hat{y}$  designa uma resposta obtida através da estimativa do modelo.

A *Equação 33* também pode ser escrita como um produto escalar (*Equação 34*):

$$\hat{y}(x_1, x_2, \dots, x_k) = [1 \quad x_1 \quad x_2 \quad \dots \quad x_k] \begin{bmatrix} b_0 \\ b_1 \\ b_2 \\ \vdots \\ b_k \end{bmatrix} \quad [\text{Eq. 34}]$$

Ou como uma equação matricial (*Equação 35*):

$$\hat{y} = Xb \quad [\text{Eq. 35}]$$

Onde  $\hat{y}$  refere-se as estimativas dadas pelo modelo para as respostas;  $b$  representa os coeficientes do modelo; e  $X$  é a matriz que representa as combinações de níveis entre os fatores. Convém ter em mente essa equação na forma matricial, pois ela tem uma aplicação mais ampla, podendo ser aplicada a outros tipos de modelos, bastando para isso algumas apropriações nas matrizes  $X$  e  $b$  (BARROS NETO *et al.*, 2010).

Normalmente, quando se faz um planejamento fatorial, busca-se encontrar os efeitos (principais e de interação) que os fatores causam na resposta. Por esse motivo, pequenas alterações podem ser realizadas na forma clássica da *Equação 33* para representar de forma mais clara tais efeitos. Considerando o planejamento fatorial  $2^2$  exemplificado anteriormente, ela pode ser reescrita fazendo-se  $k = 3$ ,  $x_3 = x_1x_2$  e  $b_3 = b_{12}$ , de forma que o efeito de interação possa aparecer de forma mais direta (*Equação 36*).

$$\hat{y}(x_1, x_2) = b_0 + b_1x_1 + b_2x_2 + b_{12}x_1x_2 \quad [\text{Eq. 36}]$$

### 2.5.5 AJUSTE DE MODELOS PELO MÉTODO DOS MÍNIMOS QUADRADOS

Quando se faz um planejamento de experimento, se busca definir a função que atua sobre as variáveis de entrada e produz as respostas. Para tanto, é feito um determinado número de ensaios em combinações estratégicas de níveis que são definidas pelo pesquisador, dos quais é retirada uma amostra de respostas que o permitirão descrever, ao menos aproximadamente, tal função. Portanto, o objetivo do pesquisador geralmente é, baseando-se nos conceitos da estatística, determinar os coeficientes que a definem. Conhecida essa função, pode-se aplicá-la para prever, com um certo nível de precisão, as características daquele sistema (MONTGOMERY e RUNGER, 2013).

Supondo que um determinado planejamento executou  $n$  observações (experimentos), o modelo considerado para descrevê-lo possui  $k$  variáveis de regressão, e que  $x_{ij}$  denota a  $i$ -ésima observação da variável  $x_j$ , então a resposta  $y_i(x_{i1}, x_{i2}, \dots, x_{ik})$  pode ser descrita pela *Equação 37* (MONTGOMERY e RUNGER, 2014).

$$y_i = \beta_0 + \beta_1x_{i1} + \beta_2x_{i2} + \dots + \beta_kx_{ik} + \varepsilon_i$$

$$y_i = \beta_0 + \sum_{j=1}^k \beta_jx_{ij} + \varepsilon_i; \quad i = 1, 2, \dots, n; \quad n > k \quad [\text{Eq. 37}]$$

A transcrição das  $n$  observações para o modelo pode ser feita através da equação matricial apresentada na *Equação 38* (MONTGOMERY e RUNGER, 2014).

$$\begin{bmatrix} y_1 \\ y_2 \\ \vdots \\ y_n \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 1 & x_{11} & x_{12} & \dots & x_{1k} \\ 1 & x_{21} & x_{22} & \dots & x_{2k} \\ \vdots & \vdots & \vdots & \ddots & \vdots \\ 1 & x_{n1} & x_{n2} & \dots & x_{nk} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \beta_0 \\ \beta_1 \\ \vdots \\ \beta_k \end{bmatrix} + \begin{bmatrix} \varepsilon_1 \\ \varepsilon_2 \\ \vdots \\ \varepsilon_n \end{bmatrix}$$

$$y = X\beta + \varepsilon \quad [\text{Eq. 38}]$$

O ajuste pelo método dos mínimos quadrados, também denominado por análise de regressão, pode ser entendido como aquele que faz com que a equação definida pelos coeficientes  $\beta$  passe o mais próximo possível das respostas observadas  $y$ , ou seja, faz com que o vetor  $\varepsilon$  seja mínimo. Como os valores  $\varepsilon_i$  (resíduos) podem ser positivos ou negativos, deve-

se elevá-los ao quadrado para que o resultado apresente sempre valores positivos. Assim, os coeficientes devem ser calculados para que a soma dos quadrados dos resíduos seja a mínima possível. (BARROS NETO *et al.*, 2010). Chamando a soma dos quadrados dos resíduos de  $L$ , tem-se a *Equação 39*:

$$L = \sum_{i=1}^n \varepsilon_i^2 = \sum_{i=1}^n \left( y_i - \beta_0 - \sum_{j=1}^k \beta_j x_{ij} \right)^2 \quad [\text{Eq. 39}]$$

Tendo em vista que a esse momento da análise os experimentos já foram realizados, o que quer dizer que os dados das respostas ( $y_i$ ) e das combinações de níveis consideradas ( $x_{ij}$ ) já estão de antemão em posse do pesquisador, os valores dos resíduos ( $\varepsilon_i$ ) dependerão apenas dos valores que forem atribuídos para  $b_0, b_1, \dots, b_k$ , uma vez que  $\varepsilon_i$  é calculado pela *Equação 40* (BARROS NETO *et al.*, 2010).

$$\varepsilon_i = y_i - \hat{y}_i \quad [\text{Eq. 40}]$$

Onde  $y_i$  é a resposta real, observada pelo experimento; e  $\hat{y}_i$  é a resposta prevista pelo modelo. Sabe-se que o valor de  $L$  será mínimo quando as suas derivadas em relação a  $b_0, b_1, \dots, b_k$  forem igual a zero (*Equações 41 e 42*) (MONTGOMERY e RUNGER, 2014; BARROS NETO *et al.*, 2010).

$$\frac{\partial L}{\partial \beta_0} = -2 \sum_{i=1}^n \left( y_i - b_0 - \sum_{j=1}^k b_j x_{ij} \right) = 0 \quad [\text{Eq. 41}]$$

$$\left. \frac{\partial L}{\partial \beta_j} \right|_{b_1, b_2, \dots, b_k} = -2 \sum_{i=1}^n x_{ij} \left( y_i - b_0 - \sum_{j=1}^k b_j x_{ij} \right) = 0; \quad j = 1, 2, \dots, k \quad [\text{Eq. 42}]$$

Escrevendo-as de forma extensa e com alguns ajustes, tem-se um sistema linear com  $p = k + 1$  das chamadas equações normais dos mínimos quadrados, uma para cada coeficiente de regressão. Dessa forma, os valores dos estimadores dos coeficientes do modelo podem ser determinados resolvendo-se esse sistema (*Equação 43*) (MONTGOMERY e RUNGER, 2014).



- O produto da trasposta de uma matriz  $A_{(n \times p)}$  pela própria matriz  $A$  ( $A^t A$ ) é uma matriz simétrica de dimensões  $p \times p$ .

Tendo em vista tais recomendações e chamando a soma dos quadrados dos resíduos de  $L$ , ajusta-se a *Equação 48* até que se obtenha a *Equação 49* passando pelas seguintes etapas (MONTGOMERY e RUNGER, 2014):

$$L = \sum_{i=1}^n \varepsilon_i^2 = \varepsilon^t \varepsilon = (y - X\beta)^t (y - X\beta) \quad [\text{Eq. 48}]$$

$$L = (y^t - (X\beta)^t)(y - X\beta)$$

$$L = (y^t - \beta^t X^t)(y - X\beta)$$

$$L = y^t y - y^t X\beta - \beta^t X^t y + \beta^t X^t X\beta$$

$$L = y^t y - (X\beta)^t y - \beta^t X^t y + \beta^t X^t X\beta$$

$$L = y^t y - \beta^t X^t y - \beta^t X^t y + \beta^t X^t X\beta$$

$$L = y^t y - 2\beta^t X^t y + \beta^t X^t X\beta \quad [\text{Eq. 49}]$$

Rencher e Schaalje (2008) também apresentam alguns conceitos sobre derivação de vetores e matrizes que serão aplicados na análise, são eles:

- Seja  $u = f(x)$  uma função de variáveis  $x_1, x_2, \dots, x_p$  em  $x = (x_1, x_2, \dots, x_p)^t$ , onde  $\partial u / \partial x_1, \partial u / \partial x_2, \dots, \partial u / \partial x_p$  são as derivadas parciais da função  $u$ . Define-se  $\partial u / \partial x$  como (*Equação 50*):

$$\frac{\partial(u)}{\partial x} = \begin{bmatrix} \frac{\partial(u)}{\partial x_1} \\ \frac{\partial(u)}{\partial x_2} \\ \vdots \\ \frac{\partial(u)}{\partial x_p} \end{bmatrix} \quad [\text{Eq. 50}]$$

- Seja  $u = a^t x = x^t a$ , onde  $a = (a_1, a_2, \dots, a_p)^t$  é um vetor de constantes, então pode-se aplicar a *Equação 51*.

$$\frac{\partial(x^t a)}{\partial x} = \frac{\partial(a^t x)}{\partial x} = a \quad [\text{Eq. 51}]$$

- Seja  $u = x^t Ax$  onde  $A$  é uma matriz simétrica de constantes, então a *Equação 52* pode ser aplicada.

$$\frac{\partial(x^t Ax)}{\partial x} = 2Ax \quad [\text{Eq. 52}]$$

À par desses conceitos, é possível determinar o vetor dos estimadores dos mínimos quadrados ( $b$ ) que minimiza  $L$ , igualando sua derivada em relação a  $\beta$  a zero (*Equação 53*) e obtendo, por fim, a *Equação 54* (MONTGOMERY e RUNGER, 2014; BARROS NETO *et al.*, 2010).

$$\frac{\partial(L)}{\partial \beta} = 0 \quad [\text{Eq. 53}]$$

$$\frac{\partial(y^t y)}{\partial \beta} - \frac{\partial(2\beta^t X^t y)}{\partial \beta} + \frac{\partial(\beta^t X^t X \beta)}{\partial \beta} = 0$$

$$0 - 2X^t y + 2X^t X b = 0 \quad (\div 2)$$

$$-X^t y + X^t X b = 0$$

$$X^t X b = X^t y \quad [\text{Eq. 54}]$$

Escrevendo a *Equação 54* detalhadamente (*Equação 55*), é possível notar que se trata de um produto de matrizes do qual se obtém a forma escalar das equações normais que foram apresentadas na *Equação 43* (MONTGOMERY e RUNGER, 2014).

$$\begin{bmatrix} n & \sum_{i=1}^n x_{i1} & \sum_{i=1}^n x_{i2} & \dots & \sum_{i=1}^n x_{ik} \\ \sum_{i=1}^n x_{i1} & \sum_{i=1}^n x_{i1}^2 & \sum_{i=1}^n x_{i1}x_{i2} & \dots & \sum_{i=1}^n x_{i1}x_{ik} \\ \sum_{i=1}^n x_{i2} & \sum_{i=1}^n x_{i2}x_{i1} & \sum_{i=1}^n x_{i2}^2 & \dots & \sum_{i=1}^n x_{i2}x_{ik} \\ \vdots & \vdots & \vdots & \ddots & \vdots \\ \sum_{i=1}^n x_{ik} & \sum_{i=1}^n x_{ik}x_{i1} & \sum_{i=1}^n x_{ik}x_{i2} & \dots & \sum_{i=1}^n x_{ik}^2 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} b_0 \\ b_1 \\ \vdots \\ b_k \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \sum_{i=1}^n y_i \\ \sum_{i=1}^n x_{i1}y_i \\ \vdots \\ \sum_{i=1}^n x_{ik}y_i \end{bmatrix} \quad [\text{Eq. 55}]$$

$X^t y$  é um vetor coluna ( $p \times 1$ ), onde  $p = k + 1$ . Já  $X^t X$  é uma matriz simétrica não singular ( $p \times p$ ) e sua diagonal representa a soma dos quadrados dos elementos das colunas da matriz  $X$ , portanto para se determinar os estimadores dos mínimos quadrados dos coeficientes ( $b$ ), os dois lados da *Equação 54* podem ser multiplicados pela inversa da matriz  $X^t X$ , dando origem à *Equação 56* (MONTGOMERY e RUNGER, 2013).

$$b = (X^t X)^{-1} X^t y \quad [\text{Eq. 56}]$$

A estimativa da variância dos resíduos em um modelo de regressão múltipla com  $p$  parâmetros pode ser determinada através da *Equação 57* (MONTGOMERY e RUNGER, 2013).

$$s^2 = \frac{\sum_{i=1}^n e_i^2}{n - p} \quad [\text{Eq. 57}]$$

$s^2$  é uma estimativa não viciada da variância populacional ( $\sigma^2$ ) que geralmente é obtida através da análise de variância do modelo de regressão. O numerador da *Equação 57* é chamado de soma quadrática dos resíduos ( $SQ_E$ ), enquanto que o denominador ( $n - p$ ) representa os graus de liberdade dos resíduos (MONTGOMERY e RUNGER, 2013).

As variâncias dos estimadores dos coeficientes ( $b$ ) estão expressas em termos dos elementos da inversa da matriz  $X^t X$ , que geralmente é representada pela letra  $C$  (*Equação 58*). Uma vez multiplicada pela constante  $\sigma^2$ , tem-se a chamada de matriz de covariância dos estimadores dos coeficientes ( $b$ ) (*Equação 59*), onde as diagonais são as variâncias de  $b_0, b_1, \dots, b_k$  enquanto que os elementos restantes representam as covariâncias (MONTGOMERY e RUNGER, 2013).

$$(X^t X)^{-1} = C = \begin{bmatrix} C_{00} & C_{01} & \cdots & C_{0k} \\ C_{10} & C_{11} & \cdots & C_{1k} \\ \vdots & \vdots & \ddots & \vdots \\ C_{k0} & C_{k1} & \cdots & C_{kk} \end{bmatrix} \quad [\text{Eq. 58}]$$

$$\text{Cov}(b) = \sigma^2 (X^t X)^{-1} = \sigma^2 C \quad [\text{Eq. 59}]$$

Como  $C$  é uma matriz simétrica ( $C_{ij} = C_{ji}$ ), então a *Equação 60* e a *Equação 61* definem, respectivamente, as variâncias e as covariâncias dos estimadores dos coeficientes (MONTGOMERY e RUNGER, 2013).

$$V(b_j) = \sigma^2 C_{jj}, \quad j = 0, 1, 2, \dots, k \quad [\text{Eq. 60}]$$

$$\text{Cov}(b_i, b_j) = \sigma^2 C_{ij}, \quad i \neq j \quad [\text{Eq. 61}]$$

O erro-padrão estimado de um coeficiente  $b_j$  pode ser obtido através da raiz quadrada da *Equação 62*, onde  $\sigma^2$  pode ser substituído pela sua estimativa ( $s^2$ ), calculada na *Equação 57*. O erro-padrão é útil na verificação da precisão das estimativas desses coeficientes, pois quanto menor forem, melhor serão consideradas tais estimativas (MONTGOMERY e RUNGER, 2013).

$$ep(b_j) = \sqrt{s^2 C_{jj}} \quad [\text{Eq. 62}]$$

Pode-se então construir, individualmente, os intervalos de confiança dos coeficientes de regressão através da *Equação 63* e, assim, verificar sua significância estatística (MONTGOMERY e RUNGER, 2013).

$$b_j - t_v \cdot ep(b_j) < \beta_j < b_j + t_v \cdot ep(b_j) \quad [\text{Eq. 63}]$$

O planejamento fatorial é uma ferramenta muito útil para otimização de processos de experimentação, mas para o caso de experimentos de misturas, existe uma forma mais aconselhável de realizar o planejamento. A seção a seguir irá trazer os conceitos necessários para o entendimento deste último, onde as análises estatísticas serão apresentadas de forma similar ao que foi mostrado para o planejamento fatorial, mas com os ajustes que forem necessários para o entendimento.

## 2.6 PLANEJAMENTO DE EXPERIMENTOS DE MISTURA

Um *experimento com mistura* é aquele no qual dois ou mais ingredientes são misturados para formar um produto final, e a resposta a ser medida constitui-se numa propriedade intensiva da mistura, sendo função apenas das proporções dos componentes presentes [...], e não da quantidade total da mistura. (NUNES, 1998, p. 11).

Em uma mistura de  $q$  componentes, onde  $x_i$  é a proporção do componente  $i$ , seja em volume, peso ou número de mols, é um valor que varia entre zero e um (*Equação 64*). Além disso, a soma das proporções de todos os ingredientes é o valor um, ou seja, 100% (*Equação 65*) (SCHEFFÉ, 1958; CORNELL, 2011.b; BARROS NETO *et al.*, 2010).

$$0 \leq x_i \leq 1 \quad i = 1, 2, \dots, q \quad [\text{Eq. 64}]$$

$$\sum_{i=1}^q x_i = 1 \quad [\text{Eq. 65}]$$

Uma consequência da *Equação 65* é ser tirado um grau de liberdade das proporções, fazendo com que a composição da mistura seja definida pelas proporções de  $q - 1$  ingredientes, uma vez que a do último ingrediente será sempre o restante para se completar um (BARROS NETO *et al.*, 2010). Nunes (1998) complementa que as variáveis  $x_i$  são linearmente dependentes, ou seja, a alteração da proporção de um componente implicará automaticamente na mudança de pelo menos uma das demais.

Cornell (2002), cita como objetivo de um planejamento de experimentos de mistura a adequação de um modelo que relacione as respostas às proporções relativas de seus componentes através de uma equação matemática. Assim, modelando-se uma superfície de resposta, é possível se ter:

- A influência de cada componente, sozinho ou em combinação com os outros, na resposta, permitindo ao pesquisador, por exemplo, trabalhar apenas com os componentes mais reativos ou mais eficientes;
- Prever as respostas para qualquer combinação de proporções dos componentes;
- Identificar as composições que proporcionem valores de respostas em um campo desejado.

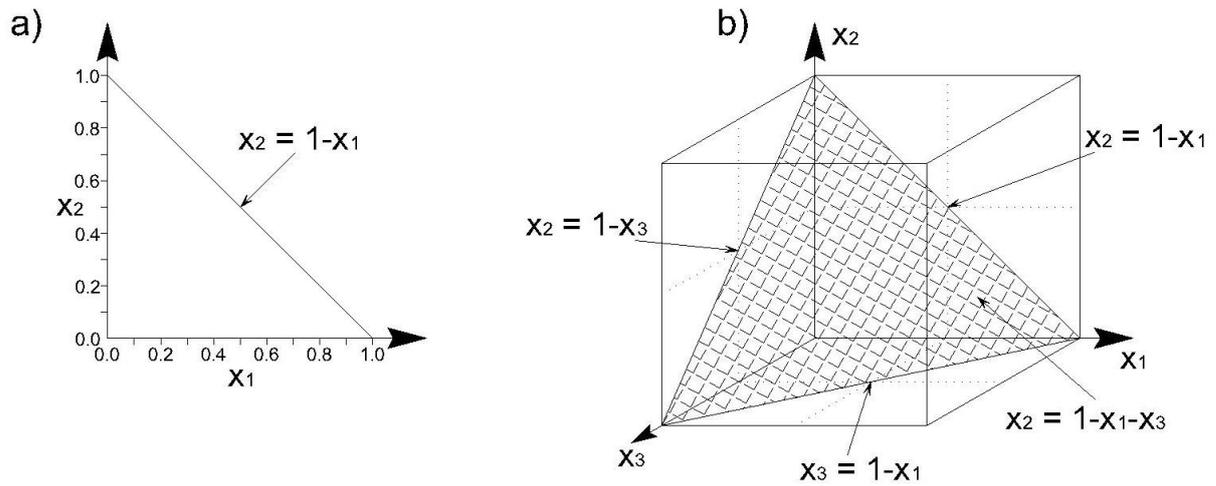
Normalmente, a investigação das propriedades de uma mistura se assemelha a de planejamento fatorial: primeiramente é instituído um modelo que descreva como as propriedades de interesse variam quanto a proporção dos ingredientes; em seguida, o planejamento experimental especifica quais composições serão estudadas, ou seja, em quais composições serão feitos os experimentos; após, há a coleta de dados através dos experimentos e; por fim, o modelo é ajustado aos resultados, avaliado, e se necessário, comparado com modelos alternativos (BARROS NETO *et al.*, 2010).

### 2.6.1 A REGIÃO SIMPLEX

Devido à [Eq. 65], o espaço experimental de um experimento de mistura sofre algumas restrições e, por isso, assume a forma de uma região com  $(q - 1)$  dimensões, denominada Simplex (Cornell, 2002). Por exemplo, em uma mistura de dois componentes o espaço experimental não consegue assumir qualquer valor do plano formado por  $x_1$  e  $x_2$ , pois tem-se  $[x_1 + x_2 = 1]$ , que quando plotada em um eixo cartesiano é representada pela reta  $[x_2 = 1 - x_1]$  (Figura 19.a). Dessa forma, qualquer combinação dos dois componentes corresponde a um ponto sobre esta reta, ou seja, o espaço experimental passou de um plano (duas dimensões) para uma reta (uma dimensão).

Em uma mistura de três componentes, tem-se  $[x_1 + x_2 + x_3 = 1]$ , definindo um triângulo equilátero (Figura 19.b) que engloba todas as combinações possíveis para essa mistura (BARROS NETO *et al.*, 2010). Então, em um sistema de coordenadas simplex, a região factível para o estudo de misturas de dois, três e quatro componentes é, respectivamente, uma reta, um triângulo equilátero e um tetraedro (Figura 20). Em misturas de mais de quatro componentes, perde-se o entendimento geométrico do simplex, mas no campo algébrico, a sua definição continua a mesma.

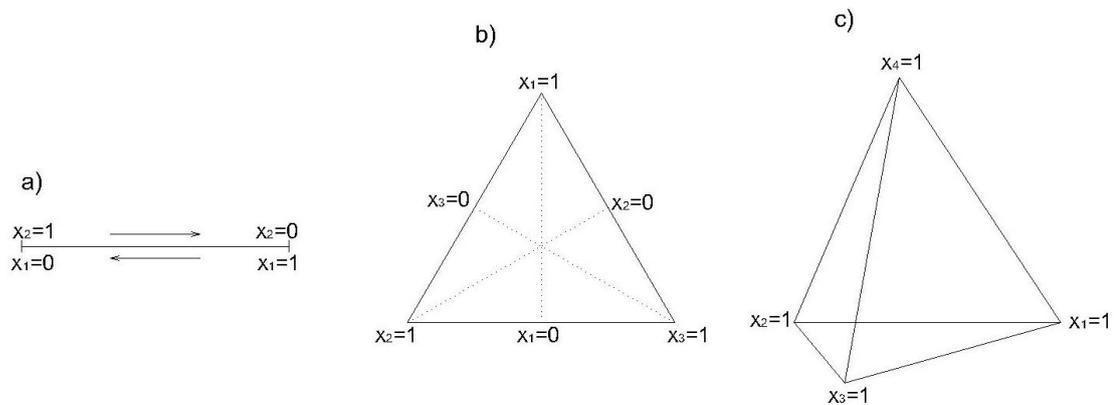
Figura 19– Representação de misturas em eixos cartesianos



a) Misturas de dois componentes b) Misturas de três componentes

Fonte: Adaptado de Barros Neto *et al.* (2010)

Figura 20 – Representação de misturas em regiões simplex

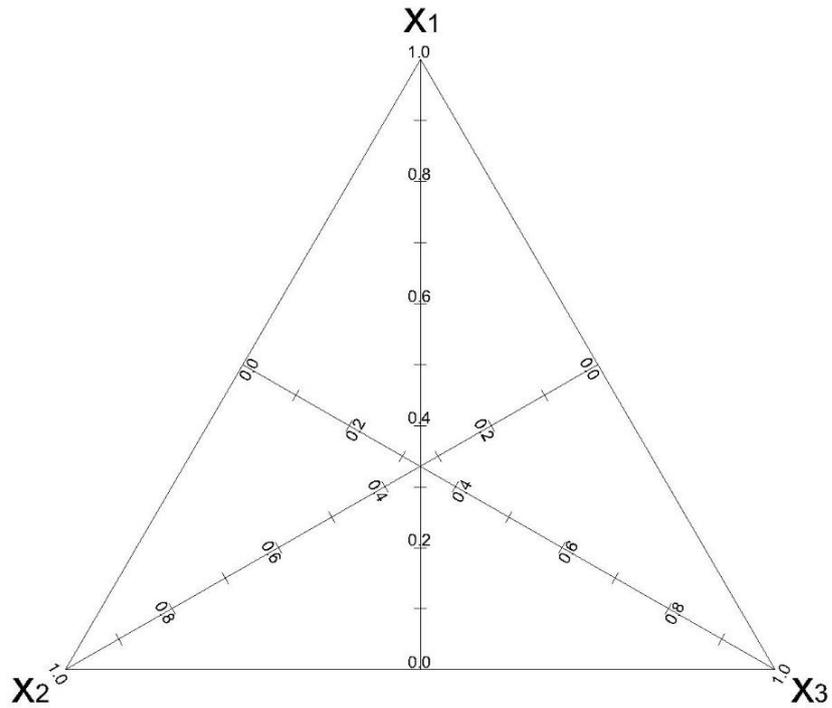


a) Misturas de dois componentes; b) Misturas de três componentes; c) Misturas de quatro componentes

Fonte: Adaptado de Nunes (1998)

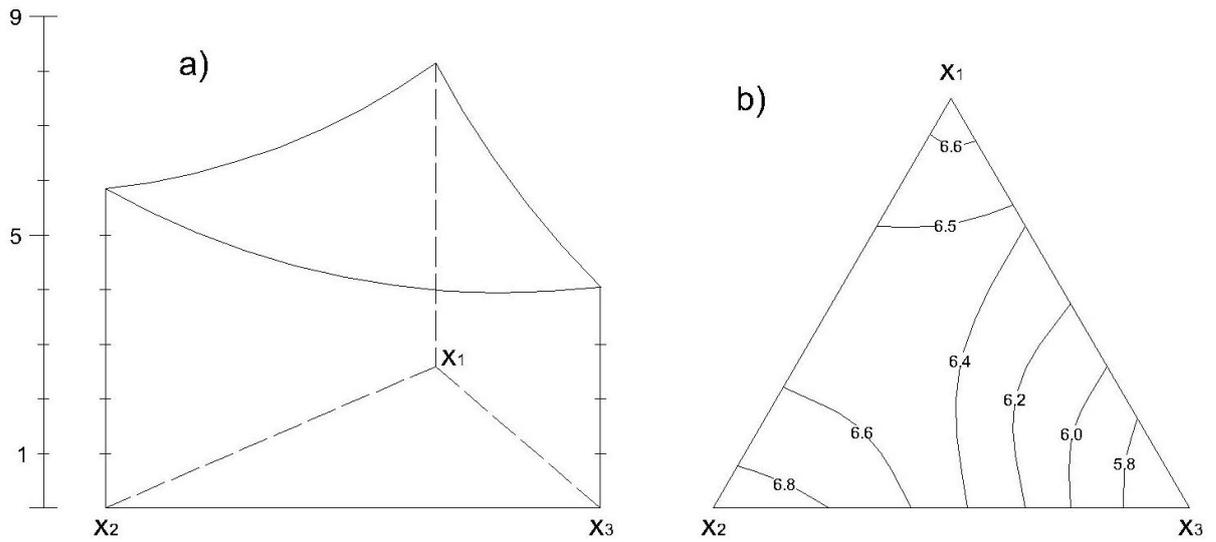
Em uma mistura de três componentes, a região experimental pode ser representada por um sistema trilinear (*Figura 21*), onde os vértices do triângulo representam os componentes puros, os lados são as misturas binárias entre os componentes dos vértices que interligam e o interior, as misturas ternárias (BELLO e VIEIRA, 2011). Dessa forma, a variação de uma resposta pode ser descrita por uma superfície de resposta desenhada acima do triângulo (*Figura 22.a*), ou por meio de curvas de nível (*Figura 22.b*) (CORNELL, 2011.a).

