

CENTRAAL TECHNISCH INSTITUUT TNO

Ref. no.: 75-03785

Dossier : 02-4-40141

INTERN VERSLAG

ONDERZOEK NAAR DE BEPALING VAN MOBIEEL CaO

door

Mej. M.A. Kamphuis

Hr. H.L. Westenberg

Datum : 1 oktober 1975

Afschrift aan: Programma Commissie (9x)

Archief Grofkeramiek (8x)

Lab. (3x)

IBBC (2x)

TC (2x)

INHOUDSOPGAVE

	<u>blz.</u>
1. SAMENVATTING	3
2. INLEIDING	4
3. UITVOERING VAN DE PROEVEN	5
4. BESPREKING VAN DE RESULTATEN	6
5. VOORSTEL VERDER ONDERZOEK	7
6. LITERATUUROVERZICHT	8

TABELLEN 1 t/m 6

FIGUUR 1

BIJLAGEN 01 t/m 03

1. SAMENVATTING

In dit rapport wordt een overzicht gegeven van de methoden, die beproefd zijn om tot een bevredigend voorschrift voor het bepalen van het mobiel calciumoxide in een gebakken produkt te komen. Onder het mobiel calciumoxide verstaan we het calciumoxide in het produkt, dat in aanraking met water en koolzuur uit de lucht een witte calciumcarbonaatslag kan vormen.

2. INLEIDING

In de baksteenindustrie bestaat reeds lang de wens om de uitslaggevoeligheid van stenen in een vroeg stadium vast te stellen. Op deze wijze zouden de koper en fabrikant van stenen in staat zijn op dit punt de kwaliteit vast te leggen.

Onder uitslag verstaan wij hier alleen het witte calciumcarbonaat, hetwelk gevormd is door inwerking van water en koolzuur op het mobiel calciumoxide in de steen. Mobiel-calciumoxide is een modificatie van een calciumverbinding, welke naar de oppervlakte van de steen getransporteerd kan worden door of samen met koolzuur en water. Vormen van luchtverontreiniging en al of niet verontreinigd regenwater zullen met mobiel calciumoxide reageren en de uitslag vergroten.

Het gehalte aan mobiel calciumoxide kan dus een potentiële maat voor de uitslaggevoeligheid zijn. Op grond van deze overweging werd gezocht naar een methode om het mobiel calciumoxide te bepalen en daarnaast naar een indicatieve uitslagproef om de terugkoppeling met de praktijk te behouden.

In de analytische chemie kan men in het algemeen niet op een eenvoudige en reproduceerbare manier de hoeveelheid van een verbinding bepalen maar wel van een element.

In een gebakken produkt is het totaal Ca-gehalte echter groter dan het als mobiel CaO aanwezige Ca-gehalte. Er moet daarom een methode gevonden worden welke gebruik maakt van het verschil in oplosbaarheid van mobiel CaO en het gebonden Ca.

In het kader van de samenwerking in de werkgroep "uitslagpreventie metselbaksteen" en de kennisoverdracht over kleianalyses tussen de laboratoria van het Instituut TNO voor Bouwmaterialen en Bouwconstructies (IBBC) te Rijswijk (Z.H.), de Stichting Technisch Centrum voor de Grofkeramische Industrie (T.C.) te Arnhem en het Centraal Technisch Instituut TNO (CTI) te Apeldoorn werd besloten gezamenlijk een geschikte methode te evalueren en te testen.

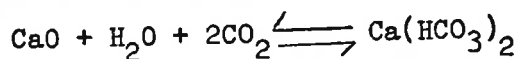
3. UITVOERING VAN DE PROEVEN

In bijlage 01 is het voorschrift van de gevolgde werkwijze gegeven. Het monster wordt met water en koolzuur gedurende een bepaalde tijd geschud en hierna gecentrifugeerd. In de heldere oplossing wordt door middel van atomaire absorptie spectrometrie (AAS) een calciumbepaling uitgevoerd. Drie monsters nl. no. I geel slap 0,1% bakkrimp, no. II geel hard 2,5% bakkrimp en No. III rood, kwaliteit boerengrauw werden rondgestuurd en geanalyseerd. De resultaten zijn weergegeven in tabel 1.

Uit de vakliteratuur over analyses aan portland-cement zijn een aantal voorschriften bekend om CaO selectief op te lossen in een alcohol-glycerine- of alcohol-glycol-mengsel.

