

Cimento Portland utilizado na Cimentação de Poços Petrolíferos para Alta Temperatura (Cimento Portland CPP-AT)

Procedimento

Cabe à CONTEC - Subcomissão Autora, a orientação quanto à interpretação do texto desta Norma. A Unidade da PETROBRAS usuária desta Norma é a responsável pela adoção e aplicação das suas seções, subseções e enumerações.

Requisito Técnico: Prescrição estabelecida como a mais adequada e que deve ser utilizada estritamente em conformidade com esta Norma. Uma eventual resolução de não segui-la ("não conformidade" com esta Norma) deve ter fundamentos técnico-gerenciais e deve ser aprovada e registrada pela Unidade da PETROBRAS usuária desta Norma. É caracterizada por verbos de caráter impositivo.

Prática Recomendada: Prescrição que pode ser utilizada nas condições previstas por esta Norma, mas que admite (e adverte sobre) a possibilidade de alternativa (não escrita nesta Norma) mais adequada à aplicação específica. A alternativa adotada deve ser aprovada e registrada pela Unidade da PETROBRAS usuária desta Norma. É caracterizada por verbos de caráter não impositivo. É indicada pela expressão: **[Prática Recomendada]**.

Cópias dos registros das "não conformidades" com esta Norma, que possam contribuir para o seu aprimoramento, devem ser enviadas para a CONTEC - Subcomissão Autora.

As propostas para revisão desta Norma devem ser enviadas à CONTEC - Subcomissão Autora, indicando a sua identificação alfanumérica e revisão, a seção, subseção e enumeração a ser revisada, a proposta de redação e a justificativa técnico-econômica. As propostas são apreciadas durante os trabalhos para alteração desta Norma.

"A presente Norma é titularidade exclusiva da PETRÓLEO BRASILEIRO S. A. - PETROBRAS, de aplicação interna na PETROBRAS e Subsidiárias, devendo ser usada pelos seus fornecedores de bens e serviços, conveniados ou similares conforme as condições estabelecidas em Licitação, Contrato, Convênio ou similar.

A utilização desta Norma por outras empresas/entidades/órgãos governamentais e pessoas físicas é de responsabilidade exclusiva dos próprios usuários."

Apresentação

As Normas Técnicas PETROBRAS são elaboradas por Grupos de Trabalho - GT (formados por Técnicos Colaboradores especialistas da Companhia e de suas Subsidiárias), são comentadas pelas Unidades da Companhia e por suas Subsidiárias, são aprovadas pelas Subcomissões Autoras - SC (formadas por técnicos de uma mesma especialidade, representando as Unidades da Companhia e as Subsidiárias) e homologadas pelo Núcleo Executivo (formado pelos representantes das Unidades da Companhia e das Subsidiárias). Uma Norma Técnica PETROBRAS está sujeita a revisão em qualquer tempo pela sua Subcomissão Autora e deve ser reanalisada a cada 5 anos para ser revalidada, revisada ou cancelada. As Normas Técnicas PETROBRAS são elaboradas em conformidade com a Norma Técnica PETROBRAS N-1. Para informações completas sobre as Normas Técnicas PETROBRAS, ver Catálogo de Normas Técnicas PETROBRAS.

1 Escopo

1.1 Esta Norma estabelece os requisitos físicos e químicos necessários das matérias primas e produto final para a classificação e aceitação do cimento Portland destinado a Cimentação de Poços Petrolíferos em Cenários de Alta Temperatura, denominado cimento Portland CPP-AT.

1.2 Esta Norma estabelece os procedimentos de extração e preparação de amostras intermediárias durante o processo produtivo e do cimento Portland CPP-AT produzido, bem como os ensaios a serem realizados com pasta pura preparada com o cimento Portland CPP-AT e água destilada, segundo uma razão água/cimento otimizada pré-estabelecida, para acompanhamento da qualidade.

NOTA As medidas e valores cujas tolerâncias não estejam indicadas nesta Norma são aproximados.

1.3 Esta Norma se aplica a procedimentos iniciados a partir da data de sua edição.

1.4 Esta Norma contém somente Requisitos Técnicos.

2 Referências Normativas

Os documentos relacionados a seguir são indispensáveis à aplicação deste documento. Para referências datadas, aplicam-se somente as edições citadas. Para referências não datadas, aplicam-se as edições mais recentes dos referidos documentos.

ABNT [NBR 5741](#) - Extração e Preparação de Amostras de Cimentos;

ABNT [NBR 9831:2006](#) - Cimento Portland Destinado à Cimentação de Poços Petrolíferos - Requisitos e Métodos de Ensaio;

ABNT [NBR 12826:2014](#) - Cimento Portland e outros Materiais em Pó - Determinação do Índice de Finura por meio de Peneirador Aerodinâmico;

ABNT [NBR 14656:2001](#) - Cimento Portland e Matérias-Primas - Análise Química por Espectrometria de Raios X - Método de Ensaio;

ABNT [NBR NM 22:2012](#) - Cimento Portland com Adições de Materiais Pozolânicos - Análise Química - Método de Arbitragem;

ABNT [NBR NM 23:2001](#) - Cimento Portland e outros Materiais em Pó - Determinação da Massa Específica;

ABNT [NBR NM ISO 3310-1:2010](#) - Peneiras de Ensaio - Requisitos Técnicos e Verificação - Parte 1: Peneiras de Ensaio com Tela de Tecido Metálico;