Figura 21 – Sistema de coordenadas trilinear



Fonte: Adaptado de Bello e Vieira (2011)

Figura 22 – Representação da variação da resposta em uma mistura de três componentes



a) Superfície de resposta; b) Curvas de nível

Fonte: Adaptado de Cornell (2011.a)

## 2.6.2 MODELOS ESTATÍSTICOS PARA PEM

A primeira etapa para o estudo de misturas deve ser a definição do modelo estatístico que descreverá as respostas em termos das proporções dos ingredientes. Esta etapa está estritamente relacionada ao planejamento experimental, pois o modelo escolhido inicialmente irá direcionar a escolha das composições mais interessantes, estatisticamente falando, para a obtenção dos parâmetros desse modelo (BARROS NETO *et al.*, 2010). Os modelos que serão apresentados a seguir, são conhecidos na literatura como modelos de Scheffé, pois são modelos baseados nos polinômios canônicos apresentados por Scheffé (1958).

### 2.6.2.1 PARA MISTURAS DE DOIS COMPONENTES

O modelo mais simples para o estudo de misturas de dois componentes é o modelo aditivo, ou linear (*Equação 66*) (BARROS NETO *et al.*, 2010):

$$y_i = \beta_0 + \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \varepsilon_i \quad [\text{Eq. 66}]$$

Onde  $y_i$  é o valor experimental da resposta,  $\beta_0$ ,  $\beta_1$  e  $\beta_2$  são os parâmetros do modelo e  $\varepsilon_i$  é o erro aleatório. Com o modelo ajustado às observações, tem-se a *Equação 67*:

$$\hat{y} = b_0 + b_1 x_1 + b_2 x_2 \quad [\text{Eq. 67}]$$

A *Equação 67* é formalmente idêntica à *Equação 33*, com  $k = 2$ . Porém, por se tratar de uma mistura, os fatores  $x_1$  e  $x_2$  não são mais variáveis independentes, o que faz com que a matriz  $X^t X$  seja singular, e por isso, a *Equação 56* [ $b = (X^t X)^{-1} X^t y$ ] não pode ser usada para estimar os coeficientes do modelo (BARROS NETO *et al.*, 2010).

Barros Neto *et al.* (2010) ainda afirmam que uma possível solução para esse problema poderia ser fazer-se uso da *Equação 65* [ $\sum_{i=1}^q x_i = 1$ ] para eliminar  $x_1$  ou  $x_2$  do modelo, mas sugerem uma abordagem diferente que irá facilitar a interpretação deste. Como  $x_1 + x_2 = 1$ , a *Equação 67* pode ser reescrito na forma da *Equação 68*:

$$\begin{aligned} \hat{y} &= b_0(x_1 + x_2) + b_1 x_1 + b_2 x_2 \\ \hat{y} &= x_1(b_0 + b_1) + x_2(b_0 + b_2) \end{aligned}$$

$$\hat{y} = b_1^* x_1 + b_2^* x_2, \quad [\text{Eq. 68}]$$

Onde  $b_i^* = b_0 + b_i$ .

O modelo passa a ter apenas dois coeficientes, sendo necessários, por este motivo, dois experimentos distintos para determiná-los. Barros Neto *et al.* (2010) sugerem que tais experimentos sejam realizados com as proporções de  $(x_1, x_2)$  iguais a  $(1,0)$  e  $(0,1)$ , ou seja, com os componentes puros, pois dessa forma é fácil perceber que os valores dos coeficientes  $b_1^*$  e  $b_2^*$  são, respectivamente, as suas respostas (*Equações 69 e 70*).

$$\hat{y}(1,0) = y_1 = b_1^* \cdot 1 + b_2^* \cdot 0 = b_1^* \quad [\text{Eq. 69}]$$

$$\hat{y}(0,1) = y_2 = b_1^* \cdot 0 + b_2^* \cdot 1 = b_2^* \quad [\text{Eq. 70}]$$

Do ponto de vista estatístico, é sempre interessante que sejam feitas repetições dos experimentos (RODRIGUES e LEMMA, 2009). Assim, os coeficientes passam a ser as médias das respostas obtidas nos experimentos distintos ( $b_1^* = \bar{y}_1$  e  $b_2^* = \bar{y}_2$ ). Então o erro-padrão pode ser calculado de forma similar ao que foi apresentado na [Eq. 28]  $\left[ s_{(efeito)} = \sqrt{\frac{s^2}{n}} \right]$  para o planejamento fatorial. Em resumo, a *Equação 71* é utilizada (BARROS NETO *et al.*, 2010).

$$ep(b_i^*) = \frac{s}{\sqrt{n_i}} \quad [\text{Eq. 71}]$$

Onde  $s$  é a estimativa conjunta do erro-padrão de uma resposta, obtida por meio da repetição dos experimentos, e  $n_i$  é o número de repetições, ou seja, o número de observações que foram usadas para calcular o valor médio  $\bar{y}_i$ .

Conforme foi mostrado, a determinação dos coeficientes do modelo linear não exige, ao menos, que seja feita alguma mistura em si, pois os experimentos são realizados com os componentes puros. Isso evidencia a simplicidade desse modelo, que nem mesmo leva em consideração os efeitos de interação. Porém, para se ter uma análise precisa, são necessários experimentos onde haja a presença simultânea dos dois componentes, seja para a ampliação para um modelo que considere a interação, ou para verificar se este é adequado. Então, o modelo linear pode ser ampliado para o modelo quadrático (*Equação 72*) (BARROS NETO *et al.*, 2010).

$$\hat{y} = b_0 + b_1x_1 + b_2x_2 + b_{11}x_1^2 + b_{22}x_2^2 + b_{12}x_1x_2 \quad [\text{Eq. 72}]$$

Fazendo  $x_1 + x_2 = 1$ ;  $x_1^2 = x_1(1 - x_2)$ ; e  $x_2^2 = x_2(1 - x_1)$ , tem-se a *Equação 73*:

$$\begin{aligned} \hat{y} &= b_0(x_1 + x_2) + b_1x_1 + b_2x_2 + b_{11}x_1(1 - x_2) + b_{22}x_2(1 - x_1) + b_{12}x_1x_2 \\ \hat{y} &= (b_0 + b_1 + b_{11})x_1 + (b_0 + b_2 + b_{22})x_2 + (b_{12} - b_{11} - b_{22})x_1x_2 \\ \hat{y} &= b_1^*x_1 + b_2^*x_2 + b_{12}^*x_1x_2 \end{aligned} \quad [\text{Eq. 73}]$$

Onde  $b_i^* = b_0 + b_i + b_{ii}$  e  $b_{12}^* = b_{12} - b_{11} - b_{22}$ .

Com esses ajustes, o modelo quadrático passa a apresentar apenas um termo a mais do que o modelo linear. Então, para determinar os seus coeficientes são necessários três experimentos com composições distintas, onde os dois primeiros são os mesmos utilizados para a definição do modelo linear e o terceiro deve ser uma mistura binária de composição qualquer. Cornell (2011.b) acrescenta que a distribuição dos experimentos deve ser, preferencialmente, distribuída homogeneamente sobre o espaço experimental. Barros Neto *et al.* (2010) complementam que o bom senso e a estatística sugerem que o mais adequado é que esta mistura tenha partes iguais de  $x_1$  e de  $x_2$ , ou seja,  $x_1 = x_2 = 1/2$ . Portanto, tem-se a *Equação 74*.

$$\hat{y}\left(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}\right) = y_{12} = b_1^*\left(\frac{1}{2}\right) + b_2^*\left(\frac{1}{2}\right) + b_{12}^*\left(\frac{1}{4}\right) \quad [\text{Eq. 74}]$$

Como foi mostrado anteriormente,  $b_1^* = y_1$  e  $b_2^* = y_2$ . Substituindo esses valores na *Equação 74* pode-se determinar o coeficiente  $b_{12}^*$  (*Equação 75*).

$$\begin{aligned} y_{12} &= y_1\left(\frac{1}{2}\right) + y_2\left(\frac{1}{2}\right) + b_{12}^*\left(\frac{1}{4}\right) \\ y_{12} - \left(\frac{1}{2}\right)(y_1 + y_2) &= b_{12}^*\left(\frac{1}{4}\right) \\ b_{12}^* &= 4y_{12} - 2(y_1 + y_2) \end{aligned} \quad [\text{Eq. 75}]$$

Assim como no modelo linear, é interessante que sejam realizadas repetições dos experimentos, de maneira que os coeficientes sejam calculados por meio das respostas médias:  $b_i^* = \bar{y}_i$ ;  $b_{12}^* = 4\bar{y}_{12} - 2(\bar{y}_1 + \bar{y}_2)$ .

Da mesma forma que no planejamento fatorial, os modelos podem ser representados por notação matricial. Assim, a *Equação 73* pode ser escrita na forma da *Equação 76*, onde uma leve diferença pode ser percebida com relação aos modelos do planejamento fatorial. Uma vez que o termo independente  $b_0$  deixou de existir, a matriz  $X$  na forma canônica passa a não apresentar mais a primeira coluna, que conta apenas com elementos de um.

$$\hat{y} = Xb^* = \hat{y}(x_1, x_2) = [x_1 \quad x_2 \quad x_1x_2] \times \begin{bmatrix} b_1^* \\ b_2^* \\ b_{12}^* \end{bmatrix} \quad [\text{Eq. 76}]$$

Como foi visto, são necessários três experimentos distintos para determinação dos coeficientes. Fazendo  $y_1 = \hat{y}(1,0)$ ;  $y_2 = \hat{y}(0,1)$ ; e  $y_{12} = \hat{y}\left(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}\right)$ , onde  $y_1$ ,  $y_2$  e  $y_{12}$  são as respostas desses três experimentos, monta-se a *Equação 77*.

$$\begin{bmatrix} y_1 \\ y_2 \\ y_{12} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 \\ 1/2 & 1/2 & 1/4 \end{bmatrix} \times \begin{bmatrix} b_1^* \\ b_2^* \\ b_{12}^* \end{bmatrix} \quad [\text{Eq. 77}]$$

A partir da *Equação 77*, a análise torna-se bastante similar ao que foi apresentado para o planejamento fatorial, onde a determinação dos coeficientes é feita multiplicando-se os dois lados dessa equação pela inversa da matriz  $X$  (*Equação 78*).

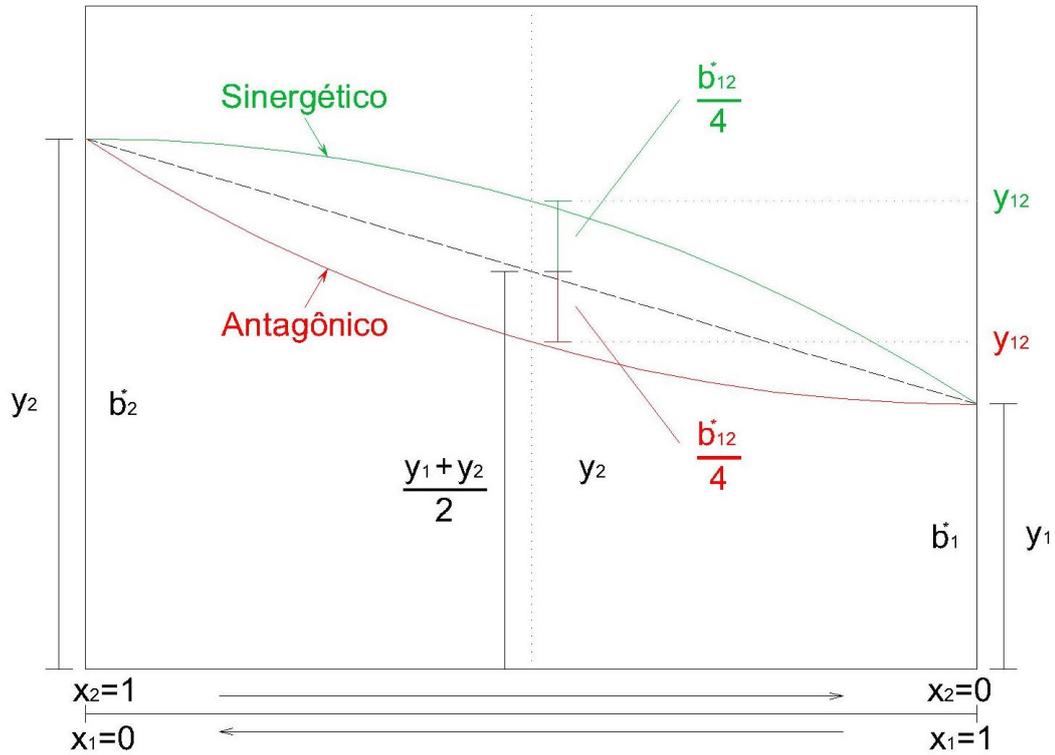
$$\begin{bmatrix} b_1^* \\ b_2^* \\ b_{12}^* \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 \\ -2 & -2 & 4 \end{bmatrix} \times \begin{bmatrix} y_1 \\ y_2 \\ y_{12} \end{bmatrix} \quad [\text{Eq. 78}]$$

É possível determinar a forma que a interação entre os componentes interfere na resposta através da comparação entre os modelos linear e quadrático, pois quando ocorre de o valor da resposta prevista pelo modelo quadrático ser maior do que o previsto pelo modelo linear, significa que o termo  $b_{12}^*$  é positivo e existe um efeito sinérgico entre os componentes. Já quando forem menores,  $b_{12}^*$  é negativo e o efeito é chamado de antagônico (SCHEFFÉ, 1958).

A *Figura 23* mostra o efeito de interação em um modelo hipotético, onde: a linha tracejada representa o modelo linear; a curva sólida verde representa o modelo quadrático com

efeito sinérgico ( $b_{12}^* > 0$ ); e a curva sólida vermelha representa um modelo quadrático com efeito antagônico ( $b_{12}^* < 0$ ).

Figura 23 – Representação dos efeitos sinérgico e antagônico



Fonte: Adaptado de Barros Neto *et al.* (2010)

### 2.6.2.2 PARA MISTURAS DE TRÊS COMPONENTES

O modelo linear para misturas de três componentes é uma ampliação daquele para dois componentes e pode ser representado pela *Equação 79* (BARROS NETO *et al.*, 2010).

$$\hat{y} = b_0 + b_1x_1 + b_2x_2 + b_3x_3 \quad [\text{Eq. 79}]$$

Utilizando a *Equação 65* [ $\sum_{i=1}^q x_i = 1$ ] é possível retirar o termo independente ( $b_0$ ) do modelo. Fazendo  $b_0 = (x_1 + x_2 + x_3)b_0$ , tem-se a *Equação 80*.

$$\begin{aligned} \hat{y} &= b_0(x_1 + x_2 + x_3) + b_1x_1 + b_2x_2 + b_3x_3 \\ \hat{y} &= (b_0 + b_1)x_1 + (b_0 + b_2)x_2 + (b_0 + b_3)x_3 \\ \hat{y} &= b_1^*x_1 + b_2^*x_2 + b_3^*x_3 \end{aligned} \quad [\text{Eq. 80}]$$

Onde  $b_i^* = b_0 + b_i$ , com  $i = 1, 2, 3$ .

Como o modelo apresenta três coeficientes, são necessários três experimentos distintos que devem ser realizados com os componentes puros. Assim como na mistura de dois componentes, percebe-se que os coeficientes  $b_1^*$ ,  $b_2^*$  e  $b_3^*$  são as respostas dos experimentos com os componentes puros (*Equações 81, 82 e 83*) (CORNELL, 2002).

$$\hat{y}(1,0,0) = y_1 = b_1^* \cdot 1 + b_2^* \cdot 0 + b_3^* \cdot 0 = b_1^* \quad [\text{Eq. 81}]$$

$$\hat{y}(0,1,0) = y_2 = b_1^* \cdot 0 + b_2^* \cdot 1 + b_3^* \cdot 0 = b_2^* \quad [\text{Eq. 82}]$$

$$\hat{y}(0,0,1) = y_3 = b_1^* \cdot 0 + b_2^* \cdot 0 + b_3^* \cdot 1 = b_3^* \quad [\text{Eq. 83}]$$

O modelo linear, como já foi visto, não considera os efeitos de interação entre os componentes, e por esse motivo, muitas vezes ele não será adequado para descrever a resposta satisfatoriamente. Nesses casos, ele deve ser ampliado para o modelo quadrático, que tem dez termos em sua expressão geral (*Equação 84*) (BARROS NETO *et al.*, 2010).

$$\begin{aligned} \hat{y} = & b_0 + b_1x_1 + b_2x_2 + b_3x_3 + b_{11}x_1^2 + b_{22}x_2^2 + b_{33}x_3^2 \\ & + b_{12}x_1x_2 + b_{13}x_1x_3 + b_{23}x_2x_3 \end{aligned} \quad [\text{Eq. 84}]$$

Fazendo:  $b_0 = (x_1 + x_2 + x_3)b_0$ ;  $b_{11}x_1^2 = b_{11}x_1(1 - x_2 - x_3)$ ;  $b_{22}x_2^2 = b_{22}x_2(1 - x_1 - x_3)$ ; e  $b_{33}x_3^2 = b_{33}x_3(1 - x_1 - x_2)$ , e substituindo na *Equação 84*, tem-se o polinômio canônico do modelo quadrático (*Equação 85*) (BARROS NETO *et al.*, 2010).

$$\begin{aligned} \hat{y} = & b_0(x_1 + x_2 + x_3) + b_1x_1 + b_2x_2 + b_3x_3 + b_{11}x_1(1 - x_2 - x_3) \\ & + b_{22}x_2(1 - x_1 - x_3) + b_{33}x_3(1 - x_1 - x_2) + b_{12}x_1x_2 + b_{13}x_1x_3 + b_{23}x_2x_3 \\ \hat{y} = & b_1^*x_1 + b_2^*x_2 + b_3^*x_3 + b_{12}^*x_1x_2 + b_{13}^*x_1x_3 + b_{23}^*x_2x_3 \end{aligned} \quad [\text{Eq. 85}]$$

Onde:  $b_i^* = b_0 + b_i + b_{ii}$ ; e  $b_{ij}^* = b_{ij} - b_{ii} - b_{jj}$ , com  $i, j = 1, 2, 3$  e  $i \neq j$ .

Com esse artifício, a expressão do modelo quadrático para misturas de três componentes ficou com apenas seis termos. Portanto, o planejamento deve contar com, no mínimo, seis experimentos distintos para que os coeficientes possam ser determinados. O modelo quadrático, assim como no caso da mistura de dois componentes, é uma ampliação do modelo linear onde foram acrescentados os termos relacionados às misturas binárias. No entanto, os coeficientes

$b_1^*$ ,  $b_2^*$  e  $b_3^*$  continuam sendo os mesmos do modelo linear:  $b_i^* = y_i$  com  $i = 1, 2, 3$  (BARROS NETO *et al.*, 2010).

Os coeficientes restantes representam o efeito de interação entre os componentes que multiplicam. Assim como para a mistura de dois componentes, deve-se estudar a mistura onde as proporções dos componentes são, dois a dois, iguais:  $\hat{y}(1/2, 1/2, 0) = y_{12}$ ;  $\hat{y}(1/2, 0, 1/2) = y_{13}$ ; e  $\hat{y}(0, 1/2, 1/2) = y_{23}$ . Dessa forma, os coeficientes podem ser calculados através da *Equação 86* (BARROS NETO *et al.*, 2010).

$$\begin{aligned}
 y_{ij} &= b_i^* \left(\frac{1}{2}\right) + b_j^* \left(\frac{1}{2}\right) + b_{ij}^* \left(\frac{1}{2}\right) \left(\frac{1}{2}\right) \\
 y_{ij} &= y_i \left(\frac{1}{2}\right) + y_j \left(\frac{1}{2}\right) + b_{ij}^* \left(\frac{1}{4}\right) \\
 b_{ij}^* &= 4y_{ij} - 2(y_i + y_j) \quad \text{com } i, j = 1, 2, 3 \text{ e } i \neq j
 \end{aligned}
 \tag{Eq. 86}$$

Até este ponto, não foi levado em consideração o efeito de interação simultâneo entre os três componentes. Dessa forma, nota-se que uma mistura ternária, caso tal efeito não seja considerado, é uma composição de três misturas binárias, onde cada lado do simplex pode ser entendido como a mistura entre os componentes de suas extremidades. No entanto, essa interação pode ser relevante para entender a variação da propriedade estudada.

O efeito de interação pode ser considerado em modelos que apresentem termos cúbicos. A *Equação 87* mostra a expressão, já em termos canônicos, que define o modelo cúbico para a mistura de três componentes (BARROS NETO *et al.*, 2010).

$$\begin{aligned}
 \hat{y} &= b_1^* x_1 + b_2^* x_2 + b_3^* x_3 + b_{12}^* x_1 x_2 + b_{13}^* x_1 x_3 + b_{23}^* x_2 x_3 \\
 &\quad + d_{12}^* x_1 x_2 (x_1 - x_2) + d_{13}^* x_1 x_3 (x_1 - x_3) \\
 &\quad + d_{12}^* x_1 x_2 (x_1 - x_2) + b_{123}^* x_1 x_2 x_3
 \end{aligned}
 \tag{Eq. 87}$$

A *Equação 87* apresenta dez termos e é conhecido na literatura como modelo cúbico completo. Em muitas aplicações práticas, esse modelo é considerado exagerado e, por isso, pode ser simplificado. Tal simplificação é feita retirando-se os termos  $d_{ij}^*$  da expressão, que passa a ter sete termos (*Equação 88*) e é conhecido como modelo cúbico especial (CORNELL, 2011.a).

$$\hat{y} = b_1^*x_1 + b_2^*x_2 + b_3^*x_3 + b_{12}^*x_1x_2 + b_{13}^*x_1x_3 + b_{23}^*x_2x_3 + b_{123}^*x_1x_2x_3 \quad [\text{Eq. 88}]$$

O modelo cúbico especial é um modelo bastante utilizado, pois apresenta apenas um termo a mais do que o modelo quadrático representado na *Equação 85*. O coeficiente desse último termo pode ser determinado pela *Equação 89*, onde o experimento é feito com a mistura composta por todos os componentes na mesma proporção, ou seja,  $\hat{y}(x_1, x_2, x_3) = \hat{y}(1/3, 1/3, 1/3) = y_{123}$ . Sendo  $b_i^* = y_i$  e  $b_{ij}^* = 4y_{ij} - 2(y_i + y_j)$ .

$$y_{123} = \frac{1}{3}(b_1^* + b_2^* + b_3^*) + \frac{1}{9}(b_{12}^* + b_{13}^* + b_{23}^*) + \frac{1}{27}b_{123}^*$$

$$b_{123}^* = 27y_{123} - 12(y_{12} + y_{13} + y_{23}) + 3(y_3 + y_2 + y_3) \quad [\text{Eq. 89}]$$

### 2.6.2.3 PARA MISTURAS COM MAIS DE TRÊS COMPONENTES

A forma canônica dos modelos linear, quadrático, cúbico especial e cúbico completo para misturas com mais de três componentes podem ser descritos, respectivamente pelas *Equações 90, 91, 92 e 93* (BARROS NETO *et al.*, 2010; SCHEFFÉ, 1958).

$$\hat{y} = \sum_{i=1}^q b_i^* x_i \quad [\text{Eq. 90}]$$

$$\hat{y} = \sum_{i=1}^q b_i^* x_i + \sum_{i<j}^q \sum_j^q b_{ij}^* x_i x_j \quad [\text{Eq. 91}]$$

$$\hat{y} = \sum_{i=1}^q b_i^* x_i + \sum_{i<j}^q \sum_j^q b_{ij}^* x_i x_j + \sum_{i<j}^q \sum_{j<k}^q \sum_k^q b_{ijk}^* x_i x_j x_k \quad [\text{Eq. 92}]$$

$$\hat{y} = \sum_{i=1}^q b_i^* x_i + \sum_{i<j}^q \sum_j^q b_{ij}^* x_i x_j + \sum_{i<j}^q \sum_j^q d_{ij}^* x_i x_j (x_i - x_j) \quad [\text{Eq. 93}]$$

$$+ \sum_{i<j}^q \sum_{j<k}^q \sum_k^q b_{ijk}^* x_i x_j x_k$$

Normalmente, os cálculos para a determinação desses coeficientes são feitos facilmente com o auxílio de algum software. Entretanto, a maior dificuldade está na representação gráfica dos resultados, pois por se tratar de dimensões superiores à terceira, é necessário fixar os valores de alguns componentes para que a representação gráfica da superfície de resposta possa ser gerada. Porém, a interpretação algébrica continua a mesma que a de misturas com menos componentes (BARROS NETO *et al.*, 2010).

A quantidade de termos dos polinômios canônicos irá depender da quantidade de elementos da mistura e do grau do polinômio considerado para o planejamento (CORNELL, 2002). A *Tabela 8* mostra tal quantidade para os modelos linear, quadrático, cúbico especial e cúbico completo.

Tabela 8 – Número de termos dos polinômios canônicos

Número de Componentes ( $q$ )	Linear	Quadrático	Cúbico Especial	Cúbico Completo
2	2	3	-	-
3	3	6	7	10
4	4	10	14	20
5	5	15	25	35
...	...	...	...	...
$q$	$q$	$q(q+1)/2$	$q(q^2+5)/6$	$q(q+1)(q+2)/6$

Fonte: Traduzido de Cornell (2011.a)

### 2.6.3 TIPOS DE PLANEJAMENTO

Em experimentos de misturas, uma das etapas mais importantes é a escolha do planejamento experimental, ou seja, a definição estratégica dos pontos do simplex que serão utilizados para realização dos experimentos, de forma que os dados obtidos por eles possam representar da melhor maneira possível a variação da resposta dentro do espaço experimental considerado. Os planejamentos mais utilizados são a rede simplex e o centroide simplex (BARROS NETO *et al.*, 2010).

#### 2.6.3.1 REDE SIMPLEX (*SIMPLEX-LATTICE*)

O planejamento rede simplex (do inglês, *simplex-lattice design*) foi apresentado por Scheffé (1958) no início dos estudos sobre experimentos com misturas. Quando se está estudando uma mistura, a escolha natural pelos pontos de coleta de dados é aquela na qual estes

se distribuem homoganeamente por toda a região simplex, formando uma rede. Essa é a premissa do planejamento rede simplex, que instaura uma relação específica com o polinômio que descreverá a resposta, uma vez que a quantidade e a localização dos pontos dependerão do grau do polinômio (CORNELL, 2011.a).

A sequência cronológica desse tipo de planejamento passa: primeiramente pela escolha do grau do polinômio que se presume que conseguirá descrever a resposta com precisão; em seguida, são determinados os pontos de estudo e obtidos os dados da resposta; por último, o modelo é ajustado aos resultados (CORNELL, 2002).