De resultaten zijn weergegeven in tabel 2.

Een andere uitvoering berust op de reactievergelijking



en is een gemodificeerd voorschrift van het CTI uit het CTI-rapport 73-02002 (zie lit. no.4). Het voorschrift staat vermeld in bijlage 02. De resultaten zijn weergegeven in tabel 3.

Om de affiniteit van mobiel CaO ten opzichte van andere verbindingen in het gebakken produkt vast te stellen, werden de monsters bij 850°C gegloeid. De resultaten zijn weergegeven in tabel 4.

Om een goede vergelijking tussen de voorschriften van bijlage 01 en 02 te verkrijgen werden twee verschillende partijen stenen genomen. De monstervoorbereiding werd door het T.C. te Arnhem verzorgd. Bij de gebakken stenen werden de randen eraf gehaald en elke steen in drieën verdeeld nl. A, B en C.

A vers uit de oven

B 4 weken in CO₂ atmosfeer

C 4 weken in de buitenlucht

Het T.C. heeft de bepalingen verricht volgens bijlage 01 en het CTI volgens bijlage 02. De resultaten zijn weergegeven in tabel 5.

Om een betere nauwkeurigheid te verkrijgen werd het voorschrift van bijlage 02 verder geoptimaliseerd (zie bijlage 03). De resultaten zijn weergegeven in tabel 6 en grafiek 1.

4. BESPREKING VAN DE RESULTATEN

Uit tabel 1 blijkt dat de analyseresultaten verkregen aan eenzelfde oplossing door de drie verschillende laboratoria redelijk reproduceerbaar zijn. De manier van schudden en de manier van CO₂ doorleiden met al of niet opwervelen van het monster lijkt erg belangrijk te zijn. Van een stabilisering na 128 uur doorleiden kan nog niet gesproken worden. Zowel uitvoeringstechnisch als qua tijdsduur is deze methode verre van ideaal.

Uit tabel 2 blijkt dat een aantal voorschriften met zuiver CaO bevredigende resultaten opleveren, maar met gebakken monsters valt er geen systematiek in te ontdekken.

Uit tabel 3 halen we, dat de tijd gedurende welke het monster in contact is met het met koolzuur-verzadigd water, erg belangrijk is. Zo zien we dat: "een nacht bezinken in koolzuurhoudend water" de hoogste resultaten geeft, vervolgens "2 uur CO₂ doorleiden" en dat "na 1 uur CO₂ doorleiden" de laagste resultaten worden verkregen.

Het verwachte sinteringeffect (het binden van mobielcalcium aan silicaten) bij het gloeien bij 850°C blijft achterwege zoals blijkt uit tabel 4.

Uit tabel 5 halen we dat de resultaten van de twee verschillende voorschriften helemaal niet met elkaar te vergelijken zijn, doch dat de tijdsfactor ook hierin weer terug te vinden is.

De verbeteringen die in het voorschrift van het CTI zijn aangebracht hebben, zoals we zien in tabel 6, het gewenste effect: De spreiding in de resultaten is van 20% tot 8% relatief teruggelopen. Uit de bijbehorende grafiek kunnen we veronderstellen dat bij 2 uur CO₂ doorleiden het mobiele CaO is opgelost en dat bij langere tijd CO₂ doorleiden andere Ca-zouten (b.v. silicaten) in oplossing gaan. Dit laatste kan als een vorm van verwerking beschouwd worden.

5. VOORSTEL VERDER ONDERZOEK

Om tot een verdere vergelijking van twee verbeterde methodes (de methode van bijlage 01 is door het T.C. Arnhem uitgewerkt) te komen, werd het volgende voorstel gedaan:

Er werden door het C.T.I. - TNO drie kwaliteiten stenen gebakken, die vervaardigd zijn uit een rivierklei. Van elke partij wordt een gedeelte genomen voor de uitslagproef uitgevoerd door het CTI, een gedeelte voor de uitslagproef uitgevoerd door het T.C. te Arnhem, een gedeelte voor microscopisch onderzoek en een gedeelte voor het bepalen van het mobiele CaO:

- a. door het T.C. Arnhem volgens het verbeterde voorschrift van bijlage 01 en met verschillende doorstroomtijden nl. 1, 2, 4, 16, 64 en 168 uur.
- b. door het CTI volgens het voorschrift van bijlage 03 en met verschillende doorstroomtijden gelijk aan punt a.

