

CENTRAAL TECHNISCH INSTITUUT TNO

Ref. no.: 75-02340

Dossier: 02-4-40142

RAPPORT

UITSLAGTOETS VOOR BOUWLIJVERHEIDSKERAMIEK

door

J.H. van der Velden

Datum : 15 juni 1975

Bestemd voor: De Nederlandse Grofkeramische Industrie

C. T. I. - TNO

EX. NR.

40

INHOUDSOPGAVE

	<u>blz.</u>
<u>INLEIDING</u>	4
1. <u>TOEPASBAARHEID</u>	5
2. <u>BEGINSEL</u>	6
3. <u>REAGENTIA EN HULPSTOFFEN</u>	7
4. <u>APPARATUUR EN BIJZONDERE VOORZIENINGEN</u>	8
5. <u>WERKWIJZE</u>	10
6. <u>BEOORDELING VAN DE UITSLAGGEVOELIGHEID</u>	12
7. <u>TOELICHTING OP HET ONTWERP VAN DE UITSLAGTOETS</u>	13

BIJLAGEN 01/02

SAMENVATTING

Het rapport bevat een voorstel betreffende een standaardmethodiek voor de vaststelling van de uitslaggevoeligheid van bouwnijverheidskeramiek in Nederland.

Het voorstel vloeit voort uit een oriënterend onderzoek naar de invloed van proefomstandigheden op het resultaat van uitslagproeven.

Het voorschrift zou bij aanvaarding door belanghebbenden als keuringsgrondslag kunnen dienen. Er is naar gestreefd de methode voor een groot assortiment produkten en op elk keramisch bedrijf uitvoerbaar te doen zijn.

INLEIDING

Een belangrijke onderkenningsproef aan bouwnijverheidskeramiek is de uitslagtoets.

Bij deze proef worden de omstandigheden, waaronder in de praktijk aan het produkt zelf toe te schrijven uitslag zou kunnen optreden, meer of minder getrouw nagebootst en wordt vastgesteld of uitslagvorming zich al dan niet voordoet.

Uitslagproeven worden in Nederland voornamelijk verricht op bedrijfslaboratoria van fabrieken van keramische produkten, door de in de industrie werkzame technische centra, door D.N.B., door het I.B.B.C.-TNO en door het C.T.I.-TNO.

Een algemeen toepasbaar en aanvaardbaar uitvoeringsvoorschrift ontbreekt.

In dit rapport wordt een standaardmethodiek voor de vaststelling van de uitslaggevoeligheid van bouwnijverheidskeramiek in Nederland voorgesteld, die bij aanvaarding als keuringsgrondslag zou kunnen dienen en op elk keramisch bedrijf uitvoerbaar is.

C. T. I. - TNO

EX. NR.

40

UITSLAGTOETS VOOR BOUWLIJVERHEIDSKERAMIEK

1. TOEPASBAARHEID

- 1.1. De uitslagtoets wordt toegepast op keramische produkten waarin, in de gebruikstoestand, via de capillair-poreuze scherf, vochttransport naar de zichtvlakken kan optreden.
- 1.2. De toets geeft een indicatie over een mogelijke afzetting van uit de scherf afkomstige, in water oplosbare stoffen op de zichtvlakken, voor zover deze tot oppervlakteverkleuring leidt.
- 1.3. De beschreven methode verschaft geen informatie over een eventuele vorming van uitslag in andere milieus dan gedemineraliseerd water en relatief zuivere lucht.
- 1.4. De methode is geschikt voor ovenverse en uit voorraad betrokken produkten van uiteenlopende vormen en afmetingen. De condities waaronder een produkt vóór de beproeving werd opgeslagen, kunnen het beproevingsresultaat beïnvloeden.

2. BEGINSEL

In een proefexemplaar van het produkt wordt door capillaire aanzuiging een waterstroming onderhouden naar een hoofdzichtvlak dat aan verdamping blootstaat. Expositieperiode, waterverdamping en andere relevante proefomstandigheden zijn gestandaardiseerd. Na de expositie wordt het proefexemplaar gedroogd. Eventueel door de vorming van uitslag ontstane oppervlakteverkleuringen worden vervolgens door visuele vergelijking met een vooraf geselecteerd vergelijkingsexemplaar gesignaleerd en beoordeeld.