Um planejamento rede simplex para uma mistura de  $q$  componentes, onde a resposta será descrita por um polinômio de grau  $m$ , é definido pela notação rede  $\{q, m\}$ . Cada fator, ou componente, deve ser ensaiado em  $(m + 1)$  níveis igualmente espaçados entre zero e um  $(0, \frac{1}{m}, \frac{2}{m}, \frac{3}{m}, \dots, 1)$ , onde todas as possíveis combinações dos componentes nessas proporções são ensaiadas. A quantidade total de pontos do planejamento é definida pela análise combinatória  $\binom{q + m - 1}{m}$  que aparece explicitamente na *Equação 94* (SCHEFFÉ, 1958; CORNELL, 2002).

$$\text{Quantidade de pontos} = \binom{q + m - 1}{m} = \frac{(q + m - 1)!}{m!(q - 1)!} \quad [\text{Eq. 94}]$$

A *Tabela 9* mostra a quantidade de pontos do planejamento rede simplex (obtida a partir da *Equação 94*) de acordo com o grau do polinômio e com a quantidade de componentes da mistura.

Tabela 9 – Número de pontos em um planejamento em rede simplex  $\{q, m\}$

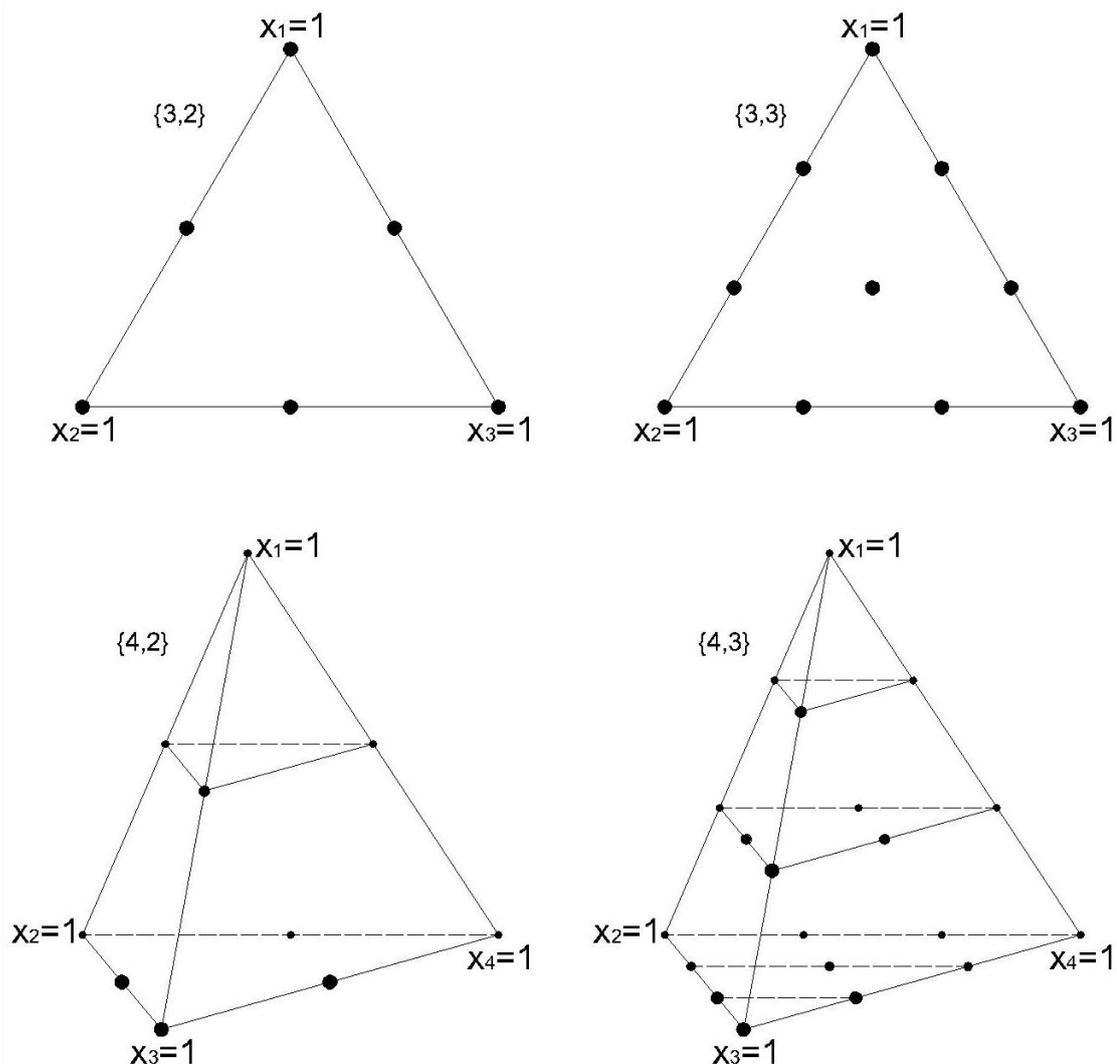
Grau do Modelo ( $m$ )	Número de Componentes ( $q$ )							
	3	4	5	6	7	8	9	10
1	3	4	5	6	7	8	9	10
2	6	10	15	21	28	36	45	55
3	10	20	35	56	84	120	165	220
4	15	35	70	126	210	330	495	715

Fonte: Traduzido de Cornell (2011a)

A *Figura 24* apresenta a localização, no simplex, desses pontos, deixando claro a sua distribuição homogênea, onde a distância entre dois pontos consecutivos é sempre a mesma. É importante perceber que quando se altera o grau do polinômio, não é apenas a quantidade de

pontos que se altera, mas também as suas localizações, com exceção dos pontos onde cada componente está puro. Isso significa que, caso o modelo considerado inicialmente não seja adequado, praticamente todo o planejamento terá que ser refeito para o novo modelo. Esse tipo de planejamento é geralmente utilizado quando se tem um conhecimento prévio de como a propriedade que está sendo estudada pode se relacionar com os constituintes da mistura, facilitando na definição do grau do polinômio (SCHEFFÉ, 1963).

Figura 24 – Localização dos pontos em um planejamento em rede simplex  $\{q, m\}$



Fonte: Scheffé (1958)

### 2.6.3.2 CENTROIDE SIMPLEX (*SIMPLEX-CENTROID*)

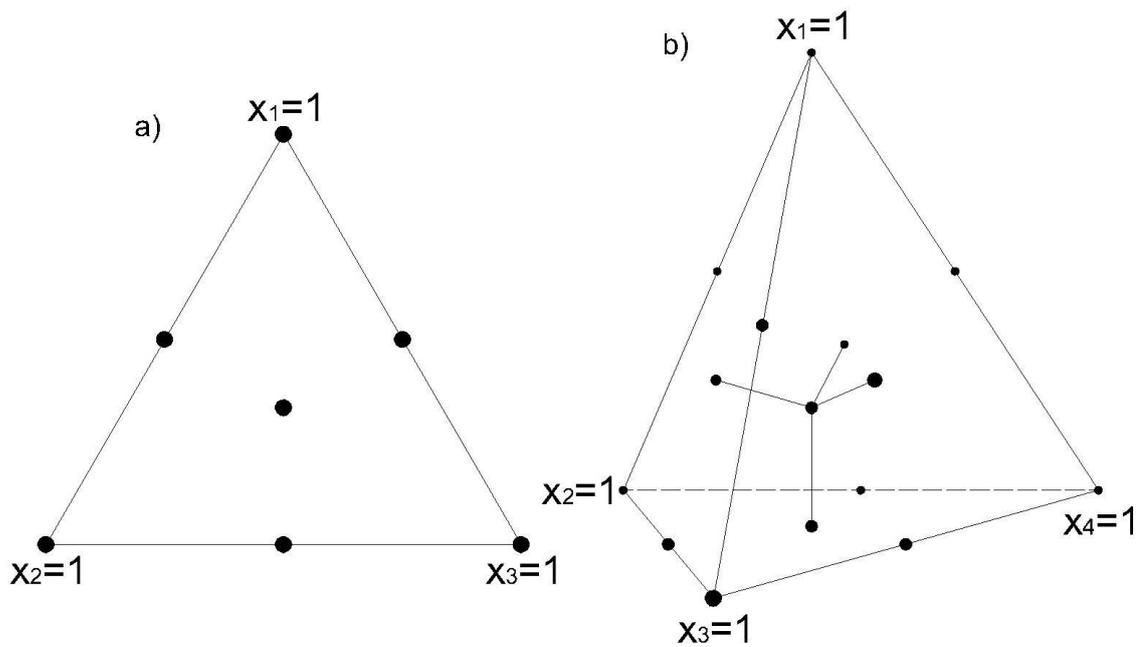
Muitas vezes, o pesquisador não dispõe do conhecimento prévio sobre como os componentes da mistura interferem em seu comportamento, isso acaba por dificultar a

determinação do grau do polinômio em um planejamento rede simplex. Portanto, o planejamento centroide simplex (do inglês, *simplex-centroid design*) foi apresentado por Scheffé (1963) como uma alternativa ao primeiro, pois segue pelo caminho oposto: primeiramente os dados são coletados para os pontos indicados pelo planejamento e em seguida, são ajustados a um polinômio com o mesmo número de termos (CORNELL, 2011.a).

Em um planejamento centroide simplex, uma mistura de  $q$  componentes é ensaiada em todos os subconjuntos não-vazios, onde os componentes presentes estão com a mesma proporção. No total, são ensaiados  $2^q - 1$  pontos, sendo eles: os  $q$  pontos referentes aos componentes puros; as  $\binom{q}{2}$  permutações de  $(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, 0, 0, \dots, 0)$ ; as  $\binom{q}{3}$  permutações de  $(\frac{1}{3}, \frac{1}{3}, \frac{1}{3}, 0, \dots, 0)$ ; e assim por diante até o ponto  $(\frac{1}{q}, \frac{1}{q}, \frac{1}{q}, \frac{1}{q}, \dots, \frac{1}{q})$  referente ao centroide geral da região simplex. Em outras palavras, tratam-se do centroide do simplex e os centroides de todos os simplex de dimensões menores contidos nele (CORNELL, 2011.a; SCHEFFÉ, 1963).

A Figura 25 mostra a localização dos pontos experimentais de um planejamento centroide simplex para misturas de três e de quatro componentes.

Figura 25 – Localização dos pontos em um planejamento centroide simplex



a) Misturas de três componentes; b) Misturas de quatro componentes

Fonte: Adaptado de Cornell (2011a)

Nesse tipo de planejamento, existe apenas um polinômio para ser aplicada ao modelo, dependendo apenas da quantidade de elementos na mistura. Isso retira a escolha do grau do polinômio do processo e facilita as tomadas de decisões do pesquisador (SCHEFFÉ, 1963). Geralmente, esse planejamento é utilizado em estudos preliminares sobre a mistura, porém em muitos casos, ele se mostra satisfatório (CORNELL, 2011.a; BARROS NETO *et al.*, 2010).

#### 2.6.4 RESTRIÇÕES NAS PROPORÇÕES DOS COMPONENTES

Foi mostrado anteriormente, a investigação de uma propriedade qualquer que cubra todo o espaço experimental, ou seja, toda a região simplex. No entanto, na maioria das situações não é possível, ou não faz sentido, estudar tal propriedade quando se tem um componente puro, pois para que ela ocorra de fato, é necessário por exemplo, que um componente reaja com os outros. Então, podem ser impostas restrições nas proporções dos componentes para que estas possam variar apenas em um intervalo racional, que consiga dar à mistura aquela propriedade. Isso faz com que a região experimental passe a ser uma sub-região do simplex original. A *Equação 64* pode, então, ser reescrita como a *Equação 95* (CORNELL, 2011.b).

$$0 < L_i \leq x_i \leq U_i < 1, \quad i = 1, 2, \dots, q \quad [\text{Eq. 95}]$$

Onde:

$L_i$ : Limite inferior para a proporção do componente  $i$ ;

$U_i$ : Limite superior para a proporção do componente  $i$ .

##### 2.6.4.1 RESTRIÇÕES INFERIORES E OS *L-PSEUDOCOMPONENTES*

Quando são atribuídas apenas restrições inferiores nas proporções de um ou mais componentes de uma mistura ( $0 < L_i \leq x_i \leq 1$ ), a sub-região formada por esta restrição é chamada de *L-simplex* e se assemelha, em forma, à do simplex original, mas em tamanho menor. Se todos os componentes forem restritos na mesma proporção, então o centroide da sub-região continua sendo o mesmo do simplex original (CORNELL, 2011.a).

Cornell (2011.a) aconselha a utilização de pseudocomponentes, pois assim tanto a construção do planejamento quanto o ajuste dos modelos são mais fáceis do que quando se utiliza os componentes reais. Para isso, as coordenadas da sub-região formada pelas restrições

devem ser redefinidas em termos dos pseudocomponentes, que são parametrizações dos componentes originais formados por uma mistura deles. Isso gera uma espécie de codificação que faz com que o intervalo de variação volte a ser de zero a um (BARROS NETO *et al.*, 2010).

Considerando  $q$  componentes com restrições inferiores, a parametrização é feita para os chamados *L-pseudocomponentes* onde as suas proporções ( $x_{i'_L}$ ) são obtidas através da *Equação 96*.

$$x_{i'_L} = \frac{x_i - L_i}{1 - \sum_{i=1}^q L_i} \quad [\text{Eq. 96}]$$

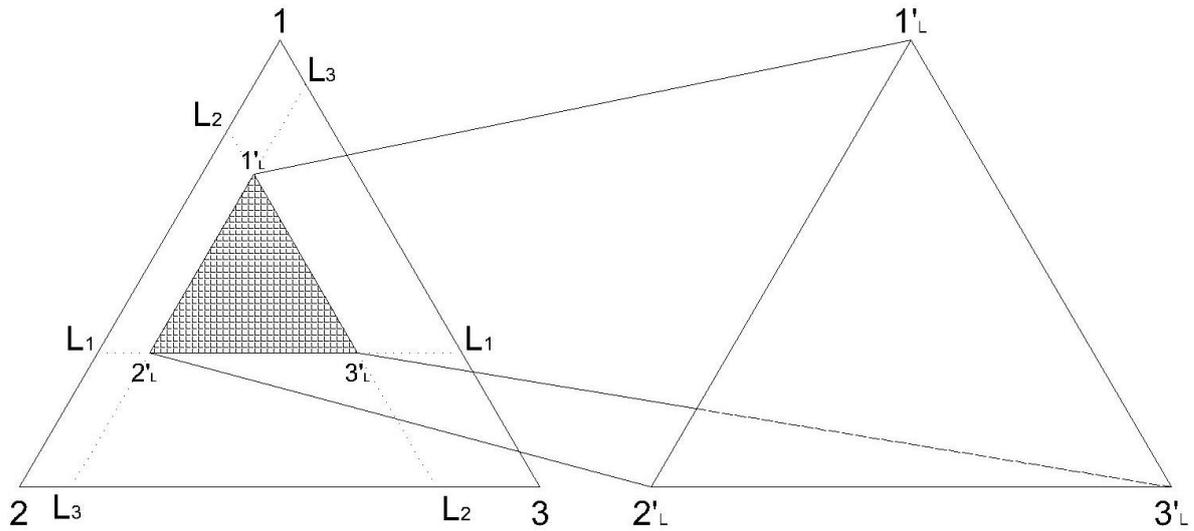
Barros Neto *et al.* (2010) afirmam que a soma dos limites inferiores de todos os componentes deve ser sempre menor do que um ( $\sum_{i=1}^q L_i < 1$ ), pois caso contrário, o intervalo de ocorrência seria inexistente e a mistura não seria possível, uma vez que as restrições inferiores de um componente geram automaticamente restrições superiores nos demais.

Ao se ajustar um modelo para uma mistura em termos de pseudocomponentes, é importante ter em mente que estes são fictícios e por isso, caso se deseje fazer inferências sobre o comportamento dos componentes reais, deve-se proceder com a transformação inversa (*Equação 97*) a fim de ajustar o modelo aos componentes originais (CORNELL, 2011.a).

$$x_i = L_i + \left(1 - \sum_{i=1}^q L_i\right) x_{i'_L} \quad [\text{Eq. 97}]$$

Uma mistura hipotética com restrições inferiores entre os componentes 1, 2 e 3 é mostrada na *Figura 26*, onde os vértices do *L-simplex* gerado pelas restrições representam os *L-pseudocomponentes*  $1'_L$ ,  $2'_L$  e  $3'_L$ . Dessa forma, o espaço experimental restrito da mistura entre aqueles pode ser entendido como um novo simplex, sem restrições, referente à mistura entre estes.

Figura 26 – Restrições inferiores em uma mistura hipotética de três componentes

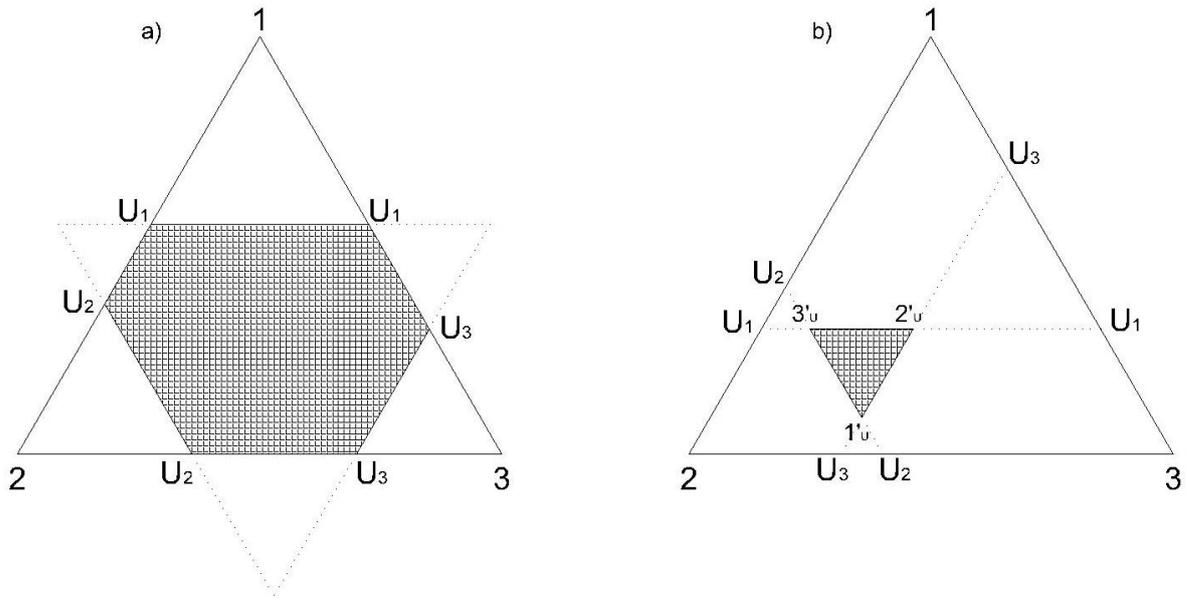


Fonte: Adaptado de Cornell (2011a)

#### 2.6.4.2 RESTRIÇÕES SUPERIORES E OS *U-PSEUDOCOMPONENTES*

Restrições superiores nas proporções de um ou mais componentes de uma mistura ( $0 \leq x_i \leq U_i < 1$ ) geram uma sub-região com forma e tamanho diferentes do simplex original. Na verdade, tem a forma de um simplex invertido conhecido como *U-simplex* (Figura 27). Além disso, o somatório dos limites superiores de todos os componentes da mistura deve ser maior que um ( $\sum_{i=1}^q U_i > 1$ ), caso contrário não haveria misturas possíveis. (CORNELL, 2011.a).

Figura 27 – Restrições superiores em uma mistura hipotética de três componentes



a) O U-simplex não se encontra totalmente no interior do simplex original; b) O U-simplex encontra-se completamente no interior do simplex original.

Fonte: Adaptado de Cornell (2011a)

Quando ocorre de o *U-simplex* não estar contido no simplex original (Figura 27.a), a região experimental é definida pela interseção entre eles, diferindo em sua forma, portanto não pode ser considerada um simplex. Já quando ocorre o contrário, o *U-simplex* está contido no original (Figura 27.b), a região experimental é o próprio *U-simplex*, o que pode ser verificado caso a inequação presente na Equação 98 seja atendida (CORNELL, 2011.a).

$$\sum_{i=1}^q U_i - U_{min} \leq 1 \quad [\text{Eq. 98}]$$

Onde  $U_{min}$  é a menor das restrições superiores dos componentes.

Para o segundo caso, similarmente ao que foi apresentado para as restrições inferiores, a análise pode ser realizada por meio dos chamados *U-pseudocomponentes*, que estão representados no exemplo da Figura 27 por  $1'_U$ ,  $2'_U$  e  $3'_U$ . A parametrização da proporção de um componente  $i$  ( $x_i$ ) em termos da proporção de seu respectivo *U-pseudocomponente*  $i'_U$  ( $x_{i'_U}$ ) pode ser feita através da Equação 99, onde  $\sum_{i=1}^q x_{i'_U} = 1$  (CORNELL, 2011.a).

$$x_{iU} = \frac{U_i - x_i}{\sum_{i=1}^q U_i - 1} \quad [\text{Eq. 99}]$$

Novamente, para fazer inferências sobre os componentes reais, é necessário proceder com a transformação inversa (*Equação 100*). Porém, a orientação oposta do *U-simplex* também deve ser considerada para as interpretações que forem realizadas (CORNELL, 2011.a).

$$x_i = U_i - \left( \sum_{i=1}^q U_i - 1 \right) x_{iU} \quad [\text{Eq. 100}]$$

#### 2.6.4.3 RESTRIÇÕES INFERIORES E SUPERIORES SIMULTÂNEAS

Algumas misturas exigem simultaneamente restrições inferiores e superiores nas proporções de um ou mais componentes. Situações, por exemplo, onde a mistura requer no mínimo  $L_i$ , mas não mais que  $U_i$  do componente  $i$  ( $0 < L_i \leq x_i \leq U_i < 1$ ). Uma restrição na proporção de um componente, implica automaticamente em restrições nas dos demais, uma vez que a *Equação 65* deve sempre ser atendido. Por isso, em certos casos onde se impõem restrições, algumas delas podem ser tidas como inconsistentes, pois as misturas formadas nos limites sugeridos são inatingíveis. Então, para avaliar se os limites impostos são consistentes, deve-se calcular o valor da amplitude ( $A_i$ ) de cada  $x_i$  através da *Equação 101* e compará-lo com os valores  $R_L$  e  $R_U$ , calculados respectivamente pela *Equação 102* e pela *Equação 103* (CORNELL, 2011.a).

$$A_i = U_i - L_i \quad [\text{Eq. 101}]$$

$$R_L = 1 - \sum_{i=1}^q L_i \quad [\text{Eq. 102}]$$

$$R_U = \sum_{i=1}^q U_i - 1 \quad [\text{Eq. 103}]$$

Se para qualquer  $i$ ,  $A_i > R_L$  então  $U_i$  é inatingível e deve ser substituído pelo limite superior implícito ( $U_i^*$ ) calculado pela *Equação 104*; já se  $A_i > R_U$ , então  $L_i$  é inatingível e

deve ser substituído pelo limite inferior implícito ( $L_i^*$ ) calculado pela *Equação 105* (CORNELL, 2011.a).

$$U_i^* = L_i + R_L \quad [\text{Eq. 104}]$$

$$L_i^* = U_i + R_U \quad [\text{Eq. 105}]$$

Misturas com restrições inferiores e superiores simultâneas podem ser analisadas através de pseudocomponentes. No entanto, deve-se verificar qual o tipo que deve ser utilizado. A decisão é feita com base na forma da região experimental e pode ser verificada da seguinte maneira: Se  $R_L < R_U$ , significa que o *L-simplex* é menor e está completamente no interior do *U-simplex*, portanto os *L-pseudocomponentes* devem ser usados. Já no caso de  $R_U < R_L$ , o *U-simplex* é menor e encontra-se completamente dentro do *L-simplex*, utiliza-se então os *U-pseudocomponentes*. Se nenhum dos simplex encontra-se dentro do outro, ou se  $R_L = R_U$ , então a região experimental não é considerada um simplex (CORNELL, 2011.a).

Para o último caso, deve-se proceder com a construção de um planejamento levando em conta outros aspectos, como por exemplo, os pontos dos vértices, meio de arestas e centroides da região restrita. Em misturas com muitos componentes, a região experimental formada pelas restrições pode não aparecer de forma clara e por isso, a localização desses pontos pode ser um pouco confusa. O algoritmo desenvolvido por McLean e Anderson (1966) apud Cornell (2011.a) pode ser utilizado para definição desses pontos, os quais podem ser utilizados para o ajuste de modelos do tipo de Scheffé.

### 3. MATERIAIS E MÉTODOS

Neste capítulo serão apresentados os materiais utilizados nos experimentos e a metodologia considerada para a elaboração do estudo.

#### 3.1 MATERIAIS

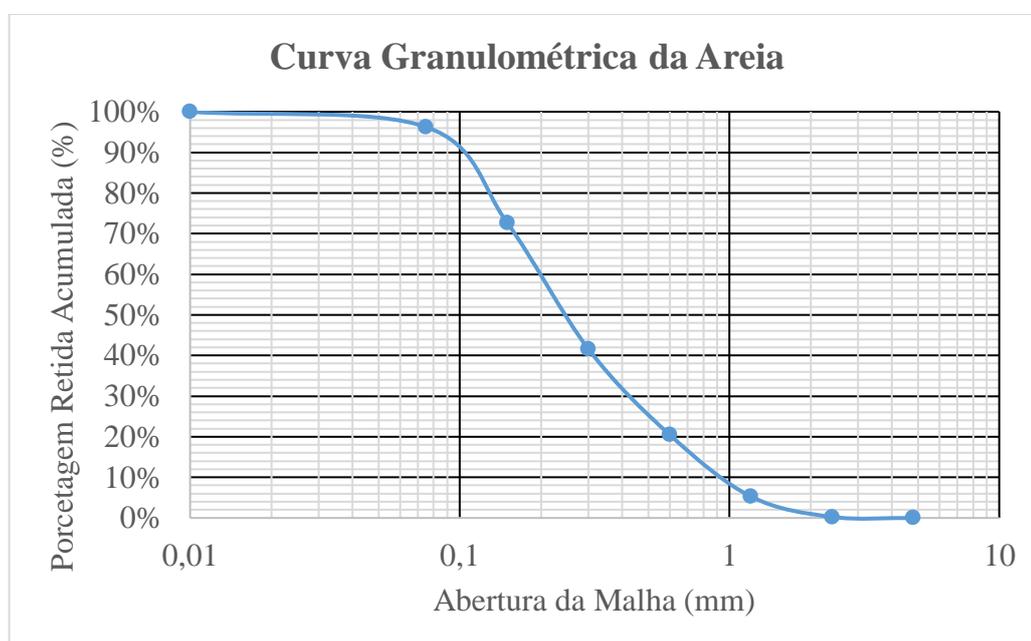
##### 3.1.1 CIMENTO

Foi utilizado o cimento Portland CP II-Z-32 da Cimpor, principalmente pela fácil aquisição no mercado local. Este tipo de aglomerante recebe durante o processo de moagem, uma adição de material pozzolânico em proporções entre 6% e 14% em massa (NBR 11578:1991).

##### 3.1.2 AGREGADO MIÚDO

O agregado miúdo utilizado na pesquisa foi a areia quartzosa natural de rio comprada em depósito de material de construção do mercado de João Pessoa. A *Figura 28* mostra a curva granulométrica da areia utilizada.