Tevens bepaalt het T.C. Arnhem het lipinski-getal, SO_4^{2-} , F^- en AL.

6. LITERATUUROVERZICHT

1] Lerch and Bogue Ind. Eng.Chem.Analyt Ed. 2(1930) Nr 3 blz. 296

2] Rathke, Zement 20(1931) blz. 651

3] Franke Zeitschr. f anorg. allgem. Chem.247(1941) blz. 180

4] CTI-rapport 73-020020

5] Diepschlag en Matting, Zement(1928) blz. 1306, 1337, 1373

6] Dennis Rock Products Dez. 1938 blz. 43

7] Rordam, Zement 27(1938) blz. 292

8] Tonindustriezeitung 1909 blz. 185

9] Tonindustriezeitung 1931 blz. 459

Tabel 1.

onderzoek van <u>vloeistofmonster</u> door TGI uit monster I verkregen door doorleiden van CO ₂ + schudden		
conc.: 0,5 g / 500 ml tijdsduur: 4 ... h		
mg CaO per 1000 ml. oorspr. vloeistof		
door TGI	door IBBC TNO	door C.T.I. TNO
2,00	1,96	2,18
<i>in dublo</i>		

zeefanalyses van monsters I, II en III door C.T.I. TNO in gew. % van droog monster			
fractie	I	II	III
< 250 μm	99,8	99,8	99,9
< 125 μm	84,9	76,7	75,3
< 63 μm	64,1	51,3	40,7
<i>in enkelvoud.</i>			

Monster I, mobiel CaO in gew. % van oorspronkelijk droog monster.

Methode	doorleiden van CO ₂ + schudden						doorl. v. CO ₂ zonder schudden		alko- hol metho- de	opmerkin- gen.
	0,5 g / 500 ml.			0,5 g / 800 ml.	0,5 g / 1000 ml.	0,5 g / 500 ml.				
Concentr.	TGI	IBBC TNO	C.T.I. TNO	TGI	TGI	IBBC TNO	C.T.I. TNO	C.T.I. TNO		
1	2,20 2,35	1,98 2,32	3,32 3,14	2,02	2,31	2,13	2,16			
4	3,08 2,98	2,98 2,94	3,81 3,54	3,20	3,40	3,61	2,85			
16	3,95 3,89	4,48 4,42	4,04 4,3	3,92	4,34	4,30	3,32			
64	5,02 4,93	4,85 4,85	5,4 6,8	4,90	5,22	4,72	3,23			
128	5,67 5,57	5,64 5,89		5,87	5,98	5,77				
	<i>in dublo</i>			<i>in enkelvoud</i>		<i>in enkelvoud</i>		<i>in dublo</i>		

Monsters II en III, mobiel CaO in gew. % van oorspronkelijk droog monster

Methode	doorleiden van CO ₂ + schudden							
concentr.	0,5 g per 500 ml.							
Monster	II			opmerkingen	III			Opmerkingen
door: uren	TGI	IBBC TNO	C.T.I. TNO		TGI	IBBC TNO	C.T.I. TNO	
1	0,26 0,21	0,25 0,21	0,36 0,30		0,14 0,12	0,03 0,07	0,19 0,07	
4	0,30 0,31	0,31 0,28	0,51 0,35		0,13 0,16	0,05 0,05	0,03 0,03	
16	0,44 0,46	0,49 0,45	0,63 0,47		0,14 0,11	0,09 0,14	0,12 0,10	
64	0,71 0,77	0,84 0,84	0,69 0,90		0,16 0,18	0,15 0,14	0,09 0,10	
128	1,28 1,45	1,53 1,50			0,20 0,22	0,21 0,21		ongeschud
	<i>in dublo</i>				<i>in dublo</i>			

analyse resultaten
van:
TGI
IBBC
C.T.I.

voor:
TGI
IBBC
C.T.I.

Vergelijkend onderzoek naar
mobile kalk in metsel baksteen.
dd. maart 1975

Werkgroep Uitslagpreventie.
Metsel baksteen van
TGI, IBBC TNO, C.T.I TNO
doss.: bijl. 02

Tabel 2.

