

# Série Rochas e Minerais Industriais

**Planejamento de experimentos  
aplicado no aproveitamento de  
resíduos de rochas ornamentais**

**Rondinelli Moulin Lima  
Mônica Castoldi Borlini Gadioli  
Mariane Costalonga de Aguiar  
Alan Dutra Pedruzzi**



# **SÉRIE ROCHAS E MINERAIS INDUSTRIAIS**

**Planejamento de experimentos aplicado no aproveitamento de resíduos de rochas ornamentais**

## **PRESIDÊNCIA DA REPÚBLICA**

**Jair Messias Bolsonaro**

Presidente

## **MINISTÉRIO DA CIÊNCIA, TECNOLOGIA E INOVAÇÕES**

**Paulo Cesar Rezende de Carvalho Alvim**

Ministro de Estado

**Sergio Freitas de Almeida**

Secretário Executivo

**Alex Fabiano Ribeiro de Magalhães**

Subsecretário de Unidades Vinculadas – SUV

**Cesar Augusto Rodrigues do Carmo**

Coordenador-Geral de Unidades de Pesquisa e Organizações Sociais – CGPS

## **CETEM – CENTRO DE TECNOLOGIA MINERAL**

**Silvia Cristina Alves França**

Diretora

**Marcelo Peres Lopes**

Coordenador Substituto de Administração - COADM

**Andréa Camardella de Lima Rizzo**

Coordenadora de Planejamento, Gestão e Inovação - COPGI

**Paulo Fernando Almeida Braga**

Coordenador de Processamento e Tecnologias Minerais - COPTM

**Marisa Nascimento**

Coordenadora de Processos Metalúrgicos e Ambientais - COPMA

**Leonardo Luiz Lyrrio da Silveira**

Coordenador de Rochas Ornamentais - CORON

**Arnaldo Alcover Neto**

Coordenador de Análises Minerais - COAMI

# **SÉRIE ROCHAS E MINERAIS INDUSTRIAIS**

ISSN 1518-9155

**SRMI - 32**

## **Planejamento de experimentos aplicado no aproveitamento de resíduos de rochas ornamentais**

**Rondinelli Moulin Lima**

Engenheiro Químico, D.Sc. Bolsista PCI/CETEM/MCTI

**Mônica Castoldi Borlini Gadioli**

Engenheira Química, D.Sc., Pesquisadora Titular do  
CETEM/MCTI

**Mariane Costalonga de Aguiar**

Química, D.Sc. Bolsista PCI/CETEM/MCTI

**Alan Dutra Pedruzzi**

Engenheiro de Minas, Bolsista PCI/CETEM/MCTI

**CETEM/MCTI**

2022

# SÉRIE ROCHAS E MINERAIS INDUSTRIAIS

**Luiz Carlos Bertolino**

Editor

## CONSELHO EDITORIAL

Francisco Wilson Holanda Vidal (CETEM), Jurgen Schnellrath (CETEM), Arthur Pinto Chaves (EPUSP), Luis Lopes (Universidade de Evora), Carlos Adolpho Magalhães Baltar (UFPE), Marsis Cabral Junior (IPT).

A Série Rochas e Minerais Industriais publica trabalhos na área minerometalúrgica, com ênfase na aplicação de minerais industriais e de rochas ornamentais. Tem como objetivo principal difundir os resultados das investigações técnico-científicas decorrentes de projetos desenvolvidos no CETEM e em parceria com outras instituições de PD&I.

O conteúdo desse trabalho é de responsabilidade exclusiva do(s) autor(es).

**Valéria Cristina de Souza**

Coordenação Editorial e Editoração Eletrônica

**Capa**

André Luiz Costa Alves

CIP – Catalogação na Publicação

P712

Planejamento de experimentos aplicado no aproveitamento de resíduos de rochas ornamentais / Rondinelli Moulin Lima ... [et al.]. – Rio de Janeiro: CETEM/MCTI, 2022.

55p. – (Série Rochas e Minerais Industriais; 32).

ISBN 978-65-5919-046-1

1. Rocha ornamental. 2. Resíduo. 3. Planejamento de experimento. 4. Análise estatística I. Lima, Rondinelli Moulin. II. Gadioli, Mônica Castoldi Borlini. III. Aguiar, Mariane Costalonga de. IV. Pedruzzi, Alan Dutra. V. Centro de Tecnologia Mineral. VI. Série.

CDD 553.5

Ficha catalográfica elaborada pela Biblioteca do CETEM/MCTI  
Bibliotecário(a) Rosana Silva de Oliveira CRB7 - 5849

# SUMÁRIO

RESUMO	7
ABSTRACT	8
1   INTRODUÇÃO	9
2   OBJETIVO	13
3   ROCHAS ORNAMENTAIS	14
3.1   Resíduos de Rochas Ornamentais	17
3.2   Uso de Resíduos de Rochas Ornamentais para Fabricação de Novos Materiais	20
4   PLANEJAMENTO DE EXPERIMENTOS	22
4.1   Planejamento Fatorial	23
4.2   Planejamento Fatorial de Dois Níveis ( $2^k$ )	24
4.3   Planejamento Fatorial de Três Níveis ( $3^k$ )	29
4.4   Planejamento Composto Central	31
4.5   Experimentos de Mistura	37
4.6   Superfície de Resposta	42
4.7   Planejamento de Experimentos Aplicado em Estudos de Rochas Ornamentais	44
5   CONCLUSÕES	49
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	50



## **RESUMO**

O Brasil é um dos maiores produtores de rochas ornamentais do mundo, e esse setor vem crescendo a cada ano, principalmente no estado do Espírito Santo (ES), onde se concentra a maior parte da produção. Em decorrência da grande produção de rochas ornamentais, o setor gera grandes quantidades de resíduos sólidos, oriundos tanto da extração quanto do beneficiamento. Cerca de 20 a 30% do bloco original é transformado em resíduo durante o processo de desdobramentos dos blocos em chapa. Dessa forma, há uma necessidade de buscar alternativas para o reaproveitamento desses resíduos e manter a economia circular ativa. Nos últimos anos, estudos tem sido realizado visando a incorporação desses resíduos em diversos setores industriais, como no desenvolvimento de materiais cerâmicos e na produção de rochas aglomeradas. Para se obter respostas válidas e objetivas, os pesquisadores cada vez mais tem recorrido as técnicas de planejamento de experimentos, pois assim os princípios da estatística podem ser utilizados obtendo os resultados desejados utilizando o menor número de experimento possível. Além disso, os pesquisadores podem determinar quais as principais variáveis que exercem influência sobre a resposta de um determinado processo e como elas interagem entre si.

### **Palavras-chave**

Rocha ornamental; resíduo; planejamento de experimento; análise estatística.



## **ABSTRACT**

Brazil is one of the leading producers of ornamental stones in the world, and this sector has been growing more each year, mainly in the state of Espírito Santo (ES), where most of the production is concentrated. Due to the high production of dimension stones, the sector generates large amounts of solid waste from extraction and processing. About 20 to 30% of the original block is transformed into waste during the unfolding process of the sheet blocks. In this way, there is a need to seek alternatives for the reuse of this waste and keep the circular economy active. In recent years, studies have been carried out to incorporate this waste into various industrial sectors, such as the development of ceramic materials and the production of agglomerated stones. In order to obtain valid and objective answers, researchers have employed the design of experiment techniques so that the principles of statistics can be used to obtain the desired results using the smallest possible number of experiments. In addition, researchers can determine which main variables influence the response of a given process and how they interact with each other.

### **Keywords**

Ornamental stone; waste; design of experiment; statistical analysis.

## 1 | INTRODUÇÃO

Rochas ornamentais é o termo utilizado para os materiais rochosos que são extraídos e beneficiados com a finalidade de serem utilizados como revestimentos, decorativos ou estruturais.

A indústria de rochas ornamentais e de revestimento apresenta grande relevância econômica para o Brasil, sendo o país o quinto maior exportador mundial. No primeiro semestre de 2021 foram exportadas 1,12 milhão de toneladas de rochas ornamentais, apresentando um faturamento de US\$ 572 milhões. Com um aumento de 43,83% em comparação com o mesmo período de 2020, esse faturamento registrou o melhor desempenho do Brasil nos últimos cinco anos (ABIROCHAS, 2022).

Dentre os estados brasileiros, o Espírito Santo (ES) é o maior exportador de rochas ornamentais. Segundo os dados do SINDIROCHAS (2022), em todos os meses de 2021 o ES foi responsável por mais de 70% de toda a exportação nacional, apresentando uma média de 76,62%. Essa quantidade de exportação representa uma média de 82,14% do faturamento do Brasil, no período de janeiro a dezembro do ano de 2021, equivalente a US\$ 1,10 bilhão. A Tabela 1 apresenta um comparativo da exportação de rochas ornamentais do Brasil com o Espírito Santo no ano 2021.

**Tabela 1.** Comparação da exportação de rochas ornamentais do Brasil com o estado do Espírito Santo, no ano de 2021.

	Em Toneladas		
	Brasil	Espírito Santo	%
Janeiro	206053	159367	77,34
Fevereiro	108910	85923	78,89
Março	194008	147475	76,01
Abril	146443	104919	71,64
Maiο	210056	154657	73,63
Junho	252572	200777	79,49
Julho	240369	180048	74,90
Agosto	210323	162512	77,27
Setembro	182025	133249	73,20
Outubro	240593	193593	80,46
Novembro	221772	172914	77,97
Dezembro	191419	150407	78,57
Média	200379	153820	76,62

Fonte: SINDIROCHAS, 2022.

Segundo dados da ABIROCHAS (2022), a produção de rochas ornamentais no Brasil em 2021 foi estimado em 10,2 milhões de toneladas, sendo que o Espírito Santo produziu 3 milhões de toneladas de mármore e granito neste ano.