ABNT [NBR NM ISO 7500-1:2004](#) - Materiais Metálicos - Calibração de Máquinas de Ensaio Estático Uniaxial - Parte 1: Máquinas de Ensaio de Tração/Compressão - Calibração do Sistema de Medição da Força;

ISO [9001](#) - Quality management systems;

ISO [13503-3](#) - Petroleum and Natural Gas Industries - Completion Fluids and Materials - Part 3: Testing of Heavy Brines;

API [SPEC Q1](#) - Specification for Quality Management System Requirements for Manufacturing Organizations for the Petroleum and Natural Gas Industry;

ASTM [B923](#) - Standard Test Method for Metal Powder Skeletal Density by Helium or Nitrogen Pycnometry;

ASTM [D5965](#) - Standard Test Methods for Specific Gravity of Coating Powders;

ASTM [E1404:1994](#) - Standard Specification for Laboratory Glass Conical Flasks;

API [RP 10B-2](#) - Recommended Practice for Testing Well Cements.

3 Termos e Definições

Para os efeitos deste documento aplicam-se os seguintes termos e definições.

3.1

Água Livre (AL)

água sobrenadante exsudada quando a pasta de cimento é submetida à condição estática por 2 horas na temperatura ambiente

3.2

amostra de expedição

quantidade de cimento coletada manualmente, em diagonais aleatórias, na janela de visita de um graneleiro, após seu abastecimento, e que representa o material expedido

3.3

amostra média da batelada

quantidade ponderada de cimento obtida da mistura das amostras pontuais de todos os lotes que, após a homogeneização, é destinada aos ensaios químicos e físicos

3.4

amostras pontuais do lote

conjunto de amostras de cimento obtidas durante a fabricação do lote, numa frequência pré-estabelecida, por meio de amostrador pneumático que extraem pontualmente, dentro de um período de tempo definido, o cimento de um fluxo produtivo

3.5

batelada

conjunto de lotes produzidos continuamente por um mesmo produtor, utilizando uma mesma batelada de cimento Portland classe G ou classe Especial, numa mesma unidade de fabricação e armazenada num mesmo silo

3.6

cimento Portland destinado à cimentação de poços petrolíferos para alta temperatura: cimento Portland CPP - AT

aglomerante hidráulico obtido da mistura seca, uniforme e homogênea, dos constituintes sílica cristalina 325 mesh e cimento Portland classe G de Alta Resistência à Sulfatos (ARS) ou cimento Portland classe Especial de Média Resistência à Sulfatos (MRS), produzidos de acordo com a ABNT [NBR 9831:2006](#), em proporção mássica previamente definida conforme abaixo:

- Cimento Portland CPP-AT Tipo I: teor de 37 % sílica cristalina em relação à massa de cimento Portland classe G ARS;
- Cimento Portland CPP-AT Tipo II: teor de 40 % sílica cristalina em relação à massa de cimento Portland classe Especial MRS.

NOTA 1 Produto normalmente aplicado em poços que apresentem temperatura superior a 221 °F (105 °C), sendo fabricado por unidade industrial apresentando sistema de gerenciamento de qualidade certificada segundo a ISO 9001 ou API SPEC Q1.

NOTA 2 Os requisitos físicos e químicos contidos nesta Norma podem ser aplicados também para testes de referência a partir de amostras deste cimento coletada no campo antes dos ensaios para condições de aplicação específicas de poço.

3.7

Fator Água/Cimento (FAC)

relação entre a massa de água destilada e a massa do cimento Portland CPP-AT, expressa em percentual

3.8

Fator Água Cimento otimizado (FAC_{otimizado})

fator água/cimento determinado experimentalmente através do procedimento descrito no Anexo B. Este procedimento permite que cada fornecedor fixe as massas de água destilada e de cimento Portland CPP-AT a serem utilizadas nos testes de desempenho do cimento em pastas puras de modo que a decantação de sólidos da pasta seja evitada sem comprometer a sua trabalhabilidade

3.9

Gel Final (GF)

resistência que um fluido apresenta para reiniciar o movimento depois de parada de 10 min numa rotação de 3 rpm

3.10

Gel Inicial (GI)

resistência que um fluido apresenta para reiniciar o movimento depois de parada de 10 s numa rotação de 3 rpm

3.11

Limite de Escoamento (LE)

tensão mínima a ser aplicada para que o fluido entre em movimento. Matematicamente, é o coeficiente linear da reta do modelo de *Bingham*

3.12

lote

quantidade correspondente aproximadamente a capacidade de um graneleiro ou 30 ton de cimento Portland CPP-AT, o que for menor.

3.13

massa específica da pasta (ρ)

relação entre a massa dos constituintes da pasta e seu respectivo volume, sendo expressa em libras por galão

3.14

modelo de Bingham

modelo matemático que descreve o escoamento de um fluido que se comporta segundo uma relação linear entre a tensão de cisalhamento e a taxa de deformação. Ele é caracterizado por dois parâmetros: Limite de Escoamento (LE) e Viscosidade Plástica (VP)

3.15**pasta pura de cimento**

mistura de cimento Portland CPP-AT com água destilada, numa proporção mássica previamente fixada pelo fornecedor de acordo com o Anexo B, com a finalidade de determinação de suas propriedades físicas

3.16**Rendimento da Pasta (REND)**

volume de pasta produzido por cada saco equivalente, expresso em pés cúbicos de pasta por saco equivalente

3.17**Resistência à Compressão (RC)**

resistência de uma amostra de pasta de cimento curada medida pela força requerida para causar o seu rompimento, expressa em força por unidade de área

