Quinta-feira 22 de Novembro de 1956 — I Série — Número 254

DIÁRIO DO GOVERNO

PREÇO DESTE NÚMERO — 3$60

Toda a correspondência, quer oficial, quer relativa a anúncios e à assinatura do *Diário do Governo*, deve ser dirigida à Administração da Imprensa Nacional. As publicações literárias de que se recebam 2 exemplares anunciam-se gratuitamente.

ASSINATURAS

As três séries	Ano 360$	Semestre	200$
A 1.ª série	» 140$	»	80$
A 2.ª série	» 120$	»	70$
A 3.ª série	» 120$	»	70$

Para o estrangeiro e ultramar acresce o porte do correio

O preço dos anúncios (pagamento adiantado) é de 4$50 a linha, acrescido do respectivo imposto do selo. Os anúncios a que se refere o § único do artigo 2.º do Decreto-Lei n.º 37:701, de 30 de Dezembro de 1949, têm a redução de 40 por cento.

SUMÁRIO

Ministério das Obras Públicas:

Decreto n.º 40 870 — Aprova o caderno de encargos para o fornecimento e recepção do cimento *portland* normal.

MINISTÉRIO DAS OBRAS PÚBLICAS

Gabinete do Ministro

Decreto n.º 40 870

Reconhecendo-se que alguns dos limites fixados pelo caderno de encargos para o fornecimento e recepção do cimento *portland* normal, aprovado pelo Decreto com força de lei n.º 18 782, de 28 de Agosto de 1930, se encontram desactualizados, considera-se oportuna a promulgação de novas disposições, em conformidade com os resultados atingidos pela subcomissão encarregada do estudo dos regulamentos de cimentos e betões, dentro da comissão permanente de revisão e instituição de regulamentos técnicos, criada junto do Conselho Superior de Obras Públicas por portaria de 23 de Maio de 1951.

Nestes termos:

Usando da faculdade conferida pelo n.º 3.º do artigo 109.º da Constituição, o Governo decreta e eu promulgo o seguinte:

Artigo 1.º É aprovado o caderno de encargos para o fornecimento e recepção do cimento *portland* normal, que faz parte integrante do presente decreto e com ele baixa assinado pelo Ministro das Obras Públicas.

Art. 2.º Fica revogado o Decreto com força de lei n.º 18 782, de 28 de Agosto de 1930.

Publique-se e cumpra-se como nele se contém.

Paços do Governo da República, 22 de Novembro de 1956. — Francisco Higino Craveiro Lopes — *António de Oliveira Salazar — Eduardo de Arantes e Oliveira.*

Relatório da subcomissão encarregada do estudo dos regulamentos de cimentos e betões justificativo do caderno de encargos para o fornecimento e recepção do cimento «portland» normal.

O presente caderno de encargos para o fornecimento e recepção do cimento *portland* normal resultou da revisão das disposições contidas no caderno de encargos vigente, aprovado pelo Decreto n.º 18 782, de 28 de Agosto de 1930.

Mostram, desde há muito, os ensaios efectuados sobre os cimentos nacionais que alguns dos limites fixados pelo actual caderno de encargos se encontram desactualizados, admitindo níveis de qualidade sempre largamente ultrapassados pelos cimentos de fabrico nacional.

Esta subcomissão, no seu trabalho de revisão, tendo em conta, por um lado, os resultados dos ensaios sistemáticos levados a efeito pelo Laboratório Nacional de Engenharia Civil e, por outro, o que se encontra especificado nas normas oficiais dos diferentes países, fixou novos limites para determinadas propriedades fundamentais do cimento *portland* normal, que permitirão garantir o actual nível de qualidade da produção nacional. Introduziu também algumas alterações nas técnicas de ensaio e modificou as especificações relativas ao fornecimento e amostragem do cimento.

Para o peso específico, a expansibilidade, o princípio de presa, a perda ao fogo e o teor de óxido de magnésio propõem-se os mesmos limites do caderno de encargos actual. Trata-se de valores a que a produção nacional tem satisfeito plenamente e correspondem aos limites mais frequentes nas normas dos diversos países, excepção feita ao que se impõe para a expansibilidade medida pelo ensaio de Le Châtelier, em que o nosso regulamento se mantém o mais exigente.

O limite de 25 por cento consentido pelo regulamento vigente para o resíduo do cimento *portland* normal no peneiro de quatro mil e novecentas malhas por centímetro quadrado é reduzido para 10 por cento — o mais baixo limite imposto pelos países que adoptam a norma da peneiração para definir a finura. Mostra a experiência, no entanto, que os nossos cimentos têm satisfeito amplamente a este limite.

Inclui-se neste caderno de encargos o valor da finura expressa em superfície específica, embora sem o carácter de obrigatoriedade. Esta propriedade tem sido bastante estudada nas duas últimas décadas e alguns países já a incluem nos seus cadernos de encargos.

Embora não exista, em geral, uma relação bem definida e bem determinada entre a superfície específica de um cimento qualquer e as suas propriedades técnicas essenciais, ela permite, pelo sentido da sua variação, avaliar em linhas gerais a evolução dessas propriedades quando num dado cimento a superfície específica varia num certo sentido. É, porém, relativamente limitado o significado do valor da superfície específica, pelo facto de as diferentes partículas que compõem o cimento não contribuírem igualmente para as suas propriedades técnicas.

O método preconizado para a determinação da superfície específica — turbidímetro de Wagner — beneficia já de grande experiência e permite ainda determinar a curva granulométrica do cimento, o que é da maior importância para ajuizar da influência da finura nas suas propriedades. O valor especificado é normalmente ultrapassado pela produção nacional.

Pelo que se refere ao resíduo insolúvel e ao anidrido sulfúrico, a elevação dos seus limites foi imposta por várias circunstâncias devidamente ponderadas.

Assim, na fixação do limite para o resíduo insolúvel teve-se em atenção a inferior qualidade dos carvões e dos gessos nacionais que são utilizados, respectivamente, na cozedura dos clínqueres e na regularização do tempo de presa dos cimentos. Por outro lado, reconheceu-se a necessidade de fixar um novo limite para o anidrido sulfúrico, em virtude de o endurecimento inicial dos cimentos nacionais ser presentemente muito mais elevado do que há vinte e cinco anos e, por consequência, a regularização da presa exigir o emprego de percentagens mais elevadas de gesso do que antigamente.

Atendendo ao que fica exposto, propõe-se que os limites para o resíduo insolúvel e para o anidrido sulfúrico passem, respectivamente, de 1,5 para 2 por cento e de 2,5 para 3 por cento.

É nos ensaios de resistência mecânica que o novo caderno de encargos mais se afasta do anterior, propondo-se novas técnicas mais expeditas e racionais.

Em substituição da argamassa seca, batida e com areia monogranular preconiza-se o emprego de uma argamassa plástica, com areia de maior compacidade e que apresente resistências mecânicas mais significativas.

A amassadura passa a ser manual, o que não afecta significantemente a precisão do ensaio, facto confirmado por estudos aturados, desde que seja feita por um operador experiente e consciencioso.

Nestas condições, o apetrechamento de laboratórios de estaleiros de obras importantes, onde se justifica fazer os ensaios de recepção do cimento, passa a ser mais económico, em virtude de deixar de ser necessária a maquinaria destinada à amassadura e apiloamento das argamassas.

Propõe-se ainda que o ensaio de tracção seja substituído pelo ensaio de flexão, com mais significado nas aplicações e maior sensibilidade aos parâmetros que afectam as resistências das argamassas e betões.

Uma condição essencial do ensaio de resistência do cimento em argamassa é que este reproduza as condições de aplicação do cimento no betão, isto é, que a compacidade da argamassa seja igual à do betão.

A argamassa preconizada no caderno de encargos aprovado pelo Decreto n.º 18 782, obtida a partir duma areia monogranular, está muito longe de satisfazer a este requisito. Com efeito, substituindo quantidades crescentes de cimento por um inerte finamente moído, com a finura do cimento, a resistência da argamassa pode aumentar até mesmo para substituições de 30 por cento do cimento total. Isto conduziria, paradoxalmente, à conclusão de que a qualidade do cimento teria melhorado; contudo, procedendo num betão normalmente fabricado a uma tal substituição, a sua resistência é sistemàticamente diminuída.

Esta deficiência da argamassa é atenuada à medida que se aumenta a compacidade da areia e, concomitantemente, a da argamassa.

A argamassa agora proposta é obtida a partir duma areia mais compacta, definida por uma granulometria contínua que se especifica — desde a dimensão de 1,6 mm até dimensões inferiores a 75 mícrons. Não possui ainda a argamassa que se propõe uma compacidade igual à dos betões, pois a substituição de uns 5 a 10 por cento de cimento por inerte com a sua finura ainda provoca aumentos na resistência da argamassa, a qual só para percentagens de substituição da ordem de 20 por cento começa a diminuir. Tais substituições num betão racionalmente fabricado provocam sempre diminuições na resistência.

Todavia, entende-se aconselhável a sua adopção por representar uma primeira contribuição para a uniformização internacional dos ensaios de recepção de cimento, uniformização que é altamente desejável, mas que, infelizmente, está ainda longe de ser atingida. Com efeito, uma organização internacional de diversos laboratórios de ensaio, denominada Réunion Internationale des Laboratoires d'Essais et de Recherches sur les Matériaux et les Constructions (abreviadamente R. I. L. E. M.), propôs, há cerca de cinco anos, o ensaio de recepção de resistência do cimento que é adoptado no presente caderno de encargos.

A fixação dos limites de resistência que se apresentam foi feita sobre os ensaios de mais de duzentas amostras do cimento da produção corrente nacional, colhidas ao longo de mais de dois anos. Para o ensaio que se preconiza propõem-se valores para a compressão que correspondem a tensões de rotura da ordem de 400 kg cm^{-2} aos sete dias e 500 kg cm^{-2} aos vinte e oito dias, quando determinadas pelo método especificado no caderno de encargos aprovado pelo Decreto n.º 18 782, que impõe tensões de rotura-limites de 200 kg cm^{-2} aos sete dias e 300 kg cm^{-2} aos vinte e oito dias. Equivale isto a dizer que as tensões de rotura agora propostas são quase duplas das que se encontram em vigor. A possibilidade deste tão grande aumento deve-se aos progressos técnicos realizados na indústria dos cimentos nos últimos vinte e cinco anos.

Foi decidido introduzir um limite de resistência dos cimentos a três dias, embora facultativo, o que significa que apenas será utilizado quando nas condições especiais da construção for reconhecida a vantagem da fixação deste limite de resistência.

A amostragem do cimento para ensaio foi também alterada no sentido da simplificação, aumentando de dez vezes a grandeza dos lotes a amostrar. No caso de o cimento ser fornecido a granel, os ensaios serão ainda simplificados, não havendo necessidade de proceder a todos os ensaios sobre cada 100 t, mas prevendo-se alguns ensaios sobre cada 200 t, outros sobre cada 600 t e ainda outros sobre cada 1000 t.

No que respeita aos métodos de análise química, estipularam-se para cada componente especificado duas técnicas analíticas: uma, simplificada, cuja precisão se considera suficiente e que, salvo uma ou outra modificação mais importante, pouco se afasta da técnica até agora adoptada; outra, mais demorada e rigorosa, que será sempre seguida desde que os resultados da análise simplificada se aproximem dos valores especificados ou levem à rejeição do cimento.

Quanto às restantes técnicas de ensaio, as pequenas alterações verificadas foram as que a prática diária das últimas duas décadas e meia de ensaios aconselharam.

Lisboa, 12 de Julho de 1956. — *Viriato Cannas — Manuel Coelho Mendes da Rocha — Luís Lobo — António Beja Neves — José da Rocha e Melo — Joaquim Augusto Ribeiro Sarmento — António de Resende Valadas Fernandes — Edgar Mesquita Cardoso — António de Sousa Coutinho — José Mendes Fernandes Aparício — Albino do Amaral Cabral.*

Caderno de encargos para o fornecimento e recepção do cimento «portland» normal

CAPITULO I

Especificações de qualidade

1. **Definição.** — O cimento *portland* normal é um produto obtido pela moagem do clínquer resultante da

cozedura, até princípio de fusão, de uma mistura íntima, devidamente proporcionada, de materiais calcários e argilosos, produto capaz de satisfazer a todas as prescrições do presente caderno de encargos.

Não é permitida a adição de quaisquer materiais depois da cozedura, excepto gesso e água.

2. **Embalagem.** — Salvo se nas condições de fornecimento for estabelecido de outro modo, o cimento será entregue em sacos de papel perfeitamente conservados e sem indícios de violação. O peso nominal de cada saco com cimento deve ser de 50 kg e o peso do saco vazio inferior a 1 kg.

3. **Identificação.** — Os sacos serão de cor castanho-clara e terão impressa a designação «cimento *portland* normal», o nome comercial do fabricante e a marca.

4. **Ensaios**

4–1. *Ensaios de amostras de lotes separados.* — Com cada amostra de cimento a ensaiar, colhida como se especifica em 6, fazem-se os ensaios para determinação de: finura pelo resíduo de peneiração, expansibilidade, princípio de presa, tensão de rotura por flexão aos sete e aos vinte e oito dias de idade, tensão de rotura por compressão aos sete e aos vinte e oito dias de idade, perda ao fogo, resíduo insolúvel, óxido de magnésio e anidrido sulfúrico.

Mediante condição expressa nesse sentido poderá o comprador exigir, além dos anteriores, os ensaios para determinação do peso específico, da superfície específica, da tensão de rotura por flexão aos três dias de idade e da tensão de rotura por compressão aos três dias de idade.