A produção de rochas ornamentais é dividida em duas etapas, na primeira acontece o processo de extração, onde o bloco é extraído do maciço rochoso e depois, é destinado ao processo de beneficiamento, que é subdividido em serragem e polimento. A serragem dos blocos é realizada por teares, que

podem ser constituídos por lâminas de aço ou por fios diamantados, denominados como tear multilâmina ou tear multifio, respectivamente. Dessa forma, ocorre o desdobramento dos blocos em chapas, podendo então ser destinados para a etapas de levigamento, telagem e resinagem, finalizando com o polimento.

Um dos grandes problemas da cadeia produtiva das rochas ornamentais é a grande geração de resíduos, provenientes tanto da extração quanto do beneficiamento. Estima-se que somente no processo de desdobramento dos blocos em chapas, aproximadamente de 20 a 30% do bloco original é perdido em forma de resíduos de serragem, isto sem levar em consideração volume de resíduo gerado nas jazidas durante a extração do material (VIDAL; AZEVEDO; CASTRO, 2014). Os resíduos obtidos pela extração são classificados como grosseiros enquanto os resíduos provenientes do processamento são classificados como finos.

A composição desses resíduos depende da composição das rochas, do processo de beneficiamento e insumos utilizados e dos processos de reaproveitamento da água e lamas. Se a serragem for realizada por um tear multilâminas, o resíduo gerado pode conter pó de rocha, granelha, cal e/ou bentonita, pó das lâminas e água. Já na serragem por meio do tear multifios, o resíduo é constituído por pó de rocha, água e possivelmente de substâncias provenientes do fio diamantado.

O gerenciamento dessa grande quantidade de resíduo é um problema e, conseqüentemente, uma preocupação para o setor de rochas ornamentais brasileiro.

Diversos estudos têm sido realizados com o intuito de aproveitar os resíduos, incorporando-os em outros materiais, com o objetivo de não só reduzir o descarte inadequado, mas também desenvolver produtos ecológicos com capacidade de valor agregado, mantendo a economia circular ativa.

Boa parte desses estudos tem recorrido a técnicas estatísticas para auxiliá-los no desenvolvimento das pesquisas, desenvolvendo assim um projeto devidamente planejado.

Quando os experimentos são planejados baseando-se nos princípios estatísticos, os pesquisadores conseguem obter o máximo de informação útil, por meio de um número mínimo de experimentos. Dessa forma, o planejamento de experimento é utilizado como uma maneira de organizar e orientar a realização de uma pesquisa, possibilitando que os resultados encontrados possam ser analisados por métodos estatísticos e, resultando assim, em conclusões válidas e objetivas.

## **2 | OBJETIVO**

O objetivo do trabalho foi apresentar técnicas de planejamento de experimentos que podem ser aplicadas em pesquisas voltadas para o aproveitamento de resíduos de rochas ornamentais no desenvolvimento de novos produtos.

### 3 | ROCHAS ORNAMENTAIS

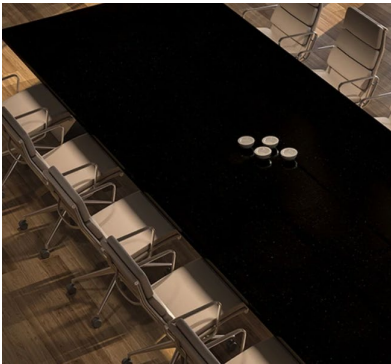
A Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT) define rocha ornamental como material pétreo natural utilizado em revestimentos internos e externos, estruturas, elementos de composição arquitetônica, decoração, mobiliário e arte funerária. Já o termo rocha para revestimento é definido como rocha ornamental submetida a diferentes graus ou tipos de beneficiamento, utilizada no revestimento de superfícies, especialmente pisos, paredes e fachadas (ABNT, 2013).

Além de possuir uma empregabilidade muito grande nas indústrias de construção civil como revestimentos internos e externos de pisos, paredes, colunas e entre outros, as rochas ornamentais, como por exemplo, o mármore, granito e o quartzito, além de serem bastante utilizadas nos dias atuais na construção, apresentam características de vantagens de uso bastante agradáveis, como resistência, durabilidade e facilidade de limpeza.

A Figura 1 apresenta diferentes tipos de rochas ornamentais usadas na construção civil.



(A)



(B)



(C)

Fonte: Guidoni (<https://www.guidoni.com.br/>).

**Figura 1.** Rochas ornamentais usadas para revestimento. (A) Quartzito Brazilian Onix, (B) Granito Preto São Gabriel e (C) Mármore Maximus.

Quanto à produção de rochas ornamentais, o Brasil é um dos principais produtores de rochas ornamentais do mundo e o estado do Espírito Santo é onde se concentra a maior parte da



produção. Como grande produtor de rochas, o país também gera uma grande quantidade de resíduos. Atualmente o Brasil se encontra como quinto maior produtor de rochas ornamentais. A Tabela 2 apresenta os principais produtores de rochas ornamentais no mundo.

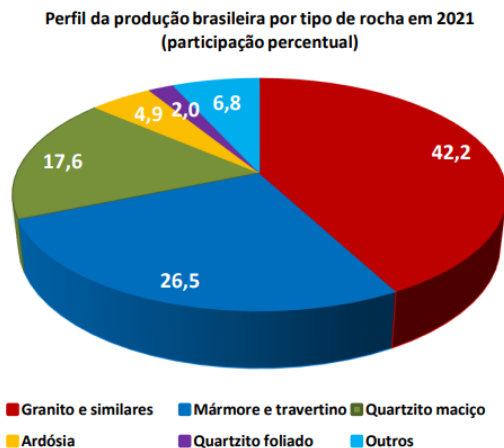
**Tabela 2.** Principais produtores mundiais de rochas ornamentais – 2016-2019.

Países x Ano (Peso)	2016		2017		2018		2019	
	Mt	%	Mt	%	Mt	%	Mt	%
China	46,0	31,7	49,0	32,2	48,0	31,4	50,0	32,4
Índia	23,5	16,2	24,5	16,1	26,0	17,0	26,5	17,2
Turquia	10,75	7,4	12,3	8,1	12,0	7,8	11,8	7,6
Irã	8,0	5,5	8,7	5,7	9,0	5,9	8,3	5,3
Brasil	8,5	5,9	8,3	5,4	8,3	5,4	8,2	5,3
Itália	6,25	4,3	6,3	4,1	6,0	3,9	5,9	3,8
Espanha	5,0	3,4	4,9	3,2	5,0	3,2	4,9	3,1
Egito	5,25	3,6	5,3	3,5	5,0	3,3	4,0	2,6
Portugal	2,6	1,8	2,8	1,8	3,0	2,0	3,4	2,2
EUA	2,8	1,9	2,8	1,8	2,9	1,9	3,2	2,0
Grécia	1,2	0,8	1,5	1,0	1,5	1,0	1,4	0,9
Arábia Saudita	1,25	0,9	1,3	0,8	1,3	0,8	1,3	0,8
Paquistão	1,1	0,7	1,2	0,8	1,2	0,7	1,3	0,8
França	1,3	0,9	1,4	0,9	1,4	0,9	1,2	0,8
Subtotal	123,5	85,0	130,3	85,7	130,4	85,2	131,0	84,8
Outros	21,5	15,0	21,7	14,3	22,7	14,8	23,5	15,2
Total	145,0	100	152,0	100	153,0	100	154,5	100

Fonte: Montani, 2020.

O Brasil é conhecido internacionalmente pela grande variedade de rochas ornamentais, isso devido a sua enorme geodiversidade. O país é referência no setor e as rochas ornamentais produzidas atendem diversos países do mundo (ABIROCHAS, 2022).

A Figura 2 apresenta o percentual dos tipos de rochas ornamentais produzidas em 2021.



**Figura 2.** Tipos de rochas ornamentais produzidas em 2021.

### 3.1 | Resíduos de Rochas Ornamentais

Em decorrência da grande produção de rochas ornamentais no Brasil, o setor gera grandes quantidades de resíduos sólidos, decorrentes tanto da extração quanto do beneficiamento.

Para produzir uma chapa de revestimento de rochas ornamentais é necessário que a matéria prima seja extraída e beneficiada. A primeira etapa do processo acontece na lavra,

onde o bloco de rochas ornamentais é extraído da natureza e enviado para a segunda etapa do processo (VIDAL *et al.* 2014). A segunda etapa é o beneficiamento, nela as chapas são serradas e polidas para comercialização. A serragem pode acontecer em teares com lâminas de aço e uso de granalhas de ferro ou teares multifio com uso de fios diamantados. Aproximadamente 26% do bloco que passa pela etapa do beneficiado vira resíduo fino durante o processo (SILVEIRA; VIDAL; SOUZA, 2014). A maioria desses resíduos são depositados em aterros, o que causa impacto ambiental negativo para o meio ambiente.

Na serragem de rochas utilizando teares multilâmina é gerado um resíduo que pode conter pó de rocha, granalha, cal e/ou bentonita, pó das lâminas e água e na serragem utilizando multifio, o resíduo é constituído principalmente pelo pó de rocha e água, podendo conter ainda substâncias provenientes do fio diamantado. Os resíduos provenientes da serragem de materiais que foram antes envelopados podem conter ainda substâncias provenientes dos insumos utilizados, inserindo assim, novos elementos/compostos nesse resíduo.

Esses resíduos apresentam composição mineralógica diversa, que varia, principalmente, em função do tipo de rocha que foi beneficiada. Porém, os equipamentos empregados durante a serragem também interferem na composição química dos resíduos, que podem apresentar maior ou menor teor de ferro dependendo da tecnologia utilizada (VIDAL; AZEVEDO; CASTRO, 2014).