3.18**saco equivalente de cimento Portland CPP-AT**

saco de cimento de referência contendo 100 lb de cimento Portland CPP-AT

3.19**taxa de deformação (γ)**

deslocamento relativo das partículas de fluido relacionado com a distância entre elas. A taxa de deformação é também denominada grau de deformação ou gradiente de velocidade

3.20**tempo de espessamento**

tempo requerido para que a pasta de cimento atinja, nas condições de ensaio, 100 unidades Bearden de consistência (B_c) definida em 3.14

3.21**tensão cisalhante (τ)**

força cisalhante por unidade de área, necessária para manter o escoamento dos fluidos

3.22**unidade Bearden de Consistência (B_c)**

número adimensional que representa a resistência oferecida pela pasta de cimento ao movimento relativo palheta / cilindro do consistômetro pressurizado, medida pelo grau de deflexão da mola do potenciômetro do aparelho, através de torques equivalentes relacionados a valores de consistência padronizada. Quando se utiliza o consistômetro atmosférico a unidade Bearden de consistência é referenciada como Abc

3.23**Viscosidade Plástica (VP)**

constante de proporcionalidade entre a tensão de cisalhamento e a taxa de deformação para tensões superiores ao LE. Matematicamente, é o coeficiente angular da reta do modelo de *Bingham*

4 Requisitos Gerais

4.1 Embalagem e Marcação

4.1.1 Quando o cimento é entregue em sacos, estes devem ter impressos, de forma bem visível a denominação do cimento, "**cimento Portland CPP - AT**", o tipo I ou tipo II, a marca do fabricante, em letras de altura mínima de 60 mm. Na parte frontal dos sacos, de forma bem visível, o número da batelada com altura mínima de 50 mm.

4.1.2 Os sacos de cimento devem ser fornecidos com, no mínimo, três folhas de papel tipo "kraft".

NOTA Para emprego em regiões remotas devem ser utilizados sacos com no mínimo cinco folhas, sendo uma de polietileno ou material plastificado.

4.1.3 Os sacos devem conter, como massa líquida, 50 kg de cimento, com tolerância de 1 % e devem estar íntegros na ocasião da inspeção e do recebimento.

4.1.4 Para entrega do material fornecido em "bigbag", os mesmos devem ter uma massa líquida mínima de 800 Kg com tolerância de 1 %.

4.1.5 Caso de entrega a granel, a documentação que acompanha a entrega deve conter a denominação do cimento, "**cimento Portland CPP - AT**", o tipo I ou II, a marca do fabricante, o número da batelada, a data de fabricação e a massa líquida.

4.2 Transporte e Armazenamento

4.2.1 Quando o produto for armazenado em sacos, estes devem ser acondicionados em locais secos e protegidos, de forma a permitir fácil acesso à inspeção e à identificação de cada embarque. As pilhas devem ser colocadas sobre estrado de madeira e não devem conter mais de dez sacos.

4.2.2 Quando o fornecimento for feito a granel, o veículo graneleiro deve ser previamente inspecionado pelo fabricante para verificação de sua limpeza e estanqueidade, sendo lacrado após o carregamento.

4.2.3 As unidades de ar comprimido utilizadas para transferência de cimento devem dispor de desumidificador.

5 Requisitos de Especificação, de Acompanhamento da Qualidade e de Homologação

5.1 Requisitos de Especificação dos Componentes

5.1.1 Sílica Cristalina 325 Mesh

Deve atender aos requisitos definidos na Tabela 1 e a sua cristalinidade deve ser comprovada de acordo com o procedimento descrito no Anexo A.

Tabela 1 - Requisitos da Sílica Cristalina 325 mesh

Características	Requisitos	
	Mínimo	Máximo
Massa específica (g/cm ³)	2,60	2,70
Granulometria, resíduo acumulado nas peneiras ABNT ((n°s) (% em massa)	-	-
0,150 mm (100)	0,00	0,00
0,075 mm (200)	0,00	2,50
0,044 mm (325)	4,00	10,00
0,038 mm (400)	6,00	15,00
Teor de óxido de silício (SiO ₂) (% em massa)	97,00	100,00
Perda ao Fogo (% em massa)	0,00	0,70

5.1.2 Cimento Portland Classe G - ARS

O cimento Portland classe G - ARS deve atender a ABNT [NBR 9831:2006](#) e deve ser proveniente de fornecedor que faça parte do Cadastro de Fornecedores de Bens e Serviços da PETROBRAS.

5.1.3 Cimento Portland Classe Especial - MRS

O cimento Portland classe Especial - MRS deve atender a ABNT [NBR 9831:2006](#) e deve ser proveniente de fornecedor que faça parte do Cadastro de Fornecedores de Bens e Serviços da PETROBRAS.

5.2 Requisitos de Especificação do Cimento Portland CPP-AT

5.2.1 Para efeito de comprovação da uniformidade do processo de mistura dos componentes, devem ser encaminhados os gráficos de alimentação das vazões mássicas dos componentes no misturador industrial ao longo da produção de um lote ou batelada, que demonstrem que as proporções mássicas definidas para cada componente que constitui o produto esteja dentro da faixa de aceitação.

5.2.2 Para efeito de classificação e aceitação do cimento Portland CPP-AT, os ensaios devem ser realizados com as amostras pontuais dos lotes e com a amostra média da batelada coletadas conforme Seção 6 desta Norma.

