



TECHNISCHE VOORSCHRIFTEN
VOOR
KALKRIJKE PAPIERVLIEGAS
VOOR GRONDVERBETERING

Versie 2.0 van 2019-03-04

COPRO vzw Onpartijdige Instelling voor de Controle van Bouwproducten

Z.1 Researchpark
Kranenberg 190
1731 Zellik

tel. +32 (2) 468 00 95
fax +32 (2) 469 10 19
info@copro.eu

www.copro.eu
BTW BE 0424.377.275
KBC BE20 4264 0798 0156

INHOUDSTAFEL

VOORWOORD.....	3
1 INLEIDING	4
1.1 TERMINOLOGIE	4
1.2 BESCHIKBAARHEID VAN DEZE PTV	5
1.3 STATUS VAN DEZE PTV	5
1.4 HIËRARCHIE VAN REGELS EN REFERENTIEDOCUMENTEN.....	6
1.5 VRAGEN EN OPMERKINGEN	6
2 SITUERING VAN TECHNISCHE VOORSCHRIFTEN	7
2.1 OPMAAK PTV	7
2.2 DOELSTELLINGEN.....	7
2.3 SCOPE	7
2.4 REFERENTIEDOCUMENTEN.....	7
3 VOORSCHRIFTEN	9
3.1 PRODUCTIE-EENHEID EN MATERIEEL.....	9
3.2 GRONDSTOFFEN.....	9
3.3 PRODUCTIEPROCES.....	9
3.4 KALKRIJKE PAPIERVLIEGAS VOOR GRONDVERBETERING.....	10
3.5 CLASSIFICATIE	12
3.6 TYPEKEURING	12
4 MONSTERNEMING EN PROEFMETHODES	15
4.1 MONSTERNEMING.....	15
4.2 MONSTERVOORBEREIDING	15
4.3 PROEFMETHODES	15
5 IDENTIFICATIE VAN HET PRODUCT	16
5.1 BENAMING VAN HET PRODUCT	16
5.2 IDENTIFICATIE	16
5.3 LEVERINGSBON	16
5.4 TECHNISCHE FICHE.....	17
Bijlage A: Bepaling van het vrij kalkgehalte in papierassen.....	18

VOORWOORD

Dit document bevat de technische voorschriften voor kalkrijke papiervliegas voor grondverbetering. De eisen opgenomen in deze PTV beantwoorden aan noden vastgesteld door de verschillende belanghebbende partijen in functie van lokale gebruiken.

De overeenkomstigheid van kalkrijke papiervliegas voor grondverbetering kan ook gecertificeerd worden onder het vrijwillig COPRO-merk. In het kader van het COPRO-merk moet de leverancier de prestaties van kalkrijke papiervliegas voor grondverbetering verklaren voor alle kenmerken die relevant zijn voor de toepassing en de grenswaarden te waarborgen die door deze PTV 841 worden opgelegd.

COPRO-certificatie is gebaseerd op volwaardige productcertificatie volgens NBN EN ISO/IEC 17067.

1 INLEIDING

1.1 TERMINOLOGIE

1.1.1 Definities

Fabricaat	Geheel van eenheden van een product met dezelfde kenmerken en prestaties, die op een welbepaalde manier worden geproduceerd en beantwoorden aan dezelfde technische fiche.
Grondverbetering	Behandeling van grond met vrijwel ogenblikkelijk effect om de geotechnische eigenschappen van grond (draagvermogen, weerstand tegen indringing, verdichtbaarheid) te verbeteren, waarbij de grondsoort dezelfde blijft. Die bewerking garandeert geen water- of vorstbestendigheid.
Kalkrijke papiervliegas	Papiervliegas met een gehalte aan vrije kalk $\text{CaO} > 15\%$ m/m, een gehalte hydraat $\text{Ca(OH)}_2 > 30\%$ m/m en een totaal gehalte calciummineralen $> 65\%$. Het betreft papiervliegas met eventueel bijmengen van kalk.
Leverancier	De partij die er voor moet zorgen dat kalkrijke papiervliegas voor grondverbetering beantwoordt aan deze technische voorschriften. Deze definitie kan van toepassing zijn op de producent, op de verdeler, op de invoerder of op de distributeur.
Papiervliegas	Vliegas die bij de verbranding van papierslib ontstaat.
Producent	De partij die verantwoordelijk is voor de productie van kalkrijke papiervliegas voor grondverbetering.
Product	Het resultaat van een industriële activiteit of proces. Daarmee wordt, in het kader van die technische voorschriften, kalkrijke papiervliegas voor grondverbetering bedoeld. Het is de verzamelnaam voor alle fabricaten en producttypes waarop deze PTV van toepassing is.
Productie-eenheid	Aan een geografische plaats gebonden technische inrichting(en), gebruikt door een producent en waarin een of meerdere producten worden gemaakt.
Proef	Technische handeling die bestaat uit het bepalen van een of meerdere eigenschappen van een grondstof of product, volgens een gespecificeerde werkwijze.
Referentiedocument	Document dat de technische kenmerken, waaraan het materieel, de apparatuur, de grondstoffen, het productieproces en/of het product, moeten voldoen, specificeert (een norm, een bestek of elke andere technische specificatie).