As técnicas de ensaio são as especificadas no capítulo II.

4–2. *Ensaios de amostras de lotes de cimento a granel não separados.* — Quando mais de 100 t de cimento a granel sejam presentes conjuntamente à recepção em lotes não separados (veja-se 6–2), poderá proceder-se como se especifica em 4–1 ou, por acordo prévio, como a seguir se indica. Neste último caso chama-se a atenção para o estabelecido em 8–3.

Com cada uma das amostras colhidas de acordo com 6 determina-se o princípio de presa; com a mistura do cimento de cada duas amostras determina-se a finura pelo resíduo de peneiração, a tensão de rotura por flexão aos sete e aos vinte e oito dias de idade, a tensão de rotura por compressão aos sete e vinte e oito dias de idade e o anidrido sulfúrico; com a mistura do cimento de cada seis amostras e separadamente com as das restantes em excesso ou do conjunto de todas elas, se forem menos de seis, determina-se a expansibilidade; com a mistura do cimento de cada dez amostras e separadamente com a das restantes em excesso ou do conjunto de todas elas, se forem menos de dez, determina-se a perda ao fogo, o resíduo insolúvel e o óxido de magnésio.

Quando o comprador o entenda poderá, mediante condição expressa nesse sentido, exigir, além dos anteriores, o ensaio para determinação do peso específico com a mistura do cimento de cada dez amostras e das restantes ou do conjunto de todas elas, se forem menos de dez, e os ensaios para determinação da superfície específica e da tensão de rotura por flexão aos três dias de idade e da tensão de rotura por compressão aos três dias de idade com a mistura do cimento de cada duas amostras.

As técnicas de ensaio são as especificadas no capítulo II. As misturas das amostras devem ser feitas no laboratório que proceder aos ensaios, tendo em atenção a posição relativa de cada um dos lotes no armazenamento, isto é, misturando duas a duas as amostras de lotes consecutivos e assim sucessivamente.

5. **Valores especificados.** — Os valores especificados para os resultados dos ensaios, expressos como se determina no capítulo II, são os seguintes:

Determinação	Valor especificado
Pêso específico (*a*)	$\geqslant 3{,}05$ g cm^{-3}
Finura:	
Resíduo de peneiração	$\leqslant 10{,}0$ %
Superfície específica (*a*)	$\geqslant 1500$ cm^2 g^{-1}
Expansibilidade	$\leqslant 4$ mm
Princípio de presa	1 h 00 m a 8 h 00 m
Tensão de rotura por flexão:	
Aos três dias de idade (*a*)	$\geqslant 25$ kg cm^{-2}
Aos sete dias de idade	$\geqslant 35$ kg cm^{-2}
Aos vinte e oito dias de idade	$\geqslant 50$ kg cm^{-2}
Tensão de rotura por compressão:	
Aos três dias de idade (*a*)	$\geqslant 110$ kg cm^{-2}
Aos sete dias de idade	$\geqslant 180$ kg cm^{-2}
Aos vinte e oito dias de idade	$\geqslant 275$ kg cm^{-2}
Perda ao fogo	$\leqslant 4{,}0$ %
Resíduo insolúvel	$\leqslant 2{,}0$ %
Óxido de magnésio	$\leqslant 4{,}0$ %
Anidrido sulfúrico	$\leqslant 3{,}0$ %

(*a*) Os laboratórios oficiais só farão esta determinação mediante pedido expresso.

6. **Colheita de amostras.** — O fornecedor do cimento deverá dar todas as facilidades e fornecer o pessoal e material para a colheita e embalagem das amostras para ensaio e para a subsequente identificação do cimento amostrado; será também de sua conta o custo do cimento gasto nas amostras. Excepto quando nas condições de fornecimento for estabelecido de modo diferente, a colheita de amostras será feita da maneira seguinte:

6–1. *Responsável pela colheita.* — As amostras para ensaio serão colhidas pelo comprador ou pelo seu representante para esse fim ou pela fiscalização da obra na qual vai ser aplicado o cimento, na presença do fornecedor ou do seu representante para isso por ele designado.

6–2. *Divisão em lotes.* — O cimento da mesma marca presente conjuntamente pelo fornecedor à recepção deve considerar-se repartido por lotes de 100 t. Os lotes podem apresentar-se separados ou a granel contidos num mesmo reservatório. Consideram-se igualmente como um lote ou todo o fornecimento se o seu peso for inferior a 100 t, ou qualquer fracção do fornecimento além de 100 t.

6–3. *Quantidade de cimento a colher.* — Por cada lote colhem-se 30 kg de cimento, obtidos de dez tomas sensìvelmente do mesmo peso.

No caso de o cimento se encontrar embalado, será feita uma toma de cada uma de dez embalagens separadas ao acaso; no caso de o cimento se encontrar a granel, será feita uma toma de cada uma de dez diferentes zonas uniformemente repartidas.

6–4. *Preparação e embalagem das amostras.* — As dez tomas de cada um dos lotes devem ser ìntimamente misturadas, para o que se amontoam em forma de cone, se remexem e se tornam a amontoar e finalmente arrasam-se e dividem-se em três partes de 10 kg cada. Cada

uma destas partes constituirá uma amostra, que deve ser conservada, até ser ensaiada, em recipiente metálico fechado, identificado e selado na presença dos interessados.

Uma das amostras ficará na posse do comprador, outra na posse do fornecedor e a terceira será enviada a um laboratório oficial para ensaio.

Quando as amostras sejam colhidas de cimento a granel deverão ser identificadas com números consecutivos correspondentes à posição relativa de cada um dos lotes no armazenamento.

7. **Despesas com os ensaios.** — Salvo se nas condições de fornecimento for estabelecido de outro modo, no caso de o lote ser aceite o custo dos ensaios da primeira amostra fica a cargo do comprador e o das outras duas a cargo do fornecedor e no caso de o lote ser rejeitado o custo dos ensaios das três amostras fica a cargo do fornecedor.

8. **Condições de aceitação e rejeição.** — As condições de aceitação e rejeição a seguir especificadas só têm valor legal para ensaios efectuados em laboratórios oficiais.

8–1. *Condições gerais.* — Sempre que um ou mais resultados dos ensaios efectuados sobre a primeira amostra não satisfaçam aos valores especificados, o lote correspondente será rejeitado provisòriamente; no caso contrário será aceite.

A rejeição provisória tornar-se-á definitiva:

1.º Quando o fornecedor não mande ensaiar a amostra do mesmo lote que ficou em seu poder;

2.º Quando, tendo-o feito, um ou mais dos resultados dos ensaios sobre ela efectuados não satisfizerem aos valores especificados ou, no caso contrário, quando a amostra que ficou em poder do comprador der origem a um ou mais resultados que não satisfaçam aos valores especificados.

A rejeição provisória será levantada e o lote aceite quando todos os resultados dos ensais efectuados sobre as amostras na posse do fornecedor e do comprador satisfizerem aos valores especificados.

8–2. *Cimento em sacos.* — O peso de cada saco com cimento deverá ser de 50 kg, com a tolerância de 2 por cento. Pode constituir motivo de rejeição de um lote fornecido em sacos o facto de o peso médio destes, determinado a partir da pesagem de um grupo de, pelo menos, cinquenta sacos, tomados ao acaso desse lote, ser inferior ao valor nominal.

8–3. *Cimento a granel.* — Quando mais de 100 t de cimento a granel sejam presentes conjuntamente à recepção e os ensaios sejam efectuados de acordo com 4–2, se não for possível identificar cada um dos lotes considerados para efeitos de colheita de amostras, o fornecimento deve ser aceite ou rejeitado conjuntamente, de acordo com as condições estabelecidas em 8–1. Se for possível identificar cada um dos lotes considerados para efeito de colheita de amostras, poderá considerar-se a sua aceitação e rejeição separadamente, de acordo com 8–1, atribuindo-se a cada lote os resultados dos ensaios obtidos sobre a amostra respectiva.

CAPITULO II

Especificações de ensaio

9. **Determinação do peso específico**

9–1. *Definição.—Peso específico de um cimento:* quociente do número que exprime o peso de cimento pelo número que representa o volume de gasolina por ele deslocado nas condições do ensaio.

9–2. *Aparelhagem para o ensaio*

a) Balança para pesar até 100 g com erro inferior a ± 5 cg.

b) Densímetro de Le Châtelier com altura de 250 mm, ampola com cerca de 250 ml de capacidade até ao zero da escala, escala graduada de modo a permitir fazer leituras de erro inferior a 0,05 ml, com rolha esmerilada (fig. 1).

c) Copo de vidro de capacidade suficiente para conter a amostra.

d) Pipeta para acertar a quantidade de gasolina pelo zero da escala.

e) Dois funis de vidro: um, de tubo comprido, para gasolina; outro, de tubo curto, para cimento.

f) Um termómetro graduado em 0,1 °C.

9–3. *Técnica do ensaio.* — A gasolina, o densímetro e o cimento devem estar à temperatura da sala de ensaio.

Durante o ensaio, a temperatura, compreendida entre 15 °C e 25 °C, não deve variar mais de 0,2 °C.

Pesam-se, no copo de vidro, 65 g da amostra do cimento; enche-se de gasolina o densímetro até ao zero da escala (sem a deixar escorrer pelas paredes) e acerta-se o seu volume com a pipeta; deitam-se, pouco a pouco, os 65 g de cimento e rolha-se.

Pega-se no densímetro pela boca e inclina-se de forma que a gasolina não toque na rolha; vai-se rodando alternadamente num e noutro sentido até que, colocado na posição vertical, deixem de aparecer bolhas de ar.

Lê-se directamente na escala o volume dos 65 g de cimento.

9–4. *Expressão do resultado.* — O peso específico da amostra é o quociente do número que indica o seu peso pelo número que representa o volume determinado, expresso em gramas por centímetro cúbico, arredondado nas centésimas.

Quando o resultado seja inferior ao valor especificado repete-se o ensaio com cimento da mesma amostra prèviamente submetido a 120 °C durante uma hora.

10. **Determinação do resíduo de peneiração**

10–1. *Aparelhagem para o ensaio*

a) Balança para pesar até 100 g com erro inferior a $\pm 0{,}5$ cg.

b) Peneiro com 15 cm a 20 cm de diâmetro interno e tela de arame de latão ou de bronze fosforoso de malhas quadradas com $0{,}088 \pm 0{,}0065$ mm de abertura média. A abertura máxima não deve exceder em mais de 40 por cento a abertura média e não deve haver mais de 6 por cento de malhas com aberturas que excedam em mais de 20 por cento a abertura média. O diâmetro do arame deve ser de $0{,}061 \pm 0{,}012$ mm.

Logo que a tela apresente malhas desigualmente abertas ou não esteja perfeitamente esticada, o peneiro deve ser posto de parte.

c) Duas peças metálicas: uma destinada a servir de fundo e outra de tampa do peneiro.

10–2. *Técnica do ensaio.* — Coloca-se o fundo no peneiro, deitam-se-lhe 50 g da amostra do cimento e cobre-se com a tampa.

Faz-se em seguida a peneiração manual ou mecânica, que termina quando passam menos de 5 cg num minuto.

Pesa-se o resíduo e repete-se o ensaio duas vezes sobre novas quantidades da amostra.

10–3. *Expressão dos resultados.* — O resultado do ensaio, indicado em percentagem, exprime-se pela média das quantidades de cimento retidas nos três ensaios multiplicada por dois e arredondada nas décimas.

Quando o resultado obtido seja superior ao valor especificado, repete-se o ensaio com cimento da mesma

amostra prèviamente submetido a temperatura de 120 °C durante uma hora.

11. **Determinação da superfície específica**

11–1. *Definição. — Superfície específica de um cimento:* soma das áreas das superfícies das partículas de 1 g do cimento.

11–2. *Fundamento do método.* — A determinação da finura pelo turbidímetro de Wagner baseia-se na relação entre a área aparente de um conjunto de partículas e a intensidade do feixe luminoso absorvido pela suspensão dessas partículas num dispersor apropriado e na relação entre as dimensões das partículas e a sua velocidade de queda no dispersor.

11–3. *Aparelhagem para o ensaio* (*a*)

11–3–1. *Turbidímetro.* — O turbidímetro deve estar montado em caixa apropriada e incluir os elementos indicados a seguir. O interior da caixa e as superfícies exteriores de todos os elementos, à excepção das atravessadas pelo feixe luminoso, devem estar pintados de preto.

a) *Fonte luminosa.* — Fonte luminosa (fig. 2) constituída por uma lâmpada de 3 a 6 velas de filamento concentrado alimentada a 6 volts por uma bateria ou uma fonte de força electromotriz constante. Atrás da lâmpada, um reflector parabólico colocado de modo que emita raios aproximadamente paralelos.

Intensidade luminosa regulada por dois reóstatos de cerca de 6 e 30 ohms, montados em série com a lâmpada, mas em paralelo um com o outro.

b) *Filtro de água.* — Filtro de água formado por um tubo de latão com 3″ de diâmetro e 4″ de comprimento, com topos de vidro convenientemente colados, destinado a absorver o calor irradiante do feixe luminoso antes de este chegar ao tanque de sedimentação. Um furo a meio do comprimento permite encher o filtro de água destilada.