5.2.3 A homogeneidade do cimento Portland CPP-AT deve ser comprovada por meio dos ensaios químicos e físicos, para o Tipo I ou Tipo II, constantes na Tabela 2, que atestem que as proporções dos componentes estejam dentro dos limites estabelecidos para o produto. Devem ser encaminhados os gráficos destes parâmetros ao longo da produção da batelada.

Tabela 2 - Requisitos dos tipos de Cimento Portland CPP-AT

Cimento Portland CPP-AT	Teor de Sílica (%) ¹		Retido na # 325 (%) ²	
	Mínimo	Máximo	Mínimo	Máximo
Tipo I	26,0	28,0	0	13,0
Tipo II	27,5	29,5	0	13,0

NOTA 1 O teor de sílica cristalina é expressa em percentual de massa em relação à massa do cimento Portland CPP-AT e é determinado de acordo com a - ABNT [NBR NM 22:2012](#).

NOTA 2 O percentual de retido na peneira 325 mesh ou finura é medida em peneirador aerodinâmico segundo a ABNT [NBR 12826:2014](#) e é expressa em percentual em massa retida na peneira 325 mesh em relação à massa original.

5.2.4 A Tabela 3 permite correlacionar a concentração da sílica cristalina 325 mesh expressa em percentual mássico, em relação à massa do cimento Portland CPP-AT e a concentração da sílica cristalina 325 mesh, expressa em percentual mássico em relação à massa do cimento Portland básico, classe G ou classe Especial, respectivamente, para os tipos I e II.

Tabela 3 - Correlação entre a Concentração de Sílica em Relação à Massa do Cimento Portland CPP-AT versus a Concentração de Sílica em Relação à Massa do Cimento Portland Básico

Teor de sílica em relação à massa do cimento Portland CPP-AT (%)	Teor de sílica em relação à massa do cimento Portland básico (%)
26	35
27	37
28	39
29	41
30	43

5.2.5 Devem ser realizados ensaios com a amostra média da batelada obtida conforme Seção 6 desta Norma e seus requisitos químicos e físicos devem estar de acordo, respectivamente, com a Tabela 4 e a Tabela 5.

5.2.6 Deve ser emitido um certificado de análises químicas e físicas para cada batelada produzida com os resultados dos ensaios estipulados nas Tabelas 4 e 5.

Tabela 4 - Requisitos Químicos do Cimento Portland CPP-AT

Requisitos químicos (%)			CPP - AT	Métodos e ensaios
Denominação	Fórmula	Símbolo		
Resíduo insolúvel, máx.	-	RI	≥ 26%	ABNT NBR NM 22:2012
Razão CaO/SiO ₂ máx.	-	CaO/SiO ₂ -	≤ 1,05	ABNT NBR 14656:2001

Tabela 5 - Requisitos Físicos do Cimento Portland CPP-AT para Ensaios com Pastas Puras

Requisitos físicos		CPP - AT
FAC _{otimizado} (%)		A ser determinado por fornecedor de acordo Anexo B
AL máx.		≤ 5,90 %
RC, mínima	Cura ambiente a 38 °C (100 °F) Ver Nota 1	≥ 2,1 MPa (300 psi)
	Cura ambiente a 60 °C (140 °F) Ver Nota 2	≥ 5,5 MPa (800 psi)
Tempo de espessamento (segundo condições descritas na Tabela 8)	Limite inferior	80 min
	Limite superior	120 min
	Consistência no período de 15 min a 30 min de ensaio máx. (Ver Nota 3)	≤ 30 Bc
Propriedades reológicas	GI a 3 rpm, após parada de 10 s (Ver Nota 4)	≤ 12 Pa (≤ 25 lbf/100 pé ²)
	GF a 3 rpm, após parada de 10 min (Ver Nota 3)	≤ 16,8 Pa (≤ 35 lbf/100 pé ²)
	VP (Ver Nota 4)	≤ 0,070 Pa.s (≤ 70 cP)
	LE à temperatura de 27 °C (80 F)	14,4 Pa a 33,5 Pa (30 lbf/100 pé ² a 70 lbf/100 pé ²)
	LE à temperatura de 52 °C (125 F)	14,4 Pa a 38,3 Pa (30 lbf/100 pé ² a 80 lbf/100 pé ²)
NOTA 1 RC determinada após 8 h de cura à temperatura de 38 °C sob pressão atmosférica. NOTA 2 RC determinada após 8 h de cura à temperatura de 60 °C sob pressão atmosférica. NOTA 3 Consistência máxima obtida no teste no consistômetro após 15 min a 30 min de ensaio. NOTA 4 Os valores obtidos nas determinações de GI, GF e VP nas temperaturas de 27 °C (80 °F) e 52 °C (125 °F) devem ser inferiores aos valores estabelecidos nesta Tabela.		

5.3 Requisitos Físicos para Acompanhamento da Qualidade

5.3.1 Para efeitos de acompanhamento da qualidade do cimento Portland CPP-AT expedido, os ensaios constantes da Tabela 5 devem ser realizados com as amostras de expedição, obtidas conforme Seção 6 desta Norma, numa frequência mínima a cada 5 graneleiros expedidos.

NOTA Os ensaios de desempenho do cimento em pastas puras durante a expedição não reprovam o produto expedido. Eles têm o objetivo de auxiliar o acompanhamento da qualidade ao longo de sua utilização.

5.3.2 Deve ser emitido um relatório por batelada contendo os resultados dos ensaios descritos na Tabela 5 e os ensaios definidos pelo fornecedor para acompanhamento do controle de qualidade do cimento Portland CPP-AT expedido.