Typekeuring	Een reeks controles om de kenmerken van een fabricaat of producttype en de conformiteit ervan initieel vast te stellen (initiële typekeuring) of eventueel periodiek te bevestigen (herhaalde typekeuring).
Vliegias	As die bij de verbranding meegaat met de rookgassen.

1.1.2 Afkortingen

PTV Technische Voorschriften

1.1.3 Referenties

Deze PTV bevat gedateerde en ongedateerde referenties. Voor gedateerde referenties is alleen de geciteerde versie van toepassing. Voor ongedateerde referenties is altijd de laatste versie van toepassing, inclusief eventuele errata, addenda en amendementen.

Van alle EN-normen die in dat reglement worden vermeld, is altijd de overeenkomstige Belgische publicatie NBN EN van toepassing. COPRO kan het gebruik van een andere dan de Belgische publicatie toestaan, op voorwaarde dat die inhoudelijk identiek is aan de Belgische publicatie.

1.2 BESCHIKBAARHEID VAN DEZE PTV

De actuele versie van deze PTV is gratis beschikbaar op de website van COPRO.

Een papieren versie van deze PTV kan worden besteld bij COPRO. COPRO heeft het recht daar kosten voor aan te rekenen.

Het is niet toegestaan om wijzigingen aan te brengen in de originele, door de adviesraad goedgekeurde en/of door de Raad van Bestuur van COPRO bekrachtigde PTV.

1.3 STATUS VAN DEZE PTV

1.3.1 Versie van deze PTV

Deze PTV betreft versie 2.0.

1.3.2 Goedkeuring van deze PTV

Deze PTV werd door een afvaardiging van alle belanghebbende partijen goedgekeurd op 2019-03-29.

1.3.3 Bekrachtiging van deze PTV

Deze PTV werd door de Raad van Bestuur van COPRO bekrachtigd op 2019-04-24.

1.4 HIËRARCHIE VAN REGELS EN REFERENTIEDOCUMENTEN

1.4.1 Wetgeving

Als bepaalde regels van deze PTV strijdig zijn met de toepasselijke wetgeving, dan zijn de regels die voortvloeien uit de wetgeving bepalend. Het is de verantwoordelijkheid van de leverancier om daarop toe te zien en eventuele tegenstrijdigheden vooraf te melden aan COPRO.

1.4.2 Richtlijnen betreffende veiligheid en gezondheid

Als bepaalde technische voorschriften strijdig zijn met de richtlijnen betreffende veiligheid en gezondheid, dan zijn die richtlijnen bepalend. Het is de verantwoordelijkheid van de leverancier om daarop toe te zien en eventuele tegenstrijdigheden vooraf te melden aan COPRO.

1.4.3 Bijzonder bestek

Als bepaalde regels uit het toepasselijke bijzonder bestek strijdig zijn met deze technische voorschriften, dan kan de leverancier dat aan COPRO melden.

1.5 VRAGEN EN OPMERKINGEN

Vragen of opmerkingen over deze technische voorschriften worden gericht aan COPRO.

2 SITUERING VAN TECHNISCHE VOORSCHRIFTEN

2.1 OPMAAK PTV

2.1.1 Opmaak van deze PTV

Gezien deze technische voorschriften voor Kalkrijke papiervliegas voor grondverbetering een beperkt aantal producenten betreft werden de technische voorschriften opgesteld in samenwerking met alle betrokken partijen. Het algemeen technische beheer van de certificatie wordt door COPRO gedragen.

2.2 DOELSTELLINGEN

2.2.1 Doel van deze PTV

2.2.1.1 Deze PTV heeft tot doel om eisen vast te leggen voor Kalkrijke papiervliegas die gebruikt worden voor grondverbetering.