Este filtro deve estar disposto de forma que o seu eixo coincida com o eixo do reflector.

c) *Filtro retardador.* — Filtro para reduzir uniformemente a intensidade da luz em toda a área da célula que lhe é exposta, de modo que a intensidade da corrente gerada na célula fotoeléctrica seja de 20 a 30 microamperes.

d) *Anteparo.* — Anteparo metálico com uma janela de $^5/_8$″ de altura e $1\,^1/_2$″ de largura, colocado entre o filtro de água e o tanque de sedimentação (fig. 2).

e) *Tanque de sedimentação.* — Tanque de placas de vidro de $^3/_{16}$″ devidamente coladas, rectangular, com dimensões interiores de $2″ \pm 0{,}03″$ no comprimento, $1\,^1/_2″ \pm 0{,}03″$ na largura e $8″ \pm 0{,}1″$ na altura.

O tanque deve ter as faces maiores normais à direcção do feixe luminoso e equidistantes, com erro inferior a $\pm 0{,}01″$, em todos os pontos.

O tanque deve ter em um dos lados um traço de referência para indicar o volume de 335 ml.

f) *Célula fotoeléctrica.* — Célula fotoeléctrica do tipo *Weston Photronic* ligada directamente a um microamperímetro; à frente dela um diafragma com janela de $^1/_2$″ de altura por $1\,^3/_8$″ de largura. A face anterior do diafragma deve distar $1 \pm {}^1/_{16}$″ da face da célula.

g) *Dispositivo de elevação.* — Dispositivo para baixar e elevar conjuntamente a fonte luminosa, o filtro de água, o filtro retardador, o anteparo e a célula fotoeléctrica, fixados sobre um suporte rígido e nivelado, que possa ser deslocado sempre paralelamente a si mesmo.

Este dispositivo deve ajustar-se fácil e precisamente, para que a turvação se possa determinar a qualquer profundidade do tanque de sedimentação. Este deve estar montado verticalmente numa base independente do resto do aparelho, de forma que não fique sujeito a vibrações causadas pelo movimento do suporte móvel.

As distâncias entre o tanque e os bordos da abertura do suporte não devem variar mais de $^1/_{64}$″ entre as posições 30–60 e 0.

Um ponteiro, ligado ao suporte móvel, deve assinalar, numa escala montada na caixa, o nível do feixe luminoso em relação à superfície livre da suspensão.

Quando o suporte móvel estiver na posição 0, os eixos horizontais da janela, da célula fotoeléctrica e do anteparo e o traço de referência do tanque de sedimentação estão ao mesmo nível.

A escala deve estar graduada por forma a indicar as posições em que se deve colocar o suporte móvel, quando hajam de se fazer leituras de turvação para partículas das dimensões indicadas no quadro seguinte:

Graduação da escala	Diâmetro (*d*) das partículas — microns	Profundidade (*h*) a que se mede a turvação — cm	Valor de h/d^2
7,5	7,5	2,1	0,0375
10	10	3,3	0,0333
15	15	6,6	0,0293
20	20	10,0	0,0250
25	25	13,1	0,0210
	30	15,0	0,01667
	35	15,0	0,01225
	40	15,0	0,00938
30-60	45	15,0	0,00741
	50	15,0	0,00600
	55	15,0	0,00496
	60	15,0	0,00417

11–3–2. *Microamperímetro.* — Microamperímetro graduado em 0,25 microamperes, de 0 a 50 microamperes, com uma resistência interna compreendida entre 50 e 150 ohms.

11–3–3. *Fonte de energia.* — Bateria de 6 volts ou outra fonte de força electromotriz constante.

11–3–4. *Peneiro.* — Peneiro de 2″ de diâmetro e 3″ de altura, com tela de latão ou de bronze fosforoso, de malha quadrada, com $0{,}044 \pm 0{,}003$ mm de abertura média.

De três em três determinações o peneiro deve mergulhar-se num soluto de 1:10 de ácido clorídrico, e regar-se imediatamente com água, para remover as partículas alojadas nas malhas. De vinte e cinco em vinte e cinco determinações deve ser recalibrado [veja-se 11–4, *b*)].

11–3–5. *Agitador.* — Agitador para velocidade de rotação de 3500 rot. min.$^{-1}$, com escova cilíndrica de $^3/_4$″ de diâmetro e cerca de $1\,^3/_4$″ de comprimento, com topo arredondado e ajustável ao fundo de um tubo de $^7/_8$″ de diâmetro, ou qualquer outro sistema de igual eficiência de dispersão. O agitador deve provocar uma dispersão tal que no ensaio de uma amostra-padrão se obtenha a sua superfície específica nominal com erro inferior a ± 15 cm^2 g^{-1}.

11–3–6. *Bureta medidora do tempo.* — Bureta de vidro para medição do tempo de sedimentação das partículas, formada por um tubo cilíndrico, de topo superior afunilado, para facilitar o seu enchimento com o petróleo, e topo inferior terminado por um tubo capilar.

(*a*) As dimensões da aparelhagem são dadas em unidades inglesas em virtude de esta ser fabricada nos Estados Unidos da América.

As características da bureta indicam-se no quadro seguinte:

Características	Dimensões — cm
Tubo cilíndrico:	
Comprimento	38 ± 4
Distância da boca da bureta ao traço zero	7 ± 1
Diâmetro interior	$1{,}9 \pm 0{,}2$
Tubo capilar:	
Comprimento	$17{,}5 \pm 2{,}5$
Diâmetro	$0{,}09 \pm 0{,}005$

Antes da utilização deve-se verificar se o tubo capilar está desimpedido.

11–3–7. *Líquido suspensor.* — Petróleo limpo e incolor.

11–4. *Calibragem do aparelho*

a) Calibragem da escala da bureta. — Enche-se a bureta com o petróleo que vai ser usado nos ensaios, destrava-se um conta-segundos no momento em que a superfície livre do petróleo passa no troço de referência da bureta e marcam-se nesta os níveis que o petróleo atinge ao fim de intervalos de tempo t, calculados pela expressão seguinte. Os intervalos de tempo são aqueles em que se dá a sedimentação das partículas dos diferentes diâmetros.

$$t = \frac{1\,837\,000\,\eta}{(\gamma_1 - \gamma_2)} \frac{h}{d^2}$$

onde

t — tempo de escoamento do petróleo na bureta, em segundos, calculado com erro inferior a 1 por cento ou 1 segundo, se aquele for maior;

η — viscosidade do petróleo, em *poises*, à temperatura da calibragem;

γ_1 — peso específico das partículas de cimento, em gramas por centímetro cúbico;

γ_2 — peso específico do petróleo, em gramas por centímetro cúbico, à temperatura da calibragem;

h/d^2 — quociente da profundidade a que se mede a turvação da suspensão, em centímetros, pelo quadrado do diâmetro das partículas, em mícrons, cujos valores são dados no quadro incluído em 11–3–1, *g*).

Aos níveis determinados marcam-se os valores dos diâmetros das partículas, em mícrons, que sedimentam nos intervalos de tempo respectivos.

b) Aferição do peneiro. — Coloca-se 1 g da amostra de cimento-padrão no peneiro e rega-se com água durante um minuto à pressão de 10 libras por polegada quadrada (fig. 2).

Secam-se o peneiro e o resíduo a temperatura moderada, para que o peneiro não se dessolde; recolhe-se depois o resíduo por meio de um pincel e pesa-se com erro inferior a $\pm 0{,}0005$ g.

A diferença entre a quantidade do resíduo assim obtido e o indicado para a amostra de cimento-padrão, expressa em percentagem do primeiro resíduo, é o factor de correcção do peneiro. Quando este factor exceda 15 por cento deve substituir-se o peneiro.

c) Regulação da intensidade luminosa inicial, I_o (a). — Determina-se, segundo a técnica de ensaio especificada (veja-se 11–6), a superfície específica de uma amostra de cimento-padrão, com a fonte luminosa regulada de modo que o valor lido no microamperímetro antes de colocado o tanque no aparelho seja cerca de 25 microamperes, mas com interposição do filtro retardador. Toma-se para valor provisório de I_o a intensidade do feixe luminoso através do tanque com 100 ml de petróleo limpo e com o filtro retardador interposto.

Se a diferença entre a superfície específica obtida e a da amostra de cimento-padrão exceder 15 $cm^2\ g^{-1}$, a intensidade da fonte luminosa deve ser corrigida no sentido dessa diferença, a suspensão novamente agitada e o ensaio repetido, até que se obtenha uma superfície específica dentro daqueles limites e a diferença entre as intensidades medidas só com interposição do filtro retardador no início e no fim do respectivo ensaio não exceda 0,3 microamperes.

Repete-se duas vezes a determinação da intensidade apropriada com novas suspensões e tira-se a média das três intensidades medidas no início dos respectivos ensaios.

Seguidamente ajusta-se a intensidade da fonte luminosa para este valor médio, coloca-se o tanque cheio de petróleo limpo e regista-se a intensidade da fonte luminosa, medida através do filtro retardador e do tanque, que é o valor de I_o.

11–5. *Preparação da amostra*

11–5–1. *Quantidade de cimento para o ensaio.* — A quantidade de cimento para o ensaio deve ser escolhida de modo que as leituras do microamperímetro se façam na zona média da escala. Recomendam-se, como primeira aproximação, as seguintes quantidades: 0,3 g de cimento, se passam, pelo menos, 85 por cento no peneiro; 0,4 g de cimento, se passam 70 a 85 por cento; 0,5 g de cimento, se passam menos de 70 por por cento.

11–5–2. *Preparação da suspensão.* — Coloca-se a amostra de cimento num tubo de ensaio com 10 ml a 15 ml de petróleo e cinco gotas de ácido oleico (*b*), para favorecer a dispersão.

Agita-se mecânicamente durante um minuto e transfere-se em seguida para o tanque de sedimentação, com as paredes bem limpas; a escova e o tubo de ensaio devem ser muito bem lavados com petróleo limpo, que se vaza para o tanque. Com este assente sobre uma superfície horizontal, para que a superfície livre da suspensão venha a ficar ao nível do traço zero da escala, acaba de encher-se com petróleo limpo até ao traço de referência (335 ml).

Antes de se colocar o tanque de sedimentação no trajecto do feixe luminoso deve agitar-se, para uniformizar a suspensão. Para isso cobre-se com uma placa de vidro e oscila-se de 180° em torno de um eixo horizontal, voltando a boca para baixo e novamente para cima, aproximadamente uma vez em cada segundo, sem deixar verter petróleo.

A duração das oscilações é o intervalo de tempo durante o qual o petróleo do mesmo lote, à mesma temperatura que se usa na suspensão, desce na bureta até ao traço de referência zero.

No fim desta operação coloca-se imediatamente o tanque de sedimentação no trajecto do feixe luminoso e fecha-se a porta da caixa.

(*a*) Para proteger o microamperímetro, a lâmpada nunca deve acender-se sem uma suspensão colocada no aparelho ou sem interpor o filtro retardador.

(*b*) O ácido oleico deve conservar-se em frasco escuro bem rolhado e em lugar fresco.

11–6. *Técnica do ensaio*

a) Antes de preparada a suspensão, com o filtro retardador interposto e o tanque de sedimentação com aproximadamente 100 ml de petróleo limpo, ajusta-se a intensidade da fonte luminosa para o valor I_o, fazendo leituras repetidas a intervalos de um minuto, até que não haja variação do valor lido. Retira-se o tanque e volta a ler-se o microamperímetro só com interposição do filtro retardador.

Leva-se então o indicador da escala à posição 30–60, prepara-se a suspensão (veja-se 11–5–2), que se coloca no aparelho, retira-se o filtro retardador e fecha-se a porta.

b) Nos instantes em que o petróleo da bureta atinge as marcas 60, 55, 50, 45, 40, 35 e 30 anotam-se as intensidades lidas no microamperímetro; levanta-se sucessivamente o suporte móvel para as marcas 25, 20, 15, 10 e 7,5 na escala do aparelho e anotam-se as leituras feitas no microamperímetro quando o petróleo da bureta atingir as mesmas divisões.

Coloca-se novamente o filtro no percurso do feixe luminoso, retira-se então o tanque e lê-se de novo o microamperímetro. Se esta leitura diferir mais do que 0,3 microamperes do valor lido inicialmente, só com o filtro retardador interposto, deve repetir-se o ensaio.

Nota. — Se a bateria empregada for recentemente carregada põe-se momentâneamente em curto-circuito, para tornar a voltagem constante. Se as indicações do microamperímetro continuarem a flutuar, verificam-se as ligações do circuito da lâmpada e da célula fotoeléctrica, vê-se se os contactos dos reóstatos estão limpos e se a lâmpada, suporte e reflector estão rìgidamente fixados nas suas montagens.

c) Coloca-se 1 g da amostra de cimento no peneiro e rega-se com água durante um minuto à pressão de 10 libras por polegada quadrada.

Secam-se o peneiro e o resíduo a temperatura moderada, para que o peneiro não dessolde; recolhe-se depois o resíduo por meio de um pincel e pesa-se com erro inferior a $\pm 0{,}0005$ g.

11–7. *Expressão do resultado.* — A superfície específica exprime-se em centímetros quadrados por grama e é dada pela expressão

$$\frac{120\,r\,(2-\log I_{60})}{\gamma\,(1{,}5+0{,}75\log I_{7{,}5}+\log I_{10}+\ldots+\log I_{55}-11{,}5\log I_{60})}$$

onde

r — percentagem da amostra, corrigida, passada no peneiro;

γ — peso específico da amostra em gramas por centímetro cúbico;

$I_{7,5}, I_{10}, \ldots, I_{60}$ — intensidades em microamperes lidas quando o petróleo da bureta atinge as marcas de 7,5, 10, . . ., 60.

Para registar os valores e calcular a superfície específica serve a forma indicada seguidamente.