5.4 Requisitos para Homologação

5.4.1 Dentro do processo de homologação de um novo fornecedor deve ser comprovado o atendimento aos itens 5.1 e 5.2.

5.4.2 Deve ser determinado pelo fornecedor um $FAC_{otimizado}$ conforme Anexo B, para a verificação do enquadramento das propriedades físicas constantes na Tabela 5: AL, Tempo de Espessamento, RC e Reologia.

5.4.3 Deve ser comprovada a cristalinidade da sílica a ser utilizada na fabricação do produto conforme Anexo A.

5.4.4 Deve ser comprovada a estabilidade térmica do cimento Portland CPP-AT por meio de ensaio de desenvolvimento de RC de pasta pura preparada com $FAC_{otimizado}$ conforme Anexo B e submetida à elevada temperatura de acordo com o procedimento descrito no Anexo C ou Anexo D.

- a) avaliação da regressão da RC do cimento Portland CPP-AT submetido à alta temperatura;
- b) o cimento Portland CPP-AT deve ser ensaiado com água destilada e com o $FAC_{otimizado}$ quanto à tendência a regressão da RC sob alta temperatura;
- c) a pasta de cimento Portland CPP-AT preparada com o $FAC_{otimizado}$ deve ser avaliada quanto à tendência a regressão da resistência sob alta temperatura. Para isso deve ser realizado ensaio de RC com a cura pressurizada na condição de ensaio definida na Tabela C.1 nos períodos de cura de 1 dia, 3 dias, 7 dias, 14 dias e 28 dias;
- d) a RC pode ser obtida pelo método de ensaio Destrutivo (Anexo C) ou Não Destrutivo (Anexo D) utilizando a condição de teste descrita na Tabela C.1;
- e) a estabilização da RC do cimento Portland CPP-AT submetida à alta temperatura é demonstrada através da evolução e manutenção da resistência ao longo do tempo, sendo aceito como adequado uma redução de até 15 % da resistência em 28 dias em relação ao valor máximo estabilizado.

5.5 Aceitação e Rejeição

5.5.1 A batelada deve ser classificada como cimento Portland CPP-AT e aceita pelo consumidor sempre que os resultados das amostras pontuais dos lotes atenderem aos requisitos da Tabela 2 e os resultados da amostra média da batelada atenderem aos requisitos descritos nas Tabelas 4 e 5 desta Norma.

5.5.2 Quando os resultados dos requisitos físicos e químicos não atenderem às condições específicas constantes do item 5.2, o impasse deve ser resolvido através da utilização da amostra de contraprova reservada para a repetição dos ensaios, os quais devem ser efetuados em laboratório escolhido por consenso entre as partes.

5.5.3 Independentemente das exigências anteriores, não devem ser aceitos os cimentos entregues em sacos rasgados, molhados ou avariados durante o transporte. Do mesmo modo, não devem ser aceitos cimentos transportados a granel ou em embalagens especiais quando houver sinais evidentes de contaminação.

5.5.4 Os sacos que apresentarem variação superior a 1 %, para menos, dos 50 kg líquidos, devem ser rejeitados. Se a massa média dos sacos, em qualquer carregamento, obtida pela pesagem de 100 unidades tomadas ao acaso, for menor que 50 kg, todo o carregamento deve ser rejeitado.

6 Extração e preparação das amostras

6.1 Local de Coleta das Amostras

6.1.1 Para o controle da produção da batelada, devem ser coletadas as amostras pontuais de lotes na saída do misturador industrial, ao longo do fluxo de cimento, de acordo com o item 6.4.

6.1.2 Para o controle do cimento expedido deve ser coletada uma amostra manual a partir da janela de visita de cada graneleiro a ser expedido, de acordo com o item 6.6.

6.2 Equipamentos e Materiais

Para coleta e preparação de amostras devem ser utilizados:

- a) amostrador automático do tipo pneumático ou de rosca helicoidal;
- b) amostrador manual;
- c) homogeneizador mecânico tipo V ou similar com capacidade útil para processar a amostra média da batelada;
- d) recipiente de material quimicamente não reagente com cimento e hermético, com capacidade de armazenagem que satisfaça a quantidade total da amostra média de batelada;
- e) saco plástico com espessura de parede maior ou igual a 0,20 mm.

6.3 Requisitos das Amostras

6.3.1 As amostras devem ser coletadas de forma a garantir a representatividade do lote e em quantidades aproximadamente iguais e suficientes para a formação da amostra média da batelada.

6.3.2 A amostra média da batelada, de no mínimo 80 kg, deve ser obtida pela mistura de partes ponderadas das amostras pontuais dos lotes.

6.3.3 A homogeneidade da amostra média da batelada deve ser assegurada antes da mesma ser submetida aos ensaios de laboratório.

6.3.4 As amostras de cimento devem estar acondicionadas apropriadamente durante o seu transporte e armazenamento para conservação de suas características e propriedades pelo maior tempo possível.

6.3.5 A estocagem correta do produto é fundamental não só para impedir a perda do produto, mas principalmente, para evitar as alterações devido à absorção de umidade e aeração.

6.4 Procedimento de Coleta das Amostras de Lotes

Ao longo da produção da batelada de cimento, coletar amostras pontuais dos lotes, por meio de amostrador automático do tipo pneumático, numa frequência previamente definida, quantidades aproximadamente iguais e suficientes para compor a amostra média da batelada com, no mínimo, 80 kg e para realizar os ensaios de controle qualidade do processo de mistura.