2.3 SCOPE

2.3.1 Onderwerp van deze technische voorschriften

2.3.1.1 Het onderwerp van deze technische voorschriften omvat alle kalkrijke papiervliegassen die gebruikt kunnen worden voor grondverbetering.

De eisen opgenomen in deze PTV voor Kalkrijke papiervliegas voor grondverbetering beantwoorden aan noden vastgesteld door de verschillende belanghebbende partijen in functie van de lokale bouwtechnologieën en bouwgebruiken.

2.3.2 Rondzendbrieven

COPRO kan deze PTV aanvullen met een of meerdere rondzendbrieven, die integraal deel uitmaken van deze PTV.

2.4 REFERENTIEDOCUMENTEN

2.4.1 Productnormen

Er zijn geen toepasselijke productnorm(en).

2.4.2 Bestekken

De toepasselijke bestekken zijn:

- Standaardbestek 250 van het Vlaams Gewest.

2.4.3 Proefmethodes

NBN EN 459-2	Bouwkalk – Deel 2: Beproevingmethoden
NBN EN 933-10	Beproevingmethoden voor geometrische eigenschappen van granulaten - Deel 10: Beoordeling van fijn materiaal – Korrelverdeling van vulstoffen (luchtstraalzeving)
NBN EN 933-9	Beproevingmethoden voor de bepaling van mechanische en fysische eigenschappen van toeslagmaterialen – Deel 9: Beoordeling van fijn materiaal - Methyleenblauwproef
NBN EN 1097-5	Beproevingmethoden voor de bepaling van mechanische en fysische eigenschappen van toeslagmaterialen - Deel 5: Bepaling van het watergehalte door drogen in een geventileerde oven
NBN EN 1097-7	Beproevingmethoden voor de bepaling van mechanische en fysische eigenschappen van granulaten – Deel 7: Bepaling van de dichtheid van vulstof - Methode met pyknometer
NBN EN 15309	Karakterisering van afval en bodem - Bepaling van de elementaire samenstelling met röntgenfluorescentie (XRF)
NBN EN 196- 2	Beproevingmethoden voor cement – Chemische analyse van cement

3 VOORSCHRIFTEN

3.1 PRODUCTIE-EENHEID EN MATERIEEL

Er worden geen eisen gesteld aan de productie-eenheid van papiervliegass zelf.

Als het gecertificeerd product een mengsel betreft van papiervliegassen van diverse herkomst en/of kalk moet de menginstallatie voldoende nauwkeurig zijn om de conformiteit en constantheid van het gecertificeerd product doorlopend te garanderen.

3.2 GRONDSTOFFEN

3.2.1 Algemeen

- 3.2.1.1 Elke grondstof wordt verondersteld te beantwoorden aan elke toepasselijke wetgeving. Grondstoffen die schadelijk zijn voor milieu en gezondheid of die het hergebruiken in het gedrang brengen, zijn uitgesloten.
- 3.2.1.2 De grondstoffen voldoen aan de eisen van de toepasselijke referentiedocumenten.
- 3.2.1.3 De grondstoffen voldoen aan de eisen vermeld in artikel 3.2.2 tot 3.2.3.

3.2.2 Papiervliegas

De papiervliegas moet beantwoorden aan de eisen opgelegd in artikel 3.4, eventueel mits toevoeging van bouwkalk.

3.2.3 Bouwkalk

Classificatie overeenkomstig NBN EN 459-2 te vermelden op de technische fiche.

3.3 PRODUCTIEPROCEN

3.3.1 Productieproces en productieparameters

Als de kalkrijke papiervliegas verkregen wordt door het doseren en homogeniseren van papiervliegassen van diverse herkomst en eventueel van bouwkalk, moet het productieproces een homogeen eindproduct verzekeren.

3.4 KALKRIJKE PAPIERVLIEGAS VOOR GRONDVERBETERING

3.4.1 Algemeen

- 3.4.1.1 Kalkrijke papiervliegas voor grondverbetering voldoet aan de eisen vermeld in artikel 3.4.2 tot 3.4.12.
- 3.4.1.2 Voor kalkrijke papiervliegas voor grondverbetering zal de leverancier de prestaties voor de kenmerken vermeld in artikel 3.4.2 tot 3.4.12 altijd verklaren.

