

**hoofdafdeling  
maatschappelijke technologie**

organisatie voor  
toegepast-natuurwetenschappelijk  
onderzoek

SNELLE SLIBANALYSE VOOR  
BEDRIJFSLABORATORIA  
IN DE KERAMISCHE INDUSTRIE  
door  
J.H. van der Velden

nijverheidsorganisatie



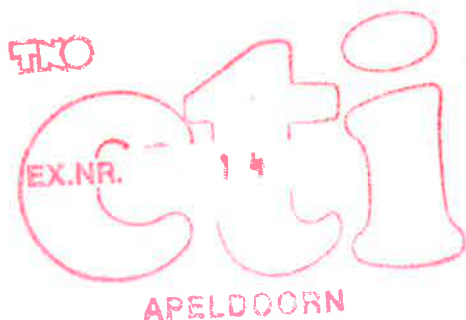
postbus 342  
7300 AH apeldoorn

bezoekadres  
laan van westenenk 501

telex 49095 tnoap  
telefoon 055 - 77 33 44

Ref. nr. : 79-02857  
Dossier : 8711-4018  
Datum : 8 maart 1979

Bestemd voor: De Nederlandse  
Grofkeramische  
Industrie



„Voor de rechten en verplichtingen van de opdrachtgever met betrekking tot de inhoud van dit rapport wordt verwezen naar de Algemene Voorwaarden van TNO”.

Niets uit deze uitgave mag worden verveelvoudigd en/of openbaar gemaakt door middel van druk, fotocopie, microfilm of op welke andere wijze ook, zonder voorafgaande schriftelijke toestemming van TNO. TNO aanvaardt geen enkele aansprakelijkheid met betrekking tot de inhoud en/of de vorm van deze uitgave.

<u>INHOUDSOPGAVE</u>	pag.
SAMENVATTING	3
DEEL I INLEIDING	4
DEEL II ALGEMENE VOORZIENINGEN	5
DEEL III BEWERKING VAN LABORATORIUMMONSTERS	6
1. Toepassing	6
2. Beginsel	6
3. Hulpstoffen	6
4. Gereedschappen	6
5. Werkwijze	7
DEEL IV SNELLE SLIBANALYSE	9
1. Toepassing	9
2. Beginsel	9
3. Hulpstoffen	12
4. Apparatuur en gereedschappen	12
5. Werkwijze	14
5.1 Watergehaltebepaling	
5.2 Voorbehandeling van de proefeenheid	
5.3 Slibanalyse	
5.4 Verwerking van de waarnemingen	
DEEL V SPECIFICATIES EN IJKINGEN	19
1. Specificatie van het bezinkvat	19
2. Calibratie van het bezinkvat	19
2.1 Taak	
2.2 Werkwijze	
3. Specificatie van de areometer	19

(VERVOLG INHOUDSOPGAVE)

	pag.
4. Schaalcorrectie S van de areometer	19
4.1 ijktaak	
4.2 werkwijze	
5. Temperatuurcorrectie T	21
DEEL VI LITERATUUROPGAVE	22
BIJLAGEN 01 t/m 09	

## SAMENVATTING

Onder auspiciën van de Nederlandse baksteen- en kleidakpannenindustrie werd de areometermethode voor de leemgehaltebepaling in kleigronden geanalyseerd en verder ontwikkeld. Als resultaat van dit onderzoek wordt een gedetailleerd voorschrift gepresenteerd van een slibanalyse, die op een bedrijfslaboratorium met eenvoudige middelen in ruim een half uur kan worden uitgevoerd. De productiecapaciteit van één analyse-eenheid bedraagt vier analyses per uur. Het rapport geeft tevens richtlijnen voor de inrichting van een slibanalyse-laboratorium en voor de verwerking van laboratoriummonsters tot analysemonsters. Ook de ijking van de apparatuur wordt behandeld.

## DEEL I INLEIDING

De korrelgrootteverdeling van een kleigrond en in het bijzonder de korrelfractie kleiner dan 10  $\mu\text{m}$  is in de grofkeramische industrie een belangrijk gegeven voor het beoordelen van de gebruikswaarde van een klei en voor de controle op de constantheid van de grondstoffensamenstelling.