6.5 Preparação da Amostra Média da Batelada

6.5.1 Após a obtenção das amostras de lotes, misturá-las em massas ponderadas de acordo com as vazões de produção e homogeneizá-las no misturador mecânico tipo V ou similar de capacidade útil suficiente para processar cerca de 80 kg de cimento num tempo de 30 min.

6.5.2 Subdividir a amostra média homogeneizada com o intuito de prover pelo menos três amostras, destinadas ao consumidor, produtor e uma para análise de contraprova. Cada uma destas amostras deve ser acondicionada em saco plástico, que constitui a embalagem interna a ser colocada num recipiente tipo balde com tampa.

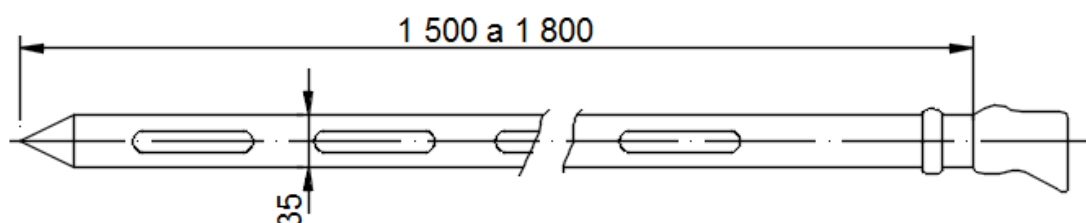
6.5.3 Tanto o recipiente quanto o saco plástico contendo as amostras devem ser hermeticamente fechados imediatamente após o enchimento, eliminando o excesso de ar de modo a evitar a absorção de umidade e a aeração das amostras.

6.5.4 A amostra para análise de contraprova deve ser armazenada por pelo menos 1 ano.

6.6 Preparação da Amostra de Expedição

6.6.1 Realizar amostragem manual com um tubo amostrador conforme Figura 1, de acordo com o procedimento descrito na ABNT [NBR 5741](#), ao final do carregamento de cada graneleiro selecionado pela frequência mínima de amostragem a cada 5 graneleiros, para realização de ensaios de expedição.

6.6.2 Estas amostras de expedição também devem ser armazenadas para controle e rastreabilidade.



(Figura 1 da ABNT [NBR 5741](#))

Figura 1 - Tubo Amostrador

6.7 Identificação, Documentação e Registro das Amostras

6.7.1 A embalagem contendo a amostra média da batelada deve conter os seguintes dados:

- nome da empresa produtora e sua localização;
- tipo do cimento;
- marca do cimento;
- número da batelada;
- data da coleta;
- massa da amostra enviada;
- nome dos responsáveis pela coleta e respectivas assinaturas.

6.7.2 Na parte externa do recipiente contendo a embalagem da amostra média da batelada devem constar:

- a) marca do fabricante;
- b) número da batelada produzida;
- c) endereço do local a que se destina.

6.7.3 A amostra média da batelada enviada ao consumidor deve ser acompanhada do certificado de análises químicas e físicas correspondentes aos requisitos constantes desta Norma.

7 Preparação e Homogeneização das Pastas para Ensaio

7.1 Preparação da Pasta de Cimento com o Uso do Misturador de Palhetas

7.1.1 Aparelhagem e Equipamentos

- a) balança eletrônica com dispositivo de tara e precisão de 0,01 g;
- b) misturador de palhetas do tipo “Waring Blendor” ou similar, com controlador de velocidade, exibido na Figura 2, para operar em baixa rotação, (4000 ± 200) rpm, e em alta rotação, (1200 ± 500) rpm, conforme especificado no 7.1.1 da ABNT [NBR 9831:2006](#);
- c) termômetro com precisão mínima de 0,5 °C e escala compatível com a faixa de temperatura do ensaio;
- d) funil de colo curto que se adapte à tampa do copo do misturador de palhetas para auxiliar o lançamento do cimento no misturador;
- e) caneca com alça ou outro recipiente apropriado para pesagem do cimento;
- f) espátula plana de acordo com 7.1.1.6 da ABNT [NBR 9831:2006](#);
- g) peneira com abertura de malha de 850 µm equivalente à peneira nº 20 ASTM (conforme ABNT [NBR NM ISO 3310-1:2010](#));
- h) espátula meia cânula;
- i) béqueres;
- j) seringa, pipeta ou pipeta Pasteur;
- k) concha para pesagem de cimento;
- l) pincel de aproximadamente 1 polegada (2,54 cm);
- m) cronômetro ou temporizador;
- n) saco plástico transparente compatível com o volume de material a ser misturado.



(Figura 2 da API RP 10B-2)

Figura 2 - Exemplos de Misturadores de Palheta “Waring Blendor” com Controlador de Velocidade**7.1.2 Procedimento de Preparo da Pasta**

7.1.2.1 A amostra de cimento, ao ser recebida, deve ser homogeneizada e peneirada através da peneira 20 mesh com abertura de malha de 850 μm .

7.1.2.2 Deve ser utilizada água recentemente destilada ou água destilada isenta de dióxido de carbono. As temperaturas da água e do cimento antes da mistura devem ser de $(23 \pm 1) ^\circ\text{C}$.

7.1.2.3 A quantidade de água destilada e de cimento Portland CPP-AT ($\text{FAC}_{\text{otimizado}}$) a ser adotada na preparação da pasta de cimento deve ser definida pelo fornecedor durante o processo de homologação conforme Anexo B e alimentadas na Tabela 6.