11–8. *Exemplo de aplicação*

11–8–1. *Correcção do peso da amostra passado no peneiro*

[Veja-se 11–4, *b*) e 11–6, *c*)].

Resíduo indicado para o cimento-padrão	0,096 g
Resíduo determinado com o cimento-padrão	— 0,091 g
Soma	+ 0,005 g
Factor de correcção $\frac{+0{,}005}{0{,}091}$ . . .	+ 0,055
Resíduo determinado com a amostra	0,158 g
Termo de correcção	
$+0{,}055\times0{,}158$	+ 0,009 g
Resíduo da amostra, corrigido	
Soma	,167 g
Percentagem da amostra, corrigida, passada no peneiro	
$(1-0{,}167)\times100$	$r=83{,}3$

11–8–2. *Cálculo da superfície específica*

Peso específico da amostra	$\gamma=3{,}11$ g cm^{-3}
Percentagem da amostra, corrigida, passada no peneiro	83,3 %
Peso da amostra utilizado na suspensão	0,4 g

Intensidades lidas no microamperímetro só com interposição do filtro retardador:

antes do ensaio — 27,5 microamperes
depois do ensaio — 27,4 microamperes

Diâmetro das partículas d	Intensidades lidas no microamperímetro I	Log I	
60	14,5		1,161
55	14,7	1,167	
50	14,9	1,173	
45	15,2	1,182	
40	15,5	1,190	
35	16,1	1,207	
30	16,7	1,223	
25	17,4	1,241	
20	18,4	1,265	
15	20,2	1,305	
10	23,7	1,375	
7,5	26,9		1,430
	$0{,}75\times1{,}430=$	1,073	
		1,500	
	Soma =	14,901	
	$11{,}5\times1{,}161=$	13,352	
	Diferença =	1,549	

$$S=\frac{120\times83{,}3\times(2-1{,}161)}{3{,}11\times1{,}549}=1740\ \text{cm}^2\ \text{g}^{-1}$$

12. **Determinação da pasta normal**

12–1. *Definição.* — *Pasta normal:* pasta de cimento amassada em condições especificadas com uma quantidade de água tal que a sonda de consistência quando deixa de se afundar sob a acção do seu próprio peso, no aparelho de Vicat, fica a $6\pm0{,}5$ mm do fundo.

12–2. *Aparelhagem para o ensaio*

a) Balança para pesar até 1 kg, com erro inferior a ±1 g.

b) Proveta graduada em mililitros, com 300 ml de capacidade, pelo menos.

c) Aparelho de Vicat cujo suporte tenha: uma base de nível para apoio do molde; um braço com escala graduada em milímetros; um dispositivo de guiamento da haste para movimentos verticais (fig. 3).

A escala deve permitir pequenos deslocamentos para indicar directamente, com erro inferior a $\pm0{,}5$ mm, a espessura da camada de pasta de cimento entre o fundo do molde e a extremidade da sonda de consistência.

O molde, troncocónico, de fundo plano, deve ter as seguintes dimensões internas:

Diâmetro da base inferior	80 ± 3 mm
Diâmetro da base superior	90 ± 3 mm
Altura	40 ± 1 mm

A sonda de consistência deve ser um cilindro recto, com $10 \pm 0{,}05$ mm de diâmetro e de acabamento perfeito (fig. 4).

A agulha de Vicat, utilizada na determinação do princípio de presa, deve ser um cilindro recto, com $1{,}13 \pm 0{,}05$ mm de diâmetro (secção de 1 mm²) e de acabamento perfeito (fig. 4).

O peso de cada um dos conjuntos haste-sonda de consistência e haste-agulha de Vicat deve ser de $300 \pm 0{,}5$ g. (Alguns aparelhos possuem um contrapeso para compensar o menor peso da agulha de Vicat).

As peças em contacto com o cimento devem ser lisas e constituídas por material não absorvente e não atacável pelo cimento.

d) Colher de pedreiro e chapa ou superfície lisa, para amassadura, não absorvente nem atacável pelo cimento.

12–3. *Preparação dos provetes.* — Amontoam-se 100 g de cimento sobre uma superfície lisa, não absorvente e não atacável pelo cimento; abre-se uma cratera, para onde se deita de uma só vez determinada quantidade de água.

Vai-se virando o cimento para o interior, de modo que antes de um minuto toda a água seja absorvida.

Amassa-se activamente à colher, acumulando e espalhando a pasta até cinco minutos depois da adição da água.

Amontoa-se a pasta, divide-se à colher em duas partes iguais; enche-se com uma delas a caixa sem trepidação nem compactação e rasa-se com o cutelo da colher num movimento de vaivém.

12–4. *Técnica do ensaio.* — Preparado o provete, coloca-se debaixo da sonda de consistência, centrado com esta; desce-se a sonda de consistência lentamente, sem aceleração e, logo que ela deixe de se afundar por acção do seu próprio peso, lê-se na escala a distância entre a extremidade da sonda e o fundo do molde.

Repete-se o ensaio com novas pastas amassadas com outras quantidades de água até que a espessura da camada de pasta abaixo da sonda de consistência seja de $6 \pm 0{,}5$ mm.

12–5. *Expressão do resultado.* — A quantidade de água de amassadura da pasta normal, indicada em percentagem do peso de cimento, exprime-se por um décimo do volume da água de amassadura, em mililitros, sem arredondamento.

13. Determinação da expansibilidade

13–1. *Aparelhagem para o ensaio*

a) Três aparelhos de Le Châtelier cujos moldes devem ser anéis cilíndricos de latão com 0,5 mm de espessura, 30 mm de diâmetro interno e 30 mm de altura, fendidos segundo uma geratriz. As agulhas devem ter 150 mm de comprimento e estar soldadas a meia altura do molde (fig. 5).

As pontas das agulhas e os bordos das fendas não devem exercer pressão entre si e a largura da fenda não deve ser superior a 0,5 mm.

Estes aparelhos devem satisfazer à seguinte condição: fixada uma das agulhas o mais perto possível da soldadura, por exemplo por meio de um torno, e de tal maneira que a outra fique sensìvelmente horizontal e situada sob a primeira, suspende-se por um fio um peso de 300 g na zona onde a agulha livre se liga ao molde. O deslocamento da ponta desta agulha deve estar compreendido entre 15 mm e 20 mm.

b) Placas de vidro para servirem de base e de tampa aos moldes.

c) Três massas de 150 g.

d) Recipiente para ferver os provetes dentro dos respectivos moldes colocados sobre uma rede a cerca de 5 cm do fundo.

e) Régua graduada em milímetros.

13–2. *Preparação dos provetes.* — Prepara-se uma pasta normal de cimento; enchem-se os moldes dos três aparelhos de Le Châtelier colocados sobre placas de vidro, tendo o cuidado de os apertar de forma que os bordos das fendas fiquem em contacto durante esta operação. Em seguida cobrem-se com outras placas de vidro sobre as quais se colocam as massas de 150 g e mergulham-se em água potável a 20 ± 1 °C (fig. 5).

13–3. *Técnica do ensaio.* — Decorridas vinte e quatro horas após a imersão dos provetes mede-se o afastamento entre as pontas das agulhas.

Colocam-se em seguida os aparelhos com as agulhas para cima, no recipiente com água à temperatura ambiente. Aquece-se gradualmente durante uma hora até à ebulição, que se mantém durante três horas. Deixa-se arrefecer lentamente até 20 ± 1 °C; depois lê-se o afastamento entre as pontas das agulhas.

13–4. *Apresentação dos resultados.* — O resultado do ensaio é dado pela diferença

$$d_2 - d_1$$

onde

d_1 — média, em milímetros, dos afastamentos entre as pontas das agulhas após vinte e quatro horas de imersão;

d_2 — média, em milímetros, dos afastamentos entre as pontas das agulhas logo após o arrefecimento.

Quando o resultado for superior ao valor especificado repete-se o ensaio com cimento da mesma amostra depois de ter estado sete dias espalhado em camada com cerca de 5 cm de espessura e mantido a 20 ± 1 °C.

14. Determinação do princípio de presa

14–1. *Definição. — Princípio de presa:* intervalo de tempo entre o instante em que se adiciona a água ao cimento para fabrico da pasta normal e o momento em que no ensaio pelo aparelho de Vicat, segundo a técnica especificada, a agulha deixa de penetrar até ao fundo do molde.

14–2. *Aparelhagem.* — A aparelhagem para o ensaio é como a indicada no parágrafo 12–2 (fig. 6).

14–3. *Preparação do provete.* — Com os materiais à temperatura de 20 ± 1 °C, prepara-se uma pasta normal de cimento; enche-se o molde sem trepidação nem compactação; rasa-se com o cutelo da colher em movimento de vaivém; mergulha-se em seguida o molde em água potável a 20 ± 1 °C.

14–4. *Técnica do ensaio.* — Decorridos trinta minutos após a adição da água de amassadura retira-se o molde da água, coloca-se no prato do aparelho e desce-se a agulha de Vicat, lentamente e sem aceleração. Sobe-se a agulha e retira-se o molde que se mergulha de novo na água.

Repete-se sucessivamente esta operação a intervalos de tempo tais que seja possível determinar o momento em que a agulha deixa de penetrar até ao fundo do molde com erro inferior a ± 2 minutos.

14–5. *Expressão do resultado.* — O princípio de presa exprime-se em horas e minutos.

15. Determinação da resistência mecânica

15–1. *Definições. — Argamassa normal:* argamassa com o traço, em peso, de 1:3:0,5 (cimento : areia normal : água), amassada nas condições especificadas.

Areia normal: areia proveniente do areeiro do Alfeite, com as características especificadas.

15-2. *Materiais*

a) *Água.* — A água a utilizar na amassadura e conservação dos provetes deve ser potável.

b) *Areia normal.* — A areia a utilizar na confecção dos provetes é uma areia siliciosa, bem lavada, seca e com uma composição granulométrica contida dentro dos limites indicados no quadro seguinte ou na fig. 7:

Abertura do peneiro — mm	Material que passa — %
1,68	100
1.00	67 ± 2
0,50	34 ± 2
0,297	23 ± 2
0,149	9 ± 2
0,074	2 ± 1

Nota. — O material de dimensões inferiores a 0,297 mm pode ser obtido por adição de areia siliciosa moída.

Esta areia deverá ser preparada para cada amassadura por mistura bem homogeneizada das quatro classes a seguir definidas:

Classe I — elementos entre 1,68 mm e 1,00 mm.
Classe II — elementos entre 1,00 mm e 0,50 mm.
Classe III — elementos entre 0,50 mm e 0,297 mm.
Classe IV — elementos inferiores a 0,297 mm.

15-3. *Aparelhagem para o ensaio*

a) Balança para pesar até 2 kg, com erro inferior a ±2 g.

b) Proveta com 250 ml de capacidade, pelo menos, e graduada com erro inferior a ±2 ml.

c) Nove moldes, cada um deles com uma boca rectangular de 4 cm × 16 cm, de aço, ferro fundido ou bronze, com dureza igual ou superior a HRB 55, que permitam uma boa vedação por forma que os provetes não apresentem rebarbas (fig. 8).

Os moldes devem ser tais que os provetes fiquem com as dimensões nominais de 40 mm × 40 mm × 160 mm.

As suas características e tolerâncias são as indicadas no quadro seguinte:

Designações	Valores e tolerâncias
Largura interior	40 ± 0,1 mm
Altura interior	40 ± 0,2 mm
Ângulos entre faces interiores	90 ± 0,5°
Desempeno das faces interiores de 40 mm × × 160 mm	± 0,02 mm

Os moldes poderão ser agrupados de modo a permitir o fabrico simultâneo de três provetes.

A espessura das paredes dos moldes não deve ser inferior a 10 mm e, em moldes triplos, a espessura da base não deve ser inferior a 15 mm.

d) Pilão de cobre com o peso de 1000 ± 20 g, com uma altura total de 170 mm, tendo uma base rectangular de 35 mm de aresta e um cabo cilíndrico (fig. 8).

e) Funil ajustável à boca dos moldes, com uma altura de 40 mm e uma secção livre de 158 mm × 38 mm, para impedir que o pilão danifique as arestas dos moldes.

No caso de se utilizarem moldes triplos, o funil deve igualmente ser triplo, aconselhando-se o do tipo representado na fig. 8.

f) Máquina para ensaios de flexão, por exemplo uma balança de Michaëlis adaptada à realização destes ensaios, em que a flexão seja provocada pelo deslocamento de um par de roletes cilíndricos, com 10 mm de diâmetro e afastados de 100 mm entre eixos, relativamente a um terceiro de igual diâmetro e centrado com os primeiros (fig. 9).

As forças devem poder ser aplicadas gradualmente, sem choques, e ser determinadas com erro inferior a ±1 por cento.

Deve para este efeito ser aferida frequentemente e nunca com intervalos superiores a seis meses.

g) Máquina para ensaios de compressão em que um dos pratos seja provido de rótula esférica e que permita determinar forças com erro inferior a ±1 por cento. Deve, para este efeito, ser aferida frequentemente e nunca com intervalos superiores a seis meses.

A compressão deve ser provocada por intermédio de duas placas de aço de, pelo menos, 15 mm de espessura e com uma superfície quadrada de 40 ± 0,1 mm de lado (fig. 10). O desempeno das faces interiores das placas deve ser de ±0,02 mm. Um dos pratos deve ser susceptível de movimentos de rotação em torno de eixos horizontais.

h) Colher de pedreiro, uma superfície lisa não absorvente nem atacável pelo cimento, sobre a qual se fará a amassadura dos materiais, um recipiente metálico para cobertura de argamassa, uma régua metálica e um tanque para conservação dos provetes, com água potável à temperatura de 20 ± 1 °C.