Centrale routinelaboratoria zijn gespecialiseerd in een vlotte analyse van ontvangen monsters. In een aantal gevallen dient de informatie over de samenstelling van de klei echter op zeer korte termijn ter beschikking te komen en levert bijvoorbeeld de tijd, die gemoeid is met de toezending van het monster naar het laboratorium, problemen op. Dit verklaart de behoefte aan een snelle analysemethode, die op de fabriek zelf met eenvoudige middelen kan worden uitgevoerd. Hiervoor komt vooral de door Casagrande [1] ontwikkelde areometermethode in aanmerking. In de veertiger en vijftiger jaren pasten Hisschemöller, Verhorst en Voskuil de uitvoering van de bepaling op overigens onderling verschillende manieren aan Nederlandse eisen en omstandigheden aan.

Gezien de nog steeds aanwezige belangstelling voor een snelle en voldoende betrouwbare slibanalyse, werd besloten tot een herwaardering van de in de praktijk reeds gebezigde areometermethoden. Onder auspiciën van de Nederlandse Baksteen- en kleidakpannenindustrie werd tevens gezocht naar mogelijkheden de totale tijdsduur van de slibanalyse verder te bekorten en de leemgehaltebepaling met moderne hulpmiddelen minder bewerkelijk te maken. De uitkomsten van de analyses werden daarbij steeds vergeleken met die van de gestandaardiseerde pipetmethode van Köhn [2].

Het onderzoek, waarbij een aantal potentiële oplossingen op praktische bruikbaarheid werd getoetst, leidde tot het in dit rapport beschreven voorstel voor de uitvoering van slibanalyse met behulp van een areometer.

## DEEL II ALGEMENE VOORZIENINGEN

- Voor het uitvoeren van slibanalyses dient een geventileerde, goed verlichte ruimte met een stevige vloer en een wateraansluiting beschikbaar te zijn. Een vloeroppervlak van circa 7,5 m<sup>2</sup> is reeds voldoende. Er zijn vier wandcontactdozen nodig à 1,5 kW per aansluitpunt.
- Voor het reinigen van de apparatuur installeer men een ruime spoelbak en een klein aanrecht met bergruimte voor reinigingsmiddelen. Men zorg voor een ruime water- en slibafvoer.
- Voor de voorbehandeling van de proefeenheid kiez men een stevige van laden voorziene, 900 mm hoge tafel met een tegen hitte en chemische aantasting beschermd bovenblad van bijvoorbeeld 600 x 1500 mm.
- Voor het wegen van de monsters en voor de meetopstelling is een robuuste 750 mm hoge tafel met een hardstenen bovenblad van minimaal 900 x 600 x 80 mm nodig.
- Een ruim monsterrek, een kast, een stoel, een gemakkelijk te onderhouden vloerbedekking, een stofzuiger, een afvalbak en reinigingsmiddelen completeren de algemene uitrusting van het vertrek.
- Een tafel voor het sorteren en bewerken van de aangevoerde monsters plaatse men, ter vermindering van stofoverlast in het laboratorium, bij voorkeur in een aangrenzende ruimte. Men kiez hiervoor een stevige 900 mm hoge tafel met een aluminium of zinken bovenblad van bijvoorbeeld 750 x 1500 mm.

## DEEL III BEWERKING VAN LABORATORIUMMONSTERS

III-1. Toepassing

Het voorschrift heeft betrekking op kleimonsters die op het bedrijfslaboratorium, dan wel elders, dienen te worden geanalyseerd.

III-2. Beginsel

Het aangevoerde monster wordt geregistreerd en geinspecteerd. Vervolgens wordt het in opeenvolgende fasen steeds beter gehomogeniseerd en gesplitst. In elke volgende fase wordt slechts een deel van het monster verder bewerkt, tot dat tenslotte een analysemonster van rond 125 g ter beschikking staat.

III-3. Hulpsstoffen

	omschrijving	aantal	eenheid	nr	prijs
3.1	stevig papier of plastic folie	25	m	-	
3.2	labels	200	st	-	
3.3	analyseformulieren (bijl.:01)	zie onder IV-3.3			
3.4	schrijfstiften	2	st	-	
3.5	plastic zakjes	200	st	-	
3.6	binddraad	20	m	-	
3.7	etiketten (40 x 25)	100	st	-	