Methode (voor verklaring letters zie onderaan blz.)	teruggevonden zuiver CaO in gew%	teruggevonden in monster* in gew%
a	70	niet te bepalen
b	75	niet te bepalen
c	85	3,1 - 1,1
d	96	niet te bepalen

* monster (met tot CaO 11,0% in het ongebakken monster)

a. In glycol-ethanol-mengsel 2 uur koken en dan titreren met ammonium-acetaat. Dan weer een half uur koken; daarna weer titreren.

Opm.: slepende kleuromslag. Resultaat: onvoldoende oplosbaarheid (zie lit. ref. no. 1).

b. Idem als a maar nu met $\text{Ca}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ als katalysator in het mengsel meekoken.

Resultaat: onvoldoende oplosbaarheid.

c. Idem als a maar nu met $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ als katalysator in het mengsel meekoken.

Resultaat: onvoldoende oplosbaarheid (zie lit. ref. no. 2).

d. In ethylacetaat-isobutylalkohol 1 uur koken en dan affiltreren. Het filter met methanol naspoelen.

Daarna titreren met zoutzuur ten opzichte van broomfenolblauw.

Opm.: geen titratie mogelijk doordat de kleur van de oplossing voor het titreren al omgeslagen was (zie lit. ref. no. 3).

Tabel 3.

monster nr	werkwijze	Resultaat in gew% CaO
I	1 uur CO ₂ doorleiden; nacht laten bezinken	3,6 - 3,2
I	1 uur CO ₂ doorleiden; afcentrifugeren	2,5 - 2,7
I	2 uur CO ₂ doorleiden; afcentrifugeren	3,5 - 2,9
gemiddeld		3,1
II	1 uur CO ₂ doorleiden; afcentrifugeren	0,40 - 0,44
II	2 uur CO ₂ doorleiden; afcentrifugeren	0,44 - 0,27
gemiddeld		0,39

Tabel 4.

Monster I 3,2 3,5 2,7 2,9 3,8 % CaO; gemiddeld 3,2 \pm 0,6% CaO

Monster II 0,27 0,30 0,30 0,36 % CaO ; gemiddeld 0,31 \pm 0,05% CaO

Tabel 5.

Steenmonster 1

Resultaten in gew%

T.C. 16 uur CO ₂ [*] doorleiden				T.C. 4 uur CO ₂ [*] doorleiden				CTI 1,25 uur CO ₂ ^{**} doorleiden			
105°C		850°C		105°C		850°C		105°C		850°C	
A	3,4	A	2,1	A	2,7	A	1,6	A	1,0	A	1,3
B	3,9	B	2,6	B	2,4	B	2,5	B	1,0	B	1,2
C	4,2	C	3,9	C	2,6	C	3,1	C	1,9	C	1,2

Steenmonster 2

Resultaten in gew%

T.C. 16 uur CO ₂ [*] doorleiden				T.C. 4 uur CO ₂ [*] doorleiden				CTI 1,25 uur CO ₂ ^{**} doorleiden			
105°C		850°C		105°C		850°C		105°C		850°C	
A	4,4	A	2,0	A	3,0	A	2,0	A	1,5	A	2,0
B	5,2	B	2,3	B	3,2	B	1,7	B	1,8	B	2,2
C	5,4	C	3,3	C	4,1	C	1,6	C	3,0	C	2,3

