

# Luchtbepaling in plastische klei

door

Ir A. W. VAN SETERS - Drs P. H. DAL

## Literatuuroverzicht.

Voor zover kon worden nagegaan, zijn de eerste metingen van het luchtgehalte van plastische klei uitgevoerd door Spurrier, die daartoe een laboratorium- en een technisch-apparaat onstrueerde (1,2). Het laboratorium-apparaat zou lastig zijn om mee te werken, omdat het over een hoek van  $110^\circ$  gedraaid moet worden om de buret te vullen, waarbij gemakkelijk luchtlekken optreden. Bovendien geven petroleum en water met klei een zwart schuim waardoor de hoeveelheid lucht moeilijk is af te lezen. Het technische apparaat zou beter werken, maar voor nauwkeurig werk ongeschikt zijn. Volgens Searle (3) wordt een stuk plastische klei geplaatst in een bekersglas met water en hierover een buret gestulpt, die van boven voorzien is van een kraan en van onderen cilindervormig verwijd is. Nadat de buret door opzuigen geheel met water gevuld is, wordt het bekersglas verhit, waardoor het water gaat koken, de klei uiteenvalt en de hierin aanwezige lucht in de buret opstijgt. Na afkoeling wordt de hoeveelheid afgelezen en gecorrigeerd tot normaal lucht. Cartwright (4) gebruikte voor de luchtbepaling een laboratorium-apparaat waarbij over een blokje klei, drijvend op kwik, een koeler met cilindervormig verwijd uiteinde gestulpt wordt. Deze koeler is aan het andere uiteinde door middel van een driewegkraan verbonden met een meetburet. Voor de bepaling wordt de koeler met de ruimte om de klei geheel gevuld met uitgekookt water. Door het verhitten van het vat met

kwik gaat het bovenstaande water koken, waardoor de klei uiteenvalt en de vrijkomende lucht opstijgt in de koeler. Tenslotte wordt de lucht met uitgekookt water kwantitatief overgeperst in de meetburet en afgelezen.

*Lezing, gehouden tijdens de  
Technische Dagen 1954 te  
Boekelo.*

Kraner en Snijder (5) bepaalden het luchtgehalte van een kleisuspentie met behulp van een Toepler-pomp, met dien verstande, dat het niet nodig bleek het kleimonster te verhitten en de waterdamp te condenseren. Lapp (6) vervaardigde een compressie cilinder met lekvrije zuiger, waarbij de optredende wrijving gecorrigeerd kan worden.

Hiermede kan de compressibiliteit nauwkeurig bepaald worden van vaste stoffen en vloeistoffen en voorts de porositeit en het luchtgehalte. Wanneer men een homogene stof samenperst neemt het volume af. Bij een poreuze stof met lucht in de poriën lost drukverhoging eerst deze samenperste lucht op in het vloeibare medium, daarna treedt de normale compressibiliteit op. Door de compressibiliteitslijn, die het verband aangeeft tussen de toegepaste druk en de volume-vermindering van het hele systeem, te extrapoleren tot druktoename = 0, kan het volume, door lucht ingenomen, worden afgelezen.

Als meest interessante toepassing bepaalde Lapp het volume lucht dat

een ontluchte gietpaat en een ontluchte plastische klei maximaal konden opnemen, met als resultaat, dat de plastische klei, ondanks het geringere watergehalte, ruim tweemaal zoveel lucht opnam. Dit wijst erop, dat niet alleen in het aanmaakwater opgeloste lucht aanwezig is, maar eveneens hetzij vrije lucht door temp.verandering of adsorptie aan meer of minder hydrophobe gedeelten van de klei, hetzij opgelost koolzuur door bacteriële activiteit.

Wanneer het mogelijk is dit apparaat volkomen lekvrij te bouwen, is deze methodiek verreweg te prefereren om het ware luchtgehalte te meten, aangezien temp.veranderingen tijdens de meting geen rol meer spelen.

Voorts zij vermeld dat Spurrier (7, 8) veel later nog enige artikelen over het luchtgehalte heeft gepubliceerd, die geen nieuwe gezichtspunten bevatten.

Tijdens het eigen onderzoek naar het luchtgehalte van klei met de verderop te behandelen drukmethode bleek, dat voor de lucht bepaling in cementslurrie een apparaat in de handel is gebracht door Officine Galileo Milaan (9), dat berust op de toepassing van de wet van Boyle. Eenzelfde type apparaat is verkrijgbaar voor hetzelfde doel bij het Lab.f. Tonindustrie.

Op een van de oorzaken van lucht in plastische klei is gewezen door Galpin (10), die aantoonde dat luchtdroge klei een aanzienlijke hoeveelheid aan het klei-oppervlak geadsorbeerde gasen kan bevatten. Door bevochtiging komt dit onder druk staande gas vrij, zodat het gasvolume groter kan zijn dan het uitwendig volume van de klei die het gas geadsorbeerd hield. Dit verschijnsel is ook bekend uit andere onderzoekingen (11, 12, 13) en heeft grote invloed op s.g. bepalingen met de luchtpycnometrie (14).

Uiteraard kan dit interessante verschijnsel geen rol spelen in de baksteenindustrie die kleisoorten verwerkt, waarvan het watergehalte na-

genoeg altijd hoog en soms hoger is dan het benodigde aanmaakwater (zie echter 24). Het is zelfs waarschijnlijk dat het luchtgehalte van kleilagen onder de bouwvoor of de bewortelingsgrens vrijwel nihil zal zijn, aangezien deze lagen in Nederland constant onder het capillair niveau liggen (15). De lucht in natte kleistenen moet dan ingebracht zijn tijdens de bewerking.

Naast deze directe bepalingsmethode voor het luchtgehalte, is ook een indirecte werkwijze denkbaar.

Het luchtgehalte kan gevonden worden als verschil tussen het uitwendig volume van een kleimonster en het ware volume ingenomen door water en droge kleistof. Deze werkwijze is o.a. in Amerika genormaliseerd voor het cementonderzoek (16).

Aangezien het luchtgehalte als verschilbepaling gevonden wordt, moeten de afzonderlijke bepalingen met grote nauwkeurigheid worden uitgevoerd.

Het uitwendig volume kan bijvoorbeeld bepaald worden door weging van het kleimonster onder met water verzadigde benzeen, waarbij een aantal voorzorgsmaatregelen in acht genomen moet worden (17).

Volgens een niet gepubliceerd onderzoek van een onzer, is het mogelijk het s.g. van droge klei tot in vier decimalen nauwkeurig te bepalen door van aliphatische petroleum of pentaan gebruik te maken, ofschoon ook dit nog bestreden kan worden door prof. Heertjes (Helium-methode) (18).