3.4.2 Doorval door de zeef van 0,063 mm en 0,125 mm

- De doorval door de zeef van 0,063 mm is groter dan of gelijk aan 50 %.
- De doorval door de zeef van 0,125 mm is groter dan of gelijk aan 70 %.
- De doorval door de zeef van 2 mm is gelijk aan 100 %.
- De doorval wordt bepaald volgens NBN EN 933-10.

3.4.3 Reactiviteit

- De reactiviteit is kleiner dan of gelijk aan 18 minuten.
- De reactiviteit wordt bepaald volgens NBN EN 459-2 § 6.6.6.2.

3.4.4 Vrije kalk

- Het gehalte vrije kalk is, afhankelijk van het type (zie Tabel 1) groter dan of gelijk aan 15 % of 30 %.
- Het gehalte vrije kalk wordt bepaald volgens Bijlage A van deze PTV 847.

3.4.5 Kalkhydraat

- Het gehalte kalkhydraat is, afhankelijk van het type (zie Tabel 1), groter dan of gelijk aan 30 % of 50 %.
- Het gehalte kalkhydraat wordt bepaald volgens NBN EN 459-2.

3.4.6 Ca-mineralen

Het gehalte Ca-mineralen is groter dan of gelijk aan 65 %.

Het gehalte Ca-mineralen wordt bepaald met XRF volgens NBN EN 15309.

3.4.7 $\Sigma(\text{SiO}_2, \text{Al}_2\text{O}_3, \text{Fe}_2\text{O}_3)$

Het gehalte $\Sigma(\text{SiO}_2, \text{Al}_2\text{O}_3, \text{Fe}_2\text{O}_3)$ is groter dan of gelijk aan 15 %.

Het gehalte $\Sigma(\text{SiO}_2, \text{Al}_2\text{O}_3, \text{Fe}_2\text{O}_3)$ wordt bepaald met XRF volgens NBN EN 15309.

3.4.8 Gehalte MgO

Het gehalte MgO is kleiner dan of gelijk aan 5,0 %.

Het gehalte MgO wordt bepaald met XRF volgens NBN EN 15309.

3.4.9 Gehalte SO₃

Het gehalte SO₃ is kleiner dan of gelijk aan 2,0 %.

Het gehalte SO₃ wordt bepaald met XRF volgens NBN EN 15309.

3.4.10 Gloeiverlies

Het gloeiverlies is kleiner dan of gelijk aan 10,0 %.

Het gloeiverlies wordt bepaald volgens NBN EN 196-2 met een gloeitijd van 1 uur.

3.4.11 Watergehalte

Het watergehalte is kleiner dan of gelijk aan 0,5 %.

Het watergehalte wordt bepaald volgens NBN EN 1097-5.

3.4.12 Dichtheid

De dichtheid is groter dan 2,50 Mg/kgm³.

De dichtheid wordt bepaald volgens NBN EN 1097-7.

3.5 CLASSIFICATIE

3.5.1 Classificatie

Kalkrijke Papiervliegassen kunnen worden ingedeeld in verschillende types, afhankelijk van de verschillende combinaties van prestaties zoals aangegeven in tabel 1.

Tabel 1: Classificatie van de kalkrijke papiervliegass

Categorie Eigenschap	Type 15 (1)	Type 30 (1)	Bandbreedte t.o.v. verklaarde waarde x (2)
Doorval door de zeef van 0,063 mm	≥ 50 %	≥ 50 %	± 10 %
Doorval door de zeef van 0,125 mm	≥ 70 %	≥ 70 %	± 10 %
Reactiviteit	≤ 18 min.	≤ 18 min.	Niet van toepassing
Vrije kalk	≥ 15 %	≥ 30 %	± 3 %
Kalkhydraat	≥ 30 %	≥ 50 %	± 5 %
Ca-mineralen	≥ 65 %	≥ 65 %	Niet van toepassing
Σ(SiO ₂ , Al ₂ O ₃ , Fe ₂ O ₃)	≥ 15 %	≥ 15 %	Niet van toepassing
MgO	≤ 5 %	≤ 5 %	Niet van toepassing
SO ₃	≤ 2 %	≤ 2 %	Niet van toepassing
Gloeiverlies	≤ 10,0 %	≤ 10,0 %	Niet van toepassing
Watergehalte	≤ 0,5 %	≤ 0,5 %	Niet van toepassing
Dichtheid	≥ 2,50 Mg/m ³	≥ 2,50 Mg/m ³	± 0,10 Mg/m ³
(1) Minimale of maximale grenzen waaraan altijd moet worden voldaan;			
(2) Verklaarde waarde X. Grenzen waaraan alle resultaten moeten voldoen. Op de technische fiche worden altijd de minimale en maximale waarde vermeld.			