* 500 mg steen in 500 ml water

** 100 mg steen in 30 ml water
of 500 mg steen in 150 ml water

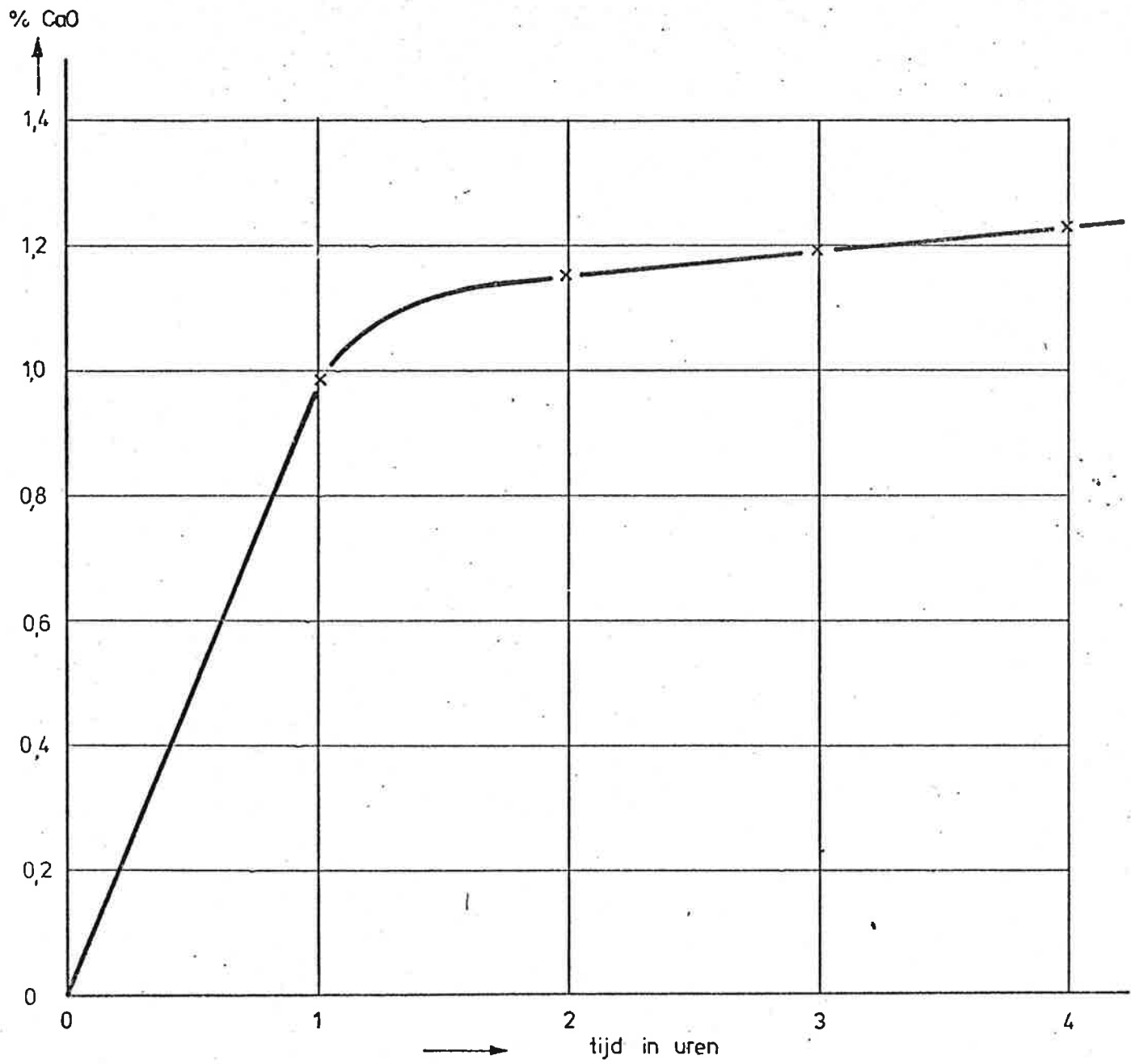
Tabel 6.

Steenmonster 2A

Resultaten in gew%

1 uur CO ₂ doorleiden	2 uur	3 uur	4 uur
1,01	1,14	1,18	1,24
0,94	1,16	1,19	1,22
1,06			
0,94			
0,99			
0,91			
1,07 ^{3E}			
Gem. 0,99 \pm 0,08 punt A	gem. 1,15 punt B	gem. 1,18 punt C	gem. 1,23 punt D

^{3E} monster + standaard



Grafiek behorende bij tabel 6

CTI - TNO
02_4_40141
Fig 1

BIJLAGE 01

BEPALING VAN MOBIEL CALCIUMOXIDE IN GEBAKKEN PRODUKT MET BEHULP VAN A.A.S.

1. TOEPASBAARHEID

De methode wordt toegepast om een indicatie te verstrekken over het zogenaamde mobiele calciumoxide in een gebakken produkt, welke bij de inwerking van water en koolzuur uit de lucht de carbonaatsuitslag kan veroorzaken.

2. BEGINSEL

Het monster wordt met water en koolzuur geschud en hierna gecentrifugeerd. In de heldere oplossing wordt door middel van atoom-absorptie-spectrometrie een calciumbepaling gedaan.

3. REAGENTIA EN HULPSTOFFEN

- 3.1. Demi - water
- 3.2. Calcium standaard oplossing 1000 gew. ppm.
- 3.3. Lantaanchloride p.a.