Voorts blijkt een exacte bepaling van het watergehalte mogelijk door het kleimonster bij 105° te drogen in vacuum boven P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> (19). Evenwel is nog niet bekend het volume dat door dit water wordt ingenomen, aangezien de geadsorbeerde eerste lagen water aan het kleioppervlak en rond de tegenionen een hoger s.g. bezitten, waarvan de waarde nog niet goed bekend is. (20, 21). Sommigen nemen aan, dat dit s.g. lager zou zijn (22, 23).

Uiteraard is deze methode veel te omslachtig en tijdrovend voor een normale experimentele bepaling van het luchtgehalte.

Evenwel zou deze werkwijze, nog afgezien van de fundamentele waarde van de hiervoor benodigde onderzoeken, zinvol zijn als standaard- en vergelijkingsmethode voor de directe bepalingswijzen.

Ten slotte is onlangs een interessant artikel van Maack verschenen (24) waarop later uitvoerig wordt teruggekomen.

De voornaamste conclusie uit dit onderzoek is, dat in een normale vacuümstrengpers de ontluchtingstijd zo kort is, dat alleen de lucht tussen de kleisnippers verwijderd wordt, maar de klei zelf niet ontluicht kan worden.

#### *✓oorproeven*

Enige jaren geleden werd op het Keramisch Instituut T.N.O. begonnen met een luchtbeplating volgens het principe van Searle (3). Bij de uitvoering bleek, dat tijdens het koken continu gas ontwikkeld werd, waarbij in de curve, die het verband aangeeft tussen de hoeveelheid vrijgekomen gas en de tijd een duidelijke knik optrad. Nu is dit type van apparaten gekenmerkt door een wateroppervlak in aanraking met lucht. Ter verklaring van het langzaam stijgende tweede stuk der curve moet aangenomen worden, dat lucht oplost in het koudere water nabij dit oppervlak. Dit water met wat lucht in oplossing komt door de altijd optredende convectie stromen in de nabijheid der bodem van het vat, waar door de kooktemperatuur het opgeloste gas vrijkomt en in de meetburet opstijgt.

Men kan natuurlijk de hoeveelheid vrijgekomen gas bij het knikpunt aanwijzen als het gasgehalte van de klei, maar mede door de langzame temperatuurstijging van dit gas is deze methode slechts grof en benaderend.

Ter elimentering van deze fouten werd een geheel gesloten apparaat gemaakt, waarin de klei door koken ge-

desintegreerd wordt. Dit apparaat behoorde door zijn constructie exacte resultaten te leveren, maar gaf helaas evenmin reproduceerbare waarden.

#### *Methodiek Drukmethode*

Naar aanleiding van een gesprek met prof. dr C. J. van Nieuwenburg over de moeilijkheden bij de proeven ter bepaling van het luchtgehalte van plastische klei door middel van uitkoken adviseerde deze, gebruik te maken van de wet van Boyle en liet voor ons een geschikt apparaat van glas vervaardigen. Ook op deze plaats betuigen wij hem hiervoor onze hartelijke dank.

Het apparaat is geschetst in fig. 1 en bestaat uit een 17 cm lange wijde buis (4 cm doorsnede), waaraan een nauwe glasbuis van gemeten volume (ca 12 cm lang, 0,5 cm doorsnede) is aangesmolten. Het onderende van de nauwe buis is door middel van een lange vacuümslang verbonden met een niveauflesje, gevuld met kwik. Het apparaat wordt verder geheel gevuld met water. In dit water in het wijde gedeelte wordt een cylinder plastische klei van ca 200 g geplaatst. Van boven wordt het apparaat gesloten door een normaalslipstuk met kraan, waarbij de overmaat water bij het snel sluiten tot boven de kraan uitstijgt. Met de niveaufles wordt zo gemanipuleerd, dat het kwik onderaan in de nauwe buis komt te staan en vervolgens wordt de kraan gesloten, waardoor een afgesloten systeem ontstaat onder de gegeven luchtdruk. Vervolgens wordt de niveaufles zoveel hoger geplaatst als de barometerstand bedraagt (ca 76 cm Hg), waardoor het systeem onder een overdruk van 1 atmosfeer komt.

De stand van het kwik-water-scheidingsvlak wordt regelmatig afgelezen op een schaal, aangebracht achter het nauwe uiteinde. De ingeslepen stop wordt op zijn plaats gehouden door twee trekveren.

Volgens de wet van Boyle is het product van druk en volume van een

gas constant, wanneer de drukverschillen niet te groot zijn en de temperatuur constant gehouden wordt. Uit de afgelezen volume-afname bij bekende drukverhoging is dus eenvoud-

dig het oorspronkelijk luchtvolume te berekenen.

Wanneer men een zeker volume lucht plotseling plaatst onder een hogere druk, neemt het volume even snel af tot de eindwaarde, die bij die druk behoort. Bij lucht in plastische klei doen zich echter twee complicaties voor, n.l. de eindige voortplantingstijd van de drukgolf en het oplossen van de gassen bij verhoogde druk in het aanmaakwater van de klei (wet van Henry).

Wanneer men de volume-afname bepaalt als functie van de tijd bestaat de grafische voorstelling uit twee duidelijk te onderscheiden gedeelten, n.l. een snel oplopende curve, gevolgd door een zeer langzaam stijgend lijnstuk (zie fig. 2).

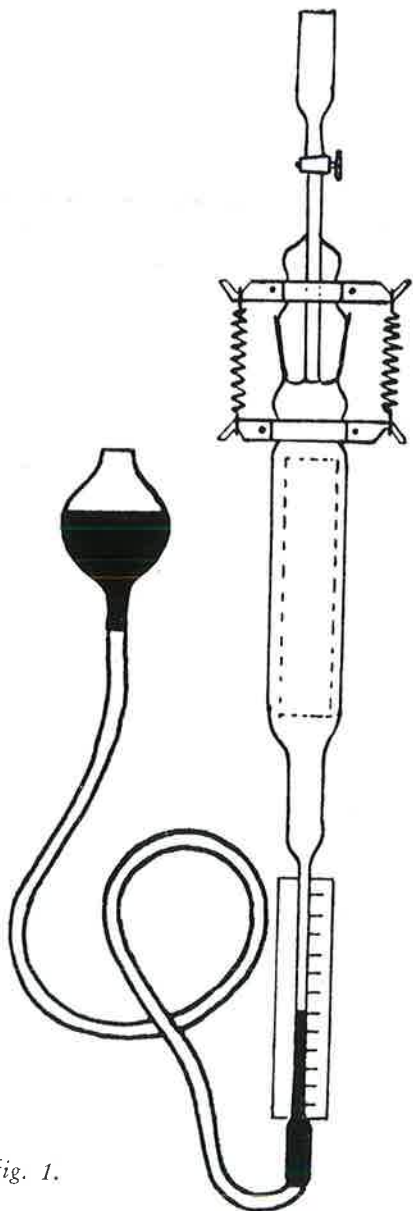


fig. 1.