Tabela 6 - Quantidades em Massa dos Componentes para Preparo da Pasta Pura

Componentes	Quantidade (g)
Água Destilada	$M_{\text{água destilada}} \pm 0,5$
Cimento Portland CPP-AT	$M_{\text{cimento}} \pm 0,5$
NOTA Uma vez determinado o $\text{FAC}_{\text{otimizado}}$ no processo de homologação do fornecedor, este deve ser fixado para os ensaios de especificação de todas as bateladas e no acompanhamento da qualidade durante a expedição.	

7.1.2.4 Pesar com precisão de 0,01 g, em um recipiente com alça previamente tarado, a quantidade necessária de cimento, medindo antes sua temperatura. Registrar a massa e a temperatura.

NOTA Recomenda-se que a amostra de cimento seja acondicionada de forma apropriada de modo a reduzir a exposição ao ar atmosférico, evitando assim sua carbonatação e hidratação.
[Prática Recomendada]

7.1.2.5 Pesar a água de mistura diretamente no copo do misturador, medindo antes sua temperatura. Registrar a massa e a temperatura.

7.1.2.6 Ligar o misturador na velocidade baixa e lançar neste a amostra de cimento com auxílio do funil de colo curto e da espátula, em 15 s, durante os quais a velocidade deve ser mantida dentro da faixa de (66 ± 3) rps $[(4\ 000 \pm 200)$ rpm]. A adição deve ser realizada uniformemente na velocidade de $(4\ 000 \pm 250)$ rpm, em até 15 s. O tempo de adição deve ser controlado por cronômetro ou pelo temporizador do misturador.

7.1.2.7 Após toda a amostra ter sido adicionada à água, tampar o copo do misturador e continuar a agitação em velocidade alta, isto é, (200 ± 8) rps $[(12\ 000 \pm 500)$ rpm] durante 35 s, desligando em seguida o misturador.

7.2 Homogeneização da Pasta de Cimento com o Consistômetro à Pressão Atmosférica

7.2.1 Aparelhagem e Equipamentos

- a) consistômetro à pressão atmosférica (Figura 3) conforme ABNT [NBR 9831:2006](#). Recipiente metálico inerte ao cimento para banho de água, o qual aloja duas células cilíndricas, que devem girar a (150 ± 15) rpm. Cada célula apresenta internamente uma palheta estacionária imersa na pasta de cimento (Figura 4). Esta palheta transmite o torque imposto pela pasta e a uma mola acoplada a um dial, que indica a consistência da pasta. O equipamento é dotado de um elemento aquecedor que possibilita elevar e controlar a temperatura do banho, a partir da ambiente, até 190 °F (88 °C);
- b) termômetro com precisão de 0,5 °C;
- c) espátula plana;
- d) cronômetro ou temporizador.

NOTA 1 Assegurar que todas as superfícies que entram em contato com a pasta de cimento estejam limpas. Após cada ensaio, as superfícies (especialmente as bordas externas das palhetas) devem ser limpas e escovadas com escova de aço. Os mancais de rolamento da tampa e do indicador de torque devem ser mantidos limpos, por meio de frequentes lavagens com querosene, e untados com óleo lubrificante de grau leve.

NOTA 2 O recipiente do consistômetro deve ser preenchido com água até o nível indicado no visor ou por meio de sistema de drenagem. Esta operação deve ser realizada com duas células alojadas e com o aparelho desligado. Todas as peças de aço expostas à água devem ser mantidas limpas e ligeiramente lubrificadas ou engraxadas.

NOTA 3 Após ser montado o mecanismo da célula, isto é, o conjunto da tampa e palheta, este deve ser girado à mão para assegurar que nenhuma das peças esteja sob atrito.



(Figura pertencente ao Banco de Imagens da PETROBRAS - 190.520.112)

Figura 3 - Exemplo de Consistômetro à Pressão Atmosférica



(Figura pertencente ao Banco de Imagens da PETROBRAS - 576.494.356)

Figura 4 - Componentes da Célula do Consistômetro à Pressão Atmosférica

NOTA Um maior detalhamento das Figuras 3 e 4 é obtido na ABNT [NBR 9831:2006](#) (Figuras 4 e 5).

7.2.2 Execução do Ensaio de Homogeneização da Pasta

7.2.2.1 A homogeneização da pasta é necessária para a realização dos ensaios de reologia e teor de AL.

NOTA Caso o consistômetro atmosférico seja utilizado na determinação da consistência da pasta pura, este deve estar calibrado (ver 7.2.2.2) para se permitir a correlação entre a medida real do equipamento com a consistência padronizada.

7.2.2.2 Calibração do Consistômetro Atmosférico

O procedimento de calibração consiste no estabelecimento de referências entre o torque aplicado e a consistência padronizada conforme estabelecido na Tabela 7. O procedimento de aplicação da cada torque consiste em colocar cada conjunto de massas num suporte apropriado localizado no dispositivo de calibração, registrando a leitura do equipamento, deste modo correlacionando a leitura do equipamento a uma consistência padronizada.

7.2.2.3 Preencher o formulário de calibração, conforme Tabela 7, com as leituras obtidas no equipamento correlacionando-as com os valores em unidades consistência padronizadas, ABc, estabelecidos para cada conjunto de massa (torque correspondente).