3.6 TYPEKEURING

3.6.1 Algemeen

- 3.6.1.1 De typekeuring bestaat enerzijds uit een laboratoriumvalidatie van de kenmerken en anderzijds uit een voorstudie waarbij de prestatie van verbeterde grond voor verschillende grondsoorten wordt gevalideerd.
- 3.6.1.2 De typekeuring wordt uitgevoerd onder de verantwoordelijkheid van de producent onder toezicht van de keuringsinstelling.
- 3.6.1.3 De kalkrijke papiervliegass moet voldoen aan de geldende milieuwetgeving. De typekeuring is in overeenstemming met de criteria opgelegd door de milieuwetgeving en de gebruiksvoorwaarden.

3.6.2 Draagwijdte

De typekeuring toont de overeenkomstigheid van het fabricaat aan tabel 1 aan. Bovendien wordt de gebruiksgeschiktheid van de verbeterde grond aangetoond. Dat betreft het draagvermogen en eventueel de heruitgraafbaarheid van de verbeterde grond.

3.6.3 Eisen

3.6.3.1 Bij de typekeuring worden alle kenmerken van artikel 3.4 bepaald.

3.6.3.2 De voorstudie moet worden uitgevoerd met 3 verschillende gronden zoals hieronder gedefinieerd:

- Een klei- of leemhoudende grond met een methyleenblauwwaarde MB van ongeveer 15 g/kg;
- Een leemgrond met een methyleenblauwwaarde MB van ongeveer 30 g/kg;
- Een kleigrond met een methyleenblauwwaarde MB van ongeveer 50 g/kg.

De gebruikte gronden moeten worden voorgelegd aan de keuringsinstelling.

De resultaten van de voorstudies moeten voldoen aan de eisen opgelegd in tabel 2.

Tabel 2: Eisen voorstudie verbeterde grond

Kenmerk	Proefmethode	Eisen verbeterde grond	
Draagvermogen	NBN EN 13286-47 ⁽¹⁾	Minimum IPI-waarde	
		Grond MB van 15 g/kg	10 %
		Grond MB van 30 g/kg	7 %
		Grond MB van 50 g/kg	7 %
		CBR4d onderd./IPI ≥ 1	
Zwelproef	NBN EN 13286-49	< 3 %	
⁽¹⁾ Verdichting volgens normale proctor NBN EN 13286-2.			

3.6.4 Verslag van typekeuring

De gegevens en de resultaten van de typekeuring worden door de producent opgenomen in een verslag van typekeuring.

3.6.5 Geldigheid

De geldigheidsduur van een typekeuring is onbepikt.

3.6.6 Wijzigingen

Als een grondstof, de samenstelling, het productieproces of een andere relevante parameter wordt aangepast, moet de leverancier de invloed van die wijziging op de kenmerken van het fabricaat of het producttype nagaan.

Daarbij kan het nodig blijken een gedeelte of het geheel van de typekeuring opnieuw uit te voeren.

4 MONSTERNEMING EN PROEFMETHODES

4.1 MONSTERNEMING

4.1.1 Monsterneming

De monsterneming gebeurt volgens de principes van NBN EN 932-1 of NBN EN 196-7.

Als de monsterneming uit silo gebeurt, wordt op minstens één aftakpunt een voldoende hoeveelheid kalkrijke papiervliegias genomen.

Als de monsterneming uit een vrachtwagen gebeurt, wordt het monster genomen aan twee openingen die verschillend zijn van de vulopening. Het monster wordt over de volledige diepte genomen. Er wordt daarvoor gebruik gemaakt van een voldoende lange lepel of een dubbelewandige steekbuis met over de lengte gespreide openingen.

4.2 MONSTERVEROORBEREIDING

4.2.1 Monsterverooring

Het monster moet worden gehomogeniseerd en verdeeld volgens NBN EN 932-2.

4.3 PROEFMETHODES

De proefmethodes zijn vermeld onder artikel 3.4.1.

5 IDENTIFICATIE VAN HET PRODUCT

5.1 BENAMING VAN HET PRODUCT

5.1.1 Officiële benaming

Kalkrijke papiervliegas Type X.

Voor invulling "X" zie tabel 1.