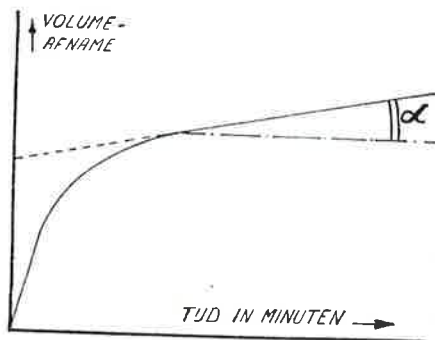


fig. 2.

En luchtbel in het meetvat moet bij drukverhoging een plotselinge volume-afname vertonen, zodat het nieuwe volume dus practisch samenvalt met de ordinaat. Vervolgens gaat deze lucht oplossen, welk verschijnsel als diffusieproces langzaam verloopt. Daarom wordt voor de luchtbepaling in klei het langzaam stijgende stuk geëxtrapoleerd naar tijd = 0 en deze waarde als werkelijke volume-afname beschouwd, waaruit het oorspronkelijk luchtgehalte berekend wordt.

In principe kan men even goed het systeem aan een plotselinge drukverlaging onderwerpen, maar dit heeft het praktische bezwaar, dat de klei-cylin-

der vaak uiteenvalt en het water in het apparaat luchtvrij of tenminste sterk onverzadigd moet zijn. Ook kan uit het aanmaakwater, dat praktisch altijd met lucht verzadigd is, lucht in gasvorm vrijkomen, wat aanleiding tot fouten geeft.

Het luchtgehalte wordt in het hier-na volgende opgegeven in cc per 100 g plastische klei. Weliswaar is het exacter dit uit te drukken in volume-percenten met opgave van het watergehalte, maar dit is tot nu toe nagelaten, omdat hiervoor extra bepalingen moeten worden uitgevoerd, (vochtgehalte, uitw. vol. etc.), die voor dit onderzoek niet direct nodig zijn.

Om reproduceerbare waarden te krijgen, dient de temperatuur in het hele systeem constant te zijn, waartoe het apparaat geplaatst werd in een grote waterthermostaat, die op  $20^{\circ} \pm 0,1$  gehouden werd. Voorts moeten de kraan en het slijpstuk feilloos sluiten. Het slijpstuk werd dan ook telkens na het inbrengen van de kleicylinder schoongemaakt en licht ingevet.

Ten slotte is gebleken, dat de veerspanning regelmatig gecontroleerd moet worden, daar deze door vermoeidheidsverschijnselen of door relaxatie (vloei) vrij snel terugloopt.

Het gebruik van wartels zou eenvoudiger zijn, maar is bij een glazen apparatuur wegens de breekbaarheid niet aan te raden.

### *Reproduceerbaarheid*

Na verschillende voorproeven, waarbij bovengenoemde foutenbronnen successievelijk geëlimineerd werden, werd de reproduceerbaarheid getoetst door het luchtgehalte te bepalen van tien zo goed mogelijk identieke kleicylinders.

Deze waren vervaardigd uit een flinke portie goed gemengde en gewalkte grond (IJsselslib) door uitsteken en uitsnijden. De aldus verkregen stukken werden met de hand voorzichtig afgerond zonder gedurende

deze manipulatie verder lucht in de klei te brengen. De volgende resultaten werden hierbij verkregen: 2,66 — 2,58 — 2,52 — 2,60 — 2,34 — 2,50 — 2,58 — 2,60 — 2,60 — 2,66 cc/100 g.

Met één uitzondering blijkt de bepaling dus nauwkeurig tot op 0,1 cc per 100 g plastische klei. Ook werden enkele cilindres van eenzelfde klei in een exsiccator acht maal ontluucht en hierin het resterende luchtgehalte bepaald. Gevonden werd: 0,10 — 0,06 — 0,18 — 0,04 cc/100 g.

Merkwaardiger wijze schommelt het luchtgehalte van de meest verschillende niet-ontluichte kleisoorten tussen 2 en 3 cc per 100 g. Neemt men aan, dat het schijnbaar s.g. van plastische klei ongeveer 2 bedraagt, dan varieert het luchtgehalte dus tussen 4 en 6 vol.  $\%$ . Wanneer het vochtgehalte gesteld wordt op 25% (waar s.g. droge klei 2,6), dan moet het uitwendig volume tussen 54 cc (0%) en 60 cc (6 vol.  $\%$ ) variëren per 100 g plastische klei.

Ofschoon de porositeit dus behoorlijk varieert, kunnen zonder meer geen conclusies getrokken worden ten aanzien van de plasticiteit en het drogen omdat niet het totale luchtgehalte maar wel de hoeveelheid en de gemiddelde diameter van de luchtbelletjes een rol zullen spelen.

Getracht werd het luchtgehalte kunstmatig op te voeren, waarbij proeven met bevochtigers en synthetische zeep geen succes hadden.

Een kleine verhoging kon worden bereikt door droog kleipoeder, gebracht op  $-6^{\circ} \text{C}$ , te strooien in de berekende hoeveelheid aanmaakwater, dat bij  $+3^{\circ} \text{C}$  met lucht verzadigd was. Na het snel kneden werden cilindres gevormd en deze op de meettemperatuur van  $20^{\circ} \text{C}$  gebracht. Op deze wijze kon het luchtgehalte nog maar verhoogd worden tot slechts 2,99 — 3,23 — 3,08 cc/100 g.