3. REAGENTIA EN HULPSTOFFEN

3.1. GEDEMINERALISEERD WATER

3.2. DROOGWERKEND SCHUURMIDDEL

3.3. STIFT MET WATERVASTE MERKINKT (Pentel)

3.4. ZELFKLEVEND WATERVAST PLAKBAND, 50 MM BREED
(Scotch masking tape nr. 202, Minnesota Nederland N.V., Leiden)

3.5. PARAFFINEOLIE, VISCOSITEIT 68-81 cP.(eventueel)

4. APPARATUUR EN BIJZONDERE VOORZIENINGEN

4.1. EXPOSITIERUIMTE:

- Een stofvrije en tochtvrij met schone lucht geventileerde ruimte waarin de luchttemperatuur ($15 \text{ à } 20^{\circ}\text{C}$) en de relatieve vochtigheid ($40 \text{ à } 70 \%$) in zomer en winter enigermate kunnen worden beheerst.
- In de ruimte is een thermometer ($0\text{-}50^{\circ}\text{C}$) en een hygrometer ($20\text{-}100 \%$) aangebracht.

4.2. DROOGSTOOF TOT 105°C

4.3. EXPOSITIEBAK:

- Een uit kunststof vervaardigde bak, die plaats biedt aan vijf naast elkaar op te stellen produkten.
- Het bodemoppervlak is rechthoekig en tenminste tweemaal zo groot als het gezamenlijke te exposeren oppervlak. De inwendige hoogte is tenminste 2 mm groter dan de hoogte van de te exposeren produkten.
- In de bak bevindt zich een corrosiebestand rooster waarop de proefobjecten geplaatst kunnen worden. Men kiese een lijnoplegging, die zich tenminste 2 mm boven de bodem verheft. De bak is uitgerust met een thermometer ($0\text{-}50^{\circ}\text{C}$, schaalwaarde $0,5^{\circ}\text{C}$).
- Aan de zijkanten en de onderkant is de bak omgeven door een 100 mm dikke nauwsluitende isolatiemantel van polystyreenschuim (volumieke massa 20 kg/m^3). De mantel reikt tot aan de bovenrand van de bak en is althans aan de bovenzijde ter reflectie van straling, uitwendig beplakt met aluminiumfolie.
- Boven de bak zijn infraroodstralers $\text{à } 150\text{W}$ aangebracht. Het etmaal-gemiddelde van de stralingsfluxdichtheid ter hoogte van het verdampend oppervlak in de bak is instelbaar met behulp van een tijdrelais of door het variëren van de hoogte van de stralers. Een maximale stralingsfluxdichtheid van 63 W/m^2 is voldoende.

C. T. I. - TNO

EX. NR.

4 0

Deze mag van plaats tot plaats op het verdampend oppervlak ten hoogste 10% variëren.

- Naar verkiezing mogen vijf bakken worden gebruikt, die elk plaats bieden aan één produkt en die naast elkaar staand in een isolerende mantel worden gevat.

Onderzoek aan produkten niet behorend tot één selectie als bedoeld in 5.1. dient met afzonderlijke bakken uitgevoerd te worden.

- De bakken worden vóór en na elk gebruik gereinigd en met demi-water gespoeld.

4.4. BALANS:

- Het weegvermogen is voldoende voor het gewicht van een gevulde expositiebak.

De balans is afleesbaar tot op 50 grammen per m² verdampend oppervlak.

De balans is in de expositieruimte opgesteld.