Os resíduos das rochas ornamentais dividem-se em duas categorias principais: resíduos grosseiros, oriundos da extração nas pedreiras e resíduos finos, provenientes das plantas de

beneficiamento. O fato é que ao longo da cadeia produtiva ocorrem perdas de matéria-prima que são da ordem de 83%. Vidal, Azevedo, Castro (2014) estimam que no Brasil foram gerados mais de 22 milhões de toneladas (Mt) de resíduos em 2012: aproximadamente 20 Mt de resíduos grossos gerados nas pedreiras e 2 Mt de resíduos finos nas indústrias, sendo que destes 1,5 Mt somente no estado do Espírito Santo. Além da quantidade, o problema agrava-se visto que a destinação de grande parte dos resíduos são os aterros, acumulando-se, sem previsão de retirada e cada vez mais a necessidade de novos aterros.

Atualmente, os resíduos do beneficiamento de rochas ornamentais recebem apenas o tratamento de retirada de umidade e depois a destinação final em aterros. Utilizar este resíduo com uma matéria prima alternativa colaborará para a redução da deposição em aterros, com isso diminui os impactos ambientais negativos, além de agregar valor a um resíduo indesejável, e possibilita também a geração de novos empregos.

Os resíduos são uma preocupação crescente para o setor de rochas ornamentais brasileiro, sendo o principal problema ambiental do setor, principalmente os resíduos provenientes do beneficiamento, por conter elementos ou compostos que classificam a maior parte dos resíduos já estudados como não inertes. Assim sendo, há a necessidade de estudar a utilização de resíduos em materiais que possam inertiza-los, demonstrando que sua utilização não representa riscos ambientais.

Levando-se em consideração a grande disponibilidade de resíduos de rochas ornamentais e as novas tendências globais relacionadas a um ciclo produtivo mais sustentável, uma alternativa tecnológica e ambiental é a utilização desses resíduos em produtos de alto valor agregado e que podem agregar grandes quantidades de resíduos.

### **3.2 | Uso de Resíduos de Rochas Ornamentais para Fabricação de Novos Materiais**

Inúmeras pesquisas têm estudado soluções técnicas para o aproveitamento do resíduo proveniente do beneficiamento de rochas ornamentais como matéria-prima para a produção dos mais variados produtos.

Nesse sentido, o uso dos resíduos em formulações de novos materiais ajuda a mitigar os impactos ambientais da produção e maximizar o uso dos recursos naturais não renováveis e, ao mesmo tempo, ajudar no desenvolvimento econômico dos setores envolvidos.

Alguns exemplos de pesquisas realizadas estão na área de polímeros, na qual os resíduos atuam como carga e com objetivo de melhorar as propriedades mecânicas e térmicas (SIMÃO *et al.* 2020); em pavimentação asfáltica pra aumentar a estabilidade, a dureza e a resistência à tração (MENEGUETE *et al.* 2018); em vidro, para ajudar na formação de fase vítrea, como formador e modificador de rede, como colorante e redutor viscosidade e ponto de fusão (BABISK *et al.* 2019; GOMES *et al.* 2020); em concretos e agregados como carga e com objetivo de aumentar a resistência à compressão, abrasão e à cloretos e sulfatos (ZULCÃO *et al.* 2020; VIDAL; AZEVEDO; CASTRO, 2014); em cerâmica vermelha com o objetivo de

diminuir a absorção de água e aumentar a resistência mecânica (GADIOLI *et al.* 2022; AGUIAR *et al.* 2022) e em rochas aglomeradas com o objetivo de fabricar produtos ecológicos com o uso dos resíduos e com propriedades físicas e mecânicas superiores aos das rochas naturais (AGRIZZI *et al.* 2022; MARDEGAN *et al.* 2022).

O uso desses resíduos como subproduto para a fabricação de outros materiais busca não só reduzir o descarte inadequado, mas também desenvolver produtos ecológicos com capacidade de valor agregado. Essas iniciativas refletem o modelo da Economia Circular, no qual os materiais são reutilizados, recuperados e reciclados objetivando um ciclo fechado e resíduo zero.

O conhecimento das características dos resíduos, a utilização dos resíduos como matérias primas, o desenvolvimento de novos produtos com aplicação industrial a partir de resíduos, em substituição as matérias primas convencionais, a caracterização ambiental dos produtos desenvolvidos com resíduos de rochas ornamentais é de extrema importância. O CETEM vem desenvolvendo pesquisas visando aproveitar os resíduos de rochas ornamentais. Nesse sentido, planejamento de experimentos se torna uma ferramenta fundamental para auxiliar os pesquisadores no desenvolvimento dos projetos.

## 4 | PLANEJAMENTO DE EXPERIMENTOS

Ao se realizar um experimento de pesquisa, a primeira exigência é possuir de forma clara e bem definida qual o objetivo da investigação. A partir desse ponto, a etapa subsequente será estruturar os passos necessários para a realização dos experimentos, ou seja, como esses experimentos serão realizados.

Um experimento devidamente planejado permite a coleta de dados de forma correta e organizada e quando esse procedimento é feito inadequadamente, na maioria das vezes, não é possível obter resultados conclusivos (BARROS NETO; SCARMINIO; BRUNS, 2001; MONTGOMERY, 2001). Assim, o planejamento de experimento auxilia o pesquisador a organizar e orientar a execução de um experimento, de modo que os métodos estatísticos possam ser utilizados para analisar as respostas encontradas, resultando em conclusões válidas e objetivas.

No planejamento de experimento os princípios da amostragem estatística são aplicados e os resultados desejados são obtidos utilizando o menor número de experimento possível (MONTGOMERY, 2001). Desse modo, é possível compreender os efeitos de múltiplas variáveis e suas interações sobre a variável resposta a ser analisada.

Existem diferentes formas de se conduzir um experimento e para que a metodologia utilizada seja a correta é de extrema importância, principalmente, ter definido quais são os objetivos do estudo e realizar uma avaliação se os equipamentos, instalações, quantidade de material, mão de obra, tempo, entre outras condições, suportam a execução do experimento.

## 4.1 | Planejamento Fatorial

Geralmente, um dos principais objetivos quando se realiza pesquisas é determinar a influência de um ou mais fatores sobre uma variável resposta de interesse (BARROS NETO; SCARMINIO; BRUNS, 2001). Os fatores são as variáveis independentes que o pesquisador deseja e tem condições de manipular, podendo ser quantitativas, como por exemplo, a temperatura ou qualitativas, como o tipo de catalisador. Para essas situações, em geral, os planejamentos fatoriais são mais eficientes para a realização dos experimentos. Eles permitem avaliar todas as possíveis combinações dos níveis dos fatores investigados e, dessa forma, consegue-se obter uma análise sobre as variáveis e sobre suas interações (MONTGOMERY, 2001; BOX; HUNTER; HUNTER, 2005).

Dependendo da quantidade de fatores e níveis que o pesquisador deseja avaliar, a realização de todas as possíveis combinações pode resultar em um grande número de experimentos. Por exemplo, se o interesse da pesquisa for analisar o efeito do fator temperatura em cinco níveis (10 °C, 20 °C, 30 °C, 40 °C e 50 °C) e do fator catalisador em três níveis (A, B e C), para a utilização de um planejamento fatorial completo serão necessárias 15 corridas experimentais. A Tabela 3 apresenta todas as combinações necessárias.



**Tabela 3.** Exemplo de uma matriz de planejamento fatorial completo 5x3.

Experimentos	Temperatura (°C)	Catalisador
1	10	A
2	10	B
3	10	C
4	20	A
5	20	B
6	20	C
7	30	A
8	30	B
9	30	C
10	40	A
11	40	B
12	40	C
13	50	A
14	50	B
15	50	C

## 4.2 | Planejamento Fatorial de Dois Níveis ( $2^k$ )

No planejamento fatorial  $2^k$ , o efeito de 'k' fatores são avaliados em dois níveis fixos. A partir do exemplo anterior, dois níveis fixos da temperatura poderiam ser 10°C e 50°C e de catalisador A e B, geralmente os níveis são codificados como - e +. Dessa forma, é possível obter quatro diferentes combinações dos níveis escolhidos (10°C, A), (10°C, B), (50°C, A) e (50°C, B).

A Tabela 4 apresenta a matriz de planejamento juntamente com os resultados obtidos de um planejamento fatorial  $2^2$ .

**Tabela 4.** Resultados de um planejamento fatorial  $2^2$  utilizado para avaliar o efeito das variáveis temperatura e catalisador.

Experimento	Temperatura		Catalisador		Resultado y
1	10°C	(-)	A	(-)	60
2	10°C	(-)	B	(+)	52
3	50°C	(+)	A	(-)	72
4	50°C	(+)	B	(+)	65

Com os resultados da Tabela 4 é possível calcular o efeito dos fatores, também chamado de efeito principal, que é a variação causada na resposta pela mudança no nível do fator. Portanto, o efeito principal do fator temperatura (T) pode ser determinado pela diferença da média das respostas do nível alto (+) com a média das respostas do nível baixo (-).

$$T = \left( \frac{72 + 65}{2} \right) \Big|_+ - \left( \frac{60 + 52}{2} \right) \Big|_- = 12,5$$

Este valor indica que quando ocorre a variação do fator temperatura do nível baixo (10°C) para o nível alto (50°C) a resposta média aumenta em 12,5 unidades. Aplicando o mesmo raciocínio, o efeito do fator catalisador (C) também pode ser determinado.

$$C = \left( \frac{52 + 65}{2} \right) \Big|_+ - \left( \frac{60 + 72}{2} \right) \Big|_- = -7,5$$

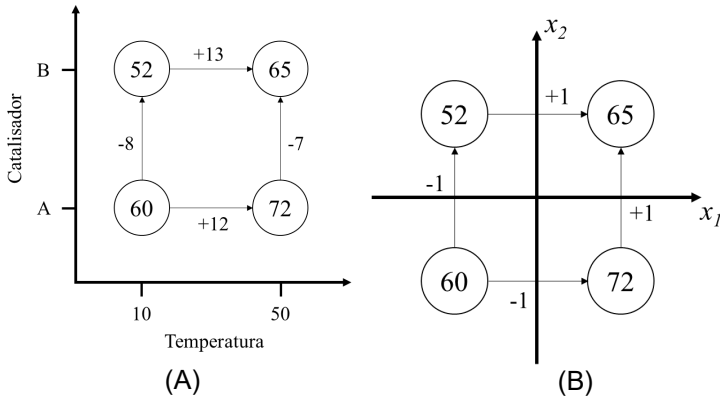
Neste caso, quando se alterou os catalisadores de A para B, ocorreu uma redução na resposta de -7,5 unidades, ou seja, os resultados do catalisador B são, em média, 7,5 unidades mais baixas que os resultados do catalisador A.