### *Invloed voorbereiding*

Aangezien aangenomen wordt, dat samenhangende klei in natuurlijke

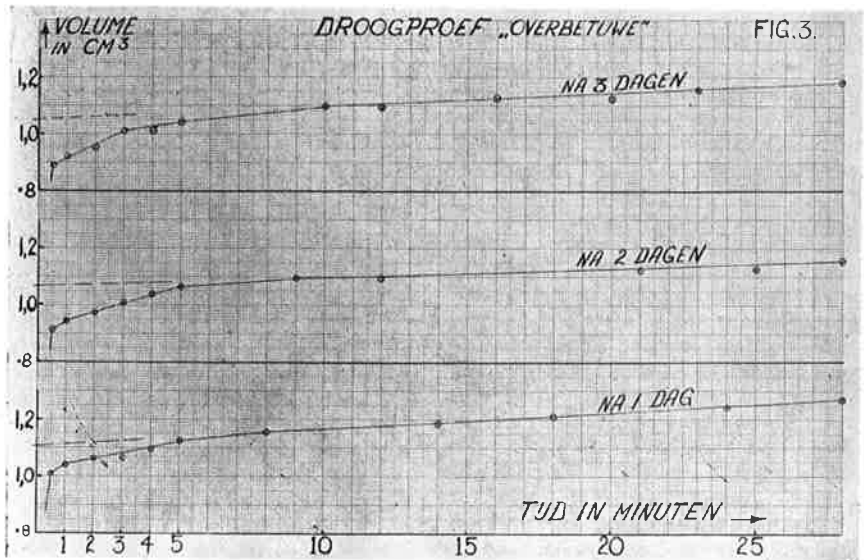


fig. 3

ligging op enigszins grotere diepte steriel is of is geworden en in de regel onder het phreatisch niveau of althans het capillair niveau ligt, zou deze klei geen lucht mogen bevatten. Uit vele proeven is gebleken, dat het luchtgehalte van onbewerkte klei (cilinders gesneden uit een stuk ongevoerde grond) sterk varieert. Van de onderzochte monsters was echter noch de herkomst noch de diepte nauwkeurig bekend, terwijl soms de kleibonken lange tijd in een bult aan de lucht gelegen hadden. Toch was het luchtgehalte van deze monsters veel lager (gemiddeld 0,95 cc/100 g) dan van dezelfde kleisoort na een technische bewerking, bijvoorbeeld het voeren door de menger van een strengpers (gem. 2,6 cc/100 g).

#### Droogproef

Voor een systematische bewerking van het onderwerp luchtgehalte was het gewenst na te gaan of iets bijzonders gebeurt met het luchtgehalte van drogende klei. Om complicaties door uitzetting te vermijden, werd het drogen bij kamertemperatuur uitgevoerd, terwijl dit bovendien slechts kan geschieden tot iets boven de krimprens (omslagpunt) en ook korstvorming door te snel drogen moet worden vermeden.

Van een vette klei uit Alphen aan de Rijn (van Oordt) en een normale Rijnklei (Steenfabriek Over-Betuwe) werden cilinders gevormd en het vocht- en luchtgehalte bepaald na één, twee en drie dagen drogen aan de lucht (zie fig. 3).

van Oordt	na één dag	na twee dagen	na drie dagen
	32,0 <sup>0</sup> /o — 1,40 cc	29,8 <sup>0</sup> /o — 1,46 cc	27,4 <sup>0</sup> /o — 1,40 cc
	32,2 <sup>0</sup> /o — 1,44 cc	29,7 <sup>0</sup> /o — 1,29 cc	26,4 <sup>0</sup> /o — 1,37 cc
	32,0 <sup>0</sup> /o — 1,44 cc	28,1 <sup>0</sup> /o — 1,29 cc	25,9 <sup>0</sup> /o — 1,40 cc
Over-Betuwe	22,7 <sup>0</sup> /o — 1,40 cc	20,4 <sup>0</sup> /o — 1,33 cc	18,2 <sup>0</sup> /o — 1,44 cc
	22,3 <sup>0</sup> /o — 1,51 cc	21,4 <sup>0</sup> /o — 1,33 cc	18,5 <sup>0</sup> /o — 1,57 cc
	23,8 <sup>0</sup> /o — 1,48 cc	21,1 <sup>0</sup> /o — 1,33 cc	18,4 <sup>0</sup> /o — 1,29 cc

Hierbij bleek de hellingshoek van het tweede stuk van de volume-afname-tijd kromme zeer klein te zijn. Zoals te verwachten is, heeft het drogen geen invloed op het luchtgehalte van natte klei binnen het gebied van de plasticiteitsindex (Atterberg-Riecke).

Daarentegen bleek bij een herhaalde droogproef met een andere portie klei van de Steenfabriek „Over-Betuwe” zowel een afname van het luchtgehalte als een steeds groter wordende hellingshoek van het rechte lijnstuk op te treden, zodat tijdens het drogen in deze klei verscheidene complicaties moeten zijn opgetreden (zie fig. 4).

De klei had een begin-vochtgehalte van 27,6% op droge basis, terwijl het luchtgehalte 1,98 en 1,78 cc/100 g bedroeg.

Na één dag drogen was het vocht- en luchtgehalte:

24,3%	—	1,78 cc
24,2%	—	1,95 cc
—	—	1,63 cc
24,3%	—	1,81 cc

Na twee dagen drogen waren deze cijfers van vier proefcilinders:

20,6%	—	1,16 cc
18,7%	—	1,02 cc
19,7%	—	1,51 cc
18,5%	—	1,06 cc

terwijl na drie dagen drogen de volgende cijfers verkregen werden:

16,4%	—	0,45 cc
—	—	0,72 cc

Ten slotte werd nog een bepaling in duplo uitgevoerd aan cylindres, die na drie dagen drogen nog één dag in de zinkkist waren geplaatst ter egalitatie van het vochtgehalte:

16,0%	—	0,85 cc/100 g
16,1%	—	0,56 cc/100 g

Terwijl van de oorspronkelijke klei het tweede gedeelte van de curve nagenoeg horizontaal liep, nam de hellingshoek na één dag drogen toe en was na twee en drie dagen drogen maximaal en constant. Nu is het bekend, dat kleivormingen bij het lang-