Figura 28 – Curva granulométrica da Areia

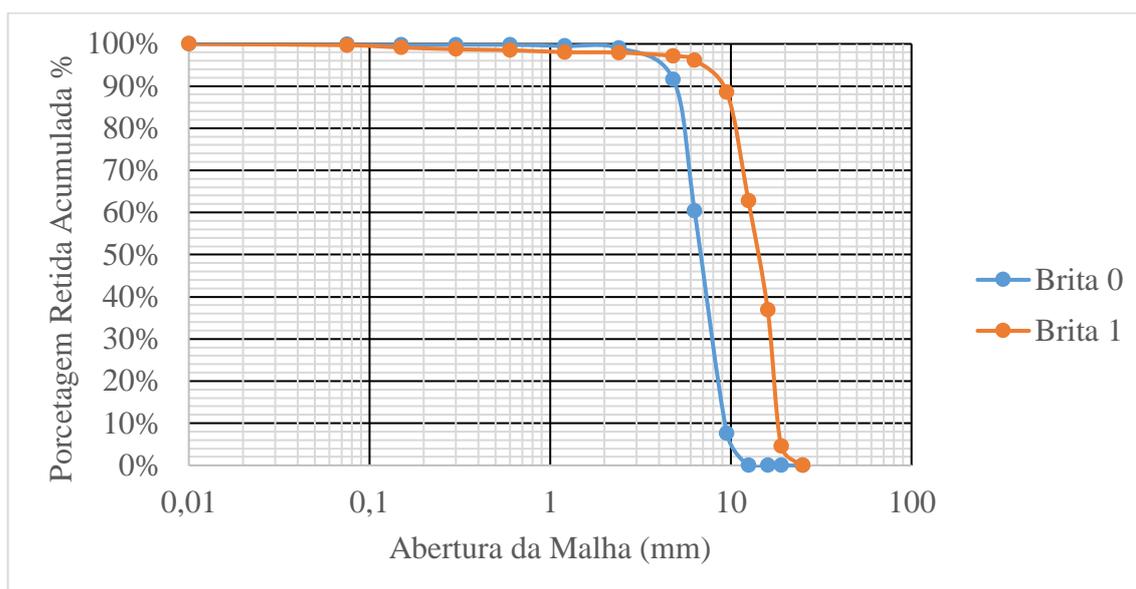


Fonte: Autor

### 3.1.3 AGREGADO GRAÚDO

Foi utilizado como agregado graúdo, brita granítica em duas dimensões diferentes compradas em depósito de materiais de construção do mercado de João Pessoa pelas denominações brita zero (com dimensão característica de 9,5 mm) e brita um (com dimensão característica de 19 mm). A *Figura 29* mostra as curvas granulométricas das britas utilizadas.

Figura 29 – Curvas granulométrica das britas



Fonte: Autor

### 3.1.4 ADIÇÕES MINERAIS

O concreto autoadensável necessita de um alto teor de finos para garantir uma coesão suficiente para combater a segregação. Kurdowski (2014) diz que a principal motivação da adição de fíler é devido às suas propriedades físicas e finura, resultando em uma melhor trabalhabilidade, aumentando a compacidade, diminuindo a permeabilidade e reduzindo a formação de microfissuras. O material foi cedido pela Dolomil Industrial da cidade de Campina Grande.

### **3.1.5 ADITIVO SUPERPLASTIFICANTE**

Foi utilizado o aditivo ADVA™ CAST 525 fornecido pela Grace Brasil LTDA. Trata-se de um aditivo superplastificante baseado em carboxilatos e com aspecto líquido, que não contém cloretos e apresenta um *pH* entre 3,00 e 5,50 e massa específica de  $1,06 \text{ g/cm}^3$ .

### **3.1.6 ÁGUA**

Foi utilizada água proveniente da rede de abastecimento da cidade de João Pessoa.

## **3.2 MÉTODOS**

Primeiramente foi feita uma revisão da literatura com o intuito de elucidar os conceitos sobre o planejamento de experimentos com misturas, assim como a familiarização com alguns dos principais métodos de dosagem de CAA e suas particularidades e aplicabilidades.

Em seguida, foi estudada uma maneira de associar um método de dosagem de CAA ao PEM, com o objetivo de desenvolver um mapeamento, em uma região simplex, das características que confirmam autoadensabilidade ao concreto tendo as proporções dos materiais constituintes como variáveis. O método de dosagem desenvolvido neste trabalho baseia-se principalmente na dosagem apresentado por Gomes *et al.* (2003).

Após isso, foram realizados os ensaios na pasta e no esqueleto granular, que foram analisados estatisticamente e escolhidas as proporções ótimas. Em seguida, o concreto foi executado e testado quanto aos critérios de autoadensabilidade.

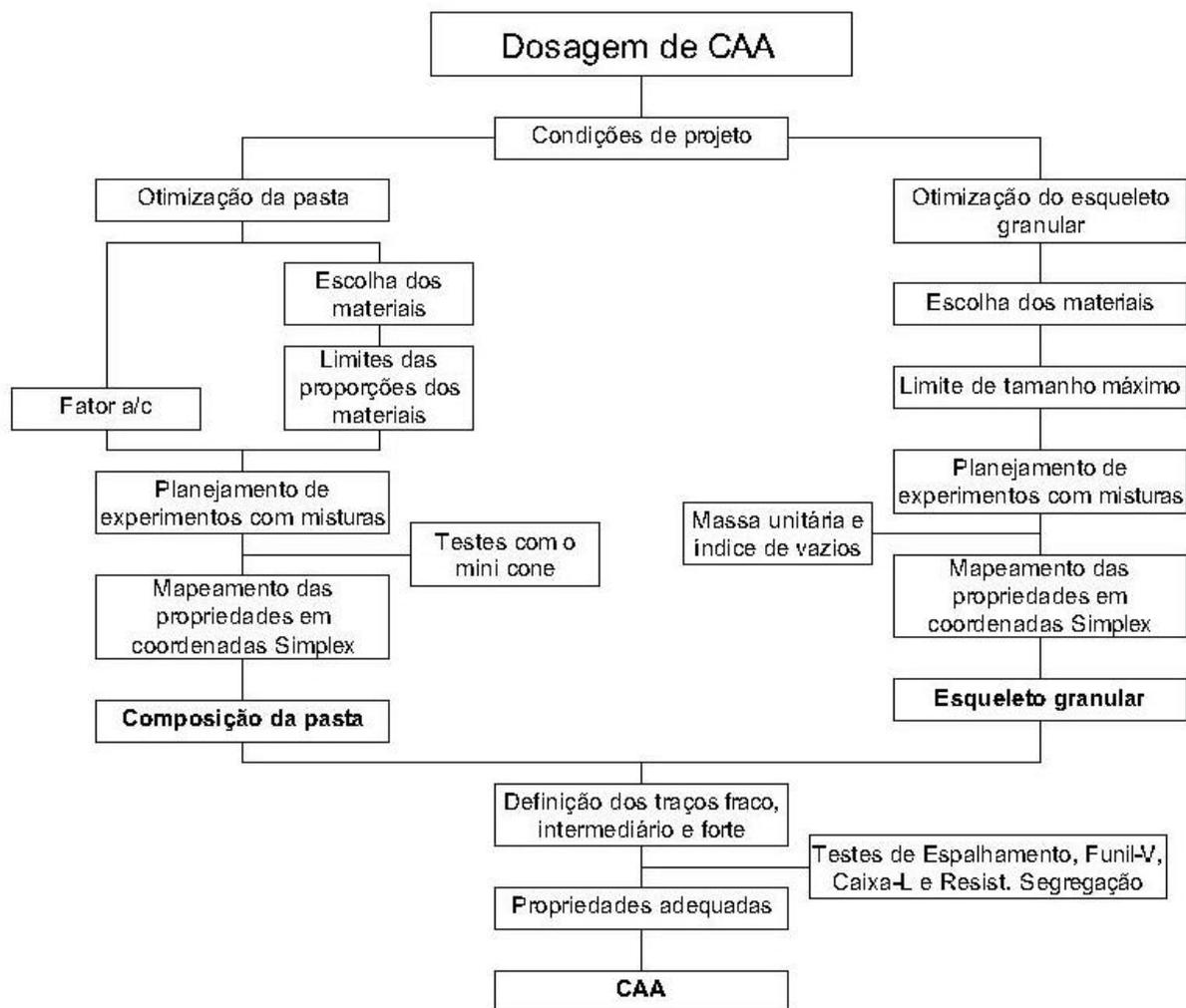
Por último, os resultados foram analisados, tecidos comentários e apresentadas as conclusões a respeito do trabalho.

## **3.3 DOSAGEM DE CAA**

A dosagem proposta por este trabalho supõe a otimização da composição da pasta e do esqueleto granular separadamente, tal como o método de Gomes *et al.* (2003) atribuindo o comportamento do fluxo do concreto às propriedades de viscosidade e fluidez da pasta. Tais composições são obtidas através da utilização da ferramenta de planejamento de experimentos de misturas. As variáveis que definem as suas características são: a massa unitária, para a

determinação do esqueleto granular; e o  $T_{115}$  e espalhamento final (*Flow*) no mini cone, para a determinação da pasta. Em seguida, são propostos concretos em três diferentes traços (fraco, intermediário e forte) variando a relação entre a pasta e os agregados, onde o traço forte representa a composição com maior quantidade de pasta e o fraco a menor. Os concretos devem ser produzidos e ensaiados quanto aos critérios de autoadensabilidade para avaliar quais deles apresentam às características mínimas para ser considerado um CAA. A *Figura 30* apresenta um resumo dos passos sugeridos por tal proposta de método dosagem.

Figura 30 – Esboço do método de dosagem proposto



Fonte: Autor

### 3.4 PLANEJAMENTO DE EXPERIMENTOS DE MISTURA

Scheffé (1958) definiu experimentos com misturas como sendo aqueles onde a resposta depende apenas das proporções entre os seus componentes e não da quantidade em si. Portanto, um CAA pode ser entendido como uma mistura e assim ter suas propriedades estudadas pela teoria dos experimentos de misturas. A seguir serão apresentadas as considerações feitas neste trabalho quanto ao planejamento experimental utilizado.

#### 3.4.1 PEM PARA DETERMINAÇÃO DA PASTA

A pasta idealizada neste trabalho é uma composição formada por cimento, fíler, superplastificante e água, podendo ser representada por uma mistura de quatro componentes, entretanto a influência da relação  $a/c$  nas propriedades mecânicas e de durabilidade do concreto é demasiada importante. Além disso, a entrada da água como uma variável no planejamento experimental traria muitas dificuldades, uma vez que cada alteração na proporção da água ou do cimento acarretaria automaticamente em mudanças na relação  $a/c$ . Como este trabalho tem foco nas propriedades do concreto em seu estado fresco, optou-se por prefixar um valor de  $a/c$ . Com esse artifício, a água passou a não entrar mais como uma variável do planejamento de misturas, ficando atrelada à quantidade de cimento na composição da pasta. Portanto, o planejamento experimental ficou representado pela mistura de cimento, fíler e SP enquanto que a quantidade de água necessária para a obtenção da pasta foi o equivalente para que a relação  $a/c$  corresponda sempre a 0,4, valor utilizado também por Gomes *et al.* (2003).

Conforme foi visto na seção 2.6.4 deste trabalho, a imposição de limites na variação das proporções dos componentes vai ao encontro da otimização dos resultados que se desejam obter com o planejamento experimental. Dessa forma se faz necessário a definição de limites inferiores e superiores de tais proporções, fazendo com que o produto obtido com a mistura apresente resultados palpáveis no que diz respeito às variáveis de entrada do planejamento. A definição de tais limites foi feita por consulta bibliográfica, recomendação de fornecedores e também por ensaios em misturas de teste. As faixas de variações das proporções do SP e do fíler estão respectivamente descritas nas *Equações 106 e 107*.

$$0,005 \leq x_{SP} \leq 0,015 \quad [\text{Eq. 106}]$$

$$0,25 \leq x_F \leq 0,35 \quad [\text{Eq. 107}]$$

Onde:

$x_{SP}$ : Proporção, em massa, de SP na mistura de cimento, fíler e SP.

$x_F$ : Proporção, em massa, de fíler na mistura de cimento, fíler e SP.

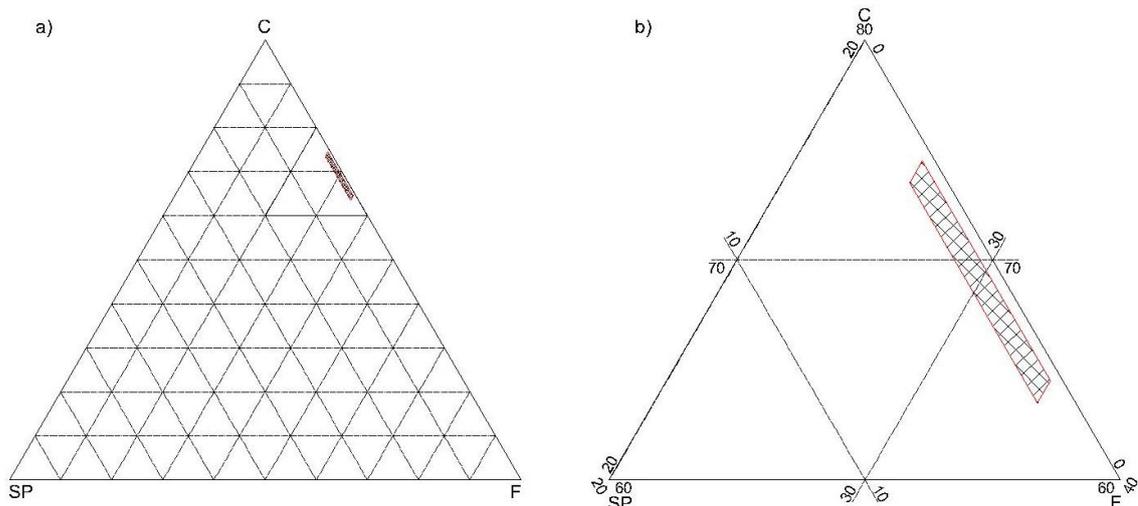
Pode-se perceber então que as limitações impostas nas proporções do SP e fíler geram automaticamente uma limitação na proporção do cimento. O limite inferior da proporção deste ocorre quando as proporções de SP e fíler são seus respectivos limites superiores enquanto que o seu limite superior ocorre quando as proporções de SP e fíler são seus respectivos limites inferiores. Dessa forma, a faixa de variação da proporção do cimento também pode ser determinada e está expressa na *Equação 108*. A sub-região do simplex formada pelas restrições pode ser vista na *Figura 31*.

$$\begin{aligned} 1 - (0,015 + 0,35) &\leq x_c \leq 1 - (0,005 + 0,25) \\ 0,635 &\leq x_c \leq 0,745 \end{aligned} \quad [\text{Eq. 108}]$$

Onde:

$x_C$ : Proporção, em massa, de cimento na mistura de cimento, fíler e superplastificante.

Figura 31 – Simplex da pasta com restrições



a) Região simplex completa; b) Detalhe das regiões restrita pela imposição dos limites.

Fonte: Autor

Cornell (2002; 2011) sugere a utilização de pseudocomponentes quando são impostas restrições inferiores e superiores em alguns ou em todos os componentes de uma mistura. Porém para este caso em particular onde  $R_L = R_U$  (*Equação 109* e *Equação 110*) ele afirma que a

região experimental não se trata de um simplex e sugere a utilização de planejamentos alternativos que levem em consideração pontos de interesse da sub-região propriamente dita.

$$R_L = 1 - \sum_{i=1}^q L_i = 1 - (0,005 + 0,25 + 0,635) = 0,11 \quad [\text{Eq. 109}]$$

$$R_U = \sum_{i=1}^q U_i - 1 = (0,015 + 0,35 + 0,745) - 1 = 0,11 \quad [\text{Eq. 110}]$$

Uma complicação particular dessa mistura é que a variação da proporção de um dos componentes está em uma ordem bem menor do que a dos demais (SP), gerando uma sub-região altamente restrita. Segundo Khuri (2005), esse fato pode gerar colinearidade (quase dependência linear) entre os termos do modelo que levam em conta tal proporção como variável. Cornell (2011) sugere a utilização de modelos com variáveis de folga para a análise. Porém, foi desenvolvido, no decorrer deste trabalho, um procedimento diferenciado que permitiu contornar esses problemas sem a necessidade de apresentação de conhecimentos mais complexos. Tal procedimento foi chamado de Método do Pseudossimplex Duplo e será apresentado na seção seguinte.

### 3.4.1.1 MÉTODO DO PSEUDOSSIMPLEX DUPLO (PSD)

O objetivo do método é facilitar a utilização de pseudocomponentes para os casos onde a região factível da mistura não é considerada um simplex ( $R_L = R_U$ ), diminuir os riscos de colinearidade no estudo de misturas de três componentes onde algum deles apresenta uma amplitude de variação de proporção em ordem muito menor do que a dos demais, além de melhorar a representação gráfica da propriedade estudada.

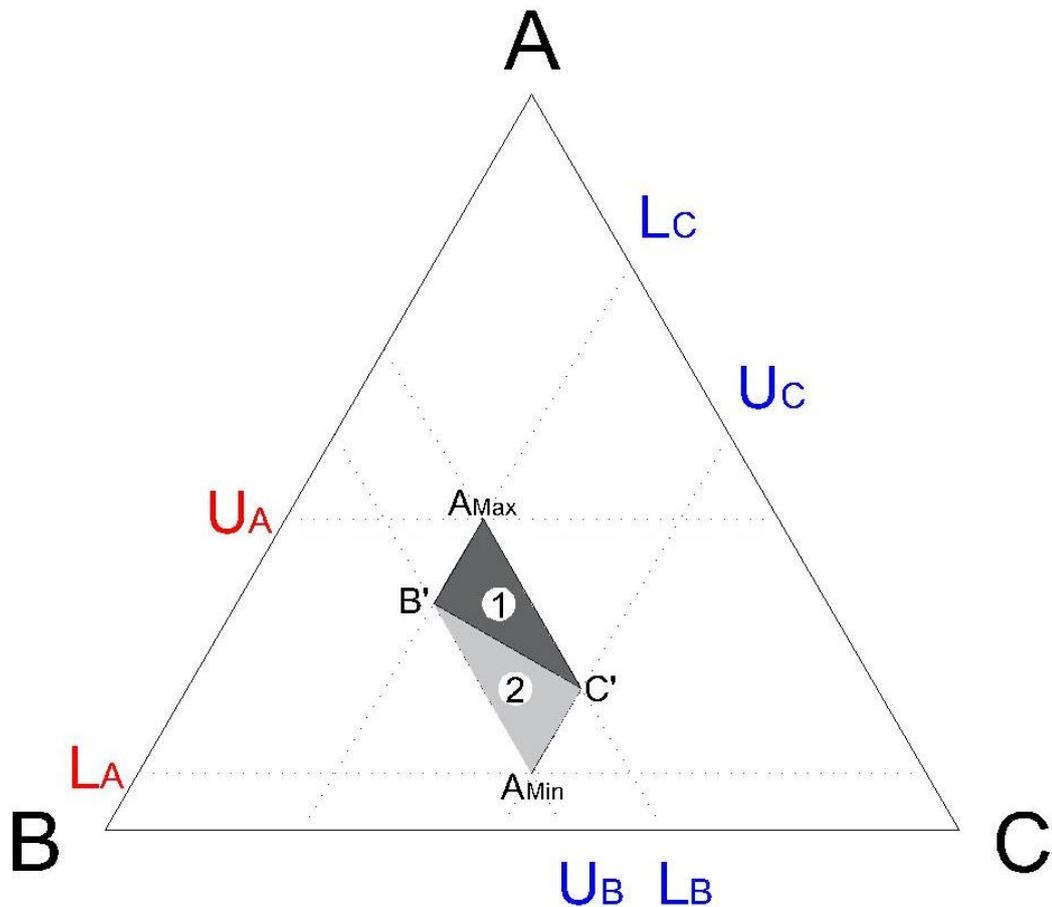
Supondo que a otimização das propriedades de um certo material se dê pela substituição de porcentagem deste por outros dois materiais distintos. Tem-se, então, uma mistura de três componentes, onde um deles é a base e os outros dois são os substitutos. Dessa forma, a resposta da mistura é estudada efetivamente pela alteração da proporção dos dois ingredientes substitutos enquanto que o ingrediente base fica condicionado ao valor restante para se completar 100%.

Restrições podem ser aplicadas nas proporções dos componentes substitutos gerando faixas de variação consideradas viáveis para o estudo da substância final.

O método PSD pode ser aplicado a esse tipo de mistura, onde são aplicadas restrições superiores ou inferiores e superiores nos componentes substitutos e haja, no máximo, uma única mistura binária possível entre eles no intervalo gerado, isto é, a proporção do componente base só pode ser zero em, no máximo, um ponto da sub-região do simplex. Quando isso ocorre, tal sub-região tem a forma de um paralelogramo.

A premissa é que, com base nas restrições estabelecidas para as proporções dos componentes, sejam criados quatro pseudocomponentes de composições iguais às que representam os vértices da região factível para a mistura (paralelogramo). A *Figura 32* representa o simplex de uma mistura que servirá de exemplo para a explicação do método, onde o elemento de base está representado pela letra *A* e os substitutos estão representados pelas letras *B* e *C*. As composições dos quatro pseudocomponentes estão descritas, em termos dos limites de restrição, nas *Equações 111, 112, 113 e 114*.

Figura 32 – Simplex para misturas de três componentes com restrições



Fonte: Autor

$$B' = (U_B)\% \cdot B + (L_C)\% \cdot C + (1 - U_B - L_C)\% \cdot A \quad [\text{Eq. 111}]$$

$$C' = (L_B)\% \cdot B + (U_C)\% \cdot C + (1 - L_B - U_C)\% \cdot A \quad [\text{Eq. 112}]$$

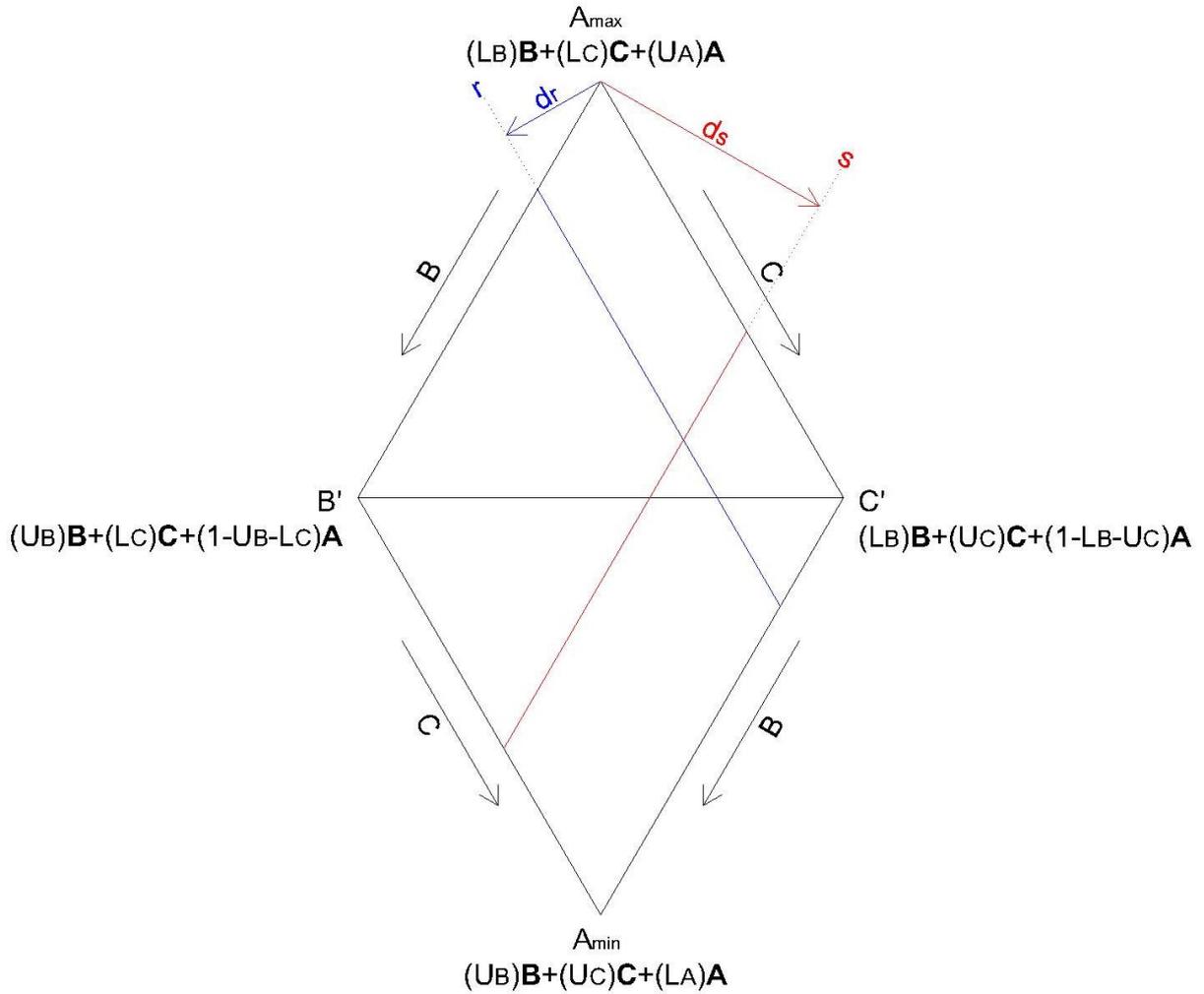
$$A_{Max} = (L_B)\% \cdot B + (L_C)\% \cdot C + (U_A)\% \cdot A \quad [\text{Eq. 113}]$$

$$A_{Min} = (U_B)\% \cdot B + (U_C)\% \cdot C + (L_A)\% \cdot A \quad [\text{Eq. 114}]$$

Pode ser observado que o paralelogramo é formado por dois triângulos ( $A_{Max}B'C'$  e  $A_{Min}B'C'$ ) ligados pelo vértice  $B'C'$ . Da mesma forma, o simplex da mistura formada pelos pseudocomponentes  $A_{Max}$ ,  $B'$  e  $C'$  e o da formada por  $A_{Min}$ ,  $B'$  e  $C'$  podem ser unidos através do vértice  $B'C'$ , gerando um losango. Com esse artifício, o estudo de uma mistura complexa, onde os componentes sofreram restrições nas proporções, pode ser realizado através de duas misturas básicas, onde os seus simplex são trabalhados como um todo.

Com isso, a resposta da propriedade estudada passa a ser descrita por duas equações, uma para cada simplex, o que implica que devem ser tomados alguns cuidados quanto a decisão de qual delas é responsável por descrever a resposta para uma determinada composição da mistura original. Tomando como exemplo a mistura apresentada na *Figura 32*, seu PSD está representado pela *Figura 33*, de onde podem ser retiradas algumas observações quanto à composição da mistura.

Figura 33 – Pseudossimplex duplo da mistura entre A, B e C.



Fonte: Autor

Primeiramente, nota-se que qualquer mistura binária entre os pseudocomponentes  $A_{Max}$  e  $C'$ , ou seja, qualquer ponto em cima da aresta do losango que interliga tais vértices, apresenta proporção do componente  $B$  constante e exatamente igual ao seu limite inferior ( $L_B$ ). Já as misturas binárias entre  $A_{Min}$  e  $B'$  terão sempre proporção do componente  $B$  igual ao seu limite superior ( $U_B$ ). Em resumo, a proporção do material  $B$  aumenta desde o seu limite inferior, no lado  $A_{Max}C'$  do PSD, até o seu limite superior no lado  $A_{Min}B'$ . De maneira similar, a proporção do material  $C$  aumenta desde o seu limite inferior no lado  $A_{Max}B'$  até o seu limite superior no lado  $A_{Min}C'$ .

Dessa forma, a proporção do componente  $B$  é constante em qualquer ponto de uma reta  $r$ , interior ao PSD e paralela aos lados  $A_{Max}C'$  e  $A_{Min}B'$ , enquanto que a proporção do componente  $C$  é constante em qualquer ponto de uma reta  $s$ , interior ao PSD e paralela aos lados  $A_{Max}B'$  e  $A_{Min}C'$ . Assim, pode ser definido  $d_r$  como sendo a distância entre  $A_{Min}$  e a reta

$r$  e  $d_s$  a distância entre  $A_{Min}$  e a reta  $s$ . Logo, as *Equações 115 e 116* podem ser utilizadas para relacionar  $d_r$  e  $d_s$ , respectivamente, às proporções dos componentes  $B$  e  $C$  na mistura original.

$$d_r = \frac{x_B - L_B}{U_B - L_B} \quad [\text{Eq. 115}]$$

$$d_s = \frac{x_C - L_C}{U_C - L_C} \quad [\text{Eq. 116}]$$

O valor de  $d_{r,s}$  está compreendido entre zero e um, pois quando  $x_{B,C} = L_{B,C} \rightarrow d_{r,s} = 0$ , já quando  $x_{B,C} = U_{B,C} \rightarrow d_{r,s} = 1$ .