15-4. *Preparação dos provetes.* — A preparação dos provetes deve ser feita numa sala à temperatura de 20 ± 1 °C, temperatura a que deverão estar os materiais e utensílios a empregar.

a) *Preparação dos moldes.* — Os moldes devem ser convenientemente montados e depois oleados com um pincel por forma a ficarem cobertos com uma camada de óleo contínua e pouco espessa. O óleo deve ser mineral e ter uma viscosidade média, por exemplo SAE 50.

b) *Amassadura.* — A amassadura é feita simultâneamente para três provetes pela forma seguinte:

1.° Humedece-se a superfície onde se fará a amassadura [15-3,*h*)] e colocam-se sobre ela 495 g de areia da classe I, 495 g de areia da classe II, 165 g de areia da classe III, 345 g de areia da classe IV e 500 g de cimento, que se misturam à colher até se obter uma cor uniforme.

2.° Forma-se uma cratera na qual se deitam 250 ml de água e vão-se virando cuidadosamente os materiais secos, do exterior para o interior, até que toda a água seja absorvida; esta operação não deve exceder um minuto.

3.° Amassa-se à mão, com uma colher, enèrgicamente, durante cinco minutos, acumulando e espalhando alternadamente a argamassa, que no final se junta e cobre com o recipiente metálico.

c) *Moldagem dos provetes.* — Com a argamassa obtida pela forma indicada, imediatamente a seguir à sua confecção, moldam-se simultâneamente os três provetes, como segue:

1.° Coloca-se o funil sobre o molde oleado e lançam-se em cada compartimento cerca de 200 g de argamassa.

2.° Compactam-se estas primeiras camadas com o pilão, dando por provete quatro séries de cinco pancadas uniformemente distribuídas; as pancadas devem ser

dadas elevando-se o pilão até ficar com a face inferior ao nível da face superior do funil (4 cm acima da face superior do molde) e deixando-o cair livremente, na vertical.

3.° Repetem-se as operações 1.° e 2.° com uma segunda camada e posteriormente com uma terceira.

4.° Retira-se o funil, rasa-se a argamassa com uma régua mantida vertical e que se desloca com um movimento de vaivém e aplana-se a superfície com uma colher, sem exercer pressão.

d) *Conservação dos provetes.* — Durante as primeiras vinte a vinte e oito horas os provetes são conservados nos moldes, cobertos por uma chapa metálica, e ao ar numa câmara à temperatura de 20 ± 1 °C e humidade relativa não inferior a 95 por cento.

A desmoldagem deve efectuar-se à temperatura de 20 ± 2 °C e não deve demorar mais de quinze minutos.

Os provetes são em seguida conservados em água à temperatura de 20 ± 1 °C, até à data do ensaio, e a água deve ter livre acesso a todas as suas faces.

15-5. *Técnicas dos ensaios.* — Os ensaios devem ser realizados à temperatura de 20 ± 1 °C e com um ritmo tal que cada provete não fique exposto ao ar mais de quinze minutos até se efectuar o ensaio de compressão. Com este objectivo podem imergir-se os provetes, antes do ensaio de flexão e depois de retirados do tanque de conservação, num recipiente com água à temperatura da água de conservação.

a) *Ensaio de flexão.* — Colocado o provete na máquina de ensaio, centrado em relação aos roletes e com a face de enchimento voltada para o operador, realiza-se o ensaio pela aplicação de forças progressivamente crescentes e sem choques até à rotura do provete. A velocidade de aplicação das forças deve ser de cerca de $5 \pm 1{,}5$ kg s^{-1}.

A força de rotura por flexão é a força máxima registada pela máquina de ensaio.

b) *Ensaio de compressão.* — Os provetes para ensaio de compressão são constituídos pelas metades dos prismas ensaiados à flexão.

Colocado o provete na máquina de ensaio, centrado em relação aos pratos e com a face de enchimento voltada para o operador, realiza-se o ensaio pela aplicação de forças progressivamente crescentes e sem choques até à rotura do provete. A velocidade de aplicação das forças deve ser tal que a variação de tensões seja de cerca de 20 ± 5 kg cm^{-2} s^{-1}.

A força de rotura por compressão é a força máxima registada pela máquina de ensaio.

15-6. *Apresentação dos resultados.* — Os resultados dos ensaios de cada provete, expressos em quilogramas por centímetro quadrado e arredondados nas unidades, são dados pelas expressões seguintes:

Tensão de rotura por flexão . . . $= 0{,}2343\ F_1$
Tensão de rotura por compressão $= 0{,}0625\ F_2$

onde

F_1 — força de rotura por flexão, em quilogramas;
F_2 — força de rotura por compressão, em quilogramas.

Os desvios entre as tensões individuais, máxima e mínima, de cada série de provetes não devem exceder em ambos os casos 20 por cento.

Nota. — Desde que se utilize uma balança de Michaëlis com uma multiplicação de K vezes, a tensão de rotura por flexão será dada por:

$$0{,}2343\ K\ G$$

onde

G — peso do balde e da grenalha de chumbo.

16. **Determinação da perda ao fogo**

16-1. *Aparelhagem para o ensaio*

a) Balança para pesar até 100 g, com erro inferior a $\pm 0{,}0001$ g.

b) Cadinho de porcelana de cerca de 20 ml de capacidade e respectiva tampa.

c) Cadinho de platina de 20 ml a 25 ml de capacidade e respectiva tampa;

d) Exsicador.

e) Mufla regulável até 1000 °C, com desvios inferiores a ± 50 °C.

f) Pinça de níquel para cadinhos.

16-2. *Técnica do ensaio.* — Pesa-se 1,0000 g da amostra no cadinho de porcelana prèviamente calcinado, arrefecido no exsicador e tarado com a tampa respectiva. Calcina-se, com o cadinho coberto, a 950 ± 50 °C durante vinte minutos, deixa-se arrefecer no exsicador e pesa-se. Quando o peso do resíduo da calcinação for inferior a 0,9595 g repete-se o ensaio em duplicado com cimento da mesma amostra, mas substitui-se o cadinho de porcelana pelo de platina, calcina-se durante quinze minutos, deixa-se arrefecer no exsicador, pesa-se e volta a calcinar-se durante períodos de cinco minutos até não haver diferença de peso entre duas calcinações sucessivas.

Se a diferença entre os dois pesos dos novos resíduos exceder 0,0010 g, continua a repetir-se o ensaio até os pesos de dois resíduos diferirem entre si menos de 0,0010 g ou três menos de 0,0015 g; neste caso toma-se para peso dos resíduos da calcinação a média dos pesos dos resíduos obtidos nas condições indicadas.

16-3. *Expressão dos resultados.* — A perda ao fogo da amostra exprime-se em percentagem, arredondada nas décimas, e é dada pelo produto da perda de peso em gramas por 100.

17. **Determinação do resíduo insolúvel**

17-1. *Aparelhagem para o ensaio*

a) Balança para pesar até 100 g, com erro inferior a $\pm 0{,}0001$ g.

b) Copo de vidro resistente ao fogo de 250 ml de capacidade.

c) Filtros de papel de poros largos.

d) Cadinho de porcelana de 20 ml a 30 ml de capacidade.

e) Exsicador.

f) Mufla regulável até 1000 °C, com desvios inferiores a ± 50 °C.

17-2. *Reagentes para o ensaio*

a) Ácido clorídrico de 1,18 de densidade.

b) Soluto de hidróxido de sódio a 10 g/l.

c) Indicador vermelho de metilo a 2 g/l de etanol.

d) Soluto de cloreto de amónio a 20 g/l.

17-3. *Técnica de ensaio.* — Pesa-se 1,0000 g da amostra, transfere-se para o copo de vidro, juntam-se-lhe 10 ml de água destilada quente, agita-se vigorosamente e adicionam-se-lhe 5 ml de ácido clorídrico. Se for necessário, para se obter a decomposição completa do cimento, aquece-se moderadamente durante alguns minutos e esmagam-se os grumos com a ponta plana da vareta de vidro — a presença de um resíduo castanho não é de tomar em consideração.

Perfazem-se 50 ml com água destilada e aquece-se próximo da ebulição durante quinze minutos.

Filtra-se e lava-se o resíduo seis vezes com água destilada quente.

Passa-se o filtro com o resíduo para o copo, juntam-se-lhes 100 ml do soluto de hidróxido de sódio e aquece-se durante quinze minutos próximo da ebulição. Adicionam-se algumas gotas do indicador vermelho de metilo, acidifica-se com ácido clorídrico e juntam-se quatro a cinco gotas em excesso. Filtra-se e lava-se

o resíduo doze a quinze vezes com soluto quente de cloreto de amónio.

Passa-se o filtro com o precipitado para o cadinho prèviamente calcinado e tarado, calcina-se entre 900 °C e 1000 °C, deixa-se arrefecer no exsicador e pesa-se.

Quando o peso do resíduo da calcinação for superior a 0,0205 g, repete-se o ensaio com cimento da mesma amostra, em duplicado: se a diferença entre os dois pesos dos novos resíduos exceder 0,0010 g, continua a repetir-se o ensaio até os pesos de dois resíduos diferirem entre si menos de 0,0010 g ou três menos de 0,0015 g; neste caso toma-se para peso do resíduo da calcinação a média dos pesos dos resíduos obtidos nas condições indicadas, média à qual se subtrai o resultado obtido na repetição do ensaio com as mesmas quantidades dos mesmos reagentes, mas sem utilização do cimento.

17-4. *Expressão do resultado.* — O resíduo insolúvel da amostra exprime-se em percentagem, arredondada nas décimas, e é dado pelo produto do peso, em gramas, do resíduo da calcinação por 100.

18. **Determinação do óxido de magnésio**

18-1. *Aparelhagem para o ensaio*

a) Balança para pesar até 100 g, com erro inferior a $\pm 0{,}0001$ g.

b) Copos de vidro, resistentes ao fogo, com as seguintes capacidades: 50 ml, 250 ml e 600 ml de forma baixa e 500 ml de forma alta.

c) Vidro de relógio de cerca de 5 cm de diâmetro.

d) Banho de vapor ou placa de aquecimento.

e) Filtros de poros largos, médios e apertados.

f) Polícia de borracha.

g) Cadinho de porcelana de 20 ml a 30 ml de capacidade.

h) Exsicador.

i) Estufa regulável até 110 °C.

j) Mufla regulável até 1200 °C, com desvios inferiores a ± 50 °C.

l) Cápsula de porcelana ou, de preferência, de platina de 200 ml de capacidade.

m) Cadinho de platina de 25 ml a 30 ml de capacidade.

18-2. *Reagentes para o ensaio*

a) Cloreto de amónio.

b) Ácido clorídrico de 1,18 de densidade.

c) Ácido nítrico de 1,42 de densidade.

d) Indicador vermelho de metilo a 2 g/l de etanol.

e) Hidróxido de amónio de 0,90 de densidade.

f) Soluto de cloreto de amónio a 20 g/l.

g) Soluto de oxalato de amónio a 50 g/l.

h) Soluto de fosfato monoácido de amónio a 250 g/l.

i) Ácido fluorídrico a 48 por cento.

j) Ácido sulfúrico de 1,84 de densidade.

l) Pirossulfato de sódio ou de potássio — para que não crepite ao ser aquecido durante o ensaio, funde-se prèviamente numa cápsula de platina, deixa-se arrefecer e mói-se a massa fundida resultante; deve notar-se que um aquecimento demasiado prolongado ou uma temperatura excessivamente alta pode dar origem ao ataque da platina pelo pirossulfato fundido.

m) Água de bromo saturada.

n) Soluto de nitrato de amónio para lavagem — para o preparar dissolvem-se 100 g de nitrato de amónio em água destilada, juntam-se-lhes 200 ml de hidróxido de amónio e perfaz-se o volume de 1 l com água destilada.

18-3. *Técnica do ensaio*

a) Pesa-se 0,5000 g da amostra de cimento e mistura-se no copo de 50 ml com cerca de 0,5 g de cloreto de amónio.

Tapa-se o copo com o vidro de relógio e, com ele coberto, deixam-se escorrer lentamente pela parede do copo 5 ml de ácido clorídrico.

Terminada a reacção, destapa-se o copo, deitam-se uma ou duas gotas de ácido nítrico, agita-se a mistura com a vareta e tapa-se novamente.

Coloca-se o copo no banho de vapor durante trinta minutos, agita-se o soluto de vez em quando e esmagam-se os grumos de cimento com a ponta plana da vareta de vidro.

Filtra-se por papel de filtro de poros médios para o copo de 250 ml e transfere-se o resíduo para o filtro tão completamente quanto possível, sem o diluir; deixa-se escorrer bem, lava-se o copo, com auxílio do polícia de borracha, e o filtro e o resíduo duas a três vezes com ácido clorídrico (1:99), e depois dez a doze vezes com pequenas porções de água destilada quente, que de cada vez se deixa escorrer bem.

b) Ao filtrado obtido adiciona-se água destilada até se perfazerem cerca de 200 ml, juntam-se cerca de 10 ml de ácido clorídrico e algumas gotas do indicador vermelho de metilo e leva-se à ebulição.

Suspende-se o aquecimento, adiciona-se, gota a gota, hidróxido de amónio (1:1), isento de anidrido carbónico, até a cor do soluto ficar amarela e ainda uma gota em excesso.

Ferve-se durante cinquenta a sessenta segundos e aguarda-se não mais de cinco minutos que o precipitado assente.