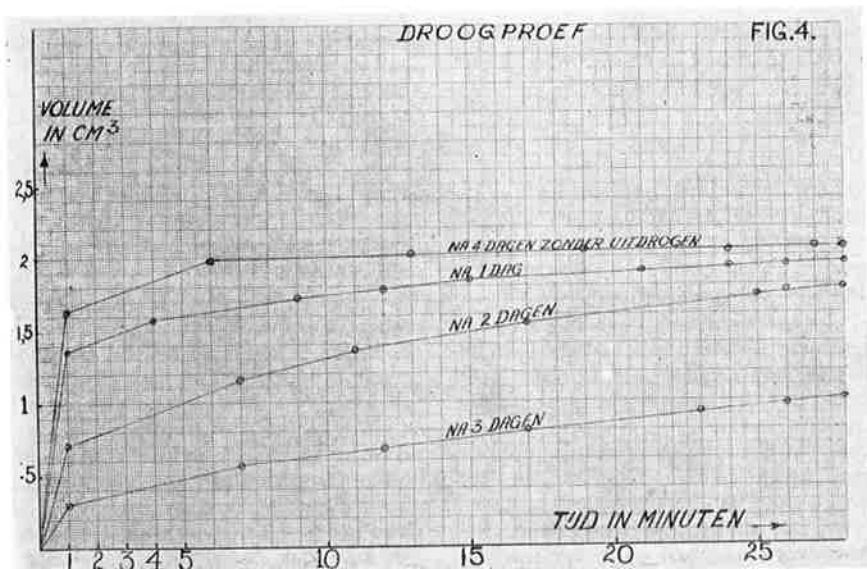


fig. 4

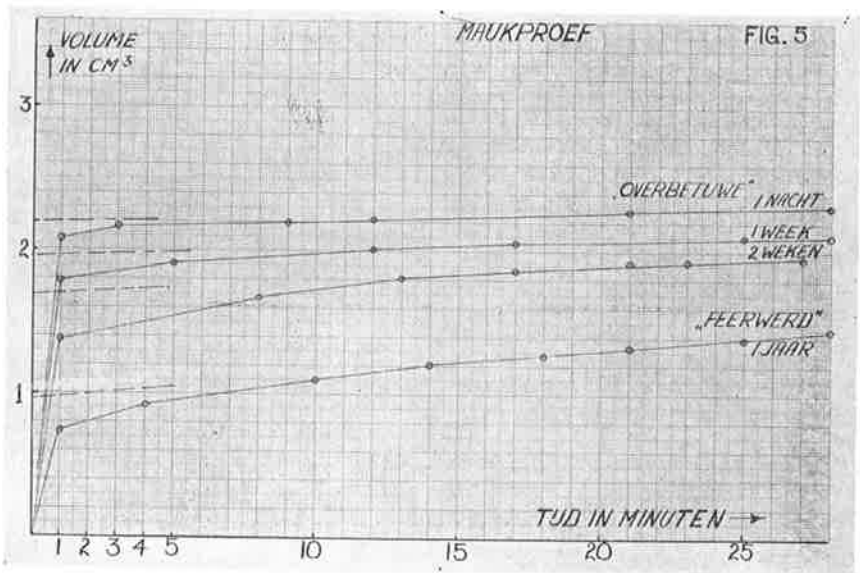


fig. 5

zaam drogen in een vochtige atm. van betrekkelijk lage temperatuur soms bedekt raken met een laag schimmel. Aangezien ook o.a. Maack (25) de invloed van enkele dagen bewaren op de plasticiteit (mauken) duidelijk heeft aangetoond, moest ook de invloed van de mauktijd op het luchtgehalte worden nagegaan.

#### Maukproef

Een unieke gelegenheid deed zich voor door de toevallige aanwezigheid van een blok plastische klei (Feerwerd), dat ongeveer een jaar gelegen had met een paraffine-afdichting.

Cylinders hieruit gevormd hadden een luchtgehalte van 1,12—1,04—0,98—1,14 cc/100 g (fig. 3). Hieruit moet geconcludeerd worden, dat de plasticiteitsverhogende werking, toegeschreven aan het mauken, dus niet uitsluitend geweten kan worden aan het verdwijnen van het gasgehalte.

Bij het onderzoek van deze monsters werd nog een en ander interessant verschijnsel opgemerkt. Terwijl het tweede gedeelte van de volume-

afname-curve in het algemeen een helling vertoont van  $tga = 0,004$  cc/min, hadden de gemaukte Feerwerd-monsters een helling van  $tga = 0,020$  cc/min.

Aangezien de klei erg vet is, zou men kunnen aannemen, dat de voortplantingssnelheid van de drukgolf kleiner is, zodat langere tijd nodig is om het kleimonster in zijn geheel op de hogere druk te brengen. Dit klopt evenwel niet met het algemene verloop van de curve, aangezien na 1 minuut reeds gemiddeld 85% van de eindwaarde is bereikt.

Aangezien van dit kleimonster het luchtgehalte voor het mauken uiteraard niet bekend was, werd als herhaling een portie klei van de Steenfabriek „Over-Betuwe” goed gemengd en ingepakt in oliepapier. Na één nacht staan hadden cylinders uit deze bonk klei gesneden, een luchtgehalte van 2,10 en 2,13 cc/100 g. Na één week bedroeg het luchtgehalte 1,98 en 1,97 cc/100 g, terwijl na twee weken 1,36 en 1,60 cc/100 g gevonden werd (zie fig. 5).



Hieruit blijkt, dat tijdens het mauk-proces enerzijds het gasgehalte afneemt, anderzijds neemt de hellingshoek van het tweede lijnstuk toe. Dit kan veroorzaakt worden door het in oplossing gaan van het gas in het aanmaakwater, versneld door periodieke temperatuursverschillen van de klei tijdens het bewaren en door een consumptie van zuurstof, en eventueel stikstof door schimmels, algen en bacteriën, waarbij koolzuur ontstaat, dat beter oplosbaar is in het aanmaakwater.

Sporen van deze eencellige of primitieve levensvormen zijn in de klei altijd wel aanwezig of worden tijdens de voorbereiding van de klei ingebracht soms ook extra toegevoegd in de vorm van mest of urine. De tevens benodigde voedingszouten en org. stof zijn in een natuurlijke klei ook altijd aanwezig. Geconstateerd werd, dat het kleimonster na twee weken stugger aanvoelde. Dit kan begrepen worden uit een geringe waterverdamping ondanks het oliepapier of door de vorming van bacterie-eiwit met een

groot waterbindend vermogen, tezamen met de vorming van geioniseerde calcium bicarbonaat uit het vrijgekomen en opgeloste koolzuur en de kalk uit klei. De tweewaardige calcium-ionen vlokken de klei zo mogelijk nog verder uit, waardoor eveneens meer aanmaakwater voor een gegeven consistentie nodig is. Uit beide verschijnselen kan de plasticiteits-toename van gemaukte klei verklaard worden.

Hierbij moet echter worden opgemerkt, dat met de bepaling van het gasgehalte van maukende klei slechts één onderdeel van het gecompliceerde maukprobleem kan worden geanalyseerd en het verschijnsel als zodanig in al zijn facetten nog lang niet begrepen is.

#### Vacuumproof

Om de invloed van het toegepaste vacuüm in de vacuümstrengpersen op het luchtgehalte van de resulterende kleistreng na te gaan, werd een aantal metingen verricht, die in onderstaande tabellen zijn samengevat en voorgesteld in fig. 6.