Após as análises estatísticas, as inferências sobre a mistura estudada pelo método PSD podem ser realizadas por duas óticas, são elas:

- i. Deseja-se saber qual a resposta esperada para uma mistura com proporções específicas dos componentes originais;
- ii. Tem-se o PSD plotado, por meio de curvas de nível ou superfície de resposta, e deseja-se obter as proporções dos componentes originais levando-se em conta alguma resposta específica.

Para o primeiro caso, uma vez que a resposta é descrita por duas equações distintas, a seguinte rotina deve ser seguida: a partir dos valores de  $x_B$  e  $x_C$ , são calculados  $d_r$  e  $d_s$  através das *Equações 115 e 116*, somando-os em seguida. Com isso, é possível definir qual equação (do simplex 1 ou a do simplex 2) será usada para prever a resposta de acordo com as condições a seguir:

- a) Se  $R_B + R_C < 1$ , a equação do simplex 1 ( $A_{Max}B'C'$ ) deve ser usada;
- b) Se  $R_B + R_C > 1$ , a equação do simplex 2 ( $A_{Min}B'C'$ ) deve ser usada;
- c) Se  $R_B + R_C = 1$ , pode-se escolher qualquer uma das equações.

Para o segundo caso, o caminho é inverso, pois os valores de  $d_r$  e  $d_s$  podem ser obtidos diretamente do gráfico, portanto as proporções dos componentes originais podem ser obtidas pelas *Equações 117 e 118*.

$$x_B = d_r(U_B - L_B) + L_B \quad [\text{Eq. 117}]$$

$$x_C = d_s(U_C - L_C) + L_C \quad [\text{Eq. 118}]$$

O Método PSD, tendo como pressupostos as recomendações constantes na bibliografia deste trabalho, foi concebido e imaginado pelo autor com o objetivo de facilitar as análises e o entendimento de certas misturas de três componentes, sem a necessidade de conhecimentos mais aprofundados ou manipulações complexas dos modelos estatísticos. É importante, porém, se ter em mente que não se trata de um método absoluto pois não se aplica a qualquer mistura, tendo alguns requisitos que devem ser cumpridos, muito embora ele seja aplicável a uma quantidade considerável de estudos.

### 3.4.1.2 APLICAÇÃO DO MÉTODO PSD AO ESTUDO DA PASTA

O estudo da pasta idealizado neste trabalho cumpre os requisitos para a aplicação do método PSD, uma vez que, para tal mistura, o cimento representa o componente base enquanto que o Fíler e SP representam os substitutos. Além disso, a sub-região formada pelas restrições nas proporções dos componentes tem a forma de paralelogramo, conforme pode ser observado na *Figura 31*. Portanto, aplicando os valores do estudo nas *Equações 111, 112, 113 e 114*, são obtidas as seguintes composições para os pseudocomponentes:

$$SP' = 1,5\% \text{ de } SP + 25\% \text{ de Fíller} + 73,5\% \text{ de Cimento}$$

$$F' = 0,5\% \text{ de } SP + 35\% \text{ de Fíller} + 64,5\% \text{ de Cimento}$$

$$C_{max} = 0,5\% \text{ de } SP + 25\% \text{ de Fíller} + 74,5\% \text{ de Cimento}$$

$$C_{min} = 1,5\% \text{ de } SP + 35\% \text{ de Fíller} + 63,5\% \text{ de Cimento}$$

Cada simplex foi analisado por um planejamento centroide simplex e representado por um modelo cúbico especial. Como foi mostrado anteriormente, tal modelo apresenta sete parâmetros, portanto necessita de pelo menos sete ensaios distintos para determinação de todos os seus coeficientes. Entretanto, uma análise de variância completa, isto é, que leve em consideração as parcelas de falta de ajuste do modelo e do erro puro, exige que o número de ensaios distintos seja superior à quantidade de parâmetros do modelo e que tais ensaios sejam realizados em réplicas. Isto posto, para o estudo de cada simplex, foram realizados dez ensaios distintos, adicionados em duas réplicas para cada. As composições dos pontos considerados para o estudo da pasta em termos de pseudocomponentes e respectivos componentes reais podem ser vistos na *Tabela 10*.

Tabela 10 – Pontos experimentais considerados para o estudo da pasta

Pontos Experimentais	Pseudocomponentes				Componentes Reais			
	Proporção $SP'$	Proporção $F'$	Proporção $C_{max}$	Proporção $C_{min}$	Proporção Cimento	Proporção $SP$	Proporção Fíler	
Simplex 1 ( $SP' + F' + C_{max}$ )	1	100%	0%	0%	0%	73,50%	1,50%	25,00%
	2	0%	100%	0%	0%	64,50%	0,50%	35,00%
	3	0%	0%	100%	0%	74,50%	0,50%	25,00%
	4	50%	50%	0%	0%	69,00%	1,00%	30,00%
	5	50%	0%	50%	0%	74,00%	1,00%	25,00%
	6	0%	50%	50%	0%	69,50%	0,50%	30,00%
	7	33%	33%	33%	0%	70,83%	0,83%	28,33%
	8	50%	25%	25%	0%	71,50%	1,00%	27,50%
	9	25%	50%	25%	0%	69,25%	0,75%	30,00%
	10	25%	25%	50%	0%	71,75%	0,75%	27,50%
Simplex 2 ( $SP' + F' + C_{min}$ )	11	100%	0%	0%	0%	73,50%	1,50%	25,00%
	12	0%	100%	0%	0%	64,50%	0,50%	35,00%
	13	0%	0%	0%	100%	63,50%	1,50%	35,00%
	14	50%	50%	0%	0%	69,00%	1,00%	30,00%
	15	50%	0%	0%	50%	68,50%	1,50%	30,00%
	16	0%	50%	0%	50%	64,00%	1,00%	35,00%
	17	33%	33%	0%	33%	67,17%	1,17%	31,67%
	18	50%	25%	0%	25%	68,75%	1,25%	30,00%
	19	25%	50%	0%	25%	66,50%	1,00%	32,50%
	20	25%	25%	0%	50%	66,25%	1,25%	32,50%

Fonte: Autor

Como pode ser visto, as composições dos pontos 1, 2 e 4 são idênticos às dos pontos 11, 12 e 14 pois representam, respectivamente, os pseudocomponentes  $SP'$  e  $F'$  puros e a mistura  $0,5 \cdot SP' + 0,5 \cdot F'$ , ou seja, todos eles pertencem a aresta que define a mistura binária entre  $SP'$  e  $F'$  que é coincidente aos dois simplex.

Ao todo, foram realizados 51 ensaios no mini cone em 17 proporções distintas dos quais foram retiradas duas respostas: o  $T_{115}$  e o espalhamento ( $Flow$ ). O objetivo do planejamento de misturas foi identificar, através de um modelo estatístico confiável, qual ou quais composições podiam apresentar as características adequadas para a produção de CAA dentro do espaço experimental possível. Levando em consideração as recomendações de Gomes *et al.* (2003) tais características devem ser:  $T_{115} = 2,75 \pm 0,75s$ ; e  $Flow = 180 \pm 10mm$ .

As análises estatísticas foram efetuadas em cada simplex separadamente com o auxílio do software *Statistica* versão 8.0 da *StatSoft. Inc.*®. As respostas foram plotadas em curvas de nível sobre as superfícies de quatro simplex (dois para  $T_{115}$  e dois para  $Flow$ ) que foram unidos, dois a dois, formando o PSD. A composição de uma pasta que atendesse às recomendações de Gomes *et al.* (2003) para ambas as respostas foi selecionada para a produção do concreto.

### 3.4.2 PEM PARA DETERMINAÇÃO DO ESQUELETO GRANULAR

O esqueleto granular, ou a fase sólida, deve ser aquele onde a mistura seca e não compactada entre os agregados (areia, brita zero e brita um) proporcione o menor índice de vazios, ou seja, a mistura que apresente a maior massa unitária (BUI e MONTGOMERY, 1999; GOMES *et al.*, 2002; SEDRAN e DE LARRARD, 1999; SU *et al.*, 2001).

O PEM utilizado para os agregados consistiu em um centroide simplex com um modelo cúbico especial. Foram executados nove ensaios distintos com uma réplica para cada, totalizando 18 ensaios, tendo como resposta a massa unitária seca e não compactada. Ademais, não foram consideradas restrições quanto à proporção dos agregados.

As análises estatísticas foram efetuadas com o auxílio do software *Statistica* versão 8.0 da StatSoft. Inc.® e as respostas foram plotadas em curvas de nível sobre o simplex. A proporção que apresentou maior massa unitária foi escolhida para a execução do concreto. As composições dos pontos experimentais aparecem na *Tabela 11*.

Tabela 11 – Pontos experimentais do estudo do esqueleto granular

<b>Pontos Experimentais</b>	<b>Porcentagem Areia</b>	<b>Porcentagem Brita 0</b>	<b>Porcentagem Brita 1</b>
1	100%	0%	0%
2	0%	100%	0%
3	0%	0%	100%
4	50%	50%	0%
5	50%	0%	50%
6	0%	50%	50%
7	33%	33%	33%
8	50%	25%	25%
9	25%	25%	50%

Fonte: Autor

### 3.4.3 PRODUÇÃO DO CONCRETO

Para a produção do concreto, são utilizados a pasta e o esqueleto granular otimizados nas etapas anteriores, pois agregados com menos vazios entre as suas partículas necessitam de menor quantidade de pasta para preenchimento e lubrificação. A proporção de pasta deve ser suficiente para garantir a autoadensabilidade, uma vez que detêm a responsabilidade de governar as características de fluxo deste concreto.

Foram produzidos três traços de concreto em massa (pasta: esqueleto granular): 1:2 (Forte); 1:3 (Intermediário); 1:4 (Fraco). Foram realizados os ensaios de espalhamento, *Funil-V*, *Caixa-L* e GTM, onde os quesitos de autoadensabilidade foram avaliados e classificados de acordo com as recomendações da ABNT NBR 15823 (2010) e EPG (2005).

## 4. RESULTADOS E DISCUSSÕES

### 4.1 RESULTADOS DA PASTA

O estudo da pasta foi realizado por um planejamento de experimentos de mistura através do método do pseudo-simplex duplo (PSD), concebido neste trabalho. A obtenção de dados foi feita através de ensaios no mini cone, de onde foram retiradas duas respostas: o tempo para que a pasta atinja um diâmetro de 115 mm ( $T_{115}$ ) e o espalhamento final ( $Flow$ ). Conforme sugere o método PSD, cada uma delas é dividida em duas regiões, que são analisadas separadamente, gerando um total de quatro superfícies de resposta, duas para cada. Ao final, tais superfícies foram unidas, duas a duas, completando a região experimental.

Os resultados dos ensaios do mini cone são mostrados na *Tabela 12*, onde as composições destes pontos foram mostradas na *Tabela 10* da metodologia deste trabalho.

Tabela 12 – Respostas observadas para os pontos experimentais da *Tabela 10*

Pontos Experimentais	$T_{115}$			Flow			
	1	2	3	1	2	3	
Simplex 1 ( $SP' + F' + C \max$ )	1	0,60 s	0,53 s	0,57 s	21,00 cm	22,63 cm	22,53 cm
	2	4,00 s	4,20 s	4,50 s	14,10 cm	13,85 cm	13,50 cm
	3	1,30 s	1,50 s	1,50 s	17,43 cm	16,98 cm	16,60 cm
	4	1,16 s	1,24 s	1,20 s	20,80 cm	21,23 cm	21,13 cm
	5	0,64 s	0,68 s	0,67 s	20,68 cm	20,68 cm	21,10 cm
	6	1,50 s	1,47 s	1,46 s	17,48 cm	16,85 cm	16,18 cm
	7	1,03 s	1,00 s	0,97 s	20,80 cm	20,43 cm	20,63 cm
	8	1,00 s	0,94 s	0,90 s	21,45 cm	21,65 cm	21,50 cm
	9	1,37 s	1,33 s	1,23 s	20,80 cm	20,23 cm	20,78 cm
	10	1,04 s	0,93 s	0,94 s	21,28 cm	21,43 cm	21,18 cm
Simplex 2 ( $SP' + F' + C \min$ )	11	0,60 s	0,53 s	0,57 s	21,00 cm	22,63 cm	22,53 cm
	12	4,00 s	4,20 s	4,50 s	14,10 cm	13,85 cm	13,50 cm
	13	1,13 s	1,03 s	1,00 s	20,80 cm	21,05 cm	21,38 cm
	14	1,16 s	1,24 s	1,20 s	20,80 cm	21,23 cm	21,13 cm
	15	0,90 s	0,93 s	0,83 s	21,70 cm	22,33 cm	22,13 cm
	16	1,37 s	1,33 s	1,29 s	20,60 cm	20,83 cm	20,60 cm
	17	1,06 s	1,00 s	1,06 s	21,58 cm	21,80 cm	21,45 cm
	18	0,87 s	0,94 s	0,87 s	20,88 cm	21,23 cm	21,50 cm
	19	1,20 s	1,13 s	1,20 s	20,95 cm	20,75 cm	20,88 cm
	20	1,60 s	1,47 s	1,40 s	20,55 cm	20,75 cm	20,88 cm

Fonte: Autor

#### 4.1.1 RESULTADOS $T_{115}$

A primeira etapa da análise estatística foi a definição dos coeficientes do modelo. Ajustando os resultados dos ensaios ao modelo cúbico especial, com sete termos, foi observado o seguinte:

- Para a mistura 1 ( $SP' + F' + C_{max}$ ), nenhum coeficiente apresentou evidências de não significância estatística, uma vez que os seus intervalos, para 95% de confiança, não contêm o valor zero. A *Tabela 13* mostra o sumário dos coeficientes do modelo e seus respectivos intervalos de confiança;
- Para a mistura dois ( $SP' + F' + C_{min}$ ), tanto o coeficiente que considera a interação binária entre  $SP'$  e  $C_{min}$  quanto o que considera a interação ternária apresentaram evidências de não significância para o nível de confiança de 95%, portanto eles podem ser ignorados. A *Tabela 14* mostra o sumário dos coeficientes do modelo e seus respectivos intervalos de confiança já desconsiderados os que não foram significativos.

Tabela 13 – Coeficientes do modelo de sete termos da mistura 1 para  $T_{115}$

Resposta $T_{115}$	Coefficiente	Erro padrão	t (23)	p	int. confi. -95%	int. conf. +95%
(A) $SP'$	0,5844	0,0669	8,7414	0,0000	0,4461	0,7227
(B) $F'$	4,2165	0,0669	63,0669	0,0000	4,0782	4,3548
(C) $C_{max}$	1,4332	0,0669	21,4369	0,0000	1,2949	1,5715
AB	-4,7944	0,3266	-14,6775	0,0000	-5,4701	-4,1187
AC	-1,2408	0,3266	-3,7985	0,0009	-1,9165	-0,5650
BC	-5,5283	0,3266	-16,9243	0,0000	-6,2040	-4,8526
ABC	6,1836	1,8439	3,3536	0,0028	2,3693	9,9980

Fonte: Autor

Tabela 14 – Coeficientes do modelo de cinco termos da mistura 2 para  $T_{115}$

Resposta $T_{115}$	Coefficiente	Erro padrão	t (25)	p	int. confi. -95%	int. conf. +95%
(A) $SP'$	0,6446	0,1265	5,0948	0,0000	0,3840	0,9052
(B) $F'$	4,1500	0,1393	29,7876	0,0000	3,8631	4,4369
(C) $C_{min}$	1,1896	0,1265	9,4024	0,0000	0,9291	1,4502
AB	-4,4595	0,6049	-7,3728	0,0000	-5,7053	-3,2138
BC	-4,5627	0,6049	-7,5434	0,0000	-5,8085	-3,3170

Fonte: Autor

A adequação de um modelo de regressão parte da consideração de alguns pressupostos, principalmente relacionado aos erros. Para que a estimativa dos parâmetros de um modelo possa ser feita, se faz necessário assumir que estes são variáveis aleatórias com média zero, variância constante e que seguem uma distribuição normal (MONTGOMERY e RUNGER, 2013). Com base nisso, a adequação de um modelo pode ser verificada através de uma análise de variância sintetizada com a construção da tabela ANOVA representada na *Tabela 15*.

Tabela 15 – Construção da tabela ANOVA

Fonte de variação	Soma quadrática	Graus de liberdade (v)	Média quadrática	F <sub>Calculado</sub>
Regressão	$SQ_R = \sum_i^m \sum_j^{n_i} (\hat{y}_i - \bar{y})^2$	$p - 1$	$MQ_R = \frac{SQ_R}{p - 1}$	$\frac{MQ_R}{MQ_r}$
Resíduos	$SQ_r = \sum_i^m \sum_j^{n_i} (y_{ij} - \hat{y}_i)^2$	$n - p$	$MQ_r = \frac{SQ_r}{n - p}$	
Falta de Ajuste	$SQ_{faj} = \sum_i^m \sum_j^{n_i} (\hat{y}_i - \bar{y}_i)^2$	$m - p$	$MQ_{faj} = \frac{SQ_{faj}}{m - p}$	$\frac{MQ_{faj}}{MQ_{ep}}$
Erro puro	$SQ_{ep} = \sum_i^m \sum_j^{n_i} (y_{ij} - \bar{y}_i)^2$	$n - m$	$MQ_{ep} = \frac{SQ_{ep}}{n - m}$	
Total	$SQ_T = \sum_i^m \sum_j^{n_i} (y_{ij} - \bar{y})^2$	$n - 1$	$MQ_T = \frac{SQ_T}{n - 1}$	
% de variação explicada (R <sup>2</sup> ): $\frac{SQ_R}{SQ_T}$		$R^2_{ajustado}: 1 - \frac{(n - 1)}{(n - p)} \cdot (1 - R^2)$		
% máxima de variação explicável: $\frac{SQ_T - SQ_{ep}}{SQ_T}$				

$n_i$ : número de repetições no nível  $i$ ;  $n = \sum n_i$ : número total de observações;  $m$ : número de níveis distintos (ensaios distintos);  $p$ : número de parâmetros do modelo.

Fonte: Adaptado de Barros Neto *et al.* (2010)

O teste  $F$  pode ser utilizado para testar a hipótese nula, de que o modelo não consegue relacionar as proporções dos ingredientes à resposta do ensaio, através da comparação do valor de  $F_{Calculado}$  com o valor tabelado de  $F_{v_R, v_r}$  no nível de confiança desejado. Se  $F_{Calculado} > F_{v_R, v_r}$ , tal hipótese nula pode ser descartada. Da mesma forma, deve ser realizado o teste  $F$  para verificar a falta de ajuste.

No tocante do caso em questão, apesar dos modelos apresentarem alto coeficiente de determinação (da ordem de 0,99 e 0,95 respectivamente para a mistura 1 e 2) e indicarem regressões significativas ( $F_{Calculado}$  é muito superior ao valor de  $F_{Tabelado}$  para o nível de confiança desejado em ambos os casos), a análise de variância mostrou, também pelo teste  $F$ , que a falta de ajuste é significativa em ambos. Isso indica que devem ser considerados modelos com mais termos para melhorar a representação da propriedade estudada. A *Tabela 16* e a *Tabela 17* sintetizam a análise de variância (ANOVA) da mistura 1 e 2, respectivamente.

Tabela 16 – ANOVA do modelo de sete termos da mistura 1 para  $T_{115}$

Fonte de variação	Soma quadrática	Graus de liberdade (v)	Média quadrática	$F_{Calculado}$	$F_{Tabelado}$ (95%)
Regressão	29,4731	6	4,9122	362,73	2,53
Resíduos	0,3115	23	0,0135		
Falta de Ajuste	0,1261	3	0,0420	4,53	3,10
Erro puro	0,1854	20	0,0093		
Total	29,7846	29	1,0271		
% de variação explicada ( $R^2$ ):			0,9895	$R^2_{ajustado}$	0,9868
% máxima de variação explicável:			0,9938		

Fonte: Autor

Tabela 17 – ANOVA do modelo de cinco termos da mistura 2 para  $T_{115}$

Fonte de variação	Soma quadrática	Graus de liberdade (v)	Média quadrática	$F_{Calculado}$	$F_{Tabelado}$ (95%)
Regressão	27,4674	4	6,8668	115,03	2,76
Resíduos	1,4924	25	0,0597		
Falta de Ajuste	1,3128	5	0,2626	29,24	2,71
Erro puro	0,1796	20	0,0090		
Total	28,9598	29	0,9986		
% de variação explicada ( $R^2$ ):			0,9485	$R^2_{ajustado}$ :	0,9402
% máxima de variação explicável:			0,9938		

Fonte: Autor

Não foram considerados modelos cúbicos completos, pois este apresenta dez parâmetros, mesmo número de ensaios realizados em níveis distintos, o que impossibilitaria a análise de variância, uma vez que esta exige que se tenham mais ensaios distintos do que parâmetros do modelo. Portanto, partindo de modelos com nove termos e ignorando os coeficientes não significativos, a mistura 1 passou a ser representada por um modelo com oito

termos enquanto que a dois passou para um de sete. A *Tabela 18* e a *Tabela 19* mostram, respectivamente, o sumário dos coeficientes da mistura 1 e 2.

Tabela 18 – Coeficientes do modelo de oito termos da mistura 1 para  $T_{115}$

Resposta $T_{115}$	Coefficiente	Erro padrão	t (22)	p	int. confi. -95%	int. conf. +95%
(A) SP'	0,5671	0,0533	10,6499	0,0000	0,4567	0,6776
(B) F'	4,2338	0,0533	79,5041	0,0000	4,1234	4,3442
(C) Cmax	1,4332	0,0531	27,0119	0,0000	1,3232	1,5433
AB	-4,7944	0,2592	-18,4946	0,0000	-5,3320	-4,2568
AC	-1,3445	0,2607	-5,1582	0,0000	-1,8851	-0,8040
BC	-5,4245	0,2607	-20,8109	0,0000	-5,9651	-4,8840
ABC	6,1836	1,4633	4,2257	0,0003	3,1489	9,2184
AB(A-B)	4,7733	1,2527	3,8103	0,0010	2,1753	7,3713

Fonte: Autor

Tabela 19 – Coeficientes do modelo de sete termos da mistura 2 para  $T_{115}$

Resposta $T_{115}$	Coefficiente	Erro padrão	t (23)	p	int. confi. -95%	int. conf. +95%
(A) SP'	0,5843	0,053816	10,8571	0,00000	0,473	0,69562
(B) F'	4,2384	0,059436	71,3105	0,00000	4,1155	4,36138
(C) Cmin	1,083	0,054293	19,9479	0,00000	0,9707	1,19534
AB	-4,8606	0,28703	-16,9341	0,00000	-5,4544	-4,26682
BC	-5,2415	0,284869	-18,3996	0,00000	-5,8308	-4,65218
ABC	7,5624	1,444929	5,2337	0,00003	4,5733	10,55144
AC(A-C)	-12,7743	1,390549	-9,1865	0,00000	-15,6509	-9,89774

Fonte: Autor

A análise de variância para os novos modelos, por meio do teste  $F$ , mostrou valores altamente significativos quanto à regressão indicando que há evidências estatísticas suficientes para acreditar na existência de uma relação entre a resposta ( $T_{115}$ ) e as proporções dos pseudocomponentes. Ademais, a falta de ajuste não foi significativa em nenhuma das misturas, portanto os novos modelos podem ser considerados adequados. As *Tabela 20* e *21* representam a ANOVA dos novos modelões considerados para as misturas 1 e 2, respectivamente.

Tabela 20 – ANOVA do modelo de oito termos da mistura 1 para  $T_{115}$ 

Fonte de variação	Soma quadrática	Graus de liberdade (v)	Média quadrática	$F_{\text{Calculado}}$	$F_{\text{Tabelado (95%)}}$
Regressão	29,5970	7	4,2281	495,74	2,46
Resíduos	0,1876	22	0,0085		
Falta de Ajuste	0,0022	2	0,0011	0,12	3,49
Erro puro	0,1854	20	0,0093		
Total	29,7846	29	1,0271		
% de variação explicada ( $R^2$ ):			0,9937	$R^2_{\text{ajustado}}$	0,9917
% máxima de variação explicável:			0,9938		

Fonte: Autor

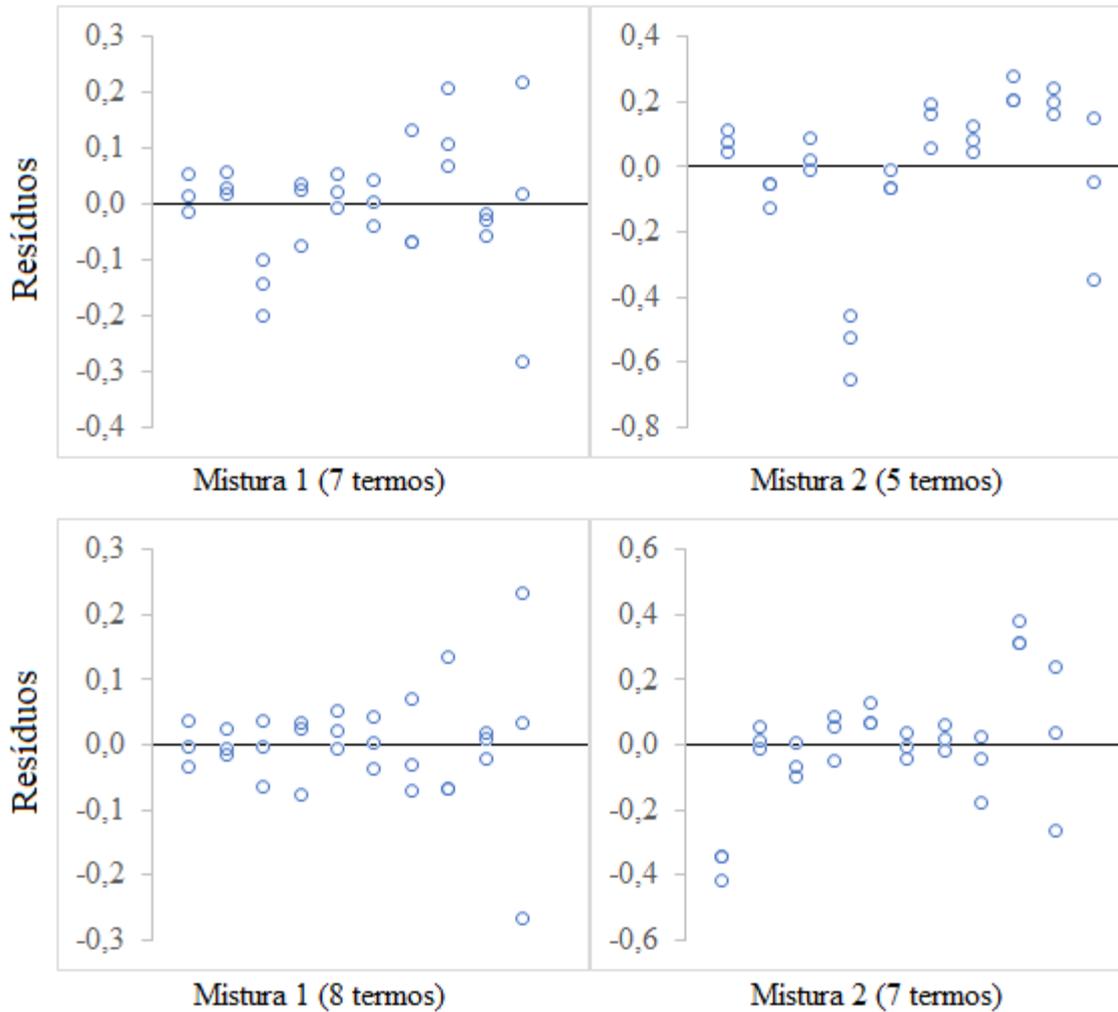
Tabela 21 – ANOVA do modelo de sete termos da mistura 2 para  $T_{115}$ 

Fonte de variação	Soma quadrática	Graus de liberdade (v)	Média quadrática	$F_{\text{Calculado}}$	$F_{\text{Tabelado (95%)}}$
Regressão	28,7155	6	4,7859	450,45	2,53
Resíduos	0,2444	23	0,0106		
Falta de Ajuste	0,0648	3	0,0216	2,40	3,10
Erro puro	0,1796	20	0,0090		
Total	28,9598	29	0,9986		
% de variação explicada ( $R^2$ ):			0,9916	$R^2_{\text{ajustado}}$	0,9894
% máxima de variação explicável:			0,9938		

Fonte: Autor

Montgomery e Runger (2014) afirmam que é interessante fazer uma análise gráfica dos resíduos com o objetivo de verificar, através do padrão de distribuição, a ocorrência de alguma incoerência. Tal análise pode ser feita da seguinte maneira: no eixo das abcissas é colocada a contagem, em ordem crescente, das respostas previstas nos níveis observados, enquanto que no eixo das ordenadas são plotados os resíduos correspondentes àquele nível ( $e_i = y_i - \hat{y}_i$ ). A *Figura 34* mostra o padrão dos resíduos de ambos os modelos considerados para cada mistura. Para as duas misturas, pode ser observado claramente uma distribuição mais homogênea em torno do valor zero quando se passa para o modelo com mais termos.