4. APPARATUUR

- 4.1. Koolzuur-gascilinder met reduceerventiel technisch zuiver 99,5 vol % CO₂
- 4.2. Schudapparaat
- 4.3. Polytheen Erlenmeijer van 1000 ml of polytheen fles van 1000 ml.
- 4.4. Centrifuge + centrifugebuizen
- 4.5. A.A.S. met lucht/acetyleen vlam; flow 26/15

5. ANALYSE MONSTERS

Onderzocht worden de monster I, II en III, die door het T.G.I. te Arnhem zijn voorbereid tot < 250 µm en worden rondgestuurd.

Monster I betreft een gele steen met een bakkrimp van 0,1%,
monster II betreft een gele steen met een bakkrimp van 2,5% en
monster III betreft rode steen, kwaliteit boerengrauw.

Het T.G.I. stuurt ook een door hun uit monster I bereid vloeistofmonster Vl. rond.

6. WERKWIJZE

Weeg 0,500 g monster nauwkeurig af. Breng dit over in een polytheen Erlenmeijer van 1000 ml. Voeg toe 500 ml. demi-water en leidt gedurende 1, 4, 16, 64 en 128 uur koolzuur door onder schudden (opm. 8,2). De temp. moet $20^{\circ} \pm 5^{\circ}\text{C}$ bedragen.

Centrifugeer hierna een gedeelte van de oplossing tot helder. Binnen 30 min. na beëindiging van het centrifugeren wordt 5 ml 1n zoutzuur gepipetteerd in een maatkolf van 50 ml en aangevuld met het centrifugaat. Verdun het analysemonster, al of niet afhankelijk van de te verwachten concentratie. Het analysemonster behoort na het verdunnen 2-4 ppm calcium en 1% lanthaan te bevatten.

Stel de gegevens in via een standaardoplossing van calcium (opm. 8.3). Verstuif nu het monster en bepaal de extinctie. Geef op als calciumoxide in gew% van het oorspronkelijke droge monster.

7. STORENDE ELEMENTEN

Silicium, aluminium, sulfaat, fosfaat en titaan storen. Toevoegen van 1% lanthaan onderdrukt deze storingen.

8. OPMERKINGEN

8.1. De analyses aan de monster I, II en III en Vl worden door het TGI het IBBC en het CTI in duplo uitgevoerd.

Er wordt bij elke proef een blanco-bepaling meegenomen.

8.2. Het pH verloop van koolzuurhoudend water bij verschillende temperaturen is als volgt:

Temp. water	pH
10°C	4.12
15°C	4.04
20°C	4.01
25°C	3,97

8.3. De standaardoplossing wordt door het CTI verstrekt:

- TGI 2 en 4 ppm oplossingen, waarvan ieder 0,2% cesium bevat.
- IBBC en CTI 2 en 4 ppm oplossingen, waarvan ieder 1% lanthaan bevat.

8.4. Door het TGI te Arnhem worden bovendien aan monster I bepalingen in enkelvoud uitgevoerd met 800 ml en 1000 ml demi-water i.p.v. 500 ml.

8.5. Door het IBBC en het CTI worden bovendien aan monster I bepalingen in enkelvoud uitgevoerd door koolzuur zonder gelijktijdig schudden door te leiden.

8.6. Het CTI voert bovendien aan monster I een CaO bepaling in duplo uit volgens de "alcohol-methode".

8.7. Aan de monsters I, II en III wordt door het CTI een droge zeefanalyse verricht (in enkelvoud).

BEPALING VAN MOBIEL CALCIUMOXIDE IN GEBAKKEN PRODUKT MET BEHULP VAN A.A.S.

1. TOEPASBAARHEID

De methode wordt toegepast om een indicatie te verstrekken over het zogenaamde mobiele calciumoxide in een gebakken produkt, welke bij inwerking van water en koolzuur uit de lucht de carbonaatslag kan veroorzaken.

2. BEGINSEL

Het monster wordt in water door de koolzuurstroom omgezet en in beweging gehouden, en hierna gecentrifugeerd. In de heldere oplossing wordt door middel van atomaire-absorptie-spectrometrie een calciumbepaling gedaan. Maximaal kan 100 mg. monster in 30 ml. water genomen worden, daar de oplosbaarheid van calciumbicarbonaat in 30 ml. water maar 27 mg. is.