Uma outra análise que deve ser realizada é sobre a interação entre os fatores. Percebe-se que, para o catalisador A, a variação temperatura apresenta uma diferença nos resultados de 12, enquanto para o catalisador B esse valor é de 13, essa diferença de valores indica que existe uma interação entre a temperatura e o catalisador, caso não houvesse interação os valores seriam iguais. Dessa forma, também é necessário determinar o efeito da interação TC.

$$TC = \left( \frac{60 + 65}{2} \right) - \left( \frac{52 + 72}{2} \right) = 0,5$$

Destaca-se que quando a interação apresenta um efeito muito relevante, ela pode mascarar a influência do efeito dos fatores principais e, conseqüentemente, os efeitos principais dos fatores envolvidos na interação podem não ter muito valor prático interpretativo (BARROS NETO; SCARMINIO; BRUNS, 2001).

Os efeitos podem ser representados por meio de notação geométrica como apresentado pela Figura 3. Como no exemplo existem somente dois fatores a representação geométrica é um quadrado. A Figura 3B representa a notação geométrica com os fatores codificados em  $x_1$  (temperatura) e  $x_2$  (catalisador), com os níveis padronizados em -1 e +1.



Fonte: Adaptado de Barros Neto; Scarminio; Bruns, 2001.

**Figura 3.** Interpretação geométrica dos resultados de um planejamento  $2^2$ : (A) Variáveis originais e (B) Variáveis codificadas.

É comum em um planejamento a representação dos níveis dos fatores na forma codificada. Para a codificação de variáveis quantitativas utiliza-se a Equação 1.

$$x_i = 2 \frac{(f_i - \bar{f}_i)}{d_i} \quad (1)$$

em que  $f_i$  é o valor do fator  $i$  na escala original,  $\bar{f}_i$  é a média dos dois níveis do fator  $i$  na escala original e  $d_i$  é a diferença entre o nível alto e o nível baixo.

Aplicando a Equação 1 para codificar a variável Temperatura nos níveis -1 e +1, fica:

$$x_1 = 2 \frac{(10 - 30)}{40} = -1 \quad ; \quad x_1 = 2 \frac{(50 - 30)}{40} = +1$$

Percebe-se que com a codificação os níveis dos fatores passam a ser padronizados, variando de -1 a +1. Dessa forma, os efeitos das variáveis codificadas correspondem à variação de duas unidades do fator correspondente e, assim, são a metade dos valores dos efeitos das variáveis originais. O efeito da temperatura de 12,5 quando T altera de 10°C para 50°C, será 6,25 por unidade de  $x_1$ . O mesmo raciocínio se aplica para o catalisador e a interação, apresentando efeitos de -3,75 e 0,25, respectivamente.

As observações do planejamento  $2^k$ , por ser somente dois níveis fixos, podem ser descritas por um modelo estatístico linear. Para o planejamento de experimento  $2^2$  o modelo estatístico é representado pela Equação 2 (MONTGOMERY, 2001).

$$y = \beta_0 + \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \beta_{12} x_1 x_2 + \varepsilon \quad (2)$$

em que  $y$  é a variável resposta analisada,  $\beta_0$ ,  $\beta_1$ ,  $\beta_2$ ,  $\beta_{12}$  são os efeitos da média global, do fator A, do fator B e da interação AB, respectivamente e  $\varepsilon$  é uma componente do erro aleatório associado à resposta  $y$ . Os erros aleatórios devem apresentar uma distribuição normal, com média zero e variância constante.

Como o planejamento pode apresentar 'k' fatores, caso mais um fator fosse analisado o modelo estatístico seria representado para Equação 3. O raciocínio é aplicado para outros números de fatores analisados.

$$y = \beta_0 + \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \beta_3 x_3 + \beta_{12} x_1 x_2 + \beta_{13} x_1 x_3 + \beta_{23} x_2 x_3 + \beta_{123} x_1 x_2 x_3 + \varepsilon \quad (3)$$

Para cada planejamento pode ser gerado um modelo estatístico que é válido para os níveis dos fatores analisados.

O planejamento  $2^k$  é particularmente útil nos estágios iniciais de um trabalho experimental, quando muitos fatores são prováveis de serem investigados. Como ele apresenta somente dois níveis, resulta em um número menor de corridas experimentais (MONTGOMERY, 2001; BOX; HUNTER; HUNTER, 2005).

### 4.3 | Planejamento Fatorial de Três Níveis ( $3^k$ )

Existem algumas variações do planejamento fatorial  $2^k$  que podem ser úteis no desenvolvimento de pesquisas, como o planejamento fatorial  $3^k$ . A ideia é semelhante ao planejamento  $2^k$ , só que neste caso, os fatores do experimento são avaliados em três níveis -1, 0 e +1, em que o nível 0, conhecido como ponto central, é a média do valor do nível inferior com o nível superior. Por trabalhar com três níveis, o planejamento  $3^k$  necessita de um número maior de experimentos quando comparado com o  $2^k$  (BERGER; MAURER; CELLI, 2018; ONYIAH, 2008; BOX; HUNTER; HUNTER, 2005). A Tabela 5 apresenta um comparativo entre o número de experimentos do planejamento  $2^k$  com o planejamento  $3^k$ .

**Tabela 5.** Comparação do número de experimentos de um planejamento  $2^k$  com o planejamento  $3^k$  para diferentes valores de k.

	k = 1	k = 2	k = 3	k = 4	k = 5
$2^k$	2	4	8	16	32
$3^k$	3	9	27	81	243

Como o planejamento  $2^k$  envolve somente dois níveis fixos (sem ponto central), o comportamento será sempre linear.

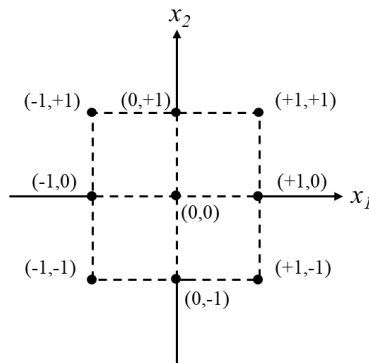
O planejamento fatorial  $3^k$  é utilizado pelos experimentadores que estão interessados com a curvatura na resposta, dessa forma é possível analisar não apenas o impacto linear do fator na resposta, mas também o impacto não linear. Então, o terceiro nível permite que a relação entre a resposta e cada fator seja modelada com uma relação quadrática (MONTGOMERY, 2001). Por exemplo, considerando um planejamento  $3^k$  com dois fatores ( $k = 2$ ) o modelo estatístico é representado pela Equação 4.

$$y = \beta_0 + \beta_1 x_1 + \beta_{11} x_1^2 + \beta_2 x_2 + \beta_{22} x_2^2 + \beta_{12} x_1 x_2 + \varepsilon \quad (4)$$

A Tabela 6 apresenta como seria uma matriz de planejamento fatorial de três níveis para análise de 2 fatores ( $x_1$  e  $x_2$ ) e a Figura 4 ilustra a representação geométrica em variáveis codificadas em um planejamento  $3^2$ .

**Tabela 6.** Matriz de planejamento fatorial  $3^2$ .

Experimentos	$x_1$	$x_2$
1	-1	-1
2	-1	0
3	-1	+1
4	0	-1
5	0	0
6	0	+1
7	+1	-1
8	+1	0
9	+1	+1



Fonte: Adaptado de Montgomery, 2001.

**Figura 4.** Representação geométrica de um planejamento  $3^2$  com as variáveis codificadas.

Dois pontos são necessários para se estimar o comportamento linear do experimento, já três pontos são utilizados para se definir a função quadrática, alcançando assim um polinômio de maior potência. Entretanto, o Planejamento Composto Central faz um uso melhor das unidades experimentais e é mais eficiente para se analisar o comportamento não linear, uma vez que são avaliados cinco níveis (BERGER; MAURER; CELLI, 2018; MONTGOMERY, 2001).

#### 4.4 | Planejamento Composto Central

Planejamentos Compostos Centrais (PCC) são planejamentos fatoriais de 1ª ordem aumentados por pontos adicionais para permitir a estimação dos parâmetros de uma superfície de 2ª ordem.



A estrutura básica do projeto consiste em três partes (MANSON; GUNST; HESS, 2003; BERGER; MAURER; CELLI, 2018):

- Um planejamento fatorial de dois níveis ( $2^k$ ), que estima os termos principais e suas interações;
- É adicionado ao planejamento  $2^k$  pontos axiais que ajudam a estimar os termos quadráticos. A quantidade de pontos axiais adicionados é o dobro do número de fatores analisados ( $2k$ ). Os pontos axiais são codificados e denotados de  $\alpha$ , representados da seguinte forma:

$$(\pm\alpha, 0, \dots, 0)$$

$$(0, \pm\alpha, \dots, 0)$$

...

$$(0, 0, \dots, \pm\alpha)$$

o  $\alpha$  é uma constante que é determinada pelo pesquisador.