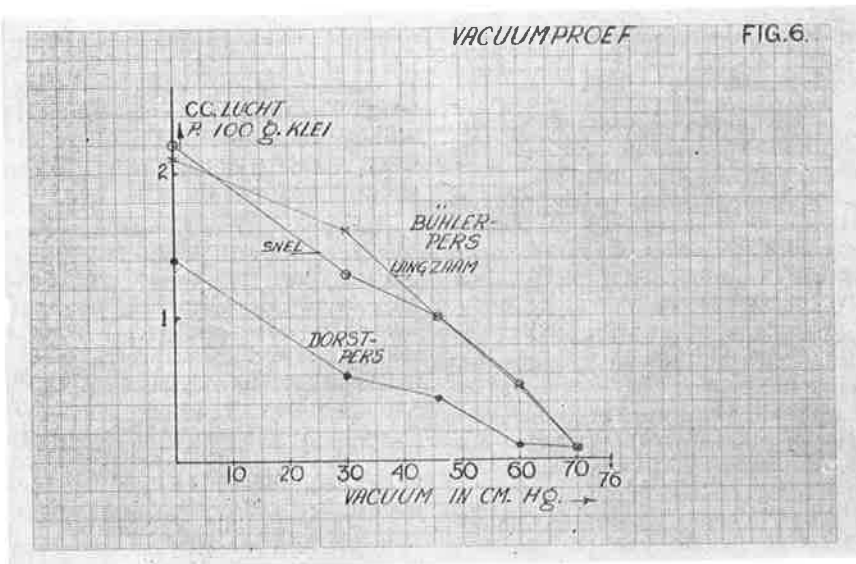


fig. 6

Dakpannenklei uit Alphen aan de Rijn  
Bühler-strengpers

vacuum cm Hg	vochtgeh. % dr.b.	Luchtgehalte in cc/100 g				opmerking
		a	b	c	gem.	
0	31,6	2,0	2,4	2,3	2,2	snellopende pers max. cap. 17 kg/min.
30	31,2	1,3	1,2	1,5	1,3	
46	31,8	0,85	1,1	1,1	1,0	
60	31,8	0,55	0,55	0,48	0,53	
70	33,2	0,07	0,09	0,09	0,08	
0	30,5	2,2	1,9	2,2	2,1	langzaam lopende pers. min. cap. 11 kg/min.
30	31,0	1,7	1,5	1,5	1,6	
46	32,9	1,1	1,0	1,1	1,0	
60	33,4	0,54	0,57	0,41	0,51	
70	31,8	0,07	0,09	0,09	0,08	

Dakpannenklei uit Alphen aan de Rijn  
Dorst-Laboratorium vacuum strengpers

vacuum cm Hg	vochtgeh. % dr.b.	Luchtgehalte in cc/100 g				opmerking
		a	b	c	gem.	
0	31,7	1,4	1,4	1,4	1,4	cap. van de pers 0,87 kg/min.
30	30,1	0,59	0,59	0,59	0,59	
46	30,7	0,44	0,41	0,45	0,43	
60	30,7	0,11	0,11	0,09	0,10	
70	31,0	0,07	0,07	0,07	0,07	

Uit deze resultaten blijkt, dat

a het luchtgehalte zonder toepassing van vacuum bij de Bühler-pers hoger is dan bij de Dorst-pers.

Dit kan verklaard worden uit het feit dat de vultrog van de Bühler-pers voorzien is van een aantal stuw-messen, waardoor meer lucht in de klei geslagen wordt.

b er weinig verschil bestaat in het luchtgehalte bij snel- en langzaam lopende Bühler-pers.

De totale verblijftijd in de vacuum-kamer bestaat uit twee gedeelten n.l. de constante en korte vrije-valtijd van de kleisnippers, die in vacuum slechts afhangt van de weglengte, dus de werkzame hoogte van de vacuum-kamer en de langere tijd waarin de snippers als zodanig in het toegepas-

te vacuum op en tussen de tweede vorm liggen, alvorens langzaam te worden samengeperst. De lengte van deze tweede tijdsduur hangt af van de capaciteit van de pers.

Aangezien technische vacuumpersen een capaciteit van globaal 260 kg/min bezitten, moet de hier gebruikte Bühler-pers tot de kleine en langzaam lopende worden gerekend. In vergelijking met technische productie-pers is de verblijftijd dus lang en de variatie tussen de uiterste productie-capaciteiten van 11 en 17 kg/min te klein om invloed op de verblijftijd uit te oefenen, waardoor het geringe verschil in het luchtgehalte verklaard is.

c het luchtgehalte als functie van het toegepaste vacuum bij de Bühler-pers een meer of minder convexe lijn

Door het deksel van een Witt'sche afzuigfles werd door middel van een gummistop een gasburet bevestigd, waarna een trechter met behulp van een stukje gasslang glas aan het onderinde van de gasburet werd gekoppeld. De vacuumfles werd half gevuld met water en gesloten door het deksel met de van onderen verwijde gasburet. De laatste wordt door opzuigen geheel met water gevuld. Door met een roterende olieluchtpomp de bovenstaande lucht weg te zuigen, wordt het water ontgast en gaat ten slotte koken. De gasbellen uit het water in de buret en onder de trechter verzamelen zich in de gasburet, waarvan het niveau daalt tot onder het waterniveau in de vacuumfles (wet van Dalton). Na het opheffen van het vacuum is de hoeveelheid vrijgekomen lucht af te lezen in cm<sup>3</sup> boven in de gasburet en wordt gecorrigeerd voor de heersende onderdruk van ca 50 cm waterkolom. Aangezien de lucht in de klei stellig geheel met waterdamp verzadigd is, zijn geen verdere correcties aan te brengen.