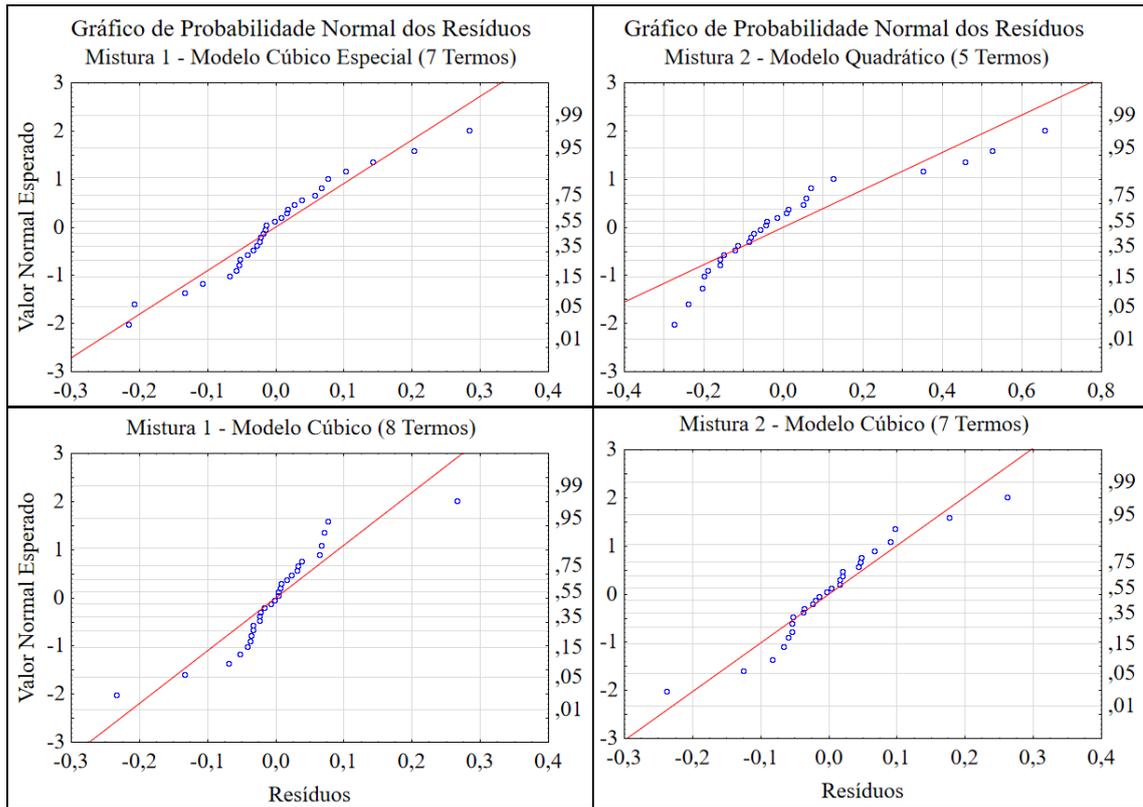
Figura 34 – Análise de padrão de resíduos dos modelos para  $T_{115}$



Fonte: Autor

Uma forma de observar a normalidade dos resíduos é através do gráfico de probabilidade normal dos resíduos. Segundo Montgomery e Runger (2013), se os erros seguem uma distribuição normal, aproximadamente 95% dos resíduos padronizados  $\left(d_i = \frac{e_i}{\sqrt{\hat{\sigma}^2}}\right)$  estarão contidos no intervalo de  $(-2, +2)$ . A *Figura 35* mostra o gráfico de probabilidade normal dos resíduos dos modelos considerados. Surpreendentemente, quando a mistura 1 passou a ser representada pelo modelo com mais termos, a normalidade dos resíduos foi levemente afetada, porém esse fato não foi considerado como relevante para a representatividade do modelo. O contrário ocorreu para a mistura 2, onde houve um claro incremento na normalidade dos resíduos quando passou para um modelo com mais termos.

Figura 35 – Probabilidade normal dos resíduos dos modelos para T<sub>115</sub>



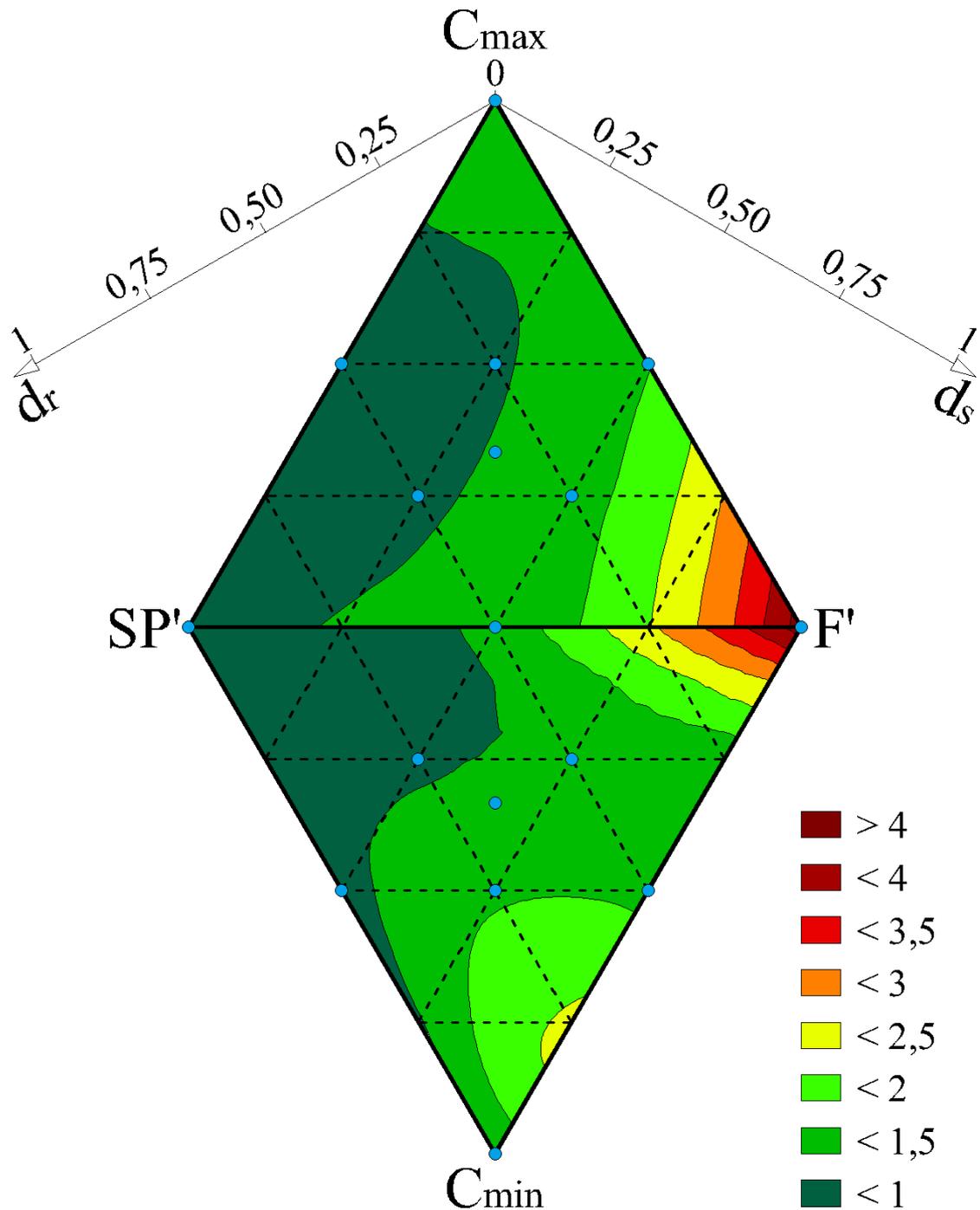
Fonte: Autor

Com os modelos definidos (*Equação 119* para a mistura 1 e *Equação 120* para a mistura 2), as superfícies de resposta puderam ser geradas e unidas através da aresta  $SP'F'$  formando, enfim, o PSD que representa a propriedade  $T_{115}$  (*Figura 36*). Lembrando que  $d_r$  e  $d_s$  são, respectivamente, as distâncias do ponto  $C_{max}$  às retas auxiliares  $r$  e  $s$ , utilizadas para definição de um ponto específico no PSD. Dessa forma, quando  $d_r = 0$ , a proporção de SP ( $x_{SP}$ ) na mistura é  $L_{SP} = 0,005$ , enquanto que quando  $d_r = 1$ ,  $x_{SP} = U_{SP} = 0,015$ . Já quando  $d_s = 0$ , a proporção de fíller ( $x_F$ ) na mistura é  $L_F = 0,25$ , enquanto que quando  $d_s = 1$ ,  $x_F = U_F = 0,35$ . Portanto, uma variação de 0,1 no valor de  $d_r$  corresponde a uma de 0,001 no valor de  $x_{SP}$ , ao mesmo tempo que uma variação de 0,1 no valor de  $d_s$  corresponde a uma de 0,01 em  $x_F$ .

$$\begin{aligned}
 \hat{T}_{115_1} = & 0,5671 \cdot x_{SP'} + 4,2338 \cdot x_{F'} + 1,4332 \cdot x_{C_{max}} - 4,7944 \cdot x_{SP'} \\
 & \cdot x_{F'} - 1,3445 \cdot x_{SP'} \cdot x_{C_{max}} - 5,4245 \cdot x_{F'} \cdot x_{C_{max}} \\
 & + 6,1836 \cdot x_{SP'} \cdot x_{F'} \cdot x_{C_{max}} + 4,7733 \cdot x_{SP'} \cdot x_{F'} \\
 & \cdot (x_{SP'} - x_{F'})
 \end{aligned}
 \tag{Eq. 119}$$

$$\begin{aligned} \hat{T}_{115_2} = & 0,5843 \cdot x_{SP'} + 4,2384 \cdot x_{F'} + 1,083 \cdot x_{C_{min}} - 4,8606 \cdot x_{SP'} \cdot x_{F'} \\ & - 5,2415 \cdot x_{F'} \cdot x_{C_{min}} + 7,5624 \cdot x_{SP'} \cdot x_{F'} \cdot x_{C_{min}} \\ & - 12,7743 \cdot x_{SP'} \cdot x_{C_{min}} \cdot (x_{SP'} - x_{C_{min}}) \end{aligned} \quad [\text{Eq. 120}]$$

Figura 36 – Superfície de resposta da variável dependente  $T_{115}$



Fonte: Autor

Nota-se que o  $T_{115}$  se relaciona de forma direta com  $d_s$  e inversa com  $d_r$ , e consequentemente apresenta relação direta com  $x_F$  e inversa com  $x_{SP}$ . Esta é uma constatação lógica, pois já era esperado este comportamento, uma vez que o SP é o agente fluidificante, responsável pelo aumento da fluidez, enquanto o fíler é o agente estabilizador, responsável pelo ganho na coesão. Esta mesma relação também pode ser observada em trabalhos como os de Azeredo e Diniz (2013), Gomes *et al.* (2003) e Gettú *et al.* (2002). Sobretudo, a *Figura 36* mostrou que as pastas que apresentarem  $d_r > 0,25$  ou  $d_s < 0,75$ , o que representa respectivamente  $x_{SP} > 0,0075$  e  $x_F < 0,325$ , não conseguem atingir o limite de 2 s para o  $T_{115}$ , o que caracteriza uma baixa coesão e, portanto, com grande probabilidade de haver segregação.

#### 4.1.2 RESULTADOS *Flow*

Seguindo o mesmo processo de análise que o feito para o  $T_{115}$ , foi considerado inicialmente um modelo cúbico especial para o *Flow*. A mistura 1 não apresentou coeficientes não significativos, enquanto que, para a mistura 2, um dos coeficientes foi desconsiderado. As

Tabela 22 – Coeficientes do modelo de sete termos da mistura 1 para *Flow*

Resposta <i>Flow</i>	Coefficiente	Erro padrão	t (23)	p	int. confi. -95%	int. conf. +95%
(A) SP'	21,9624	0,3466	63,3682	0,0000	21,2455	22,6794
(B) F'	13,8528	0,3466	39,9694	0,0000	13,1358	14,5697
(C) C <sub>max</sub>	17,0804	0,3466	49,2821	0,0000	16,3634	17,7974
AB	12,1446	1,6933	7,1721	0,0000	8,6417	15,6475
AC	5,0837	1,6933	3,0022	0,0064	1,5808	8,5866
BC	6,3858	1,6933	3,7711	0,0010	2,8829	9,8887
ABC	26,0824	9,5586	2,7287	0,0120	6,3090	45,8558

e

*Tabela 23* mostram o sumário dos coeficientes das misturas 1 e 2. Já nas *Tabela 24* e *Tabela 25*, pode ser visto que ambos os modelos apresentaram falta de ajuste significativa.

Tabela 22 – Coeficientes do modelo de sete termos da mistura 1 para *Flow*

Resposta <i>Flow</i>	Coefficiente	Erro padrão	t (23)	p	int. confi. -95%	int. conf. +95%
(A) SP'	21,9624	0,3466	63,3682	0,0000	21,2455	22,6794
(B) F'	13,8528	0,3466	39,9694	0,0000	13,1358	14,5697
(C) C <sub>max</sub>	17,0804	0,3466	49,2821	0,0000	16,3634	17,7974
AB	12,1446	1,6933	7,1721	0,0000	8,6417	15,6475
AC	5,0837	1,6933	3,0022	0,0064	1,5808	8,5866
BC	6,3858	1,6933	3,7711	0,0010	2,8829	9,8887
ABC	26,0824	9,5586	2,7287	0,0120	6,3090	45,8558

Fonte: Autor

Tabela 23 – Coeficientes do modelo de seis termos da mistura 2 para *Flow*

Resposta <i>Flow</i>	Coefficiente	Erro padrão	t (24)	p	int. confi. -95%	int. conf. +95%
(A) SP'	22,1340	0,2692	82,2105	0,0000	21,5783	22,6896
(B) F'	13,8976	0,2966	46,8573	0,0000	13,2855	14,5098
(C) Cmin	21,1271	0,2692	78,4708	0,0000	20,5714	21,6828
AB	12,5297	1,4266	8,7831	0,0000	9,5854	15,4740
BC	12,7952	1,4266	8,9692	0,0000	9,8509	15,7395
ABC	-18,7953	7,2261	-2,6010	0,0157	-33,7092	-3,8813

Fonte: Autor

Tabela 24 – ANOVA do modelo de sete termos da mistura 1 para *Flow*

Fonte de variação	Soma quadrática	Graus de liberdade (v)	Média quadrática	F <sub>Calculado</sub>	F <sub>Tabelado</sub> (95%)
Regressão	193,5076	6	32,2513	88,62	2,53
Resíduos	8,3701	23	0,3639		
Falta de Ajuste	4,7785	3	1,5929	8,87	3,10
Erro puro	3,5915	20	0,1796		
Total	201,8777	29	6,9613		
% de variação explicada (R <sup>2</sup> ):			0,9585	R <sup>2</sup> <sub>ajustado</sub>	0,9477
% máxima de variação explicável:			0,9822		

Fonte: Autor

Tabela 25 – ANOVA do modelo de seis termos da mistura 2 para *Flow*

Fonte de variação	Soma quadrática	Graus de liberdade (v)	Média quadrática	F <sub>Calculado</sub>	F <sub>Tabelado</sub> (95%)
Regressão	152,5045	5	30,5009	114,43	2,62
Resíduos	6,3971	24	0,2666		
Falta de Ajuste	3,7014	4	0,9253	6,87	2,87
Erro puro	2,6957	20	0,1348		
Total	158,9016	29	5,4794		
% de variação explicada (R <sup>2</sup> ):			0,9597	R <sup>2</sup> <sub>ajustado</sub> :	0,9514
% máxima de variação explicável:			0,9830		

Fonte: Autor

Modelos com oito (*Tabela 26*) e sete (*Tabela 27*) termos, nessa ordem, foram, então, considerados para as misturas 1 e 2. As *Tabela 28* e *Tabela 29* mostram a ANOVA desses modelos, de onde novamente pode ser observado uma falta de ajuste significativa. Porém, desta vez, foi decidido manter os modelos, pois os valores de  $F_{Calculado}$  e  $F_{Tabelado}$  para a falta de

ajuste foram muito próximos. Além disso, a recomendação de Gomes *et al.* (2003) é de que o espalhamento da pasta (*Flow*) seja de  $18 \pm 1\text{cm}$ , ou seja, permite uma variação de  $1\text{cm}$ . Pela análise do padrão de distribuição dos resíduos (*Figura 37*), pode ser observado que em apenas uma, de trinta observações, o resíduo excedeu o limite de  $1\text{cm}$ . O gráfico de probabilidade normal dos resíduos de ambos os modelos pode ser visto na *Figura 38*.

Tabela 26 – Coeficientes do modelo de oito termos da mistura 1 para *Flow*

Resposta <i>Flow</i>	Coefficiente	Erro padrão	t (22)	p	int. confi. -95%	int. conf. +95%
(A) SP'	22,0464	0,2870	76,8181	0,0000	21,4512	22,6416
(B) F'	13,8528	0,2860	48,4446	0,0000	13,2597	14,4458
(C) Cmax	16,9964	0,2870	59,2220	0,0000	16,4012	17,5916
AB	12,6485	1,4048	9,0040	0,0000	9,7352	15,5618
AC	5,0837	1,3971	3,6388	0,0014	2,1864	7,9811
BC	5,8818	1,4048	4,1871	0,0004	2,9685	8,7952
ABC	26,0824	7,8863	3,3073	0,0032	9,7272	42,4376
AC(A-C)	-23,1800	6,7514	-3,4334	0,0024	-37,1815	-9,1785

Fonte: Autor

Tabela 27 – Coeficientes do modelo de sete termos da mistura 2 para *Flow*

Resposta <i>Flow</i>	Coefficiente	Erro padrão	t (23)	p	int. confi. -95%	int. conf. +95%
(A) SP'	22,1708	0,224528	98,74399	0,00000	21,7064	22,63531
(B) F'	13,8251	0,247976	55,75167	0,00000	13,3121	14,33803
(C) Cmin	21,2355	0,226518	93,74779	0,00000	20,7669	21,70412
AB	12,0248	1,197525	10,04139	0,00000	9,5475	14,50209
BC	12,7197	1,188513	10,70218	0,00000	10,2611	15,17831
ABC	-17,6592	6,028434	-2,92932	0,00754	-30,13	-5,18844
BC(B-C)	19,7504	5,801554	3,4043	0,00243	7,749	31,75187

Fonte: Autor

Tabela 28 – ANOVA do modelo de oito termos da mistura 1 para *Flow*

Fonte de variação	Soma quadrática	Graus de liberdade (v)	Média quadrática	F <sub>Calculado</sub>	F <sub>Tabelado (95%)</sub>
Regressão	196,4278	7	28,0611	113,28	2,46
Resíduos	5,4499	22	0,2477		
Falta de Ajuste	1,8584	2	0,9292	5,17	3,49
Erro puro	3,5915	20	0,1796		
Total	201,8777	29	6,9613		
% de variação explicada (R <sup>2</sup> ):			0,9730	R <sup>2</sup> <sub>ajustado</sub>	0,9644
% máxima de variação explicável:			0,9822		

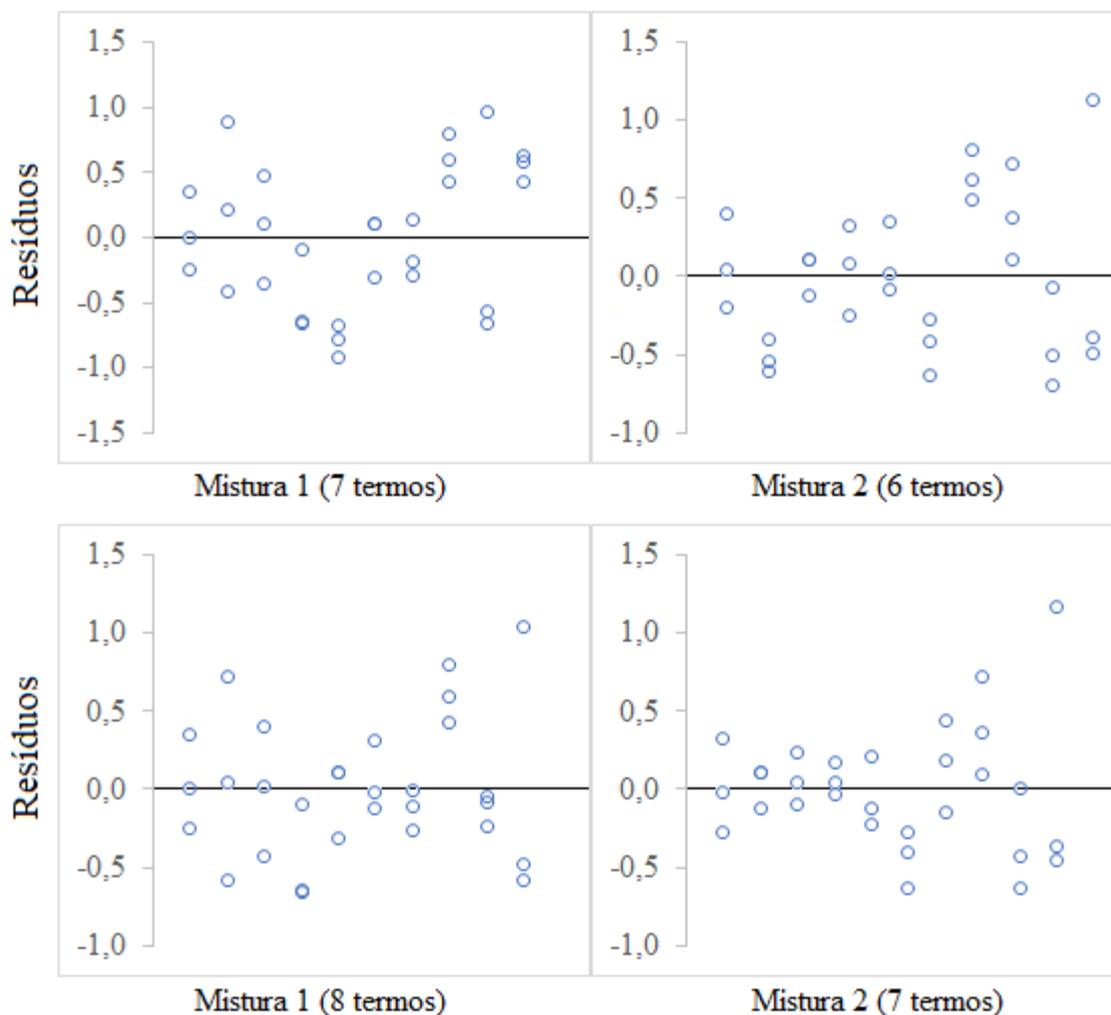
Fonte: Autor

Tabela 29 – ANOVA do modelo de sete termos da mistura 2 para *Flow*

Fonte de variação	Soma quadrática	Graus de liberdade (v)	Média quadrática	F <sub>Calculado</sub>	F <sub>Tabelado (95%)</sub>
Regressão	154,6479	6	25,7747	139,37	2,53
Resíduos	4,2537	23	0,1849		
Falta de Ajuste	1,5580	3	0,5193	3,85	3,10
Erro puro	2,6957	20	0,1348		
Total	158,9016	29	5,4794		
% de variação explicada (R <sup>2</sup> ):			0,9732	R <sup>2</sup> <sub>ajustado</sub> :	0,9662
% máxima de variação explicável:			0,9830		