Tabela 7 - Leitura do Equipamento X Unidade de Consistência Padronizada

Massa (g)	Torque equivalente (gf x cm)	Consistência padronizada, em unidades Bc (ABc)	Leitura do equipamento obtida na calibração
50	260	9	A ser preenchido durante a calibração
100	520	22	
150	780	35	
200	1 040	48	
250	1 300	61	
300	1 560	74	
350	1 820	87	
400	2 080	100	

7.2.2.4 A Tabela 8 apresenta um exemplo de preenchimento de um formulário de calibração do consistômetro atmosférico. A partir dos pares de dados de consistência padronizada versus leitura obtida calcula-se a curva de calibração ou plota-se o gráfico de consistência com a leitura do consistômetro.

Tabela 8 - Exemplo de Obtenção da Curva de Calibração

Massa (g)	Consistência padronizada (Abc)	Leitura do equipamento
50	9	1,2
100	22	2,5
150	35	3,6
200	48	4,9
250	61	6
300	74	7
350	87	8
400	100	8,9

7.2.2.5 A Figura 5 exibe um exemplo de curva e equação de calibração do conjunto mola/cilindro do consistômetro atmosférico. Os dados referentes às leituras do equipamento são os valores lidos diretamente no “dial” localizado na tampa da célula do consistômetro atmosférico.

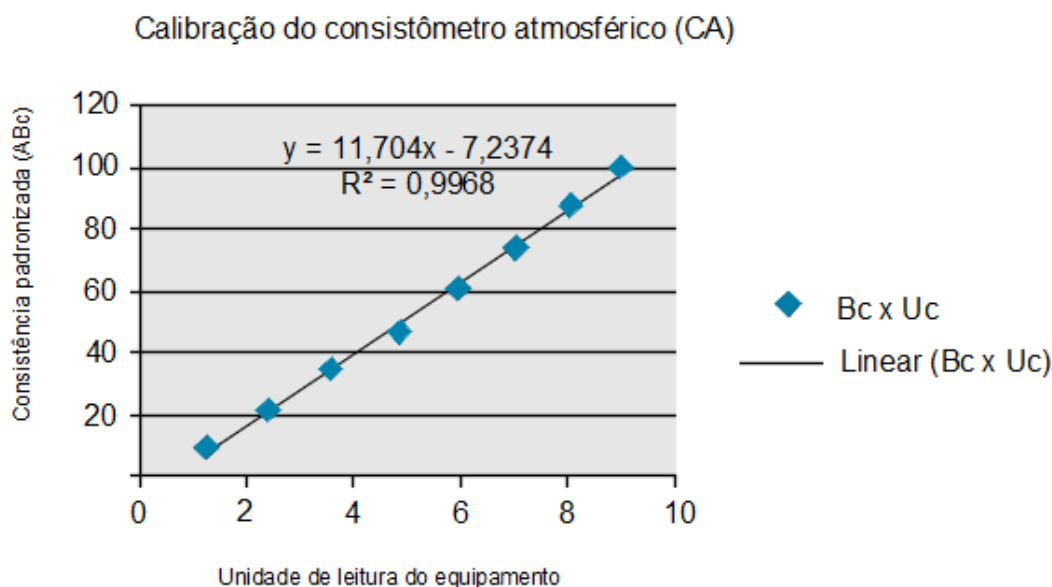


Figura 5 - Curva de Calibração do Consistômetro Atmosférico

7.2.2.6 Por meio da curva de calibração do consistômetro atmosférico calculada ou do gráfico plotado, a consistência de uma dada formulação de pasta pura com um FAC previamente definido é determinada em unidade de consistência, ABc, a partir da leitura direta no equipamento. Deve-se atentar para verificação prévia se a pasta pura se enquadre nos critérios e condições de preparo de pasta como de fácil mistura, atendendo aos tempos padronizados e sem decantação.

7.2.2.7 A Figura 6 apresenta um exemplo de correlação de consistência de pastas puras homogêneas atendendo aos critérios de preparo e o FAC calculado para as mesmas. Com os pares de consistência (ABc) versus o FAC calculado gera-se uma nova correlação, como exemplificado na figura abaixo.

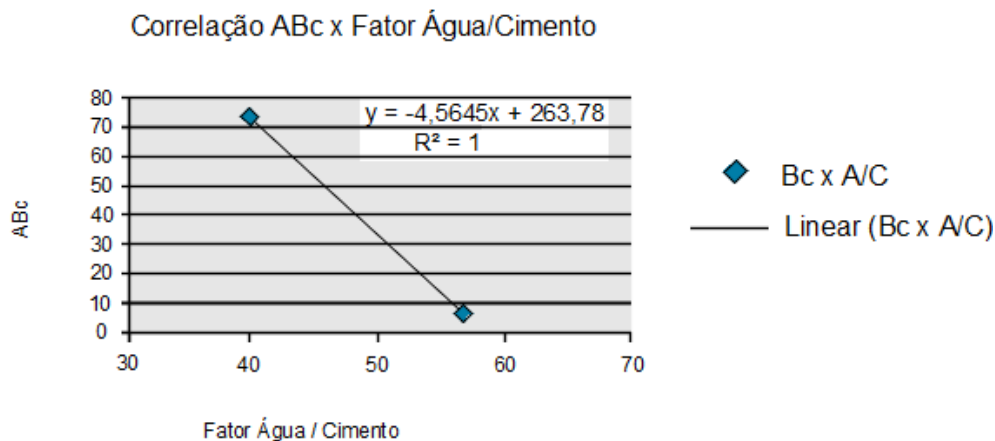


Figura 6 - Exemplo de Correlação de Consistência Medida versus FAC para Pastas Puras