4.5. VERLICHTINGSSTERKTEMETER EN EEN MATZWART SCHERM

5. WERKWIJZE

5.1. MONSTERNEMING

- Trek een steekproef van 125 exemplaren van het produkt uit de te toetsen partij, vracht of produktstroom.
- Kies uit de steekproef 15 produkten, die blijkens klank, kleur of afmetingen het minst sterk gesinterd zijn. Selecteer de produkten bij een onderling gelijk vochtgehalte.
- Ontdoe de produkten van aanhechtend stof en bet droge produkten met een vochtige doek.
- Droog de produkten gedurende een etmaal bij maximaal 105°C en koel ze daarna af.
- Kies afhankelijk van het type en de uiterlijke kenmerken van het produkt een van de zichtvlakken als expositievlak.
- Bij metselbakstenen is dit een van de strekken, bij dakpannen de rand aan het ondereinde.
- Stel uit de 15 produkten vijf paren samen, waarvan elk paar ten aanzien van kleur of kleurnuancering van het expositievlak uit na- genoeg identieke exemplaren bestaat.
- Voer de resterende vijf exemplaren af.

5.2. VOORBEREIDING VAN DE PROEF

- Verdeel elk paar uit de selectie in een proefexemplaar en een vergelijkingsexemplaar en merk de produkten.
- Bewaar de vijf vergelijkingsexemplaren droog en stofvrij.
- Kies voor het expositievlak een naar boven gekeerde horizontale proefpositie.
- Omwikkel de zijvlakken van de proefexemplaren met waterdicht zelfklevend plakband over een hoogte gelijk aan de hoogte van het produkt in proefpositie, doch maximaal over een hoogte van 100 mm, gemeten van het expositievlak af. Schuur ruwe te beplakken vlakken glad om de hechting van het plakband te verbeteren.
- Plaats de expositiebak bijvoorkeur op de van een arrêteerinrichting voorziene balans.

- Stel de roosters in de bak zodanig op dat de te exposeren vlakken zich ter hoogte van de bovenrand van de bak zullen bevinden.

5.3. UITVOERING

- Plaats de proefexemplaren in koele toestand (10 à 15°C) in de expositiebak.
- Breng gedemineraliseerd water met een temperatuur van circa 10°C in de bak tot een niveau, dat zich maximaal 8 mm en minimaal 5 mm onder het expositievlak bevindt. Laat eventueel aan de onderkant van de proefobjecten hechtende luchtballen ontsnappen.
- Vul het waterniveau tot op de juiste hoogte aan zodra het geëxposeerde oppervlak vochtig wordt.
- Laat de produkten van dit tijdstip af gedurende tenminste 160 uren en ten hoogste 200 uren water aanzuigen en verdampen tot in totaal 16,0 kg water (+ of - 5 %) per m^2 geëxposeerd oppervlak is verdampt. De gemiddelde verdampingssnelheid gedurende de proef ligt dan tussen $21 \cdot 10^{-6}$ en $29 \cdot 10^{-6}$ $\text{kg}/(\text{m}^2 \cdot \text{s})$.
- Realiseer deze verdamping door een geschikte keuze van de gemiddelde stralingsfluxdichtheid van de infrarood-stralers.
- Controleer daartoe twee maal daags de hoeveelheid verdampt water per m^2 geëxposeerd oppervlak door weging van de expositiebak. Kies bij de berekening het oppervlak van de bak ter hoogte van het waterniveau als verdampend oppervlak en verwaarloos verschillen in verdampingssnelheid tussen het geëxposeerde oppervlak en het vrije wateroppervlak daar omheen. (Voor een nauwkeuriger controle bedekken het wateroppervlak met een dun laagje paraffineolie).
- Corrigeer zonodig de gemiddelde stralingsfluxdichtheid en het waterniveau. Zorg er voor, dat het etmaalgemiddelde van de verdampingssnelheid niet uitstijgt boven $31,5 \cdot 10^{-6}$ $\text{kg}/(\text{m}^2 \cdot \text{s})$.
- Neem de proefexemplaren aan het einde van de expositieperiode uit het water en droog ze gedurende een etmaal bij 105°C .