- É adicionado um conjunto de pontos centrais, que estima o erro e ajuda a estimar a curvatura da superfície com mais estabilidade.

$$(0, 0, \dots, 0)$$

Dessa forma, cada variável é avaliada em cinco níveis ( $-\alpha$ ,  $-1$ ,  $0$ ,  $+1$ ,  $+\alpha$ ). O número de experimentos de um PCC pode ser determinado por:  $2^k + 2k + n$  pontos centrais. A Figura 5 apresenta uma matriz geral de um Planejamento Composto Central.

		$x_1$	$x_2$	...	$x_k$
Combinções do Planejamento $2^k$		-1	-1	...	-1
		-1	-1	...	+1
		$\vdots$	$\vdots$	$\vdots$	$\vdots$
		+1	+1	...	+1
-----					
Pontos axiais $2k$		$+\alpha$	0	...	0
		$-\alpha$	0	...	0
		0	$+\alpha$	...	0
		0	$-\alpha$	...	0
		$\vdots$	$\vdots$	$\vdots$	$\vdots$
		0	0	...	$+\alpha$
		0	0	...	$-\alpha$
-----					
n Pontos centrais		0	0	...	0
		$\vdots$	$\vdots$	$\vdots$	$\vdots$
		0	0	...	0

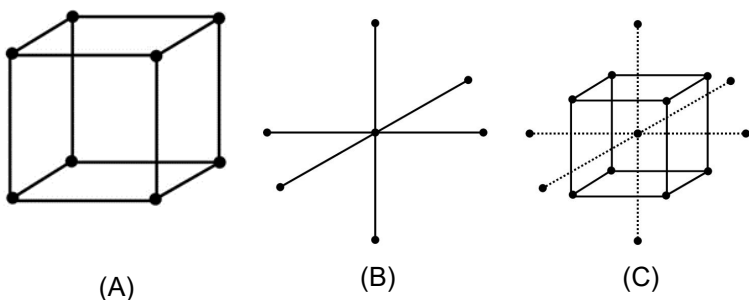
**Figura 5.** Matriz geral de um planejamento composto central, para  $k$  fatores e  $n$  pontos centrais.

Fixando o número de pontos centrais em 2, a Tabela 7 é um complemento da Tabela 5, com adição do número de experimentos necessários para um PCC.

**Tabela 7.** Número de experimentos necessários para os planejamentos  $2^k$ ,  $3^k$  e PCC, para diferentes valores de  $k$  e para dois pontos centrais.

	$k = 1$	$k = 2$	$k = 3$	$k = 4$	$k = 5$
$2^k$	2	4	8	16	32
$3^k$	3	9	27	81	243
PCC	6	10	16	26	44

A Figura 6 ilustra a representação de um Planejamento Composto Central quando se deseja avaliar três fatores ( $k = 3$ ). O planejamento fatorial  $2^3$  é representado geometricamente por um cubo (Figura 6A) e nele são adicionados seis pontos axiais (Figura 6B) e  $n$  repetições no ponto central (Figura 6C).



Fonte: Adaptado de Box; Hunter; Hunter, 2005.

**Figura 6.** Representação de um Planejamento Composto Central para três fatores. (A) planejamento fatorial  $2^3$ , (B) ponto axiais e (C) planejamento fatorial  $2^3$  somados aos pontos axiais e aos pontos centrais.

Uma característica interessante do PCC é o fato dele ser útil em experimentos sequenciais. Pelo fato do PCC ser formado

de três partes distintas, pode-se construí-lo sequencialmente: é possível realizar um planejamento  $2^k$  para investigar o comportamento dos resultados e depois avaliar os pontos axiais e centrais. Assim, o PCC pode ser utilizado para estimar com eficiência dos termos de primeira e segunda ordem e modelar uma variável resposta com curvatura, apenas adicionando os pontos centrais e axiais (RYAN, 2007; MANSON; GUNST; HESS, 2003). O modelo do Planejamento Composto Central é representado por um modelo quadrático completo para  $k$  fatores (BOX; HUNTER; HUNTER, 2005).

$$y = \beta_0 + \sum_i \beta_i x_i + \sum_i \beta_{ii} x_i^2 + \sum_{i < j} \sum_j \beta_{ij} x_i x_j + \varepsilon \quad (5)$$

O PCC é um planejamento muito eficiente para ajustar o modelo de segunda ordem. Existem dois parâmetros no projeto que devem ser especificados: o valor de  $\alpha$  e o número de pontos centrais. Dependendo do valor de  $\alpha$ , ou seja, da distância dos pontos axiais do centro do projeto, o PCC pode ser considerado ortogonal ou rotativo (BOX; HUNTER; HUNTER, 2005).

Rotabilidade:

$$\alpha = G^{1/4} \quad (6)$$

Ortogonalidade:

$$\alpha = \left( \frac{QG}{4} \right)^{1/4} \quad Q = \left[ (G+T)^{1/2} - G^{1/2} \right]^2 \quad (7)$$

em que  $G$  é o número de experimento da parte do planejamento fatorial ( $2^k$ ) e  $T$  é o número de pontos adicionais (axiais e centrais) do PCC ( $2k+n$ ).

Algo que se deve ficar atento ao utilizar um PCC é se as condições operacionais da pesquisa conseguem atender as exigências do planejamento. Devido aos valores encontrados para o  $\alpha$ , os pontos axiais do planejamento acabam gerando condições experimentais em que o valores dos fatores analisados são número fracionários, com duas ou três casas após a virgula. Assim, o PCC requer um maior refino no controle das variáveis independentes e nem todos experimentos conseguem atender tal precisão. Por isso, deve-se avaliar, por exemplo, se os equipamentos que serão utilizados conseguem satisfazer as necessidades impostas pelos pontos axiais do PCC.

Um experimento é chamado de rotativo quando a variação da resposta prevista em qualquer ponto depende apenas da distância do ponto do ponto central do experimento, ou seja, todos os pontos na mesma distância radial do ponto central têm a mesma magnitude de erro de previsão (BARROS NETO; SCARMINIO; BRUNS, 2001; MONTGOMERY, 2001). Já um PCC ortogonal é quando a sua matriz de design é ortogonal, tecnicamente isso acontece quando a soma do produto dos elementos de cada linha da matriz é igual a zero. Quanto mais ortogonal forem as colunas da matriz de planejamento mais informações independentes podem ser extraídas. Os valores de  $\alpha$  rotativo e ortogonal costumam ser próximo (BOX; HUNTER; HUNTER, 2005). Assim, um PCC ortogonal também garante rotatividade aproximada e vice-versa.

## 4.5 | Experimentos de Mistura

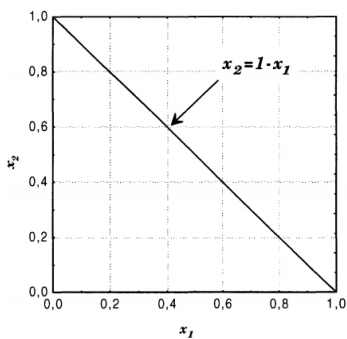
Nos planejamentos apresentados até então os níveis de cada um dos fatores são independentes dos níveis de outros fatores. Em experimentos que envolve uma mistura, os fatores são os componentes ou ingredientes de uma mistura e, conseqüentemente, seus níveis não são independentes. Nesse tipo de experimento dois ou mais compostos são misturados em diferentes proporções e cada proporção acarreta na formação de um determinado produto final (CORNELL, 2011; MONTGOMERY, 2001). Dessa forma, os experimentos de mistura estão sujeitos as seguintes restrições:

$$0 \leq x_i \leq 1, \quad i = 1, 2, \dots, q \quad (8)$$

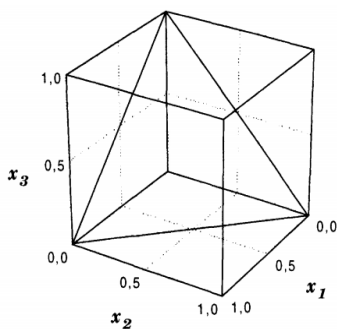
$$\sum_{i=1}^q x_i = x_1 + x_2 + \dots + x_q = 1 \quad (9)$$

em que  $x_i$  e  $q$  representam a proporção fracionária do  $i$ -ésimo termo do componente na mistura e o número de componentes da mistura, respectivamente.

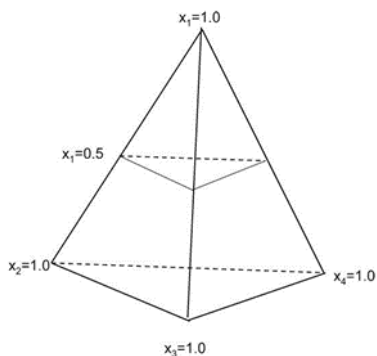
Em um problema binário, em que  $q = 2$ , o somatório das proporções  $x_1$  e  $x_2$  tem que ser igual a 1, nesse sentido a representação gráfica do problema é explicado por uma reta (Figura 7A). Se for considerado um problema com três componentes, a representação gráfica passará a ser representada por um triângulo equilátero (Figura 7B), para quatro componentes por um tetraédrico (Figura 7C) e assim por diante. Esse sistema de coordenadas é conhecido como sistema de coordenadas simplex (CORNELL, 2011).



(A)



(B)



(C)

Fonte: Barros Neto; Scarminio; Bruns, 2001; Cornell, 2011.

**Figura 7.** Representação gráfica para experimentos de mistura com: (A) dois componentes; (B) três componentes e (C) quatro componentes.

Projetos Simplex são usados para estudar os efeitos dos componentes da mistura na variável de resposta. Quando o simplex apresenta em uma distribuição uniformemente espaçada de pontos é conhecido como *Simplex-Lattice*.