Bij dit ontluichten bleek, dat soms aanzienlijke kookvertraging optrad, hetgeen tot fouten aanleiding kan geven bij de volgende ontluchting in aanwezigheid van klei. Dit werd opgeheven door een beetje grof zand in water te strooien vóór de ontluchting. Verder bleek, dat bij iedere volgende ontluchting van schoon water, waarbij het wateroppervlak tevoren even met lucht van 1 atmosfeer in aanraking geweest was, het luchtvolume toenam met 0,1 à 0,2 cc. Hiervoor is geen correctie mogelijk. Men kan alleen deze hoeveelheid zo klein mogelijk houden door het opheffen van het vacuum juist zo snel te laten geschieden, dat het wateropp. niet in beweging komt en voorts door de aanrakingstijd kort te houden door het monster snel en voorzichtig in te brengen. Zowel het ontgassen van het water als het ontluichten van de klei duurde langer dan door Maack is aan-

gegeven (resp. 5 sec. en 3 minuten), door ons gebruik van een hoger vacuum, zodat de verblijftijd onder vacuum uniform op vijf minuten werd gesteld. Aangezien het kleiblokje tijdens het ontluichten uiteenvalt, waarbij door de waterstroming soms stukjes klei buiten de trechter kwamen en het gas hieruit niet meer opgevangen kon worden, werd het kleimonster geplaatst in een porseleinen rondbodemschaaltje, waardoor de verspreiding verhinderd werd. De nauwkeurigheid laat ten slotte nog te wensen over, omdat met kleinere hoeveelheden klei (25 of 50 g) gewerkt moest worden in verband met de uitzetting van de lucht.

Bij het uitvoeren van een groot aantal luchtbepalingen op deze wijze, waarbij de bovenvermelde foutenbronnen succesievelijk geëlimineerd werden, bleek het gasgehalte doorgaans meer dan 100% hoger te zijn dan de gelijktijdig uitgevoerde bepalingen met ons drukapparaat.

Als illustratie voor dit feit dienen de onderstaande resultaten:

*Klei steenfabriek „Over-Betuwe”*

van 15 mm Pfefferkorn stuikhoogte

Vacuummethode	Drukmethode
4,0 cc	2,2 cc
4,4 cc	lucht/100 g klei
4,0 cc	

*Klei steenfabriek „Over-Betuwe”*

1 mm Pfefferkorn

Vacuummethode	Drukmethode
2,4 cc	2,6 cc
2,4 cc	3,2 cc
2,4 cc	4,4 cc

*Klei steenfabriek „Over-Betuwe”*

direct na het aanmaken

2 mm Pfefferkorn

Vacuummethode	Drukmethode
2,2 cc	1,1 cc
2,2 cc	
2,4 cc	

Na één dag bewaren:

Vacuummethode	Drukmethode
1,2 cc	0,8 cc
1,6 cc	0,7 cc

Na drie dagen bewaren:

1,2 cc	0,5 cc
1,2 cc	
1,4 cc	

Uit deze resultaten blijkt, dat tenminste één van de beide toegepaste methoden onjuist moet zijn of dat hiermede wellicht een verschillende grootheid gemeten is.

#### *Juistheid drukmethode*

Aangezien het aantonen van de juistheid van onze drukmethode door vergelijking met een andere onafhankelijke methode mislukt is, blijft alleen de variatie van de omstandigheden over als testmethode.

Een aantal proeven werd hiertoe uitgevoerd waarbij niet zoals gewoonlijk een overdruk van 1 atmosfeer werd gebruikt, maar deze werd gevarieerd.

- 1) Overdruk 30,9 cm Hg:  
luchtgehalte 1,1 cc/100 g  
Overdruk 78,6 cm Hg:  
luchtgehalte 1,0 cc/100 g
- 2) Overdruk 15,5 cm Hg:  
luchtgehalte 0,9 cc/100 g  
Overdruk 28,8 cm Hg:  
luchtgehalte 0,8 cc/100 g
- 3) Overdruk 43,4 cm Hg:  
luchtgehalte 1,0 cc/100 g  
Overdruk 75,8 cm Hg:  
luchtgehalte 0,9 cc/100 g

Aangezien de verkregen waarden binnen de proeffout gelijk zijn, mag geconcludeerd worden, dat onze drukmethode het ware vrije luchtgehalte levert. Ook werd getracht lucht in plaats van water als omhullend medium van de kleicylinder te gebruiken. Deze methode komt in principe overeen met de luchtpycnometrie (14). Zelfs met een speciaal hiervoor gebouwd apparaat bleek de nauwkeurigheid veel te klein te zijn om resul-

taten van enige waarde te krijgen, zodat van deze werkwijze verder is afgezien. Aangezien met onze drukmethode het vrije luchtgehalte bepaald wordt, zou als onafhankelijke vergelijkingsmethode nog de werkwijze van Lapp (6) gebruikt kunnen worden.

#### *Juistheid vacuummethode*

Nu moet nog een verklaring gezocht worden voor de overmaat gas, die met de vacuummethode gevonden is. Het is duidelijk, dat bij iedere uitkookmethode bovendien het gas gemeten wordt, dat in het aanmaakwater van de klei opgelost was. Wanneer dit aanmaakwater (25%) geheel verzadigd zou zijn met koolzuur-vrije lucht, zou een constant verschil van 0,5 cc per 100 g plastische klei gevonden moeten worden. De oplosbaarheid van koolzuurgas daarentegen is enige orden groter.

Evenwel werd a priori verwacht, dat in vers gevormde klei, waar normale buitenlucht ingeslagen is tijdens de voorbereiding, het CO<sub>2</sub> geen merkbare invloed kan uitoefenen wegens het geringe gehalte van 0,03% daaraan in normale lucht. Gezien de resultaten van de maukproef kan dit in oudere klei anders zijn.

Om dit na te gaan werd het luchtgehalte van een klei, die 14 dagen in plastic verpakt had gelegen, bepaald volgens de boven beschreven vacuummethode met als resultaat een gasgehalte van 2,1 en 2,1 cc/100 g. Met stukken van dezelfde klei werd de proef herhaald, waarbij echter het water in de Witt'sche vacuümfles vervangen werd door een sterke KOH-oplossing (1:1). Dit leverde het merkwaaardige resultaat van 0,4 en 0,4 cc/100 g.

Ten slotte werd het restant klei gebruikt om het luchtgehalte volgens de drukmethode te bepalen met als resultaat 0,3 cc/100 g.

Hieruit blijkt, dat het gasgehalte van dit monster gemaukte klei bestond uit: 0,3 cc vrije lucht, 0,1 cc op-

geloste lucht en 1,8 cc opgelost koolzuur. Helaas kon dit relatief grote kwantum opgelost  $\text{CO}_2$  niet meer nader aangetoond worden door Ph-meting en titraties. Bij een vochtgehalte van 28,5% is echter het aanmaakwater nog verre van verzadigd. Voor een herhaling van deze proef werd uitgegaan van een betrekkelijk vers gevormde klei.

Gevonden werd nu:  
met het drukapparaat 1,7 en 1,6 cc/100 g;  
met het vacuumapparaat met water-vulling 3,7; 3,5; 4,2; 4,6 en 4,4 cc/100 g;  
met het vacuumapparaat met KOH-vulling: 2,5 en 2,5 cc/100 g.