5.1.2 Commerciële benaming

De commerciële benaming wordt vrij gekozen door de producent, voor zover ze niet tot verwarring leidt of in strijd is met de officiële benaming.

5.1.3 Gebruiksgebied

De omschrijving van het gebruik moet altijd beantwoorden aan de regels van de referentiedocumenten (zie artikel 2.4).

5.2 IDENTIFICATIE

5.2.1 Leveringsvormen

5.2.1.1 De kalkrijke papiervliegas wordt geleverd in bulk.

5.3 LEVERINGSBON

5.3.1 Gegevens leveringsbon

Elke levering van kalkrijke papiervliegas wordt vergezeld van de leveringsbon.

Op elke leveringsbon worden minstens de volgende gegevens vermeld:

- naam en adres van de producent;
- naam en adres van de productie-eenheid;
- naam en gegevens van de klant;
- de officiële en eventueel publieke benaming van het fabricaat;
- de code van de technische fiche van het fabricaat (snelcode) door middel van de volgende vermelding: "Technische fiche: snelcode AAAA/CCCC (zie extranet.coprom.eu)" of "TF: snelcode AAAA/CCCC";

- een gedetailleerde omschrijving van het gebruiksgebied en de gebruiksvoorwaarden van het product;
- datum van vertrek uit de productie-eenheid;
- hoeveelheid per fabricaat;
- de bestemming (plaats van toepassing – werf, gemeente, straat);
- de vervoerder;
- de nummerplaat van het vervoermiddel;
- de handtekening van de vervoerder en van de certificaathouder of zijn gemachtigde;
- de verplichte gegevens volgens de toepasselijke referentiedocumenten.

5.4 TECHNISCHE FICHE

5.4.1 Algemeen

- 5.4.1 Voor elk fabricaat maakt de producent een technische fiche op.
- 5.4.2 Alle gegevens die worden vermeld op de technische fiche zijn gebaseerd op de typekeuring.
- 5.4.3 Bij elke levering van kalkrijke papiervliegias moet de klant kunnen beschikken over de bijbehorende, geldige technische fiche.

5.4.2 Gegevens technische fiche

Op elke technische fiche worden minstens de volgende gegevens vermeld:

- het nummer/snelcode van de technische fiche;
- de naam en adres van de producent;
- de naam en adres van de productie-eenheid;
- de officiële en commerciële benaming van het fabricaat;
- de toepasselijke referentiedocumenten;
- het gebruiksgebied en de gebruiksvoorwaarden;
- alle eigenschappen van het fabricaat;
- de geldigheid van de technische fiche.

Bijlage A: Bepaling van het vrij kalkgehalte in papierassen

1 Algemeen

De bepaling is gebaseerd op § 6.6, Reactivity, van NBN EN 459-2:2010, Bouwkalk - Deel 2: Beproevingmethoden.

In kalkrijke papiervliegassen is zowel calciumhydroxide ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) als calciumoxide (CaO) aanwezig.

De bepaling van het vrije kalkgehalte, calciumoxide (CaO), is gebaseerd op de reactie van CaO met water, waarbij warmte vrij komt, 63,5 kJ/mol.

Calciumhydroxide en calciumcarbonaat geven bij oplossen of suspenderen in water geen of verwaarloosbare warmte af.

Bij de bepaling wordt gebruik gemaakt van een ijklijn vervaardigd met een standaard CaO , een CL90, waarvan het gehalte aan vrije CaO bepaald wordt volgens § 5.8, Available lime, van NBN EN 459-2 en die een reactiviteit van < 5 minuten moet hebben.

2 Apparatuur

Een opstelling, zoals in fig. 10 van NBN EN 459-2:2010, bestaande uit de volgende onderdelen:

1. Dewarvat, 1.000 ml, interne diameter ca. 77 mm, interne hoogte ca. 235 mm;
2. Roermotor, $(300 \pm 10) \text{ min}^{-1}$ onder belasting;
3. Statief;
4. Roerblad van geschikte kunststof, diameter ca. 60 mm en dikte ca. 4 mm (zie fig. 11 van NBN EN 459-2:2010, maar een andere vorm is toegestaan, mits dat leidt tot gelijke resultaten);
5. Isolerend deksel voor het Dewarvat met een segment, dat geopend kan worden om reagentia toe te voegen en een gat voor de thermometer (fig. 11 van NBN EN 459-2:2010);
6. Gekalibreerde thermometer, 0 - 100 °C, nauwkeurigheid 0,1 °C en een hoge responsnelheid (aanpassingstijd van 20 tot 60 °C minder dan 10 s). De penetratiediepte moet ca. 160 mm vanaf de bovenkant van een geschikt gat in het deksel (6) zijn, rekening houdend met de vorm van het roerblad (5);
De thermometer is bij voorkeur elektronisch met een automatische invoer in een PC;
7. Balans, nauwkeurigheid 0,01 g;
8. Timer, nauwkeurigheid 1 seconde;
9. Standaard CaO met bekend vrij kalkgehalte (bv. $c = 91,3 \%$);
10. Gedemineraliseerd (demi-)water;
11. Maatcilinder, 1.000 ml.