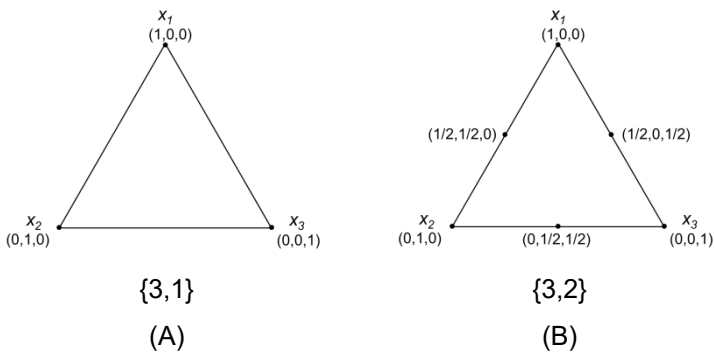
Os pontos são definidos para permitir um modelo polinomial de grau  $m$  com  $q$  componentes. Portanto, as proporções de cada componente de um planejamento *Simplex-Lattice*  $\{q,m\}$  assumem os valores  $m+1$  igualmente espaçados de 0 a 1.

$$x_i = 0, \frac{1}{m}, \frac{2}{m}, \dots, 1 \quad i = 1, 2, \dots, q \quad (10)$$

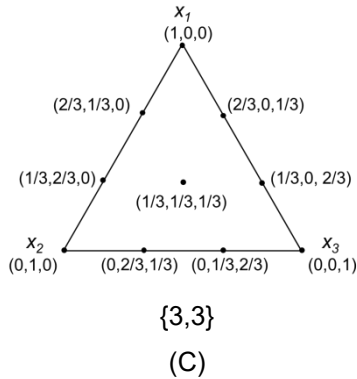
Todas as possíveis combinações de misturas fornecidas pela Equação 10 são utilizadas. Como exemplo, seja  $q = 3$  e  $m = 2$ , obtêm-se as proporções 0,  $\frac{1}{2}$ , 1 e seis combinações de experimentos são formadas por meio dessas proporções, sempre respeitando as restrições:

$$\begin{aligned} (x_1, x_2, x_3) = & (1, 0, 0) \quad (0, 1, 0) \quad (0, 0, 1) \\ & \left(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, 0\right) \quad \left(\frac{1}{2}, 0, \frac{1}{2}\right) \quad \left(0, \frac{1}{2}, \frac{1}{2}\right) \end{aligned} \quad (11)$$

A Figura 8 apresenta as combinações de mistura de um *Simplex-Lattice* para três componentes ( $q = 3$ ) e para os graus ( $m$ ) 1, 2 e 3.







**Figura 8.** Proporções de um *Simplex-Lattice* aplica a uma mistura com três componentes. (A) grau 1, (B) grau 2 e (C) grau 3.

O número de combinações planejamento *Simplex-Lattice* é determinado pela Equação 12.

$$N = \frac{(q+m-1)!}{m!(q-1)!} \quad (12)$$

Por meio de uma regressão polinomial o resultado de um planejamento *Simplex-Lattice* pode ser representado por modelos na forma linear, quadrático, cúbico especial e cúbico completo (MONTGOMERY, 2001; SCHEFFÉ, 1958).

Linear

$$y = \sum_{i=1}^q \beta_i x_i \quad (13)$$

Quadrático

$$y = \sum_{i=1}^q \beta_i x_i + \sum_{i < j} \sum_{i < j}^q \beta_{ij} x_i x_j \quad (14)$$

## Cúbico especial

$$y = \sum_{i=1}^q \beta_i x_i + \sum_{i<j}^q \beta_{ij} x_i x_j + \sum_{i<j<k}^q \beta_{ijk} x_i x_j x_k \quad (15)$$

## Cúbico completo

$$y = \sum_{i=1}^q \beta_i x_i + \sum_{i<j}^q \beta_{ij} x_i x_j + \sum_{i<j}^q \delta_{ij} x_i x_j (x_i - x_j) + \sum_{i<j<k}^q \beta_{ijk} x_i x_j x_k \quad (16)$$

Os números de termos existentes nas equações polinomiais são dependentes do grau da equação ( $m$ ) e da quantidade de componente ( $q$ ). A Tabela 8 apresenta o número de termos para vários valores de  $q$ .

**Tabela 8.** Número de termos nos modelos polinomiais de um planejamento Simplex-Lattice.

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
⋮	⋮	⋮	⋮	⋮
$q$	$q$	$q(q+1)/2$	$q(q^2+5)/6$	$q(q+1)(q+2)/6$

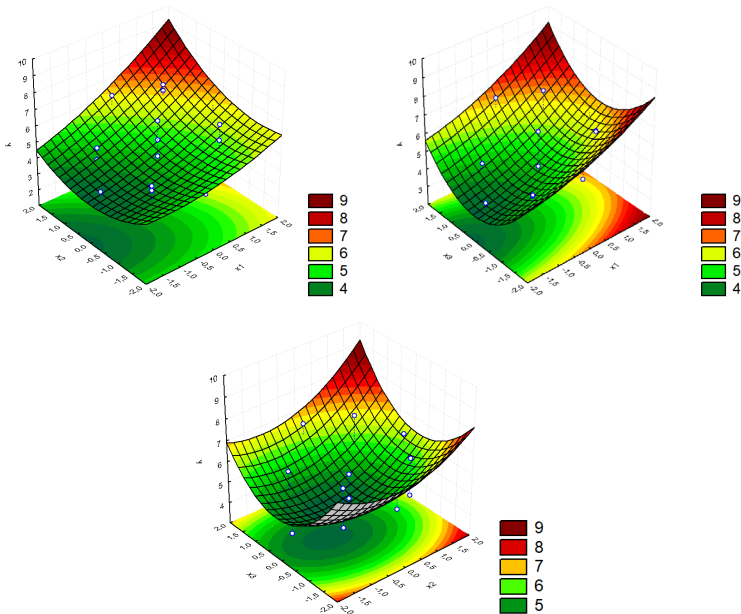
Fonte: Cornell, 2011.

Uma alternativa ao planejamento *Simplex-Lattice* é o *Simplex-Centroid*. Basicamente, a diferença entre os planejamentos é que o *Simplex-Centroid* cria pontos adicionais sempre de forma alinhada ao centroide, enquanto o outro planejamento os pontos cobrem todo o espaço interno (MONTGOMERY, 2001; BERGER; MAURER; CELLI, 2018). Assim, o planejamento *Simplex-Centroid* são necessários menos experimentos que o *Simplex-Lattice*. Uma outra diferença é que o *Centroid* não requer que seja especificado a ordem do modelo (CORNELL, 2011; SCHEFFÉ, 1963).

O planejamento *Simplex-Centroid* é particularmente útil quando se trabalha com muitos componentes e quando se deseja eliminar alguns desses componentes.

#### **4.6 | Superfície de Resposta**

Um objetivo comum da utilização dos planejamentos experimentais é tentar caracterizar a relação entre a resposta a ser analisada e um conjunto de variáveis de interesse do pesquisador. Isso é feito construindo um modelo que descreve a resposta nas faixas aplicáveis dos fatores de interesse (MANSON; GUNST; HESS, 2003). O modelo ajustado normalmente é representado graficamente, sendo conhecido como Superfície de Resposta. A Figura 9 ilustra exemplos de superfícies de respostas.



**Figura 9.** Representação de superfícies de respostas.

Assim, a metodologia de superfície de resposta é um conjunto de técnicas matemáticas e estatísticas que são úteis para a modelagem e análise de problemas, podendo ser considerada como uma extensão dos experimentos apresentados anteriormente (MONTGOMERY, 2001; BERGER, MAURER e CELLI, 2018). A superfície de resposta pode ser utilizada para determinar características importantes, como condições ótimas do problema analisado.

Analisar a superfície de resposta dos experimentos é interessante pelos seguintes motivos (MANSON; GUNST; HESS, 2003; RYAN, 2007):

- A resposta é caracterizada em uma região de interesse do experimentador;
- É possível analisar a sensibilidade da resposta analisada as variáveis de interesse;
- A superfície de resposta pode auxiliar a determinar os níveis dos fatores para os quais a respostas será otimizada;
- É possível determinar os valores das variáveis que otimizam a variável resposta.

#### **4.7 | Planejamento de Experimentos Aplicados em Estudos de Rochas Ornamentais**

Existem alguns trabalhos envolvendo rochas ornamentais em que os autores recorreram a utilização de experimentos planejados, tanto para auxiliá-los no desenvolvimento da pesquisa quanto para conseguir obter resultados embasados estatisticamente.

Para melhorar as propriedades dos produtos à base de cerâmica de argila, Xavier *et al.* (2014) avaliaram a utilização de resíduos de rochas ornamentais, especificamente, o granito. Por meio de um planejamento fatorial  $3^2$  os autores estudaram como a porcentagem de resíduo (0, 5 e 10%) e a temperatura de queima (500, 700 e 900°C) afetaram a resistência a flexão da cerâmica fabricada. Com a superfície de resposta do planejamento, eles verificaram que a quantidade de resíduo de 5-10% e a temperatura de queima de 700 a 900°C foram a faixa experimental que apresentou a maior resistência a flexão.

Segundos os autores, peças cerâmicas sofrem degradação após longos tempos de exposição ambiental, principalmente em ambientes marinhos. A exposição permite que os sais de cloreto presentes no ar penetrem nos poros da rocha causando

uma dilatação interna e rachadura na peça cerâmica. Nesse sentido, os autores também realizaram teste de umedecimento e secagem de água do mar sintética durante o período de 6 meses e descobriram que a adição de resíduo de granito resultou no fechamento dos poros e, conseqüentemente, em uma maior resistência a degradação. As cerâmicas queimadas a 900°C apresentaram, além de uma maior resistência à flexão, uma estrutura mais estável, não sendo alteradas sob ação da água do mar.