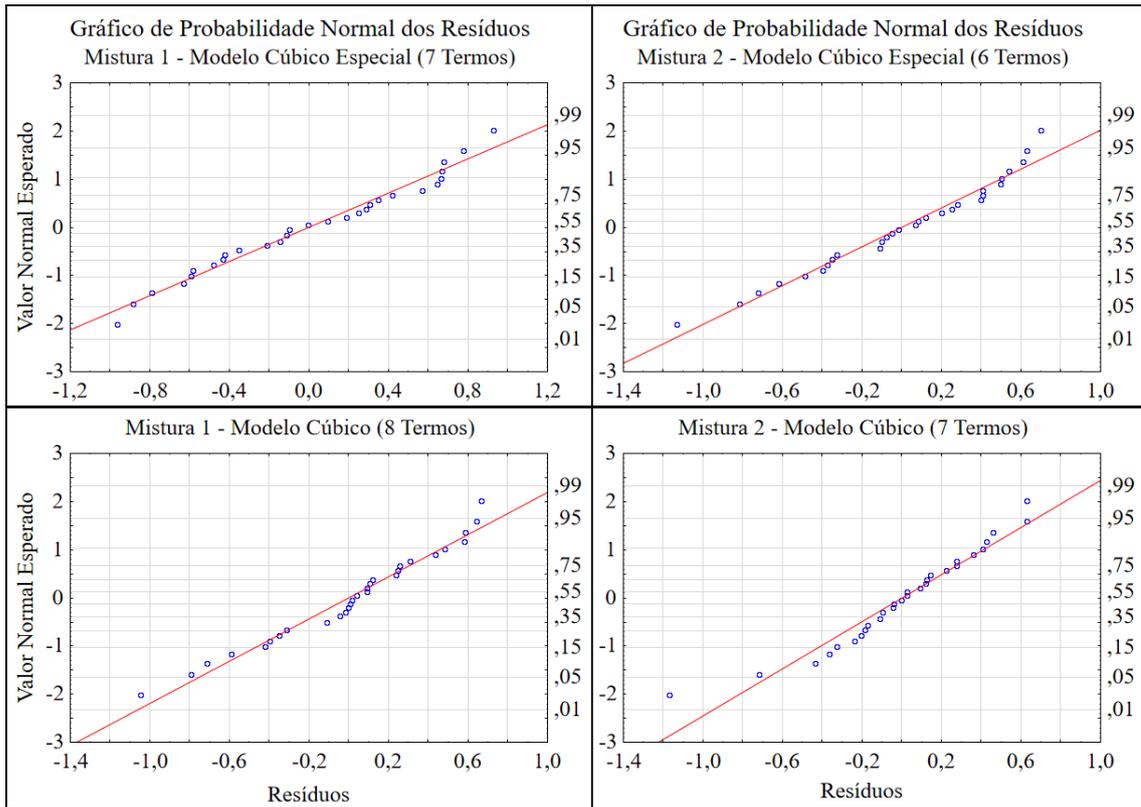
Fonte: Autor

Figura 37 – Análise de padrão de resíduos dos modelos para *Flow*



Fonte: Autor

Figura 38 – Probabilidade normal dos resíduos dos modelos para *Flow*



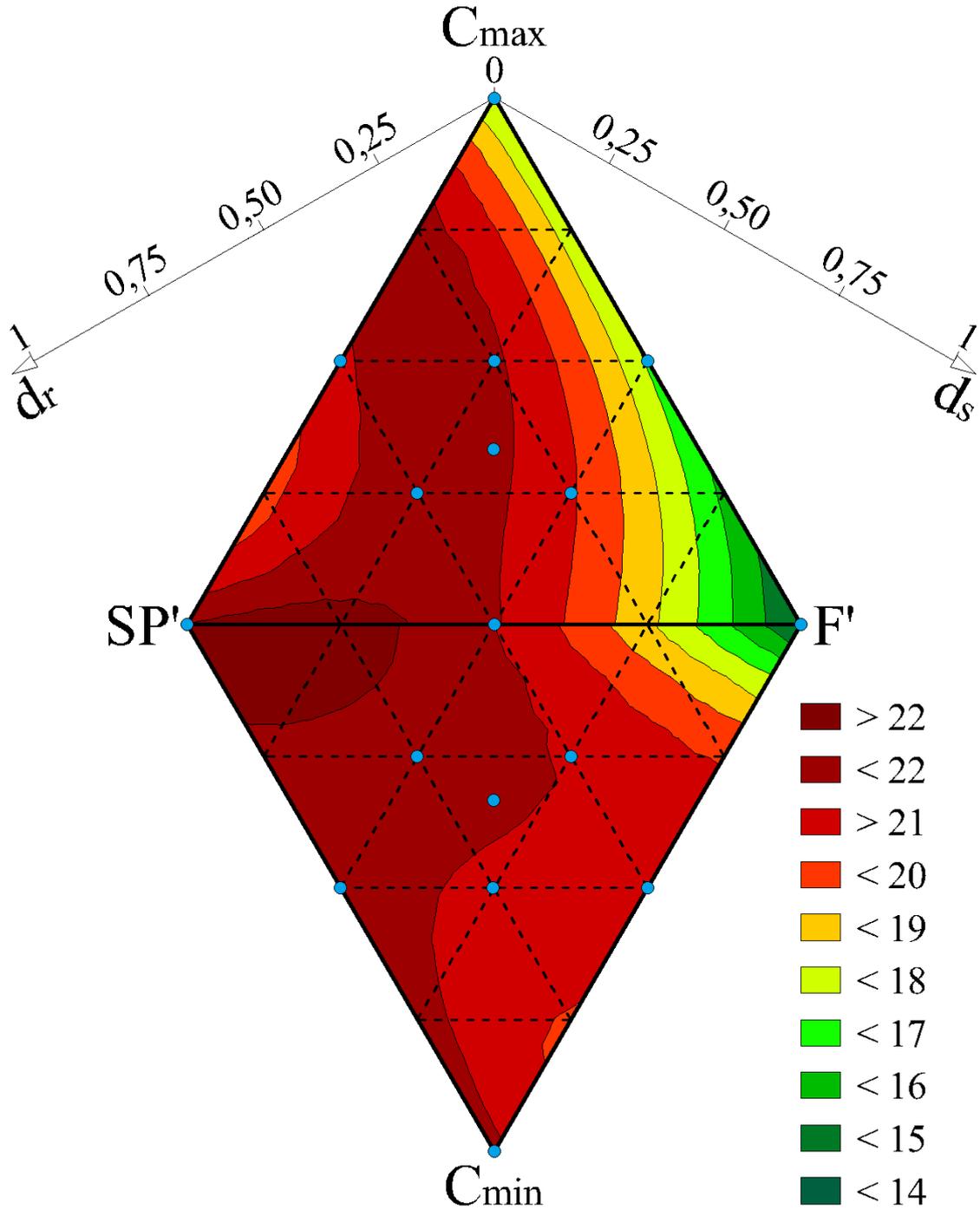
Fonte: Autor

De acordo com o modelo escolhido (*Equação 121* para a mistura 1 e *Equação 122* para a mistura 2), as superfícies de resposta foram geradas e unidas formando assim o PSD que representa a variável dependente *Flow* (*Figura 39*).

$$\begin{aligned}
 \hat{Flow}_1 = & 22,0464 \cdot x_{SP'} + 13,8528 \cdot x_{F'} + 16,9964 \cdot x_{C_{max}} + 126485 \\
 & \cdot x_{SP'} \cdot x_{F'} + 5,0837 \cdot x_{SP'} \cdot x_{C_{max}} + 5,8818 \cdot x_{F'} \cdot x_{C_{max}} \\
 & + 26,0824 \cdot x_{SP'} \cdot x_{F'} \cdot x_{C_{max}} - 23,18 \cdot x_{SP'} \cdot x_{F'} \\
 & \cdot (x_{SP'} - x_{F'})
 \end{aligned} \tag{Eq. 121}$$

$$\begin{aligned}
 \hat{Flow}_2 = & 22,1708 \cdot x_{SP'} + 13,8251 \cdot x_{F'} + 21,2355 \cdot x_{C_{min}} + 12,0248 \\
 & \cdot x_{SP'} \cdot x_{F'} + 12,7197 \cdot x_{F'} \cdot x_{C_{min}} - 17,6592 \cdot x_{SP'} \cdot x_{F'} \\
 & \cdot x_{C_{min}} + 19,7504 \cdot x_{F'} \cdot x_{C_{min}} \cdot (x_{F'} - x_{C_{min}})
 \end{aligned} \tag{Eq. 122}$$

Figura 39 – Superfície de resposta da variável dependente *Flow*



Fonte: Autor

A variável *Flow* demonstrou uma relação direta com  $d_r$  e inversa com  $d_s$ , ou seja, quanto maior for  $x_{SP}$ , maior será o *Flow* e quanto maior  $x_F$ , menor ele será. Esta constatação, apesar de lógica, não aparece de forma clara nos resultados de Gomes *et al.* (2003), Mebrouki *et al.* (2009) e Zhu e Gibbs (2004), mas é bem explicitada por Khaleel e Abdul Razak (2013) e por Azeredo e Diniz (2012).

O fato das curvas de nível se apresentarem predominantemente paralelas ao lado  $C_{max}F'$ , indica que o SP detém uma relação mais íntima com esta medida. Também pode ser observado que as pastas onde  $d_r > 0,3$  ( $x_{SP} > 0,008$ ) são mais suscetíveis à ocorrência de segregação, pois o *Flow* já ultrapassa a medida dos 20cm.

#### 4.1.3 AUTOADENSABILIDADE DA PASTA

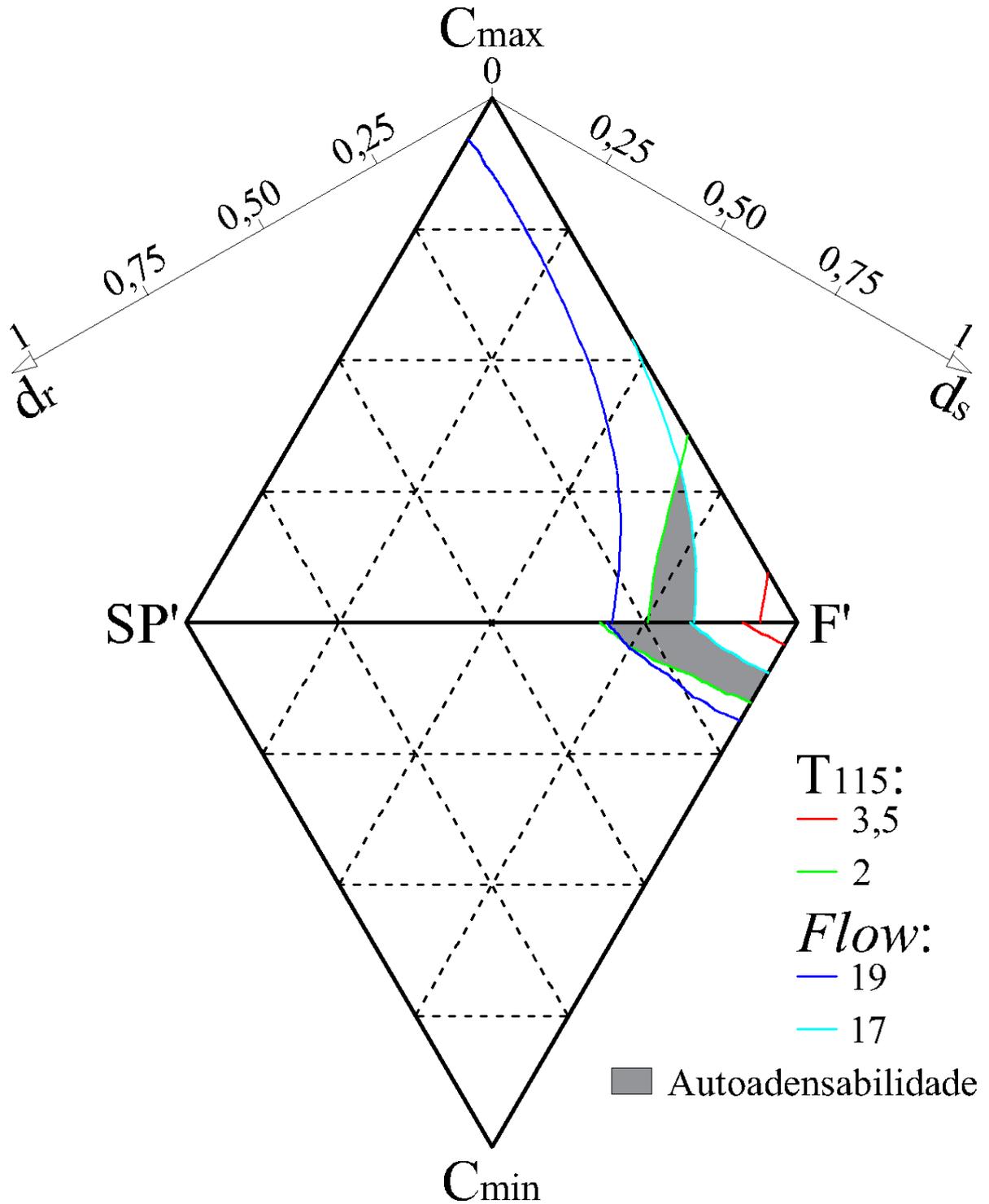
O planejamento de misturas proporcionou o mapeamento das duas variáveis estudadas em um sistema de coordenadas simplex. As vantagens desse mapeamento se observam pela facilidade, por exemplo, de se interpretar os efeitos de interação entre os finos e o SP, além de promover a previsão das respostas para misturas hipotéticas, trazendo melhorias ao processo de produção de CAA.

O Método do PSD, sugerido por este trabalho, permite uma grande simplificação para o estudo de misturas em geral. A facilidade da aplicação deste método representa um ponto de vantagem em relação ao trabalho de Mebrouki *et al.* (2009), que também utilizaram PEM para o estudo de pastas autoadensáveis, pois tem uma faceta mais amigável sem a necessidade grandes aprofundamentos, diferentemente das soluções bastante complexas apresentadas por aqueles. Além disso, o método PSD viabilizou a representação gráfica das propriedades da pasta em questão.

A aplicabilidade do método de dosagem de pasta apresentado não é restrita apenas aos materiais utilizados nessa pesquisa, nem mesmo das propriedades que foram aqui avaliadas. Podem ser utilizados outros tipos de SP, adições ou cimento. Cabe ao pesquisador, porém, uma investigação preliminar para definição dos limites de restrição desses materiais na mistura. Outras variáveis também podem ser estudadas, como por exemplo, o tempo de passagem pelo funil de Marsh como foi feito por Mebrouki *et al.* (2009), a viscosidade plástica e tensão de escoamento (DIAMANTONIS *et al.*, 2010; MELO, 2005), ou qualquer outro parâmetro que possa caracterizar a pasta.

Levando em conta a recomendação de Gomes e Barros (2009), Gomes *et al.* (2003) e Gettu *et al.* (2002), a pasta que apresenta um valor de  $T_{115}$  entre 2s e 3,5s e um valor de *Flow* entre 17cm e 19cm terá grande chance de ser adequada para a produção de CAA. Portanto, as superfícies de resposta das duas variáveis foram sobrepostas, evidenciando uma zona de interseção entre esses dois intervalos (*Figura 40*). As pastas que estão dentro dessa zona são consideradas adequadas para produção de CAA.

Figura 40 – Zona de ocorrência de pasta adequada para CAA



Fonte: Autor

Na engenharia, a busca por economia e qualidade deve ser sempre visada, e para uma dosagem de concreto, é primordial. Deve-se tentar minorar o uso dos constituintes de maior custo e majorar os de menor. Por isso, para o caso em questão, foi priorizada uma pasta que

contenha o máximo possível do pseudocomponente  $F'$ , pois com isso, se está, simultaneamente, diminuindo os teores de cimento e SP (maiores custos) e aumentando o de fíler (menor custo). Para a produção do concreto dessa pesquisa foi escolhida a pasta com a seguinte composição:  $P = 25\% \text{ de } SP' + 75\% \text{ de } F'$ , que corresponde, em termos dos componentes reais, à:  $P = 66,75\% \text{ de cimento} + 0,75\% \text{ de } SP + 32,5\% \text{ de Fíler}$ . A quantidade de água foi:  $0,4 \times \text{massa de cimento}$ .

## 4.2 RESULTADOS DOS AGREGADOS

O esqueleto granular foi estudado por um planejamento de experimentos de mistura em centroide-simplex com três componentes: areia; brita 0 (9,5mm) e brita 1 (19mm). A resposta analisada foi a massa unitária para uma mistura seca e não compactada dos agregados. Todos os experimentos foram feitos com uma réplica e os resultados estão na *Tabela 30*.

Tabela 30 – Resultados da massa unitária (MU) da mistura dos agregados

Areia	Brita0	Brita1	MU	
			1	2
100%	0%	0%	1.464	1.460
0%	100%	0%	1.370	1.370
0%	0%	100%	1.400	1.340
50%	50%	0%	1.655	1.840
50%	0%	50%	1.910	2.020
0%	50%	50%	1.401	1.500
33%	33%	33%	1.783	1.920
50%	25%	25%	1.850	1.880
25%	25%	50%	1.720	1.750

Fonte: Autor

Após o ajuste do modelo cúbico especial aos resultados dos ensaios, a análise estatística mostrou que dois dos seus coeficientes (o de interação ternária e o de interação binária entre as britas) não foram significativos e, portanto, foram desconsiderados. A *Tabela 31* mostra o sumário dos coeficientes.

Tabela 31 – Coeficientes do modelo de cinco termos para MU dos agregados

Resposta T <sub>115</sub>	Coefficiente	Erro padrão	t (23)	p	int. confi. -95%	int. conf. +95%
(A) Areia	1,4608	0,0457	31,9762	0,0000	1,3621	1,5595
(B) Brita 0	1,3983	0,0419	33,3480	0,0000	1,3077	1,4889
(C) Brita 1	1,3944	0,0414	33,7124	0,0000	1,3051	1,4838
AB	1,3223	0,2027	6,5240	0,0000	0,8844	1,7602
AC	2,1692	0,1979	10,9613	0,0000	1,7417	2,5968

Fonte: Autor

A análise de variância (*Tabela 32*), por meio do teste *F*, mostrou uma regressão significativa e falta de ajuste não significativa, portanto é seguro afirmar que o modelo conseguiu relacionar as proporções dos agregados à massa unitária seca e não compactada com precisão suficiente.

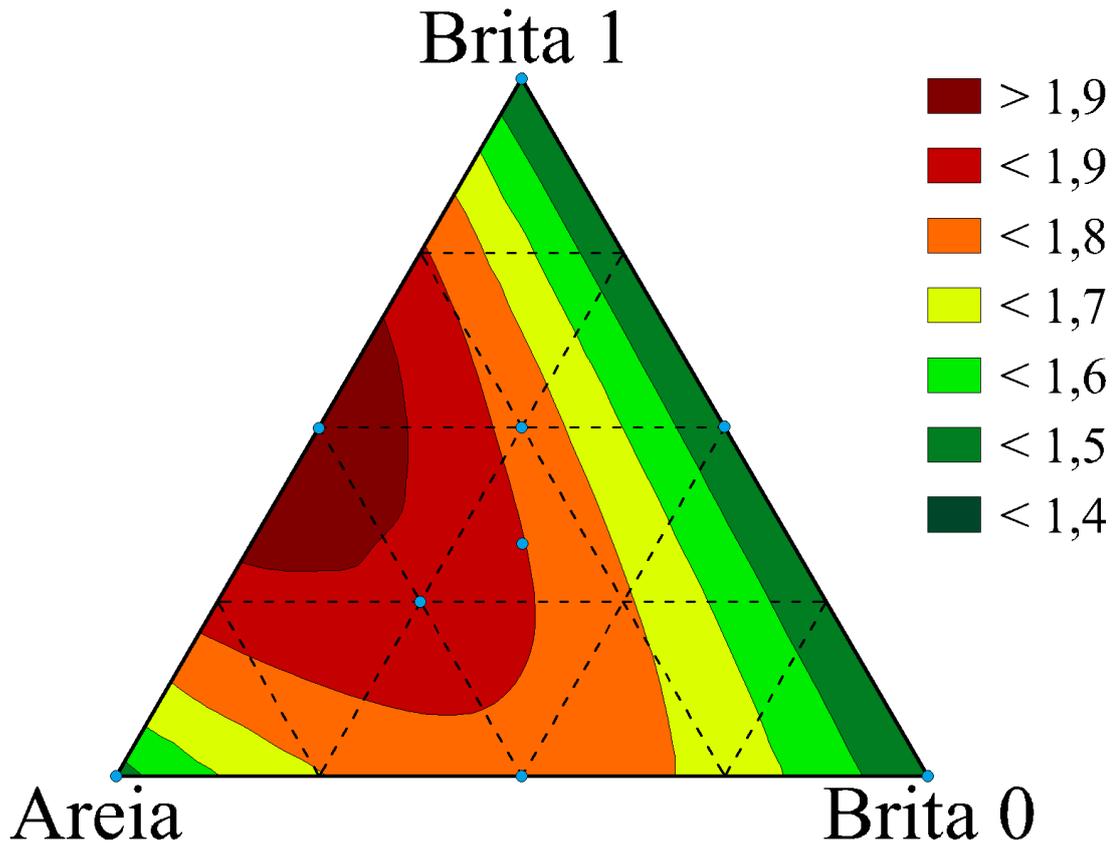
Tabela 32 – ANOVA do modelo de cinco termos para MU dos agregados

Fonte de variação	Soma quadrática	Graus de liberdade (v)	Média quadrática	F <sub>Calculado</sub>	F <sub>Tabelado (95%)</sub>
Regressão	0,8541	4	0,2135	50,24	3,18
Resíduos	0,0553	13	0,0043		
Falta de Ajuste	0,0151	4	0,0038	0,85	3,63
Erro puro	0,0402	9	0,0045		
Total	0,9094	17	0,0535		
% de variação explicada (R <sup>2</sup> ):			0,9392	R <sup>2</sup> <sub>ajustado</sub>	0,9205
% máxima de variação explicável:			0,9558		

Fonte: Autor

A superfície de resposta, representada em curvas de nível, foi gerada (*Figura 41*) deixando evidente a percepção de: uma grande interação sinérgica entre a areia e a brita 1; uma levemente sinérgica entre a areia e a brita 0; e a falta de interação entre a brita 0 e a brita 1 na massa unitária da mistura. É também, notável que a MU cresce ao seu valor máximo nas proporções próximas a: 50% de areia + 50% de brita 1. Essa é a região foco para a definição da composição do esqueleto granular, pois apresenta maior compacidade, isto é, menor índice de vazios, o que faz com que seja necessária uma menor quantidade de pasta para a lubrificação. Essa é a recomendação de muitos estudos da área de dosagem de CAA que investigam, justamente, o fator de empacotamento dos agregados (GOMES *et al.*, 2003; WANG *et al.*, 2014; SANTOS *et al.*, 2015; TUTIKIAN, 2004).

Figura 41 – Superfície de resposta da variável MU



Fonte: Autor

Mesmo que a maior massa unitária tenha sido nas proporções de 50% *de areia* + 50% *de brita um*, pode-se perceber, pela superfície de resposta, um certo nivelamento das respostas naquelas proximidades. Além disso, segundo Santos *et al.* (2015), a utilização de um esqueleto granular com distribuição contínua ocasiona um menor risco de segregação, pois as partículas intermediárias formam uma espécie de barreira que previne que as partículas maiores afundem. Seguindo essa linha de raciocínio, foi definido uma quantidade mínima de 10% de brita zero para funcionar como partícula intermediária, Portanto a composição do esqueleto granular (*Equação 123*) escolhido para a produção do CAA desta pesquisa foi:  $EG = 50\% \text{ de areia} + 10\% \text{ de brita } 0 + 40\% \text{ de brita } 1$ .

$$MU_{EG} = 1,4608 \cdot A + 1,3983 \cdot Br_0 + 1,3944 \cdot Br_1 + 1,3223 \cdot A \cdot Br_0 + 2,1692 \cdot A \cdot Br_0 \quad [\text{Eq. 123}]$$

### 4.3 RESULTADOS DO CONCRETO

Com a pasta otimizada e esqueleto granular determinados, o próximo passo foi a definição do teor de pasta. Seguindo exemplos como os de Azeredo e Diniz (2013), Fochs (2011) e Tutikian (2007), foram definidos três traços (fraco, intermediário e forte) para a produção e subsequente avaliação do concreto. Foi assumido nesse trabalho que a pasta a mistura entre cimento, SP e fíler, onde quantidade de água deve ser calculada através da multiplicação da relação  $a/c$  (fixa no valor de 0,4) pela quantidade de cimento. Portanto, como a proporção de cimento na pasta escolhida para a produção do concreto foi de 66,75%, a relação da água ( $0,6675 \times 0,4 = 0,267$ ) no traço do concreto pode ser calculada. Dessa forma, os traços (pasta: agregados: água), em massa, para produção do concreto foram:

- Traço fraco: 1: 4: 0,267;
- Traço intermediário: 1: 3: 0,267;
- Traço forte: 1: 2: 0,267

Os concretos foram avaliados e classificados conforme as recomendações da ABNT 15823 (2010) e EPG (2005) através dos ensaios de espalhamento, *Funil-V*, *Caixa-L* e GTM. O volume de concreto necessário para a realização dos testes é por volta de 30 l. Isso corresponde, em massa, a uma quantidade em torno 70 kg (sem contar o peso da água). Portanto, esta foi a quantidade produzida para cada um dos traços considerados e as quantidades de cada material está apresentada na *Tabela 33*. Já a *Tabela 34*, mostra os resultados dos ensaios e a respectiva classificação segundo EPG (2005).

Tabela 33 – Composição dos traços estudados

Materiais	Traço					
	Fraco		Intermediário		Forte	
	Para 70 kg (kg)	Consumo (kg/m <sup>3</sup> )	Para 70 kg (kg)	Consumo (kg/m <sup>3</sup> )	Para 70 kg (kg)	Consumo (kg/m <sup>3</sup> )
<b>Cimento</b>	9,345	311,66	11,681	379,25	15,559	483,86
<b>Filler calcário</b>	4,550	151,75	5,688	184,65	7,576	235,59
<b>Superplastificante</b>	0,105	3,50	0,131	4,26	0,175	5,44
<b>Areia</b>	28,000	933,82	26,250	852,24	23,345	725,98
<b>Brita 0</b>	5,600	186,76	5,250	170,45	4,669	145,20
<b>Brita 1</b>	22,400	747,06	21,000	681,80	18,676	580,78
<b>Água</b>	3,738	124,66	4,673	151,70	6,224	193,55

Fonte: Autor

Tabela 34 – Resultados dos ensaios de autoadensabilidade

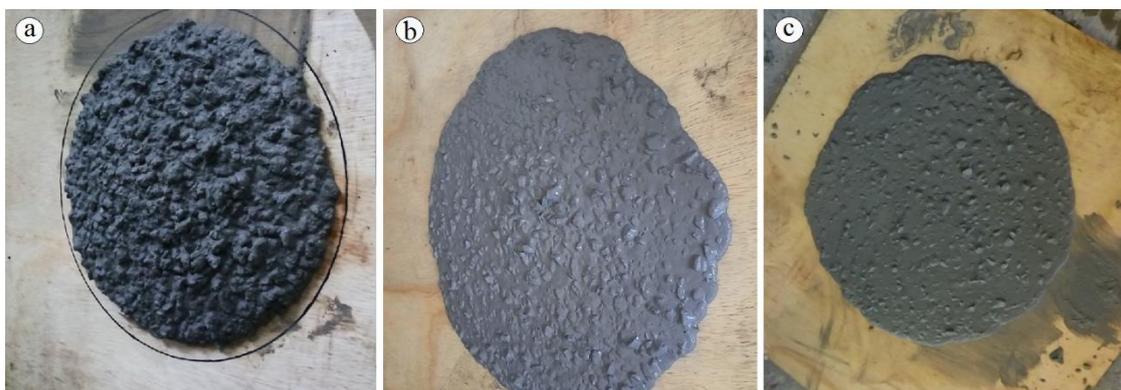
Ensaio	Traço					
	Fraco		Intermediário		Forte	
	Resultado	Classe	Resultado	Classe	Resultado	Classe
Espalhamento (cm)	-	-	62,8 cm	SF1	70,0 cm	SF2
$T_{500}$ (s)	-	-	2,9 s	VS2	1,9 s	VS1
Funil-V (s)	-	-	24,9 s	VF2	14,3 s	VF2
Caixa-L (RB)	-	-	0,44	-	0,82	PA2
Segregação (RS)	-	-	8%	SR2	2%	SR2

Fonte: Autor

O concreto com o traço fraco, não obteve características de autoadensabilidade e se mostrou com aparência seca e com um teor de agregado graúdo em relação à pasta visivelmente alto. Atingiu um diâmetro de espalhamento de 44 cm, ou seja, nem mesmo o necessário para a medida do  $T_{500}$ . Portanto, os seus resultados não foram considerados.

Os concretos com os traços intermediário e forte obtiveram resultados bem melhores quanto a autoadensabilidade, onde o forte foi classificado como muito bom em todos os ensaios. Já o traço intermediário apresentou resultado insatisfatório apenas na *Caixa-L*. A *Figura 42* mostra o espalhamento desses concretos.

Figura 42 – Espalhamento



a) Traço fraco; b) Traço intermediário; c) Traço forte

Fonte: Autor

Uma observação importante de ser mencionada, pois não apareceu nos resultados da *Tabela 34*, foi que os concretos, principalmente os do traço intermediário e forte, apresentaram um comportamento inesperado. Aconteceu uma rápida perda de fluidez quando este é deixado em repouso, que após alguns minutos, visualmente já não parecia e nem se comportava como

um CAA. Tal comportamento, pode ser verificado na *Figura 43*, onde foi realizado um ensaio de espalhamento em uma amostra de concreto feito com o traço forte após um período de 15 minutos de repouso. Pode ser observado uma brusca diminuição no espalhamento, que caiu à valores por volta de 50 *cm*.