Filtra-se por filtro de poros largos para o copo de 600 ml e lava-se o precipitado com soluto de cloreto de amónio quente duas a quatro vezes, consoante o volume daquele. Com o fim de garantir a alcalinidade do soluto de cloreto de amónio, juntam-se-lhe duas gotas do indicador vermelho de metilo no balão de esguicho e adiciona-se hidróxido de amónio (1:1), gota a gota, até o soluto tomar uma tonalidade amarela; se em qualquer altura, devido ao aquecimento, voltar a avermelhar, torna-se a alcalinizar o soluto.

c) Passa-se o filtro com o precipitado para o copo onde se acabou de fazer a precipitação, dissolve-se o precipitado com 15 ml de ácido clorídrico quente (1:3), aquece-se moderadamente, desfaz-se o filtro com a vareta e voltam a repetir-se as operações descritas em *b*), só com a diferença de agora o volume a perfazer ser de cerca de 100 ml.

d) Acidifica-se com ácido clorídrico o conteúdo do copo e, se necessário, evapora-se até reduzir o seu volume a cerca de 200 ml. Juntam-se 5 ml de ácido clorídrico, algumas gotas do indicador vermelho de metilo e 30 ml do soluto de oxalato de amónio quente.

Aquece-se até 70 °C a 80 °C e adiciona-se, gota a gota, hidróxido de amónio (1:1), ao mesmo tempo que se agita até a cor do soluto ficar amarela.

Aguarda-se não mais de uma hora que o precipitado assente, mas durante a primeira meia hora agita-se de vez em quando.

Filtra-se por filtro de poros médios e lava-se o precipitado oito a dez vezes com água destilada quente, de modo que o volume total de água utilizado não exceda 75 ml.

e) Acidifica-se o filtrado com algumas gotas de ácido clorídrico e evapora-se até reduzir o seu volume a cerca de 250 ml.

Arrefece-se até à temperatura ambiente e juntam-se 10 ml de soluto de fosfato monoácido de amónio a 100 g/l e 30 ml de hidróxido de amónio, enquanto se agita vigorosamente, agitação que se prolonga durante dez a quinze minutos.

Deixa-se assentar o precipitado em ambiente fresco durante oito horas, pelo menos.

Filtra-se e lava-se cinco a seis vezes com soluto de hidróxido de amónio (1:20).

Passa-se o filtro com precipitado para um cadinho tarado, seca-se e incinera-se com cuidado, para o filtro não se inflamar, e calcina-se entre 1050 °C e 1100 °C durante trinta a quarenta e cinco minutos.

Deixa-se arrefecer no exsicador e pesa-se o resíduo (pirofosfato de magnésio).

Quando o peso do resíduo da calcinação for superior a 0,0559 g, repete-se o ensaio com cimento da mesma amostra em duplicado e segundo a técnica que a seguir se descreve.

f) Pesa-se 0,5000 g da amostra, transfere-se para a cápsula, humedece-se com 10 ml de água destilada, agita-se, para evitar a formação de grumos, e juntam-se-lhe 5 ml a 10 ml de ácido clorídrico.

Aquece-se moderadamente e agita-se até decomposição completa do cimento, para o que se esmagam suavemente os grumos com a ponta plana da vareta de vidro.

Leva-se o soluto até à secura no banho de vapor.

Suspende-se o aquecimento e ao resíduo juntam-se 5 ml a 10 ml de ácido clorídrico e igual volume de água destilada.

Cobre-se a cápsula e aquece-se durante dez minutos no banho de vapor.

Dilui-se o soluto com igual volume de água destilada quente, filtra-se imediatamente e lava-se o resíduo duas a três vezes com ácido clorídrico quente (1:99) e depois com água destilada quente.

g) Leva-se o filtrado até à secura no banho de vapor e seca-se o resíduo na estufa entre 105 °C e 110 °C durante uma hora.

Deixa-se arrefecer e juntam-se 10 ml a 15 ml de ácido clorídrico (1:1), aquece-se no banho de vapor e dilui-se o soluto com igual volume de água destilada quente.

Filtra-se imediatamente por novo filtro e lava-se o pequeno resíduo com água destilada quente.

h) Os filtros com os resíduos obtidos em *f*) e *g*) secam-se e incineram-se no cadinho de platina, com cuidado para não inflamar os papéis de filtro, e em seguida calcinam-se a 1150±50 °C durante cerca de uma hora.

Ao resíduo arrefecido no exsicador adicionam-se algumas gotas de água destilada, cerca de 10 ml de ácido fluorídrico e uma gota de ácido sulfúrico.

Leva-se até à secura com precaução, na chaminé; em seguida calcina-se o pequeno resíduo a 1050±50 °C durante um a dois minutos e deixa-se arrefecer no exsicador.

Junta-se 0,5 g de pirossulfato de sódio ou de potássio e aquece-se abaixo do rubro, com precaução para evitar projecções, até o resíduo se dissolver na fase fundida — um aquecimento excessivamente prolongado ou uma temperatura excessivamente elevada podem dar origem ao ataque da platina pelo pirossulfato fundido.

Deixa-se arrefecer, dissolve-se a massa fundida em água destilada e o soluto resultante junta-se ao filtrado e águas de lavagem obtidos em *g*).

i) Ajusta-se a cerca de 200 ml o volume do conteúdo do copo, adiciona-se cerca de 5 ml de ácido clorídrico e, se se tiver usado cápsula de platina nas operações descritas em *f*), adicionam-se 3 ml de água de bromo e ferve-se até eliminar o excesso de bromo. Juntam-se algumas gotas do indicador vermelho de metilo e leva-se à ebulição.

Suspende-se o aquecimento, adiciona-se, gota a gota, hidróxido de amónio (1:1), isento de anidrido carbónico, até a cor do soluto ficar amarela e ainda uma gota em execesso.

Ferve-se durante cinquenta a sessenta segundos ou, de preferência, aquece-se em banho de vapor durante dez minutos — em qualquer dos casos o soluto deve manter-se amarela; se assim não for, adiciona-se-lhe novamente hidróxido de amónio e prolonga-se o aquecimento.

Deixa-se assentar o precipitado durante não mais de cinco minutos, filtra-se e lava-se com cloreto de amónio quente duas ou quatro vezes, consoante o volume do precipitado. Para garantir a alcalinidade do soluto do cloreto de amónio procede-se como em *b*).

j) Passa-se o filtro com o precipitado para o copo onde se acabou de fazer a precipitação, dissolve-se o precipitado com 15 ml de ácido clorídrico quente (1:3) e voltam a repetir-se as operações descritas em *i*), só com a diferença de agora se ajustar o volume do soluto a cerca de 100 ml.

l) Acidifica-se com ácido clorídrico o conjunto dos filtrados obtidos em *i*) e *j*) e evapora-se até reduzir o seu volume a cerca de 100 ml.

Enquanto quente, adicionam-se-lhe 40 ml de água de bromo e hidróxido de amónio até o soluto ficar francamente alcalino.

Ferve-se durante cinco minutos, pelo menos, sem permitir que o soluto deixe de permanecer alcalino, para o que se voltará a adicionar hidróxido de amónio, se for necessário — se se formar um precipitado, deixa-se assentar e despreza-se, depois de filtrar e lavar com água destilada quente.

Acidifica-se o soluto com ácido clorídrico e ferve-se até todo o bromo ser expulso.

Juntam-se 5 ml de ácido clorídrico, dilui-se até se perfazerem cerca de 200 ml, adicionam-se algumas gotas do indicador vermelho de metilo e 30 ml do soluto de oxalato de amónio quente.

Aquece-se entre 70 °C e 80 °C e junta-se, gota a gota, hidróxido de amónio (1:1), ao mesmo tempo que se agita até a cor do filtrado ficar francamente amarela.

Deixa-se assentar o precipitado durante não mais de uma hora, mas agita-se ocasionalmente durante os primeiros trinta minutos.

Filtra-se e lava-se o precipitado moderadamente com soluto quente de oxalato de amónio a 1 g/l.

m) Passa-se o filtro com o precipitado para o copo onde se acabou de fazer a precipitação, dissolve-se o precipitado com 50 ml de ácido clorídico quente (1:4) e, com a vareta, macera-se o papel de filtro.

Ao soluto obtido junta-se água destilada até se perfazerem cerca de 200 ml, adicionam-se-lhe algumas gotas do indicador vermelho de metilo e 20 ml de soluto de oxalato de amónio.

Aquece-se até próximo da ebulição, ao mesmo tempo que se junta hidróxido de amónio (1:1), gota a gota, até a cor do soluto ficar amarela.

Deixa-se assentar o precipitado durante uma a duas horas.

Filtra-se e lava-se moderadamente com soluto quente de oxalato de amónio a 1 g/l.

n) Acidifica-se com ácido clorídrico o conjunto dos filtrados obtidos em *l*) e *m*) e evapora-se até reduzir o seu volume a cerca de 250 ml. Juntam-se cerca de 10 ml de soluto de fosfato monoácido de amónio e arrefece-se por imersão do copo em água gelada.

Junta-se hidróxido de amónio, gota a gota, e agita-se constantemente; logo que começa a formar-se um precipitado cristalino, volta a adicionar-se hidróxido de amónio, na proporção de 5 a 10 por cento do volume do soluto, e continua-se a agitar durante alguns minutos.

Deixa-se repousar em ambiente fresco durante oito horas, pelo menos.

Filtra-se por papel de filtro de poros apertados; retira-se o papel de filtro do funil, desdobra-se, esguicha-se com água destilada quente, de modo a arrastar o

precipitado para o copo onde foi feita a precipitação, e lava-se com ácido clorídrico quente (1:4) e novamente com água destilada quente. Se for necessário, para dissolver o precipitado, junta-se mais ácido clorídrico quente (1:4).

Dilui-se o soluto até se perfazerem cerca de 100 ml, junta-se 1 ml de soluto de fosfato monoácido de amónio, adiciona-se hidróxido de amónio, gota a gota, e agita-se constantemente até voltar a formar-se o precipitado cristalino e haver apenas um ligeiro excesso de hidróxido de amónio.

Arrefece-se e deixa-se repousar durante cerca de duas horas.

Filtra-se por filtro de poros apertados e lava-se o precipitado com duas porções de 10 ml de soluto de nitrato de amónio para lavagem.

Passa-se o filtro com o precipitado para um cadinho tarado, seca-se e incinera-se com cuidado, para o filtro não se inflamar, e calcina-se entre 1100 °C e 1200 °C até peso constante, sem deixar fundir o precipitado (pirofosfato de magnésio). Se o cadinho for de porcelana, a temperatura de calcinação não deve exceder 1125 °C.

o) Se a diferença entre os dois pesos dos novos resíduos exceder 0,0022 g, continua a repetir-se o ensaio até os pesos de dois resíduos diferirem entre si menos de 0,0022 g ou três menos de 0,0033 g; neste caso toma-se para peso do resíduo da calcinação a média dos pesos dos resíduos obtidos nas condições indicadas, média à qual se subtrai o peso do resíduo obtido na repetição do ensaio com as mesmas quantidades dos mesmos reagentes, mas sem utilização do cimento.

18-4. *Expressão do resultado.* — O óxido de magnésio da amostra exprime-se em percentagem, arredondada nas décimas, e é dado pelo produto do peso, em gramas, do resíduo da calcinação por 72,4.

19. **Determinação do anidrido sulfúrico**

19-1. *Aparelhagem para o ensaio*

a) Balança para pesar até 100 g, com erro inferior a ±0,0001.

b) Copo de vidro resistente ao fogo de 250 ml de capacidade, para a operação de decomposição do cimento.

c) Copo de vidro resistente ao fogo de 400 ml de capacidade, para a operação de precipitação.

d) Vidro de relógio de cerca de 10 cm de diâmetro.

e) Banho de vapor.

f) Filtros de papel de poros médios e de poros largos.

g) Cadinho de porcelana de 15 ml a 20 ml de capacidade.

h) Exsicador.

i) Mufla regulável até 900 °C com desvios inferiores a ±50 °C.

19-2. *Reagentes para o ensaio*

a) Ácido clorídrico de 1,18 de densidade.

b) Soluto de cloreto de bário a 100 g/l.

19-3. *Técnica do ensaio*

Toma-se o primeiro filtrado obtido na determinação do resíduo insolúvel ou pesa-se 1,0000 g da amostra e procede-se como se especifica em 17-3 até se obter o primeiro filtrado.

A este filtrado adiciona-se água destilada de modo a perfazer cerca de 250 ml e aquece-se até à ebulição; juntam-se, gota a gota e lentamente, 10 ml de soluto de cloreto de bário quente e continua-se a fervura até formação completa do precipitado.

Tapa-se com o vidro de relógio e deixa-se no banho de vapor durante três horas, pelo menos, com cuidado de adicionar água destilada, se for necessário, para manter o volume do soluto em cerca de 250 ml. Filtra-se por filtro de poros médios e lava-se o precipitado com água destilada quente.

Passa-se o filtro com o precipitado para o cadinho, seca-se e incinera-se com precaução, para o filtro não se inflamar, calcina-se entre 800 °C e 900 °C, deixa-se arrefecer no exsicador e pesa-se.