Assim como Xavier *et al.* (2014), Piazzarollo *et al.* (2016) utilizaram de um planejamento fatorial  $3^2$  para avaliar a influência da concentração do resíduo de rochas ornamentais (0, 5 e 10%) e a temperatura de queima (750, 850 e 950 °C), no desenvolvimento de um material cerâmico. As variáveis resposta analisadas foram a absorção de água e flexão de três pontos.

Com base na análise estatística e utilizando a técnica de superfície de resposta os autores verificaram que a menor absorção de água pode ser encontrada na incorporação de 8-12% de resíduo de rocha ornamental e nas temperaturas de 750-960°C. Já para a resposta de flexão de três pontos, Piazzarollo *et al.* (2016) observaram que conforme aumentava a concentração de resíduo e a temperatura, a resistência do material também aumentou. Por meio da superfície de respostas os autores encontraram que as condições ótimas podem ser encontradas entre 8-12% de resíduo e 920-960°C de temperatura.

Bahiense *et al.* (2021) estudaram um processo para determinar a proporção da utilização de resíduos de rochas ornamentais na produção de pavimentos intertravados de concreto.

Os autores usaram um planejamento experimental de *Simplex-Lattice* para definir a melhor condição de empacotamento dos agregados, com base na maior densidade de compactação da mistura de partículas. As composições analisadas foram de areia, agregado graúdo e resíduos de rochas ornamentais. Adicionalmente com o planejamento de mistura, os autores também utilizaram de um planejamento fatorial  $2^2$  para avaliar a influência das variáveis da mistura e razão água/cimento na força compressiva.

A partir do *Simplex-Lattice*, bem como pelo planejamento fatorial, os autores comprovaram como ideal a mistura contendo uma composição de 20% de cimento, 15,2 % de areia, 44,8% de agregado graúdo, 6% de superplastificante e incorporação de 20% de resíduos. Atingindo valores de resistência à compressão de 36,70 MPa e, portanto, atendendo aos critérios mecânicos.

Bahiense *et al.* (2012) utilizaram do planejamento de mistura *Simplex-Lattice* e de um planejamento fatorial  $2^2$  para avaliar a utilização de quantidades variáveis de resíduos provenientes do corte e polimento de rochas ornamentais como componentes de mistura em concreto, para fabricação de blocos pré-moldados de pavimentação ou blocos intertravados. Os componentes de mistura analisados foram, T1 (Areia pura), T2 (Cascalho puro) e T3 (resíduo puro).

Por meio do *Simplex-Lattice* os autores apresentaram um modelo cúbico completo para estimar a densidade da mistura e, segundo os autores, as densidades acima de 1,96 g/cm<sup>3</sup> foram encontradas dentro de uma região que abrange composições nos intervalos de 10 a 34% em peso dos resíduos incorporados. Com isso, as combinações avaliadas

experimentalmente, T1, T2 e T3 foram selecionadas para uma proporção de 25% de resíduos de rochas ornamentais na mistura a partir do método estatístico utilizado.

Os autores concluíram que o planejamento fatorial juntamente com a superfície de resposta do planejamento *Simplex-Lattice* permitiu identificar o ponto ótimo de composições e relação água/cimento de resíduos de rochas ornamentais incorporada em blocos de pavimentos intertravados.

Ribeiro, Rodriguez e Vieira (2014) utilizaram do *Simplex-Lattice* para avaliar matematicamente a influência de diferentes faixas granulométricas de resíduos de mármore sobre a densidade aparente. Por meio de uma análise dos modelos polinomiais linear, quadrático e cúbico completo, os autores verificaram que o modelo cúbico completo foi o que apresentou o maior coeficiente de determinação, sendo o mais representativo para o empacotamento da mistura dos resíduos de mármore analisado. Utilizando a técnica de superfície de resposta, o modelo cúbico completo indicou que as faixas de 5-40% de partículas finas, 5-55% de partículas médias e 20-60% de partículas grossas proporcionaram os melhores resultados, com densidades acima de  $1,96 \text{ g/cm}^3$ .

Gomes *et al.* (2018) estudaram a combinação de resíduos da lavra de rochas ornamentais e resíduos de tijolos da indústria de cerâmica vermelha, como matéria prima para fabricação de rochas artificiais, com matriz polimérica de epóxi. Utilizando um planejamento *Simplex-Lattice*, os autores avaliaram dez combinações granulométricas tanto para chamote quanto para o pó de pedra e a variável resposta analisada foi a densidade média da mistura.



Os autores verificaram que a melhor condição de empacotamento foi na proporção de 48% em massa de resíduos da lavra de rochas ornamentais, 32% em resíduos de tijolos e 20% em massa de resina epóxi, no qual, apresentou uma densidade de  $2,12\text{g/cm}^3$  e absorção d'água de 0,18%.

O planejamento *Simplex-Lattice* também foi utilizado por Carvalho *et al.* (2018) para encontrar a melhor combinação granulométrica de resíduos de granito na fabricação de rochas aglomeradas. As faixas granulométricas analisadas foram: grossas (2–0,710 mm), médias (0,710–0,063 mm) e finas (<0,063 mm) e a variável resposta investigada foi a densidade aparente das rochas aglomeradas.

A análise estatística do planejamento *Simplex-Lattice*, demonstrou que a mistura contendo 67% de partículas grossas, 16% de médias e 16% de finas de resíduos de granitos foi a que desenvolveu a rocha aglomerada com maior densidade,  $1,843\text{ g/cm}^3$ . Os autores ainda concluíram que a mistura granulométrica encontrada com base no método de *Simplex-Lattice*, permitiu o desenvolvimento de rochas aglomeradas com qualidade relativamente superior, que atendem aos requisitos industriais.

Agrizzi *et al.* (2022) também utilizaram do planejamento *Simplex-Lattice* para a fabricação de rochas aglomeradas com resíduos de rochas ornamentais. Foram analisadas 10 diferentes combinações granulométricas de partículas grossas, médias e finas, para obter o maior empacotamento de partículas de quartzito. Os autores verificaram que a melhor mistura apresentou uma densidade de  $1,93\text{ g/cm}^3$ , tendo uma proporção 67% de partículas grossas, 17% médias e 16% de partículas finas.

## 5 | CONCLUSÕES

Planejamento de experimentos é uma forma de auxiliar os pesquisadores no desenvolvimento de suas pesquisas. Ele organiza como os experimentos são executados e possibilita a utilização de métodos estatísticos. Dessa forma, experimentos devidamente planejados conseguem fornecer ao pesquisador resultados mais eficientes e objetivos, sem perdas de informações.

Uma das vantagens da utilização do planejamento de experimentos é poder planejar, conduzir e interpretar um conjunto de experimentos, onde vários fatores são variados simultaneamente e como esses fatores influenciam na variável resposta.

Devido a tais características a utilização de planejamento de experimentos tem crescido nos últimos anos e pesquisas voltadas para o aproveitamento dos resíduos de rochas ornamentais tem acompanhado essa tendência. Entretanto, a maioria das pesquisas têm se concentrado na utilização principalmente do planejamento de mistura *Simplex-Lattice*. Poucos trabalhos nessa área tem se atentado para a utilização de outros tipos de planejamento, como o fatorial de dois níveis, fatorial de três níveis e o planejamento composto central.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABIROCHAS – Associação brasileira da indústria de rochas ornamentais. Balanço das exportações e importações brasileiras de rochas ornamentais. 2022.

AGRIZZI, P.C., CARVALHO, E.A.S., CADIOLI, M.C.B., BARRETO, G.N.S., AZEVEDO, A.R.G., MONTEIRO, S.N. & VIEIRA, C.M.F. Comparison between synthetic and biodegradable polymer matrices on the development of quartzite waste-based artificial stone. *Sustainability*, v. 14, 2022.

AGUIAR, M.C., GADIOLI, M.C.B., SANT'ANA, M.A.K., ALMEIDA, K.M., VIDAL, F.W.H & VIEIRA, C.M.F. Red Ceramics Produced with Primary Processing Fine Waste of Ornamental Stones according to the Circular Economy Model. *Sustainability*, v. 14, 2022.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS – ABNT. NBR 15012: Rochas para revestimento de edificações – Terminologia. Rio de Janeiro, 2013.

BABISK, M.P., GOMES, V.R., SAMPAIO, J.A., GADIOLI M.C.B & VIDAL, F.W.H. Development of Silicate Glasses with Waste. In: Ikhmayies S., Li J., Vieira C., Margem J., de Oliveira Braga F. (eds) *Green Materials Engineering. The Minerals, Metals & Materials Series*. Springer, 2019.

BAHIENSE, A.V., ALEXANDRE, J., XAVIER, G.C., AZEVEDO, A.R. G. & MONTEIRO, S.N. Dosage of interlocking paving with ornamental rock waste: an experimental design approach, particle packing and polluting potential. *Case Studies in Construction Material*, v. 15, 2021.

BAHIENSE, A.V., MONTEIRO, S.N., VIEIRA, C.M.F. & ALEXANDRE, J. Factorial design for experimental planning of sludge waste incorporated cement pavements. *Materials Science Forum*, v. 727-728, 2012.

BARROS NETO, B., SCARMINIO, I.S. & BRUNS, R.E. Como fazer experimentos: pesquisa e desenvolvimento na ciência e na indústria. Unicamp, 2001.

BERGER, P.D., MAURER, R.E. & CELLI, G.B. Experimental design with applications in management, engineering, and the sciences. Springer, 2 ed., 2018.

BOX, G.E.P., HUNTER, J.S. & HUNTER, W.G. Statistics for experimenters: An introduction to design, data analysis, and model building. John Wiley & Sons, 2 ed., 2005.

CARVALHO, E.A.S., VILELA, N.F., MONTEIRO, S.N., VIEIRA, C.M.F. & SILVA, L.C. Novel artificial ornamental stone developed with quarry waste in epoxy composite. *Materials Research*, v. 21, 2018.