6. BEOORDELING VAN DE UITSLAGGEVOELIGHEID

- Vergelijk na afkoeling de geëxposeerde vlakken van de proefexemplaren met het normale blote oog en op een halve meter afstand met de overeenkomstige vlakken van de vergelijkingsexemplaren. Doe dit bij daglicht en een verlichtingssterkte van 500 Lux.
- Indien bij geen van de vijf proefexemplaren verkleuringen tengevolge van uitslag worden opgemerkt, luidt het oordeel over de partij, de vracht of de produktstroom in de periode van bemonstering:

"niet uitslaggevoelig"

- Wanneer van nabij bezien wel uitslag op één of meer proefexemplaren wordt geconstateerd, worden de betreffende vlakken tezamen met die van de vergelijkingsexemplaren onder dezelfde verlichtingsomstandigheden als vorenstaand vermeld, tegen een matzwarte achtergrond op een afstand van 4 meter opnieuw aanschouwd.
- Indien de uitslag op deze afstand bij geen van de proefexemplaren meer wordt opgemerkt luidt het oordeel:

"in lichte mate uitslaggevoelig"

- Indien de uitslag op deze afstand bij één of meer proefexemplaren wel zichtbaar is luidt het oordeel:

"uitslaggevoelig"

- Schraap van de proefexemplaren, die uitslag vertonen een monster van de afgezette stof in een reageerbuis.
- Stel aan de hand van een kwalitatief chemisch onderzoek de aard van de uitslag vast.
- Vermeld het verkregen resultaat bij de beoordeling.
- Vermeld de toestand van het produkt bij de monsterneming, alsmede opslagcondities en periode van opslag vóór de beproeving, in het beproevingsrapport.

C. T. I. - TNO

EX. NR.

40

7. TOELICHTING OP HET ONTWERP VAN DE UITSLAGTOETS

Er werd besloten, de gevoeligheid van keramische produkten voor de vorming van uitslag, zoals te doen gebruikelijk, te beoordelen aan proefexemplaren, waarin door capillaire wateraanzuiging een waterstroming wordt onderhouden naar een oppervlak dat aan verdamping blootstaat. Bij het ontwerp werd geen rekening gehouden met bijzondere invloeden van mortel en milieu op de vorming van uitslag. Gemeend wordt, dat deze invloeden aan de hand van speciaal daarop gericht onderzoek, door een wijziging van de specificatie van het waterig milieu waarin de proef plaats vindt, dienen te worden vastgesteld.

Er is naar gestreefd de methode van onderzoek voor een zo groot mogelijk assortiment bouwnijverheidskeramiek en op elk keramisch bedrijf uitvoerbaar te doen zijn.

Als verdampend oppervlak wordt een hoofdzichtvlak van het produkt voorgesteld. De andere vlakken met uitzondering van het aanzuigvlak worden afgedekt. Een beoordeling van uitslagvorming aan een breukvlak wordt onvoldoende relevant en alleen voor bedrijfsinterne kwaliteitscontroles verdedigbaar geacht.

Uitslagproeven aan twee partijen vormbakstenen en één partij volle strengpersstenen, die waren vervaardigd uit kalkhoudende rivierkleien, toonden aan, dat snelheid van waterverdamping, watertemperatuur (proeven bij 20, 40, 60 en 90°C), alsmede de hoogte van het waterniveau naast de aan verdamping blootgestelde proefobjecten, van invloed zijn op hoeveelheid en aard van de gevormde uitslag. Op grond hiervan werd besloten deze omstandigheden in het proefvoorschrift te specificeren en zoveel mogelijk in overeenstemming te kiezen met de omstandigheden waaronder zich in werkelijkheid uitslag kan vormen.

Aan de hand van weerkundige gegevens van het KNMI werd een schatting gemaakt van de verdampingssnelheid bij convectieve warmteoverdracht aan met water verzadigde muurvlakken in de maand mei. De maand mei werd gekozen omdat in deze tamelijk droge maand, die volgt op een doorgaans langdurige natte periode, de kans op de vorming van uitslag op daarvoor gevoelige produkten betrekkelijk groot is.