Quando o peso do resíduo da calcinação for superior a 0,0889 g, repete-se o ensaio em duplicado, com cimento da mesma amostra, mas conserva-se o soluto no banho de vapor durante doze horas antes de se filtrar, para separação do precipitado. Se a diferença entre os dois pesos dos novos resíduos exceder 0,0030 g, continua a repetir-se o ensaio até os pesos de dois resíduos diferirem entre si menos de 0,0030 g ou três menos de 0,0045 g; neste caso toma-se para peso do resíduo da calcinação a média dos pesos dos resíduos obtidos nas condições indicadas, média à qual se subtrai o peso do resíduo obtido na repetição do ensaio com as mesmas quantidades dos mesmos reagentes, mas sem utilização do cimento.

19-4. *Expressão do resultado.* — O anidrido sulfúrico da amostra exprime-se em percentagem, arredondada nas décimas, e é dado pelo produto do peso, em gramas, do resíduo da calcinação por 34,3.

Ministério das Obras Públicas, 22 de Novembro de 1956. — O Ministro das Obras Públicas, *Eduardo de Arantes e Oliveira.*

Densímetro de Le Châtelier

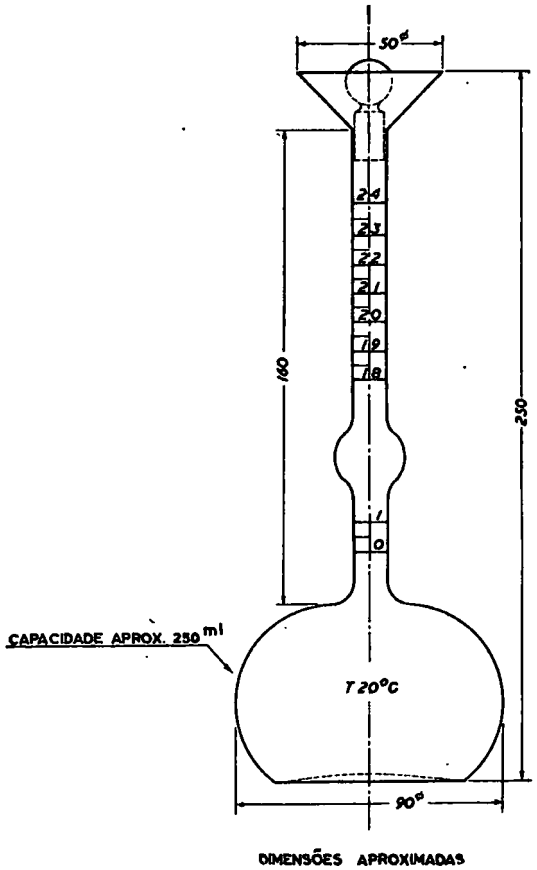
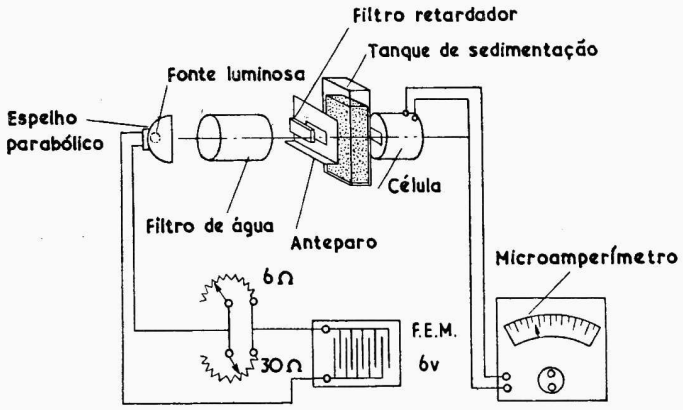


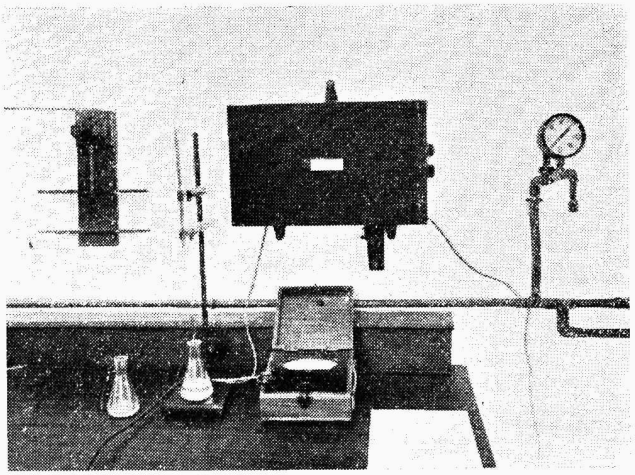
Fig. 1

Turbidímetro de Wagner

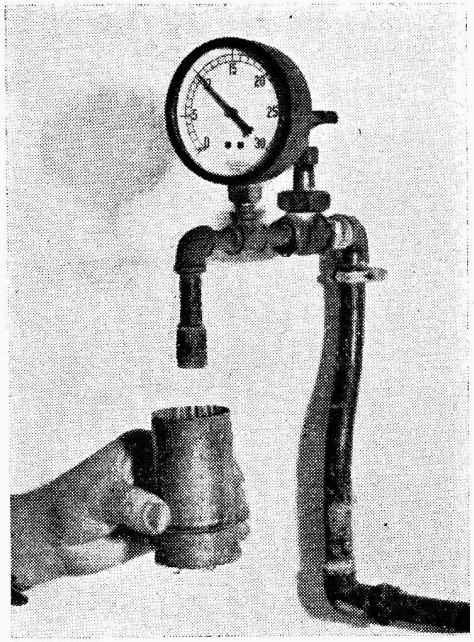
ESQUEMA

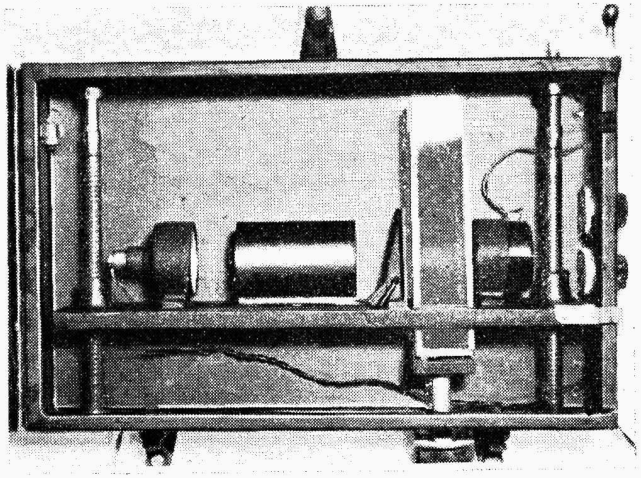


CONJUNTO



PORMENORES





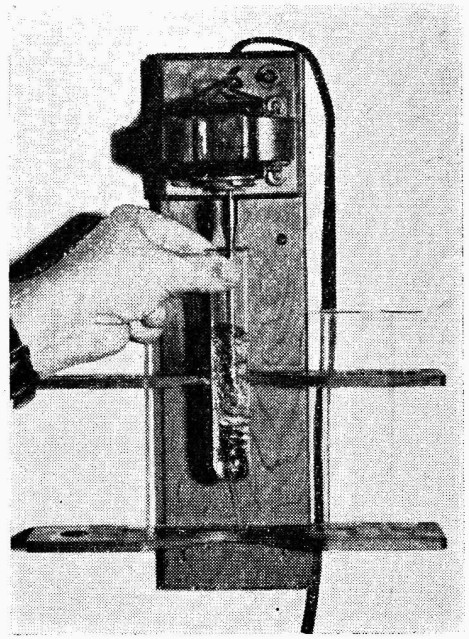


Fig. 2

Aparelho de Vicat

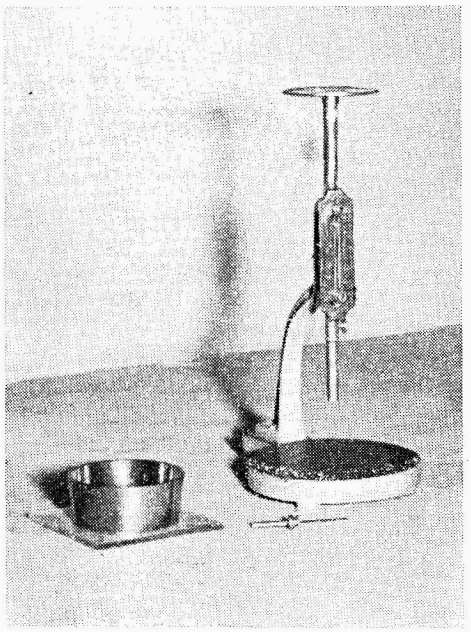
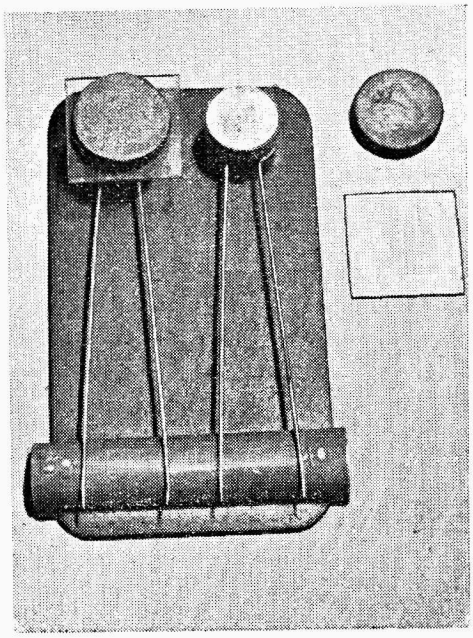