Uit deze cijfers blijkt, dat de klei reeds een aanzienlijk volume aan opgelost  $\text{CO}_2$  bezat. Neemt men aan, dat de plastische klei ca 25% water bevat (niet bepaald) en dat dit aanmaakwater met lucht verzadigd is, dan mag van de laatste waarden nog 0,5 cc afgetrokken worden voor opgeloste lucht. Hoewel de overeenstemming niet bijzonder fraai is, kloppen de luchtgehalten dan wat grootte-orde betreft.

Gezien de geringe nauwkeurigheid en slechte reproduceerbaarheid van de vacuummethode is ook niet anders te verwachten. Dit treft te meer omdat bij de laatste proef nagegaan is of het gas, opgevangen boven de KOH-opl. werkelijk  $\text{CO}_2$ -vrij was. Nadat driemaal geëxpandeerd en het vacuum weer opgeheven was, werd een gasvolume van 2,1 cc afgelezen. Hieruit volgt, dat hetzij de KOH-oplossing reeds te oud geworden was, of het in de eerste vrijkomende gasbellen van grote diameter voorkomende  $\text{CO}_2$  niet volledig geabsorbeerd kon worden gedurende de korte aanrakingstijd. Men kan echter hiermede niet ad libitum doorgaan omdat het gasvolume na het opheffen van het vacuum door de aanraking met lucht met ca 0,1 à 0,2 cc stijgt, zoals in het bovenstaande reeds is beschreven.

Neemt men de waarde van 2,1 cc

als juist aan, dan is de overeenstemming met de drukmethode zeer goed na de correctie voor opgeloste lucht.

Resumerend kan worden vastgesteld, dat de hogere waarden voor het gasgehalte, bepaald volgens de vacuummethode, verklaard kunnen worden uit in het aanmaakwater opgeloste lucht en vooral koolzuur.

Tevens blijkt, dat het gebruik van de vacuummethode voor de bepaling van het luchtgehalte van klei geen aanbeveling verdient, uitgezonderd voor een onderzoek naar het mechanisme van het mauken. Voor dit speciale doel dient echter de nauwkeurigheid en reproduceerbaarheid van deze methode opgevoerd te worden.

De bepaling van het luchtgehalte van klei heeft zin als analytische methode voor een onderzoek naar het drooggedrag, de werkingsgraad van strengpersen, de plasticiteit van klei e.d., maar hiervoor is alleen van belang het luchtgehalte dat vrij als gasbellen in de massa verdeeld is en niet het opgeloste gas, zodat met de drukmethode een juister inzicht in deze waarde kan worden verkregen. Van meer belang is het ook in deze proeven weer geconstateerde feit dat plastische klei een dynamisch systeem is, dat door fysisch-chemische en door biologische processen nooit tot een evenwicht komt.

#### *Mechanisme van de ontluchting van klei*

Zoals Maack (24) terecht beschrijft, valt een kleiblokje onder water in schillen laagsgewijs uiteen, wanneer het systeem in vacuum wordt geplaatst. Ditzelfde verschijnsel is vroeger reeds door ons geconstateerd bij het plaatsen van een kleibol in warm water in verband met een onderzoek naar het mechanisme van de inwerking van stoom op klei. Hierbij bleek, dat luchthoudende kleibollen na zekere tijd uiteenvielen tengevolge van de drukverhoging in de gasbellen door temperatuursverhoging en de vermindering van de trekvastheid van de

# VERORDENING OP AFGRAVINGEN IN LIMBURG

*Hieronder volgt de tekst van de Verordening op afgravingen in Limburg, door de Staten van Limburg vastgesteld in de vergadering van 4 Augustus 1954. Aangetekend zij, dat deze verordening door de Kroon nog niet is goedgekeurd.*

*De Provinciale Staten van Limburg.*

Gezien het voorstel van Gedeputeerde Staten van 14 Juni 1954, 4e afdeling, no B. 8456;

Gelet op de provinciale wet;

**Besluiten:**

onder intrekking van hun besluit van 17 Juli 1951 de „Verordening op afgravingen in Limburg” als volgt opnieuw vast te stellen.

## *Artikel 1*

Het is verboden, tenzij met vergunning, verleend door Gedeputeerde Staten of in beroep door de Kroon, bij wijze van bedrijf of onderneming of ten behoeve daarvan, enig in de provincie Limburg gelegen onroerend goed ter verkrijging van grind, zand, zandsteen, kwartsiet, klei, leem, lei, kalksteen, mergel, moeraskalk, vuursteen, glauconiet, pyriet, markasiet en ijzeroer af te graven of met dat doel daarin te graven.

## *Artikel 2*

1. Gedeputeerde Staten kunnen aan een vergunning, als bedoeld in artikel 1, voorwaarden en bepalingen verbinden. Deze mogen strekken tot bescherming van de belangen van het natuur- en landschapsschoon, de land-, tuin- en bosbouw, het verkeer, de wetenschap, de historie of andere bijzondere waarden; zij zullen onder meer bevatten voorschriften omtrent de wijze van uitvoering, omtrent de toestand, waarin het terrein na de beëindiging van de afgraving moet worden gebracht, alsmede omtrent de termijn, waarin de vorenbedoelde toe-

stand moet zijn verkregen, terwijl kan worden bepaald, dat de afgraving moet geschieden volgens een door Gedeputeerde Staten goed te keuren werkplan.

2. Indien door het afgraven of de onmiddellijke gevolgen daarvan een of meer van de in het vorige lid bedoelde belangen zouden worden geschaad en het niet mogelijk is deze schade door het stellen van voorwaarden en bepalingen te voorkomen, wordt de vergunning geweigerd, tenzij Gedeputeerde Staten van oordeel zijn, dat door zodanige weigering een ander voornamer belang zou worden geschaad.

3. De besluiten van Gedeputeerde Staten, waarbij een vergunning geweigerd of onder voorwaarden en bepalingen verleend wordt, zijn met redenen omkleed.

## *Artikel 3*

1. Ter verzekering van de juiste naleving van de aan een vergunning verbonden voorwaarden en bepalingen kunnen Gedeputeerde Staten het storten van waarborggelden voorschrijven. Deze gelden zijn ter beschikking van Gedeputeerde Staten voor het uitvoeren van werken, welke op grond van een bij onherroepelijke rechterlijke uitspraak vastgestelde niet-naleving van de aan de vergunning verbonden voorwaarden en bepalingen moeten worden verricht.

2. Deze gelden, waarvan aan de rechthebbende de gekweekte rente wordt vergoed, worden, na beëindiging van de afgraving, verminderd