De resultaten van de globale calculaties zijn in bijlage 01 opgenomen. Gevonden wordt een etmaalgemiddelde voor de verdampingssnelheid van $15 \cdot 10^{-6}$ kg/(m².s). Door zonnestraling en transmissiewarmte zal het werkelijke etmaalgemiddelde hoger zijn. In het proefvoorschrift wordt een verdampingssnelheid liggende tussen $21 \cdot 10^{-6}$ kg/m².s) en $29 \cdot 10^{-6}$ kg/(m².s) voorgesteld. - Nagegaan werd in hoeverre bij deze verdampingssnelheden ook bij sterk gesinterde produkten een waterverdamping aan de oppervlakte verzekerd is.

Voor het door de oppervlaktespanning bewerkstelligde watertransport in een capillair-poreus systeem van beperkte afmetingen kan worden afgeleid:

$$\frac{dm}{dt} = \frac{AB}{2x}$$

Hierin is:

- $\frac{dm}{dt}$, de maximale waterstroomdichtheid in kg/(m².s) bij een afgelegde weg gelijk aan x m
- A , de waterabsorptiecoëfficiënt in kg/(m².s^{0,5})
- B , de waterpenetratiecoëfficiënt in m/s^{0,5}

Onderstaande tabel toont voor enkele metselbaksteen kwaliteiten de maximale waterstroomdichtheid bij een aanzuigtraject van 100 mm.

kwaliteit	A	B	$\frac{dm}{dt}$
boerengrauw	0,32	$1,10 \cdot 10^{-3}$	$1800 \cdot 10^{-6}$
hardgraauw	0,19	$0,85 \cdot 10^{-3}$	$800 \cdot 10^{-6}$
klinker	0,04	$0,60 \cdot 10^{-3}$	$120 \cdot 10^{-6}$

De getalwaarden voor A en B werden ontleend aan van der Klugt. (Hygrische eigenschappen van bouwmaterialen IBBC-TNO rapport nr BI 72-75).

Op grond van deze uitkomsten voor $\frac{dm}{dt}$ is een gemiddelde verdampingssnelheid van $25 \cdot 10^{-6} \text{ kg/m}^2 \cdot \text{s}$), ook bij sterk gesinterde produkten, laag genoeg voor een wateraanvoer over 100 mm tot aan de oppervlakte.

Andere overwegingen, die bij de keuze van de verdampingssnelheid een rol hebben gespeeld zijn:

- de wens, de proeftijdsduur te beperken tot 160 à 200 uren, onder handhaving van een voldoende grote totale hoeveelheid verdampt water ($16,0 \text{ kg/m}^2$) om uitslagvorming te kunnen bewerkstelligen.
- de eis, dat de verdampingssnelheid in zomer en winter met zeer eenvoudige middelen gerealiseerd moet kunnen worden.

Voorgesteld wordt verder, het over een hoogte van maximaal 100 mm aan de zij-kanten met watervast plakband bedekte proefstuk, tot op circa 5 mm onder het geëxposeerde vlak in demi-water te plaatsen.

Uit het onderzoek bleek, dat door deze maatregel de vorming van uitslag op daarvoor gevoelige produkten wordt bevorderd. Het geëxposeerde oppervlak blijkt onder deze omstandigheden tijdens de verdamping sterker te glanzen dan wanneer het waterniveau naast het produkt zich op bijvoorbeeld 80 mm onder het expositievlak bevindt. De kromming van de menisci aan het oppervlak is kleiner, terwijl ook de zeer grove poriën geheel met water gevuld zijn.

Andere overwegingen die tot dit voorstel hebben geleid waren:

- de verdampingssnelheid per oppervlakte eenheid wordt eenvoudiger meetbaar
- de verdampingssnelheid kan beter worden beheerst, aangezien de warmtetoevoer door geleiding via de zijkanten van het produkt naar het verdampend oppervlak wordt beperkt.