Fig. 3

Aparelho de Le Châtelier para determinação da expansibilidade



Agulha de Vicat

Sonda de consistência

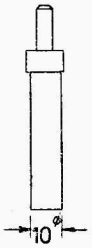


Fig. 4

Recipiente para ferver os provetes

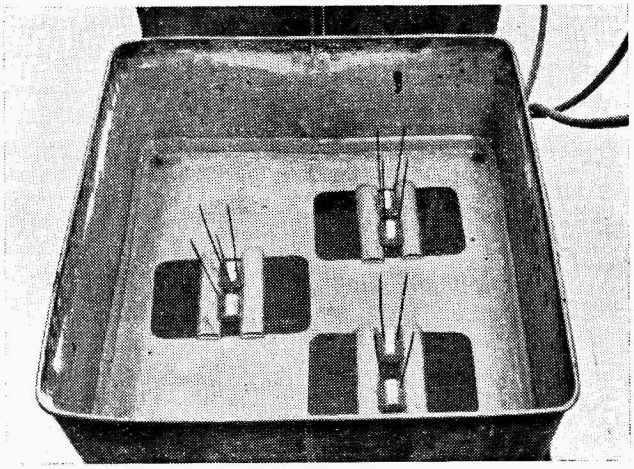


Fig. 5

Aparelho de Vicat com a agulha para determinação do princípio de presa

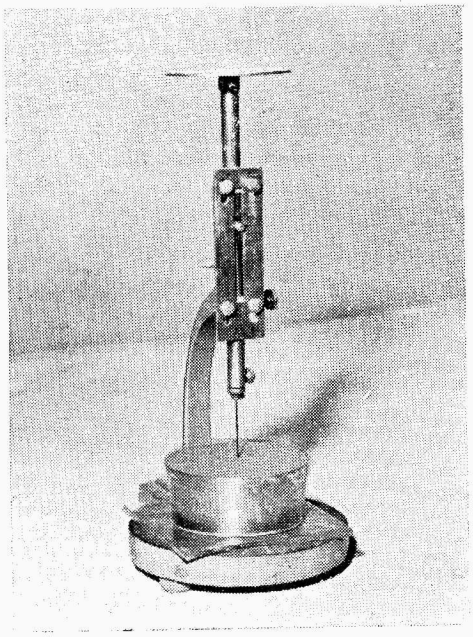


Fig. 6

Curva granulométrica da areia normal

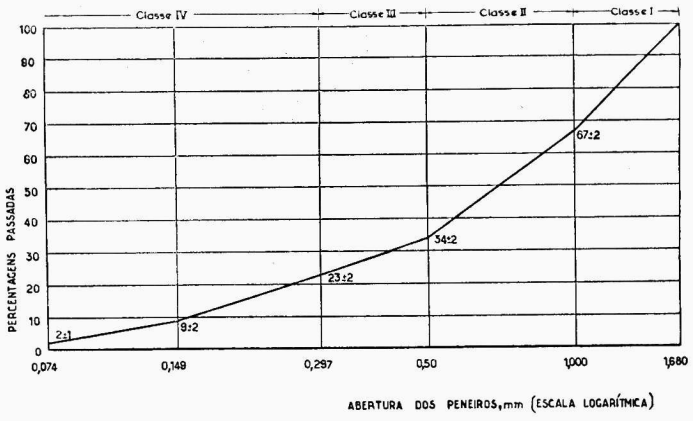
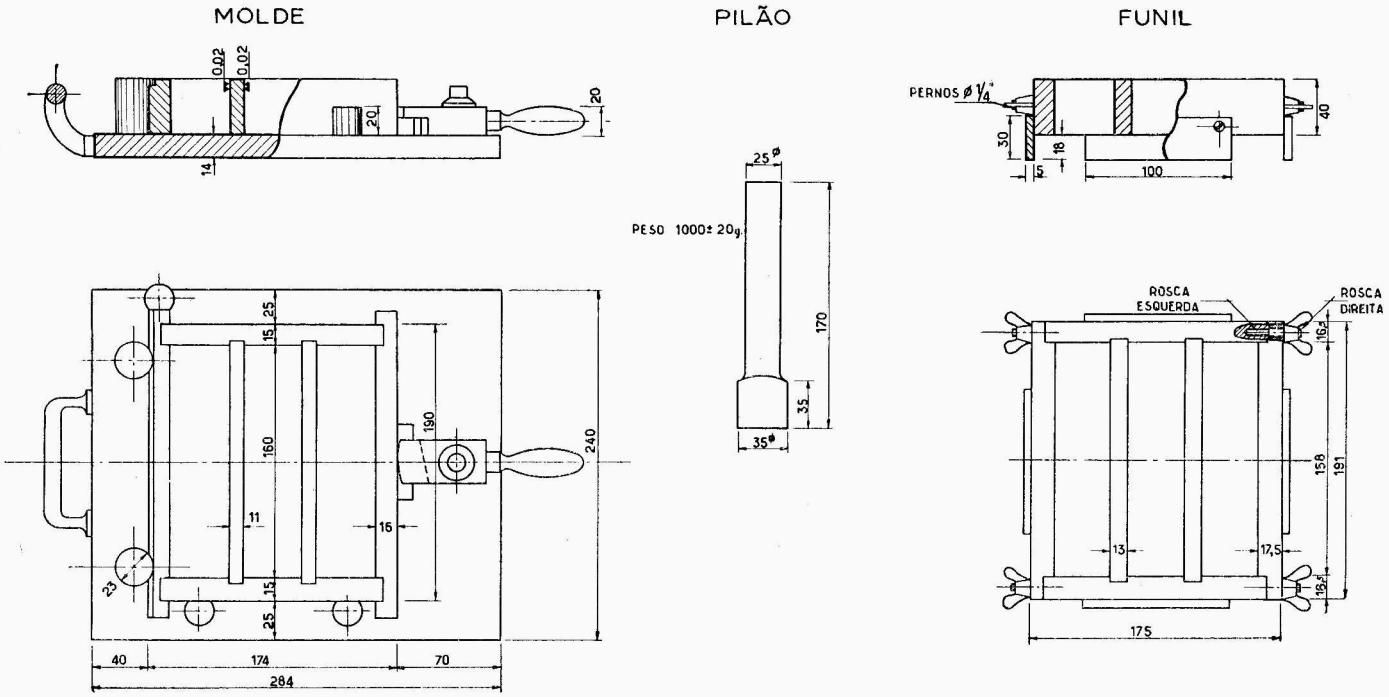
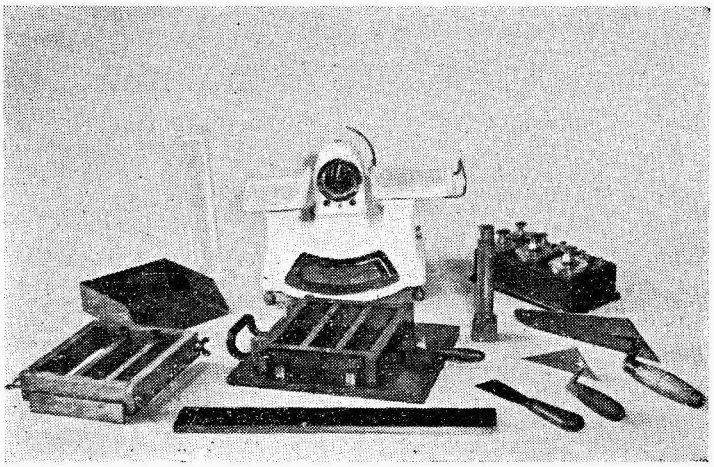


Fig. 7

Aparelhagem para o fabrico de prismas com 4 cm × 4 cm × 16 cm



Aparelhagem para fabricação de prismas com 4 cm × 4 cm × 16 cm



Moldagem de prismas

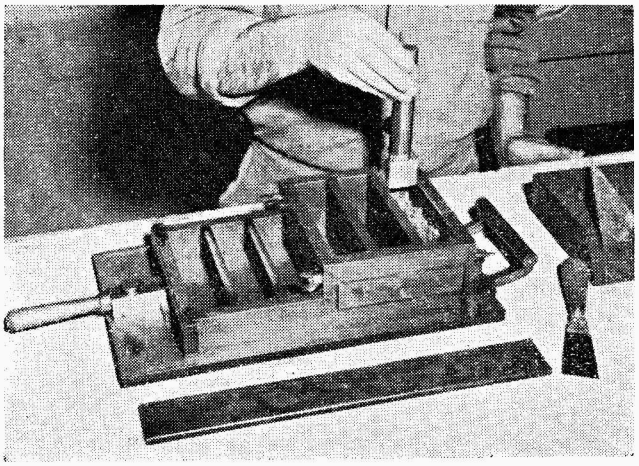
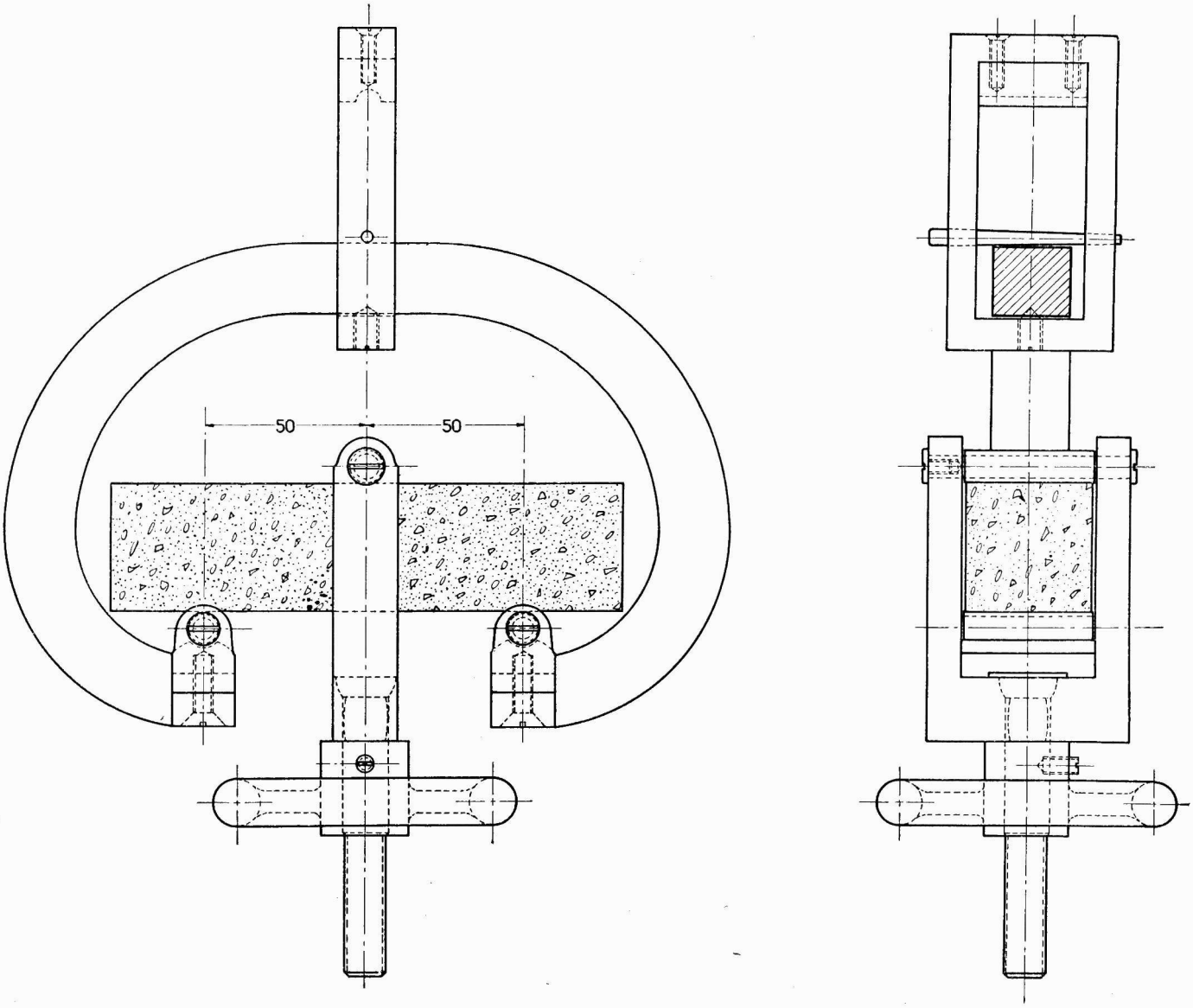
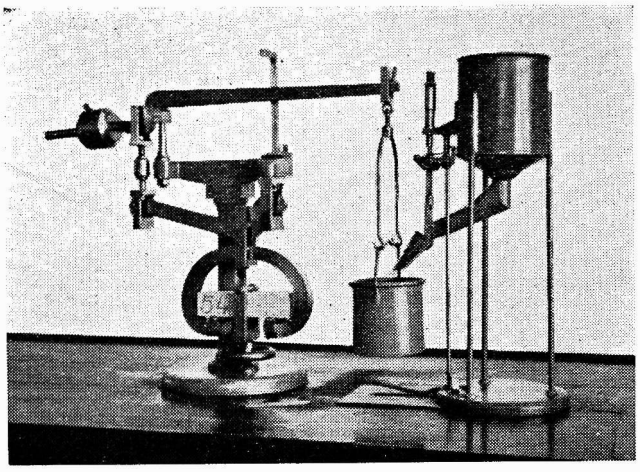


Fig. 8

Acessório para o ensaio de flexão



Ensaio de flexão de prismas



Acessório para ensaio de flexão de prismas com 4 cm × 4 cm × 16 cm

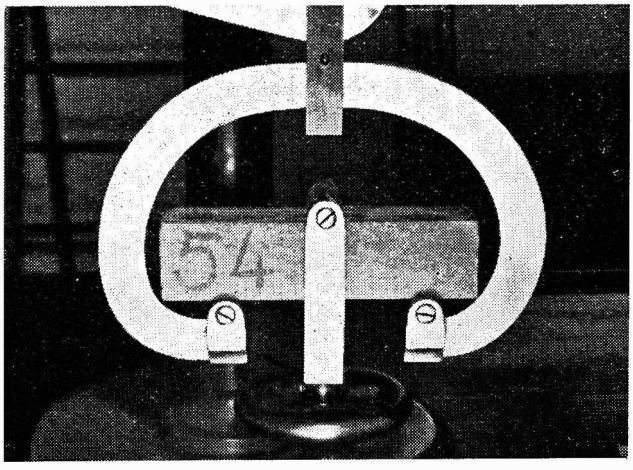
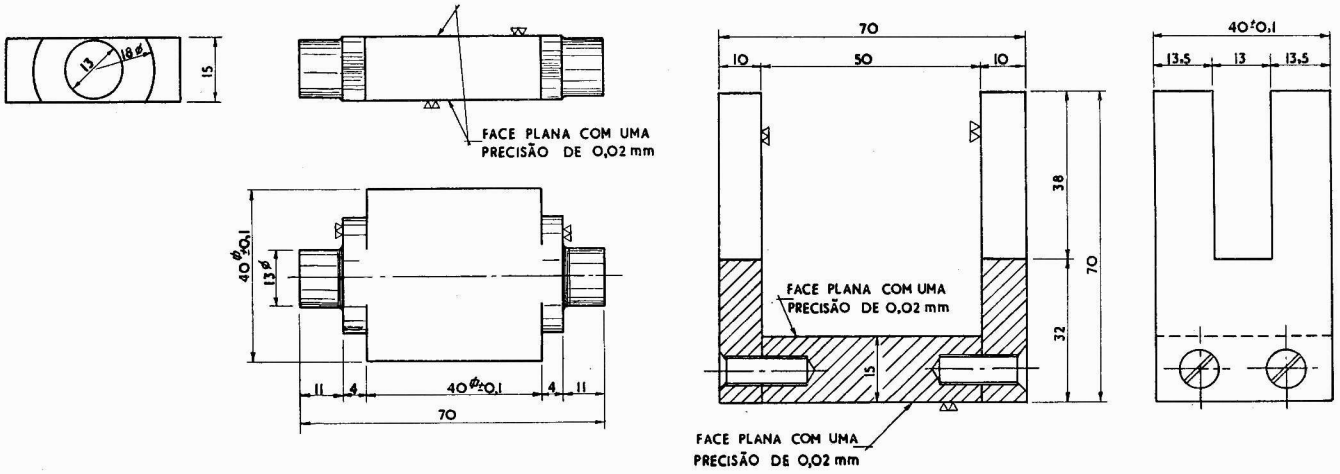


Fig. 9

Acessório para o ensaio de compressão



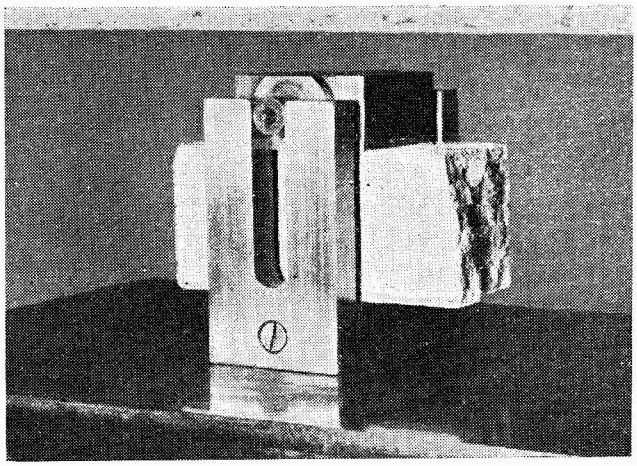


Fig. 10

Ministério das Obras Públicas, 22 de Novembro de 1956.— O Ministro das Obras Públicas, *Eduardo de Arantes e Oliveira.*