COMEX STAT. Ministério da Indústria, Comércio Exterior e Serviços. Exportação e Importação geral. Base de Dados 2021. 2022. Available online: <http://comexstat.mdic.gov.br/pt/home> (acessado em novembro de 2022).

CORNELL, J.A. A primer on experiments with mixture. John Wiley & Sons, 2011.

DAL BELLO, L.H.A. & VIEIRA, A.F.C. Tutorial for mixture-process experiments with na industrial application. *Pesquisa Operacional*, v. 31, n. 3, 2011.

GADIOLI, M.C.B., AGUIAR, M.C., VIDAL, F.W.H., SANT'ANA, M.A.K., ALMEIDA, K.M & GIORI, A.J.N. Incorporation of Ornamental Stone Waste in the Manufacturing of Red Ceramics. *Materials*, v. 15, 2022.

GOMES, M.L.P.M.; CARVALHO, E.A.S.; SOBRINHO, L.N.; MONTEIRO, S.N.; RODRIGUEZ, R.J.S. & VIEIRA, C.M.F. Production and characterization of a novel artificial stone using brick residue and quarry dust in epoxy matrix. *Journal of Materials Research and Technology*, v. 7, p. 492-498, 2018.

GOMES, V.R., BABISK, M.P., VIEIRA, C.M.F., SAMPAIO, J.A., VIDAL, F.W.H & GADIOLI, M.C.B. Ornamental stone wastes as an alternative raw material for soda-lime glass manufacturing. *Materials Letters*, v. 269, p. 1-3, 2020.

GUIDONI ORNAMENTAL ROCKS. Disponível em: <https://www.guidoni.com.br/>

MANSON, R.L., GUNST, R.F. & HESS, J.L. Statistical design and analysis of experiments: with applications to engineering and Science. John Wiley & Sons, 2 ed., 2003.

MARDEGAN, B., GADIOLI, M.C.B., AGUIAR, M.C. Determinação da resistência ao choque térmico da rocha aglomerada produzida com resíduos de quartzito e resina vegetal. XXX Jornada de Iniciação Científica e VI Jornada de Iniciação em Desenvolvimento Tecnológico e Inovação/CETEM. 2022.

MENEGUETE, D.S., BATISTA, L.C & CESCO NETTO Jr., W.A. Aproveitamento de resíduos gerados no corte de rochas ornamentais em pavimentação asfáltica para melhoramento de base. Revista Mosaicum, v. 27, p. 225-236, 2018.

MONTANI, C. XXXI Rapporto Marmo e Pietre nem Mondo 2020. Aldus: Carrara (IT), p. 151, 2020.

MONTGOMERY, D.C. Design and analysis of experiments. John Wiley & Sons, 5 ed., 2001.

ONYIAH, L.C. Design and analysis of experiments: classical and regression approaches with SAS. CRC Press, 2008.

PIAZZAROLLO, C.B., XAVIER, G.C., ALEXANDRE, J., AZEVEDO, A.R.G., VIEIRA, C.M.F., MONTEIRO, S.N. & BRAGA, F.O. Factorial design for  $3^2$  experimental planning of clay ceramic incorporated with ornamental stone waste. Materials Science Forum, v. 869, p. 137-130, 2016.

RIBEIRO, C.E.G., RODRIGUEZ, R.J.S. & VIEIRA, C.M.F. Determination of apparent dry density for ternary mixture of crushed marble waste. EDP Congress, p. 83-90, 2014.

RYAN, T.P. Modern experimental design. John Wiley & Sons, 2007.

SCHEFFÉ, H. Experiments with mixtures. Journal of the Royal Statistical Society, v. 20, 1958.

SCHEFFÉ, H. The Simplex-Centroid Design for experiments with mixtures. *Journal of the Royal Statistical Society*, v. 25, n. 2, p. 235-263, 1963.

SILVEIRA, L.L.L., VIDAL, F.W.H & SOUZA, J.C. Beneficiamento de rochas ornamentais. In: *Tecnologia de rochas ornamentais: pesquisa, lavra e beneficiamento*. Rio de Janeiro: CETEM/MCTI, Cap.7, p.329-398, 2014.

SIMÃO, L., HOTZA, D., RIBEIRO, M.J., NOVAIS, R.M., MONTEDO, O.R.K & RAUPP-PEREIRA, F. Development of new geopolymers based on stone cutting waste. *Construction and Building Materials*, v. 257, p. 1-12, 2020.

SINDIROCHAS – SINDICATO DA INDÚSTRIA DE ROCHAS ORNAMENTAIS, CAL E CALCÁRIOS DO ESPÍRITO SANTO. Relatório de exportação. 2022.

VIDAL, F.W.H., AZEVEDO, H.C.A. & CASTRO, N.F. *Tecnologia de rochas ornamentais: pesquisa, lavra e beneficiamento*. Centro de Tecnologia Mineral. Rio de Janeiro: CETEM/MCTI, 700p. 2014.

XAVIER, G.C., ALEXANDRE, J. MAIA, P.C.A., JUNIOR, F.S.A., PEDROTI, L.G., AZEVEDO, A.R.G. & MONTEIRO, S.N. Resistance to synthetic seawater aggression of clay ceramics incorporated with an ornamental stone residue. *Materials Science Forum*, v. 789-799, p. 269-274, 2014.

ZULCÃO, R., CALMON, J.L., REBELLO, T.A & VIEIRA, D.R. Life cycle assessment of the ornamental stone processing waste use in cement-based building materials. *Construction and Building Materials*, v. 257, 2020.

## SÉRIES CETEM

As Séries Monográficas do CETEM são o principal material de divulgação da produção científica realizada no Centro. Até o final do ano de 2021, já foram publicados, eletronicamente e/ou impressos em papel, mais de 380 títulos, distribuídos entre as seis séries atualmente em circulação: Rochas e Minerais Industriais (SRMI), Tecnologia Mineral (STM), Tecnologia Ambiental (STA), Estudos e Documentos (SED), Gestão e Planejamento Ambiental (SGPA) e Inovação e Qualidade (SIQ). A Série Iniciação Científica consiste numa publicação eletrônica anual.

A lista das publicações poderá ser consultada em nossa homepage. As obras estão disponíveis em texto completo para download. Visite-nos em <https://www.gov.br/cetem/pt-br/assuntos/repositorio-mineralis-e-biblioteca>.

### Últimos números da Série Rochas e Minerais Industriais

SRMI-31 – **Desenvolvimento de aplicativo para especificadores de rochas ornamentais.** Bruna Xavier Faitanin, Leonardo Luiz Lyrio da Silveira, Douglas Fiori Dias, Renato José Avilla Paldês, 2022.

SRMI-30 – **Utilização de rochas ornamentais ricas em minerais potássicos como fonte alternativa de insumo agrícola via rochagem – Parte I.** Guilherme de R. Camara, Bruna Xavier Faitanin, Leonardo Luiz L. da Silveira, Cid C. Filho, Elton S. dos Santos, 2021.

SRMI-29 – **Modelagem cinemática do processo de polimento de rochas ornamentais para estudo de seus aspectos tribológicos analisados pelo método dos elementos finitos.** Rodrigo L. Arcanjo, Leonardo L. L. da Silveira, Marckcilei L. Dan, Victor M. Ponciano, Phillippe F. de Almeida, Wana F. G. Dorigo, 2020.

## **INFORMAÇÕES GERAIS**

CETEM – Centro de Tecnologia Mineral  
Avenida Pedro Calmon, 900 – Cidade Universitária  
21941-908 – Rio de Janeiro – RJ

Geral: (21) 3865-7222

Biblioteca: (21) 3865-7218

E-mail: [biblioteca@cetem.gov.br](mailto:biblioteca@cetem.gov.br)

Homepage: <http://www.cetem.gov.br>

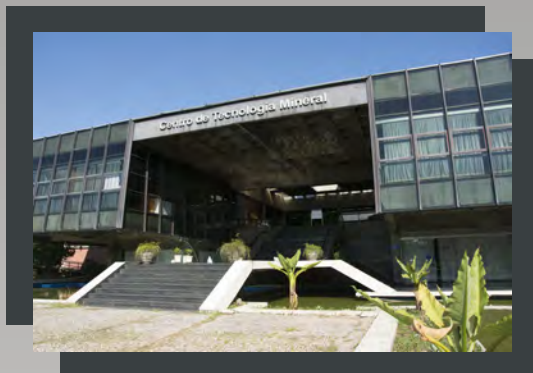
## **NOVAS PUBLICAÇÕES**

Se você se interessar por um número maior de exemplares ou outro título de uma das nossas publicações, entre em contato com a nossa biblioteca no endereço acima.

Solicita-se permuta.

We ask for interchange.





## Missão Institucional

**Desenvolver tecnologias inovadoras e sustentáveis, e mobilizar competências visando superar desafios nacionais do setor mineral.**

## O CETEM

**O Centro de Tecnologia Mineral - CETEM é um instituto de pesquisas, vinculado ao Ministério da Ciência, Tecnologia e Inovações - MCTI, dedicado ao desenvolvimento, à adaptação e à difusão de tecnologias nas áreas minerometalúrgica, de materiais e de meio ambiente.**

**Criado em 1978, o Centro está localizado no campus da Universidade Federal do Rio de Janeiro - UFRJ, na Cidade Universitária, no Rio de Janeiro e ocupa 20.000m<sup>2</sup> de área construída, que inclui 25 laboratórios, 4 plantas-piloto, biblioteca especializada e outras facilidades.**

**Durante seus 44 anos de atividade, o CETEM desenvolveu mais de 800 projetos tecnológicos e prestou centenas de serviços para empresas atuantes nos setores minerometalúrgico, químico e de materiais.**