3. REAGENTIA EN HULPSTOFFEN

3.1 Demi-water

3.2 Calcium standaard oplossing 1000 gew. ppm.

3.3 Zoutzuur 1n.

3.4 Lanthaanchloride p.a.

4. APPARATUUR

4.1 Koolzuur-gascilinder met reduceerventiel; technisch zuiver 99,5 vol % CO₂

4.2 Reageerbuisen van 50 ml.

4.3 Centrifuge + centrifugebuisen

4.4 A.A.S. met lucht/acetyleen vlam; flow 26/15

5. ANALYSE MONSTERS

Onderzocht werden monsters I en II die door het T.C. te Arnhem zijn vóorbewerkt tot < 250 μ m en rondgestuurd zijn.

Monster I betreft een gele steen met een bakkrimp van 0,1%,

monster II betreft een gele steen met een bakkrimp van 2,5%

6. WERKWIJZE PROEFSERIE A.

Weeg 0,100 g monster nauwkeurig af. Breng dit over in een reageerbuis van 50 ml. Voeg 30 ml. demi-water toe en leidt gedurende $1\frac{1}{2}$ uur koolzuur door. Regel de gasstroom zodanig dat al het monster goed wervelt door de oplossing. Centrifugeer de oplossing tot helder. Onmiddellijk na het centrifugeren wordt aan 0,2 ml. van monster I 7,8 ml. water, 1 ml. zoutzuur 1n. en 1 ml. lanthaanoplossing 100 g La/l toegevoegd en aan 1,0 ml. van monster II wordt 7,0 ml. water, 1 ml. zoutzuur 1n. en 1 ml. lanthaanoplossing 100 gLa/l toegevoegd. Na goed homogeniseren wordt in de oplossingen het calciumgehalte met behulp van A.A.S. vastgesteld. Gemeten wordt tegen een standaardoplossing van calcium, die 1, 2 en 4 ppm Ca bevatten. Geef op als calciumoxide in gew% van het oorspronkelijke droge monster.

BIJLAGE 03

BEPALING VAN MOBIEL CALCIUMOXIDE IN GEBAKKEN PRODUKT MET BEHULP VAN A.A.S.

1. TOEPASBAARHEID

De methode wordt toegepast om een indicatie te verstrekken over het zogenaamde mobiele calciumoxide in een gebakken produkt, welke bij inwerking van water en koolzuur uit de lucht de carbonaatslag kan veroorzaken.

2. BEGINSEL

Het monster wordt in water door de koolzuurstroom omgezet en in beweging gehouden. Hierna wordt het afgecentrifugeerd. In de heldere oplossing wordt door middel van Atomaire-Absorptie-Spectrometrie een calciumbepaling gedaan. Maximaal kan 100 mg monster in 30 ml water geanalyseerd worden daar de oplosbaarheid van calciumbicarbonaat in 30 ml water maar 27 mg is.

3. REAGENTIA EN HULPSTOFFEN

3.1 Demi-water

3.2 Calciumstandaard oplossing 1000 gew. ppm

3.3 Zoutzuur 1n.

3.4 Lanthaanchloride p.a.

4. APPARATUUR

4.1 Koolzuur-gascilinder met reduceerventiel; technisch zuiver 99,5 vol% CO₂

4.2 Reageerbuizen of maatcilinders van 50 ml

4.3 Centrifuge + centrifugebuizen

4.4 A.A.S. met lucht/acetyleen vlam; flow 26/15

5. WERKWIJZE

Weeg 0,100 g monster nauwkeurig af. Breng dit over in een reageerbuis of maatcilinder van 50 ml. Voeg op een bovenweger 30 g (= 30 ml) demi-water toe en leidt gedurende 2 uur koolzuur door. Regel de gasstroom zodanig dat het monster goed door de oplossing wervelt. Vul na het doorleiden van het CO₂ de oplossing aan, totdat het uitgangsvolume bereikt is.

Onmiddellijk na het centrifugeren moet het monster verdund worden.

De oplossing dient 0,2-4 ppm Ca en 10000 ppm La te bevatten. Bovendien moet de oplossing 0,1n aan zoutzuur zijn.

In de oplossing wordt een calciumbepaling met behulp van de A.A.S. gedaan. Gemeten wordt tegen standaardoplossingen die 2 en 4 ppm Ca en 10000 ppm La bevatten. Geef op als CaO in gew % van het oorspronkelijke droge monster.