Na ampele overweging wordt gemeend, dat de voordelen verbonden aan het relatief hoge waterniveau naast de geëxposeerde produkten opwegen tegen nadelen als:

- het moeilijk transportabel zijn van de proefopstelling
- het binnendringen van water in de holten van geperforeerde produkten, waardoor een extra uitloging in een ongewenste richting ontstaat.

De hoogte waarover de produkten met plakband worden omwikkeld bedraagt in het voorstel maximaal 100 mm. Het werd niet zinvol geacht de transportweg voor het water bij grote produkten langer dan 100 mm te kiezen. Produkten die in de geëxposeerde positie hoger zijn dan 150 mm kunnen tot op laatstgenoemde maat worden verkleind, indien zo'n maatregel de uitvoering van de proef vereenvoudigt.

Uit de steekproef van 125 exemplaren worden 15 exemplaren geselecteerd, waarvan vijf proefexemplaren, vijf vergelijkingsexemplaren en vijf exemplaren om de paarvorming te vergemakkelijken. De vijf vergelijkingsexemplaren kunnen eventueel voor chemisch onderzoek gebruikt worden terwijl de vijf niet gebruikte exemplaren voor een gestandaardiseerde vorstbestandheidsbeproeving van bouwnijverheidskeramiek in aanmerking komen.

Langdurige opslag van bouwnijverheidskeramiek, in een door regen, spatwater, optrekkend water en condensatie, vochtig en reactief milieu, kan de vorming van uitslag bij de proef bevorderen. Dit is een omstandigheid, die een objectieve beoordeling van partijen, die vóór de voorgestelde beproeving onder verschillende condities werden opgeslagen, bemoeilijkt. Het oordeel over een partij zal terecht of ten onrechte afhankelijk zijn van de zorg en de kosten, die aan de opslag zijn besteed. Toestand bij de monsterneming, opslagcondities en periode van opslag, dienen daarom steeds in het onderzoekingsrapport te worden vermeld.

C. T. I. - TNO

EX. NR.

40

Bijlage 01

Waterverdamping bij warmtetoevoer door convectie aan grote oppervlakten

Waarnemingen te	Den Helder mei-gemiddelden			Maastricht mei-gemiddelde		
	max 1400 uur	min 0200 uur	etmaal gemidd.	max 1400 uur	min 0200 uur	etmaal gemidd.
Klimatologische gegevens						
temperatuur θ °C	14,2	8,7	11,3	19,5	9,2	14,0
natteboltemperatuur ϑ °C	11,4	8,0	9,7	14,1	8,0	11,1
$\theta - \vartheta$ °C	2,8	0,7	1,6	5,4	1,2	2,9
relatieve vochtigheid ψ %	74	86	80,3	56	87	71,4
windsnelheid op 6 m hoogte m/s	6,1	5,1	5,6	3,7	1,7	2,6
windsnelheid tussen bebouwing m/s	4,1	3,4	3,7	2,5	1,1	1,7
luchtsnelheidsfactor K_v	6,65	5,74	6,13	4,57	2,75	3,53
verdampingsnelheid $10^{-6} \text{ kg}/(\text{m}^2 \cdot \text{s})$	27,7	6,0	14,6	36,8	4,9	15,2

OPMERKINGEN:

De klimatologische gegevens zijn ontleend aan waarnemingen van het KNMI. De windsnelheid tussen de bebouwing werd geschat. De verdampingssnelheid is berekend met de formule van Van der Held in vereenvoudigde gedaante.

$$\Phi = 1,49 \cdot 10^{-6} k_v (\theta - \vartheta)$$

Hierin is:

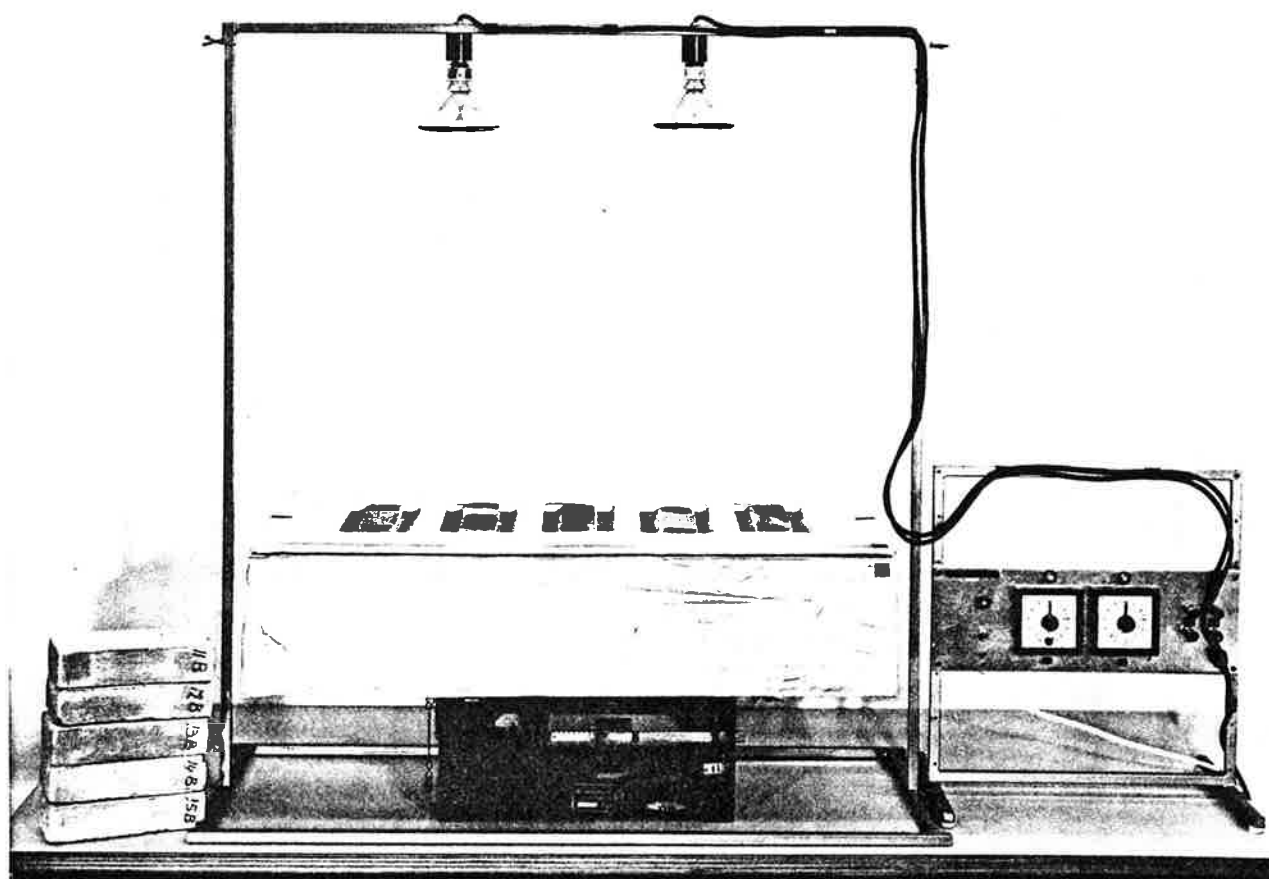
Φ = massastroomdichtheid van verdampt water $\text{kg}/(\text{m}^2 \cdot \text{s})$

$k_v = 1,32 + 1,30 V$ (benadering geldig van 0,25 tot 5 m/s,
(fout maximaal 5 %)

V = luchtsnelheid ten opzichte van verdampend oppervlak m/s

De formule geldt alleen voor een verdamping van grote oppervlakten bij warmtetoevoer door convectie.

Bijlage 02



Proefopstelling voor de beoordeling van de uitslaggevoeligheid van metselbakstenen.

Opmerkingen:

Voor de uitvoering van bijzondere proeven worden hier vijf afzonderlijke expositiebakjes gebruikt.

Voor routine-onderzoek verdient het aanbeveling per selectie één bak te gebruiken, waarin vijf exemplaren van het produkt geplaatst worden.