Figura 43 – Espalhamento do traço forte após 15 minutos de repouso



Fonte: Autor

Esse comportamento também foi observado por Ortega *et al.* (2015). Segundo eles, foi notado por produtores de concreto que relataram que, ao percorrer grandes distâncias, o concreto diminuía o seu fluxo e parava de fluir antes de completar a forma. Esse comportamento, conhecido como tixotropia, acontece porque quando o concreto está em repouso, ou a baixas taxa de cisalhamento, ocorre uma lenta reestruturação da pasta de cimento.

A reologia do CAA a baixas taxas de cisalhamento não é definida apenas por tensão de escoamento e viscosidade plástica, pois na verdade apresenta um comportamento não linear e dependente do tempo. Essa reação não deve ser confundida com o processo de pega do concreto, que é irreversível. No caso da tixotropia, a aplicação de energia para a mistura pode apagar as consequências de um período de repouso. Dessa forma, a tixotropia não afeta o concreto durante as atividades de excitação, como a dosagem e o bombeamento, mas deve ser levada em consideração na etapa de lançamento (ORTEGA *et al.*, 2015).

Apesar da tixotropia não ser uma propriedade com consequências puramente negativas, para o CAA, os seus efeitos negativos geralmente conseguem suplantar os positivos. Entre os efeitos positivos podem ser citados: a redução da segregação estática e a diminuição da pressão na forma. Já os negativos podem ir desde a diminuição da capacidade de preenchimento até a aparição de “buracos de inseto” na superfície acabada, uma vez que o concreto endurece antes

que as bolhas de ar possam sair. Além disso, um cuidado extra deve ser tomado quando existir períodos de parada do bombeamento, pois o concreto pode ganhar resistência e ao retomar o lançamento, bloqueie o funcionamento da bomba danificando-a (ORTEGA *et al.*, 2015):

O comportamento tixotrópico apresentado pelo concreto, sem dúvidas, influenciou os resultados dos ensaios de autoadensabilidade. Mesmo que estes sejam os ensaios realizados pela grande maioria dos pesquisadores, eles podem não conseguir captar as nuances necessárias para as inferências sobre a reologia do concreto, que possa apresentar características dependentes do tempo.

Pode-se afirmar que todos os resultados foram influenciados por esse comportamento, sendo: o espalhamento o que sofreu menor influência, por ser o teste mais rápido; seguido pelo *Funil-V* e *Caixa-L* que levam um tempo maior de preparação; por último está o teste de resistência à segregação (GTM), que, com certeza, foi o ensaio que mais sofreu interferência, pois o concreto deve, justamente, ficar em repouso por um período de 15 minutos antes de prosseguir com o ensaio, dando tempo suficiente para que ocorra o fenômeno da tixotropia.

Mesmo que o CAA produzido tenha apresentado um elevado comportamento tixotrópico, foi possível a sua obtenção através do método de dosagem proposto neste trabalho. Portanto, pode-se afirmar que o método foi capaz de produzir um CAA. Além do mais, levando-se em conta que a fase experimental sugerida por esse método foi otimizada por um planejamento de experimentos, a quantidade de ensaios foi diminuída consideravelmente, o que evidencia a sua eficácia.

O estudo, em separado, das fases do concreto propiciou a diminuição das variáveis do sistema, o que facilitou o entendimento das propriedades. Ao seguir as recomendações de Gomes *et al.* (2003) para definir as variáveis de interesse ( $T_{115}$  e *Flow*) aliado à utilização do Método PSD para o estudo da pasta e o PEM para o estudo dos agregados, foi possível:

- Reduzir a quantidade de experimentos e conseqüentemente, dos materiais usados, uma vez que o PEM melhora a qualidade estatística dos dados.
- Facilitar a análise estatística, pois o Método PSD permitiu a transformação de uma região experimental com restrições (análise complicada) em duas regiões sem restrições (análise simplificada).

## 5. CONCLUSÕES

A premissa de se utilizar um planejamento de experimentos de mistura (PEM) com o objetivo de otimizar a dosagem de CAA, se provou uma atividade de alta complexidade, uma vez que este, além de ser heterogêneo e composto de vários materiais com características bastante diferentes, é extremamente sensível à qualidade dos seus componentes. Ademais, conforme as restrições quanto às proporções dos componentes iam sendo incorporadas ao processo, o modelo tornava-se cada vez mais complicado. Portanto, o método PSD para estudo de misturas, que pode ser considerado um subproduto deste trabalho, apresentou uma solução simples para um problema complexo de forma criativa e inovadora, sendo capaz de produzir resultados bastante satisfatórios para a análise das propriedades aqui estudadas. Com isso, poderá vir a somar, não só ao estudo de materiais cimentícios, mas ao de misturas em geral.

A otimização em separado das duas fases do concreto (pasta e esqueleto granular) foi primordial para o sucesso da dosagem sugerida neste trabalho, pois assim foi possível diminuir a quantidade de variáveis em cada análise. Cada fase pôde ter as suas propriedades ajustadas a um modelo estatístico que as representassem, de forma que pudessem ser geradas as respectivas superfícies de resposta sobre um sistema de coordenadas simplex.

Para a pasta, as propriedades avaliadas foram: o tempo para que esta atinja um diâmetro de 115 mm ( $T_{115}$ ) e o espalhamento final ( $Flow$ ) no ensaio do mini cone. As superfícies de resposta mostraram que o  $T_{115}$  tem relação direta com a proporção de fíler e inversa com a de SP. Já o  $Flow$  tem relação direta com o SP e uma relação inversa mais branda com o fíler. Tendo como foco as pastas com  $T_{115}$  entre 2 s e 3,5 s e  $Flow$  entre 17 cm e 19 cm, a sobreposição das superfícies de resposta evidenciou uma zona, dentro do PSD, na qual as pastas tem grandes chances de apresentarem a autoadensabilidade desejada para o concreto. Foi, então, selecionada uma pasta do interior dessa zona para a produção dos concretos. A composição da pasta escolhida foi:  $P = 66,75\% \text{ de cimento} + 0,75\% \text{ de SP} + 32,5\% \text{ de Fíler}$ .

Para o esqueleto granular, a propriedade avaliada foi a massa unitária (MU) aonde se buscou a mistura de maior compactidade e, por consequência, o menor índice de vazios. Houve uma grande interação sinérgica da areia com a brita um, de forma que a MU chegava ao seu valor máximo nas composições próximas a 50% de areia + 50% de brita 1. Porém foi utilizado uma proporção de 10% de brita 0, servindo como partícula intermediária e diminuindo o risco de ocorrência de segregação. A composição do esqueleto granular escolhido para a produção do concreto foi:  $EG = 50\% \text{ de areia} + 10\% \text{ de brita 0} + 40\% \text{ de brita 1}$ .

Os três traços (pasta: esqueleto granular), em massa, definidos para a o concreto foram: 1: 4; 1: 3; e 1: 2, sendo que a água foi contabilizada à parte, tendo o valor fixo em relação à quantidade do cimento. Os concretos foram avaliados pelos ensaios de espalhamento, *Funil-V*, *Caixa-L* e GTM e classificados quanto aos critérios da ABNT NBR 15823 (2010) e EPG (2005). O concreto produzido com o traço fraco não obteve nenhum resultado satisfatório para autoadensabilidade; o de traço intermediário não conseguiu classificação positiva apenas na *Caixa-L*; e o concreto do traço forte conseguiu obter resultados satisfatórios em todos os ensaios.

O comportamento tixotrópico apresentado pelo concreto mostrou que mesmo que os ensaios realizados neste trabalho sejam os mais difundidos entre os estudiosos da área, eles não consideram, necessariamente, a reologia dependente de tempo. Por isso, devem ser tomados alguns cuidados quanto a avaliação dos concretos que apresentem tal comportamento.

Portanto, pode ser concluído que:

- O método PSD pode ser utilizado em experimentos de mistura para facilitar as análises de misturas complexas (com restrições nas proporções dos componentes), simplificando o processo e produzindo resultados coerentes;
- O planejamento de experimentos de mistura se mostrou uma ferramenta eficaz, que pode ser incorporada ao processo de dosagem de CAA, permitindo a diminuição do número de experimentos e melhorando a qualidade dos dados estatísticos obtidos por eles;
- A proposta de método de dosagem apresentada neste trabalho foi capaz de produzir CAA, pois mesmo que este tenha apresentado um comportamento tixotrópico, conseguiu atingir os requisitos estabelecidos pelas normas europeias e brasileiras. Ademais, os materiais usados e as propriedades avaliadas neste trabalho podem ser substituídos por outros que sejam de maior interesse local, necessitando apenas, de estudos preliminares para definição dos limites nas proporções dos materiais ou valor alvo para a propriedade avaliada. Isso mostra que o método é maleável e adequável a outras realidades;
- O mapeamento, em sistema simplex, das propriedades de uma mistura quanto às proporções dos componentes fornece uma grande vantagem ao gestor do processo de produção, pois lhe permite ter conclusões antecipadas, garantindo economia de recursos e materiais, além de possibilitar um melhor planejamento das suas matérias-primas. Por

isso, pesquisas como esta devem sempre mirar a melhoria dos processos produtivos dando significados reais à pesquisa desenvolvida.

## 6. RECOMENDAÇÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Este estudo teve foco no concreto no estado fresco com ênfase principalmente na pasta. Por isso, as propriedades mecânicas do concreto produzido não foram levadas em consideração, pois outras questões teriam que ser consideradas. Porém, uma vez que as propriedades mecânicas vão depender, principalmente, dos tipos de materiais usados e da relação *a/c*, elas podem ser determinadas em etapas que não foram detalhadas especificamente nesta pesquisa, através de recomendações da literatura à cerca do CAA. Então, é necessária uma melhor avaliação do comportamento dos concretos produzidos com outros materiais e/ou relação *a/c* para dar mais base à aplicabilidade deste método.

O método PSD para estudos de misturas apresentou ótimos resultados e foi importantíssimo para o decorrer deste trabalho, mas estudos mais aprofundados devem ser realizados para que se possa garantir a segurança dos dados estatísticos e sua aplicabilidade em outros casos.

Para que a proposta de método de dosagem seja encarada de uma forma mais ampla, é interessante que seja avaliada através de diferentes óticas: utilizar propriedades diferentes das que foram utilizadas aqui para determinação da pasta ( $T_{115}$  e *Flow*) e/ou do agregado (MU); definir limites diferentes para variação das proporções dos componentes; utilizar materiais diferentes dos que foram utilizados; estudar a incorporação de materiais não convencionais, tais como resíduos industriais ou subprodutos de outras atividades, para dar um maior direcionamento quanto à sustentabilidade.

Como os concretos produzidos apresentaram tixotropia elevada, é importante que este comportamento seja mais cuidadosamente estudado. Além disso, ele deve ser levado em consideração nas etapas iniciais do processo de dosagem da pasta, uma vez que esta foi a responsável pelo aparecimento desta característica.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABOYHUSSIEN, A. A.; HASSAN, A. A. A. Application of statistical analysis for mixture design of high-strength self-consolidating concrete containing metakaolin. **Journal of Materials in Civil Engineering**, 2014.

AGGARWAL, P. *et al.* Modeling the properties of self-compacting concrete: an M-5 model tree based approach. In: INTERNATIONAL RILEM SYMPOSIUM ON SELF-COMPACTING CONCRETE, 5, 2007, Ghent. **Anais...** Ghent: RILEM Publications SARL, 2007. p. 49-54. Disponível em <<http://www.rilem.org/images/publis/pro054-006.pdf>>. Acesso em: 13 maio 2015.

AHMAD, S.; ALGHAMDI, S. A. A Statistical Approach to Optimizing Concrete Mixture Design. **The Scientific World Journal**, v. 2014, 7 p. 2014.

AHMAD, S.; ZUBAIR, A.; MASLEHUDDIN, M. Effect of the Key Mixture Parameters on Shrinkage of Reactive Powder Concrete. **The Scientific World Journal**, v. 2014, 2014.

ALMEIDA FILHO, Fernando Menezes de. **Contribuição ao estudo da aderência entre barras de aço e concretos auto-adensáveis**. 2006. 308 f. Tese (Doutorado em Engenharia de Estruturas) – Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2006.

AMORIM, Kelly. **Abcic divulga levantamento sobre o desempenho da indústria de pré-fabricados de concreto em 2014**: Sondagem reúne dados sobre produção de materiais e estoque de trabalhadores do setor, 2015. Disponível em: <<http://construcaomercado.pini.com.br/negocios-incorporacao-construcao/negocios/abcic-divulga-levantamento-sobre-o-desempenho-da-industria-de-pre-fabricados-366279-1.aspx>>. Acesso em: 26 set. 2016.

ASLANI, F.; NEJADI, S. Mechanical properties of conventional and self-compacting concrete: An analytical study. **Construction and Building Materials**, v. 36, p. 330-347, 2012.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 11578**: Cimento Portland composto: especificação. Rio de Janeiro, 1991.

\_\_\_\_\_. **NBR 15823-1**: Concreto auto-adensável: Parte 1:Classificação, controle e aceitação no estado fresco. Rio de Janeiro, 2010.

\_\_\_\_\_. **NBR 15823-2**: Concreto auto-adensável: Parte 2: Determinação do espalhamento e do tempo de escoamento – Método do cone de Abrams. Rio de Janeiro, 2010.

\_\_\_\_\_. **NBR 15823-4**: Concreto auto-adensável: Parte 4: Determinação da habilidade passante – Método da caixa L. Rio de Janeiro, 2010.

\_\_\_\_\_. **NBR 15823-5**: Concreto auto-adensável: Parte 5: Determinação da viscosidade – Método do funil V. Rio de Janeiro, 2010.

\_\_\_\_\_. **NBR NM 45**: Agregados - Determinação da massa unitária e do volume de vazios. Rio de Janeiro, 2006.

AZEREDO, G.; DINIZ, M. Self-compacting concrete obtained by the use of kaolin wastes. **Construction and Building Materials**, v. 38, p. 515-523, 2013. Disponível em: <<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0950061812006150>>. Acesso em: 03 maio 2014.

BARROS, Alexandre Rodrigues de. **Avaliação do comportamento de vigas de concreto auto-adensável reforçado com fibras de aço**. Maceió, 2009. 155 p. Dissertação de mestrado – Programa de Pós Graduação em Engenharia Civil, Universidade Federal de Alagoas.

BARROS NETO, B.; SCARMINO, I. S.; BRUNS, R. E. **Como fazer experimentos**: pesquisa e desenvolvimento na ciência e na indústria. 4. ed. Porto Alegre: Bookman, 2010. 414p.

BELLO, L. H. A. D.; VIEIRA, A. F. C. Tutorial for mixture-process experiments with an industrial application. **Pesquisa Operacional**, v. 31, n. 3, p. 543-564, 2011.

BOUVET, A.; GHORBEL, E.; BENNACER, R. The mini-conical slump flow test: Analysis and numerical study. **Cement and concrete research**, v. 40, n. 10, p. 1517-1523, 2010.

BUCHER, Raphaël *et al.* Self-compacting concrete using flash-metakaolin: design method. **Materials and Structures**, v. 48, n. 6, p. 1717-1737, 2015.

BUI, V. K.; MONTGOMERY, D. Mixture proportioning method for self-compacting high performance concrete with minimum paste volume. In: INTERNATIONAL RILEM SYMPOSIUM ON SELF-COMPACTING CONCRETE, 1, 1999, Stockholm. **Anais...** Stockholm: RILEM Publications SARL, 1999. p. 373-384. Disponível em <<http://www.rilem.org/images/publis/pro007-031.pdf>>. Acesso em: 13 maio 2015.

CARDOSO, Fábio A. et al. Parallel-plate rotational rheometry of cement paste: Influence of the squeeze velocity during gap positioning. **Cement and Concrete Research**, v. 75, p. 66-74, 2015.

CAVALCANTI, Diogo Jatobá de Holanda. **Contribuição ao estudo de propriedades do concreto auto-adensável visando sua aplicação em elementos estruturais**. 2006. 141 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Centro de Tecnologia, Universidade Federal de Alagoas, 2006.

CHEN, J. J.; KWAN, A. K. H. Superfine cement for improving packing density, rheology and strength of cement paste. **Cement and Concrete Composites**, v. 34, n. 1, p. 1-10, 2012.

CORNELL, John A. **A primer on experiments with mixtures**. Hoboken: John Wiley & Sons, 2011a. 372p.

CORNELL, John A. A Retrospective View of Mixture Experiments. **Quality Engineering**, v. 23, n 04, p. 315-331, 2011b.

CORNELL, John A. **Experiments with mixtures**: designs, models, and the analysis of mixture data. 3. ed. New York: John Wiley & Sons, 2002. 680p.

COUTINHO, Bianca Serra. **Propriedades e Comportamento Estrutural do Concreto Auto-Adensável**. Rio de Janeiro, 2011. 230 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – COPPE, Universidade Federal do Rio de Janeiro, 2001.

DIAMANTONIS, N. *et al.* Investigations about the influence of fine additives on the viscosity of cement paste for self-compacting concrete. **Construction and Building Materials**, v. 24, n. 8, p. 1518-1522, 2010.

DINIZ, Marcelo Andrade. **Concreto auto-adensável utilizando resíduos de caulim**. 2010. 122 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Urbana e Ambiental) – Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa, 2010.

DOMONE, P. L. A review of the hardened mechanical properties of self-compacting concrete. **Cement & Concrete Composites**, v. 29, p. 1-12, 2007.

EDAMATSU, Y.; NISHIDA, N.; OUCHI, M. A rational mix-design method for self-compacting concrete considering interaction between coarse aggregate and mortar particles. In: INTERNATIONAL RILEM SYMPOSIUM ON SELF-COMPACTING CONCRETE, 1, 1999, Stockholm. **Anais...** Stockholm: RILEM Publications SARL, 1999. p. 321-332. Disponível em <<http://www.rilem.org/images/publis/pro007-026.pdf>>. Acesso em: 13 maio 2015.

EFNARC - European Federation for Specialist Construction Chemicals and Concrete Systems. **Specification and guidelines for self-compacting concrete**. In: EFNARC. Fevereiro, 2002

EUROPEAN PROJECT GROUP – EPG. **The European Guidelines for Self Compacting Concrete: Specification, Production and Use**. 2005

FARES, G. Effect of slump cone orientation on the slump flow time (T50) and stability of sustainable self-compacting concrete containing limestone filler. **Construction and Building Materials**, v. 38, p. 145-153, 2013. Disponível em: <<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0950061814013543>>. Acesso em: 13 maio 2015.

FIGUEIRAS, H. *et al.* Linking fresh and durability properties of paste to SCC mortar. **Cement and Concrete Composites**, v. 45, p. 209-26, 2014.

FOCHS, Rafael Gómez. **Estudo comparativo entre métodos de dosage de concreto autoadensável**. 2011. 178 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Tecnologia de Materiais) – Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2011.

GETTU, Ravindra. *et al.* Development of high-strength self compacting concrete with fly ash: a four-step experimental methodology. In: CONFERENCE ON OUR WORLD IN CONCRETE & STRUCTURES, 27, 2002, Singapore. **Anais...** Singapore: CI-Premier Pte. Ltd., 2002. p. 217-214. Disponível em <[http://www.cipremier.com/e107\\_files/downloads/Papers/100/27/100027026.pdf](http://www.cipremier.com/e107_files/downloads/Papers/100/27/100027026.pdf)>. Acesso em: 28 ago. 2014.

GOMES, Paulo César Correia. **Optimization and characterization of high strength selfcompacting concrete**. 2002. 139 f. Tese (Doutorado) – Escola Técnica Superior D'Enginyers de Camins, Universitat Politècnica de Catalunya, Espanha, 2002.

GOMES, P. C. C.; BARROS, A. R. de. **Métodos de dosagem de concreto autoadensável**. São Paulo: Pini, 2009. 165p.

GOMES, P. C. C.; GETTU, R.; AGULLÓ, L. Uma nova metodologia para obtenção de concretos auto-adensáveis de alta resistência com aditivos minerais. **V Simpósio EPUSP sobre Estruturas de Concreto**, p. 1-14, 2003. Disponível em <<http://engipapers.com.br/artigos/00625COAA2003.pdf>>. Acesso em: 28 ago. 2014

GOODIER, Chris I. Development of self-compacting concrete. **Proceedings of the ICE-Structures and Buildings**, v. 156, n. 4, p. 405-414, 2003.

KHALEEL, O. R.; RAZAK, H. Abdul. Mix design method for self compacting metakaolin concrete with different properties of coarse aggregate. **Materials & Design**, v. 53, p. 691-700, 2014.

KURDOWSKI, Wieslaw. **Cement and concrete chemistry**. [s. l.]: Springer Science & Business, 2014.

LARRARD, F.; SEDRAN, T. Mixture-proportioning of high-performance concrete. **Cement and concrete research**, v. 32, n. 11, p. 1699-1704, nov. 2002.

LOUZAS, Rodrigo. **Concluída concretagem da fundação do maior edifício residencial da América do Sul, em Santa Catarina**, 2014. Disponível em <<http://techne.pini.com.br/engenharia-civil/obras/concluida-concretagem-da-fundacao-do-maior-edificio-residencial-da-america-307673-1.aspx>>. Acesso em 26 set. 2016.

MEBROUKI, A. *et al* A Self-compacting Cement Paste Formulation Using Mixture Design. **Journal of applied science**, v. 9, n. 23, p. 4127-4136, 2009.

MELO, Karoline Alves de. **Contribuição à dosagem de concreto auto-adensável com adição de filer calcário**. Florianópolis-SC, 2005. 184 p. Dissertação de mestrado- Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, Universidade Federal de Santa Catarina.

MONTGOMERY, D. C.; RUNGER, G. C. **Applied statistics and probability for engineers**. 6. ed. Hoboken: John Wiley & Sons, 2014. 832p.

NUNES, Danielle Barcos. **Rotinas para otimização experimental de misturas**. 1998. 172 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Produção) – Escola de Engenharia, Universidade do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 1998.

NUNES, Sandra Conceição Barbosa. **Betão Auto-Compactável: Tecnologia e Propriedades**. 2001. 196 f. Dissertação (Mestrado em Estruturas de Engenharia Civil) – Faculdade de Engenharia, Universidade do Porto, Porto, 2001.

OKAMURA, Hajime. Self-compacting high-performance concrete. **Concrete international**, v. 19, n. 7, p. 50-54, 1997.

OKAMURA, H.; OUCHI, M. Self-compacting concrete. **Journal of advanced concrete technology**, v. 1, n. 1, p. 5-15, 2003.

OKAMURA, H; OZAWA, K. Mix Design for Self-Compacting Concrete. **Concrete Library of JSCE**, n. 25, 1995. (Translation from **Proc. Of JSCE**, v. 24, n 496, p. 107-120, 1994.8).

OEHLERT, Gary W. **A first course in design and analysis of experiments**. Retrieved from the University of Minnesota Digital Conservancy, 2010. 679p. Disponível em: <<http://hdl.handle.net/11299/168002>>. Acesso em: 21 mar. 2017.

OLUBANWO, A. O.; KARADELIS, John Nicholas. Applied mixture optimization techniques for paste design of bonded roller-compacted fibre reinforced polymer modified concrete (BRCFRPMC) overlays. **Materials and Structures**, p. 1-20, 2015

ORTEGA, Philippe *et al.* New Ways to Characterize and Control Thixotropy of Self Compacting Concrete with the use of Dedicated Superplasticizers. **The Masterbuilder – Concrete: Admixtures**, p. 144-150, fev. 2015.

OZAWA, K; MAEKAWA, K; OKAMURA, H. Development of High Performance Concrete. **Journal of the Faculty of Engineering, The University of Tokyo (B)**, v. XLI, n. 3, p. 381-439, 1992.

OZAWA, K.; SAKATA, N.; OKAMURA, H. Evaluation of Self-Compactability of Fresh Concrete Using the Funnel Test. **Concrete Library of JSCE**, n. 25, 1995. (Translation from **Proc. Of JSCE**, v. 23, n 490, p. 59-75, 1994.5).

RENCHER, A. C.; SCHAALJE, G. B. **Linear Models in Statistics**. 2 ed. Hoboken: John Wiley & Sons, 2008. 688p.

RODRIGUES, M. I.; LEMMA, A. F. **Planejamento de experimentos e otimização de processos**. 2. ed. Campinas: Casa do Espírito Amigo Fraternidade Fé e Amor, 2009. 358 p.

SANTOS, Ana C. P. *et al.* Experimental study about the effects of granular skeleton distribution on the mechanical properties of self-compacting concrete (SCC). **Construction and Building Materials**, v. 78, p. 40-49, 2015.

SCHEFFÉ, Henry. Experiments With Mixtures. **Journal of the Royal Statistical Society. Series B (Methodological)**, v. 20, n. 02, p. 344-360, 1958. Disponível em <<http://www.jstor.org/stable/2983895>>. Acesso em: 06 set. 2015.

SCHEFFÉ, Henry. The Simplex-Centroid Design for Experiments with Mixtures. **Journal of the Royal Statistical Society. Series B (Methodological)**, v. 25, n. 02, p. 235-263, 1963. Disponível em <<http://www.jstor.org/stable/2984294>>. Acesso em: 06 set. 2015.

SEDRAN, T.; DE LARRARD, F. Optimization of self-compacting concrete thanks to packing model. In: INTERNATIONAL RILEM SYMPOSIUM ON SELF-COMPACTING CONCRETE, 1, 1999, Stockholm. **Anais...** Stockholm: RILEM Publications SARL, 1999. p. 321-332. Disponível em <<http://www.rilem.org/images/publis/pro007-027.pdf>>. Acesso em: 13 maio 2015.

SHI, C.; WU, Z.; LY, K.; WU, L. A review on mixture design methods for self-compacting concrete. **Construction and Building Materials**, v. 84, p. 387-398, 2015. Disponível em: <<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0950061815003372>>. Acesso em: 01 abr. 2015.

SHINDOH, T.; MATSUOKA, Y. Development of combination-type self-compacting concrete and evaluation test methods. **Journal of Advanced Concrete Technology**, v. 1, n. 1, p. 26-36, 2003.

StatSoft, Inc. (2007). **STATISTICA (data analysis software system)**, version 8.0. [www.statsoft.com](http://www.statsoft.com).

SU, N.; HSU, K. C.; CHAI, H. W. A simple mix design method for self-compacting concrete. **Cement and concrete research**, v. 31, n. 12, p. 1799-1807, dez. 2001. Disponível em: <<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S000888460100566X>>. Acesso em: 06 set. 2015

TUTIKIAN, Bernardo Fonseca. **Método para dosagem de concretos auto-adensáveis**. 2004, 149 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia) – Programa de Pós Graduação em Engenharia Civil, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2004.

TUTIKIAN, Bernardo Fonseca. **Proposição de um método de dosagem experimental para concretos auto-adensáveis**. 2007, 162 p. Tese (Doutorado em Engenharia) – Programa de Pós Graduação em Engenharia Civil, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2007.

WANG, Xuhao *et al.* Assessing particle packing based self-consolidating concrete mix design method. **Construction and Building Materials**, v. 70, p. 439-452, 2014.

WU, Q.; AN, X. Development of a mix design method for SCC based on the rheological characteristics of paste. **Construction and Building Materials**, v. 53, p. 642-651, 2014.

YE, G. *et al.* Numerical simulation of the hydration process and the development of microstructure of self-compacting cement paste containing limestone as filler. **Materials and Structures**, v. 40, n. 9, p. 865-875, 2007.

ZHU, W.; GIBBS, C. J.; Use of diferente limestone and chalk powders in self-compacting concrete. **Cement and concrete research**, v. 35, n. 8, pg. 1457-1462, 2005.

ZERBINO, R. *et al.* Workability tests and rheological parameters in self-compacting concrete. **Materials and Structures**, v. 42, p. 947-960, 2009.