3 Werkwijze

Om de temperatuurstijging tegenover de exotherme reactie te beperken tot het meetgebied van de ijklijn-monsters wordt afhankelijk van het verwachte gehalte vrij CaO meer of minder van het te meten staal afgewogen (m). De reactiviteit van de te meten stalen moet ca. 10 minuten zijn.

1. Vul het Dewarvat (1) met $(600 \pm 1) \text{ ml}$ demiwater (10);
2. Breng het roerblad (4), deksel (5) en thermometer (6) aan in/op het Dewarvat (1) en zet de roerder (2) aan;
3. Meet de temperatuur T_0 van het demi-water (10) en noteer die op het analyseblad. T_0 moet $(18 \text{ tot } 23 \pm 0,5) \text{ °C}$ zijn;

4. Weeg 10 g van het ijklijn-staal (standaard CaO, 9), dat ook een temperatuur van $(18 \text{ tot } 23 \pm 0,5) \text{ }^\circ\text{C}$ moet hebben, af en doe dat in een zo kort mogelijke tijd op $t = 0 \text{ min}$ in het Dewarvat (1);
5. Meet op $t = 5 \text{ min.}$ de temperatuur $T_{10, 5 \text{ min}}$ van het water;
6. Meet op $t = 10 \text{ min.}$ de temperatuur $T_{10, 10 \text{ min}}$ van het water.

Herhaal voor de bepaling van de ijklijn de stappen 1 tot en met 6 met 20, 30 en 40 g van het ijklijn-staal (standaard CaO, 9) met als resultaat resp. $T_{20, 5 \text{ min}}$, $T_{20, 10 \text{ min}}$, $T_{30, 5 \text{ min}}$, $T_{30, 10 \text{ min}}$, $T_{40, 5 \text{ min}}$ en $T_{40, 10 \text{ min}}$.

Herhaal voor de bepaling van het vrije kalk gehalte van het onbekende staal de stappen 1 tot en met 6. Weeg voor een verwacht gehalte vrij CaO tussen 2 en 25 % 150 g (m) van het te meten staal af. Als het verwachte gehalte vrij CaO tussen 20 en 40 % ligt, weeg dan 100 g (m) van het te meten staal af. De resultaten van het onbekende staal zijn $T_{S, 5 \text{ min}}$ en $T_{S, 10 \text{ min}}$.

Opmerking: In dit voorschrift wordt de werkwijze voor een enkelvoudige bepaling beschreven. Om tijd te besparen is het ook mogelijk een seriematige bepaling met bijvoorbeeld identieke opstellingen als beschreven in § 2, items 1 tot en met 6, of anderszins geïsoleerde reactievaten uit te voeren, mits dat leidt tot gelijke resultaten.

4 Berekening

a) Ijklijn

Trek van de gemeten temperatuur van de ijklijn-stalen de temperatuur van het demi-water af:

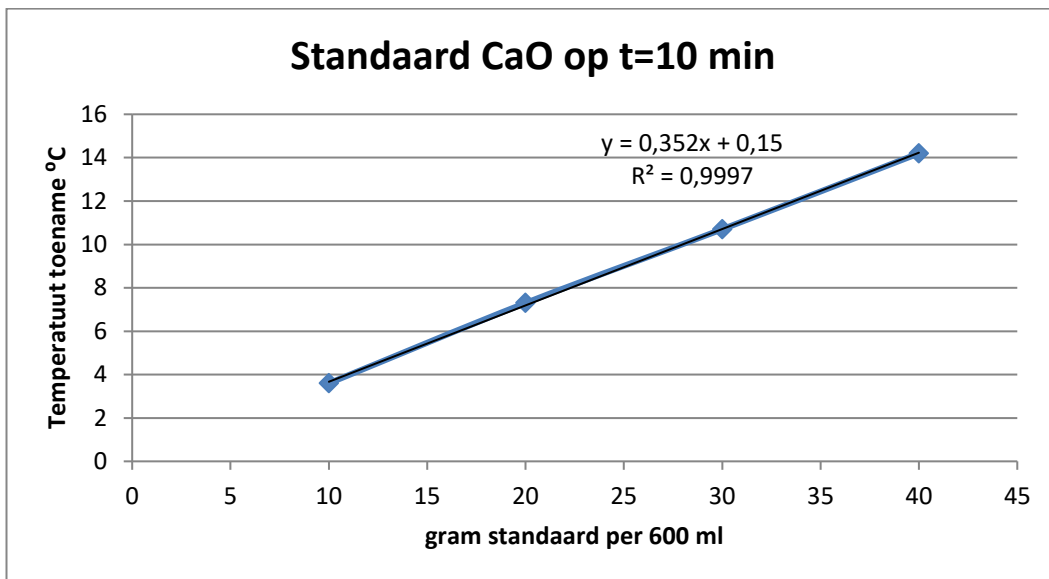
$$\Delta T_{i, 5 \text{ min}} = T_{i, 5 \text{ min}} - T_0 \quad (i = 10, 20, 30 \text{ en } 40)$$

$$\Delta T_{i, 10 \text{ min}} = T_{i, 10 \text{ min}} - T_0 \quad (i = 10, 20, 30 \text{ en } 40)$$

Zet de $\Delta T_{i, 10 \text{ min}}$ voor $i = 10, 20, 30$ en 40 van de ijklijn-stalen uit tegen de afgewogen gewichten (resp. 10, 20, 30 en 40 g) en bepaal de lineaire regressie. De correlatiecoëfficiënt moet minimaal $R^2 = 0,99$ zijn. Bepaal de helling en het snijpunt met de y-as en gebruik die voor de berekening van de te meten stalen.

Opmerking: De $\Delta T_{i, 5 \text{ min}}$ wordt in de verdere berekeningen niet gebruikt en dient om te controleren, of de meting correct verloopt.

Figuur 1: Voorbeeld van een ijklijn



b) Vrij CaO-gehalte van het te meten staal

Trek van de gemeten temperatuur van het te meten staal de temperatuur van het demi-water af:

$$\Delta T_{s, 5 \text{ min}} = T_{s, 5 \text{ min}} - T_0$$

$$\Delta T_{s, 10 \text{ min}} = T_{s, 10 \text{ min}} - T_0$$

Gebruik de regressieformule van de ijklijn ($y = a \cdot x + b$) om het vrij CaO-gehalte van het te meten staal te berekenen:

$$x_S = \frac{(y_S - b) \cdot c}{a \cdot m_S}$$

x_S = gehalte vrij CaO van het te meten staal;

y_S = $\Delta T_{s, 10 \text{ min}}$ van het te meten staal;

b = snijpunt van de ijklijn;

a = helling van de ijklijn;

m_S = het ingewogen gewicht van het te meten staal;

c = % vrij CaO in standaard.

5 Voorbeeld van een analyseblad

Analyseblad voor bepaling gehalte CaO algemeen

Datum:

Temperatuur demiwater= 20,6 °C

Bekerglas nummer	Omschrijving monster	gram ingewogen	°C t=5 min	°C t=10 min	Δ°C 10 min
1	gram CaO	2	22,3	22,6	2,0
2	gram CaO	4	23,8	24,3	3,7
3	gram CaO	8	26,9	27,9	7,3
4	gram CaO	12	30,6	32,0	11,4
5	cal 10 8-1 1112704	60	25,6	26,8	6,2
6	onbekende	60	27,8	29,8	9,2
7	cal 30 8-1 1110137	30	28,5	30,4	9,8
8	cal 30 9-1 1113784	30	26,9	30,4	9,8
9	cal 30 10-1 1113522	30	28,7	30,8	10,2
10	cal 30 10-1 1113924	30	28,5	30,7	10,1
y=ax+b					
	a=	0,9390			
	b=	-0,0034			
	R ² =	0,9985			

Monsters	% CaO
cal 10 8-1 1112704	9,9 %
onbekende	14,7 %
cal 30 8-1 1110137	31,4 %
cal 30 9-1 1113784	31,4 %
cal 30 10-1 1113522	32,7 %
cal 30 10-1 1113924	32,4 %