III-4. Gereedschap

	omschrijving	aantal	eenheid	nr	prijs
4.1	schalen, emaille 420x320x100	2	st	102 B 8	
4.2	mortieren, di = 180 Ø, porselein	1	st	909 B 17	
4.3	mortieren, di = 90 Ø, porselein	1	st	909 B 14	
4.4	stampers, l = 200, porselein	1	st	909 B 39	
4.5	stampers, l = 130, porselein	1	st	909 B 36	

	omschrijving	aantal	eenheid	nr	prijs
4.6	kaphamers	1	st	-	
4.7	hamers, hardhout	1	st	-	
4.8	messen, 2 maten	2	st	-	
4.9	staalborstels	1	st	-	
4.10	scheppen, staal 150 x 80	1	st	1283 B 3	
4.11	dozen, polyetheen	zie onder V-4		23	

### III-5. Werkwijze

- 5.1 Registreer het in bewerking te nemen laboratoriummonster op een in duplo op te stellen analyserapport (bijlage 01) onder een referentienummer, waarin datum en volgnummer van aanvoer zijn opgenomen.
- 5.2 Vermeld de naam van het bemonsterde object, alsmede plaats, datum en tijdstip, waarop het monster werd getrokken.
- 5.3 Noteer merk en grootte (g, kg) van het monster.
- 5.4 Leg het monster op de sorteertafel uit op een onderlaag van stevig papier of plastic folie.
- 5.5 Geef het aantal en de soort eenheden aan, waaruit het monster is samengesteld en beschrijf de uiterlijke kenmerken.
- 5.6 Maak aantekeningen van eventuele extra bewerkingen, die het monster voor de analyse zal ondergaan. Bedoeld worden, het ontzanden van het monster, het verwijderen van grove toeslagstoffen en dergelijke. De separatietechniek wordt naar bevind van zaken gekozen.
- 5.7 Verklein de stukgrootte van de samenstellende delen van het monster met de aangegeven gereedschappen, dan wel met de hand zodanig dat de massa per brokje ten hoogste  $1/40$  ( $2\frac{1}{2}\%$ ) van de massa van het gehele monster bedraagt.
- 5.8 Meng de massa voorzichtig, zonder stuiven, grondig dooreen.
- 5.9 Neem, indien de massa van het monster 250 à 500 g bedraagt, een steekproef, bestaande uit verscheidene grepen, met een totale massa van rond 125 g.



- 5.10 Homogeniseer deze afgezonderde massa zodanig, dat de in de steekproef herkenbare aggregaten lichter zijn dan 0,2 g.
- 5.11 Verzamel het verkregen analysemonster in een doosje van kunststof. Voorzie de doos van monstermerk en referentienummer. Sluit het doosje af en zet het op een koele plaats gereed voor de uitvoering van de slibanalyse.
- 5.12 Bewaar, voor zover nodig, de van de 250 à 500 g resterende hoeveelheid in een afgesloten en zowel in- als uitwendig van gemerkte labels voorzien kunststofzakje.
- 5.13 Reinig direct daarop alle gebruikte gereedschappen.
- 5.14 Spreid monsters, die groter zijn dan 500 g, na behandeling 5.8 zodanig op een vierkant grondvlak uit, dat de hoogte minimaal 1/10 en maximaal 1/6 is van de lengte van de vierkantzijde.
- 5.15 Splits door kwarteren de helft van het monster af en voer deze af.
- 5.16 Homogeniseer de resterende helft van het monster zodanig, dat de massa per brokje wederom ten hoogste 2½% van de massa van het overgebleven monster bedraagt.
- 5.17 Meng de massa wederom voorzichtig, zonder stuiven, dooreen.
- 5.18 Herhaal de handelingen 5.14 tot en met 5.17 tot het resterende monster een massa bezit van 250 à 500 g en besluit met de van punt 5.9 tot en met punt 5.13 aangegeven procedure.

## DEEL IV SNELLE SLIBANALYSE

IV-1. Toepassing

Het voorschrift geeft gedetailleerde aanwijzingen voor de bepaling van een karakteristieke korrelfractie van kleien. De analyseduur bedraagt ongeveer dertig minuten. Met één analyseeenheid kunnen maximaal vier monsters per uur worden geanalyseerd.

IV-2. Beginsel

Een in water gedispergeerd kleimonster laat men in een cilindrisch vat (bijlage 02) bezinken. De zich boven een bepaald niveau bevindende suspensie (circa 500 ml, met een laagdikte van 140 mm) wordt na een voorgeschreven bezinkperiode (circa 10 minuten) in haar geheel afgetapt. De aftap geschiedt op het moment, dat alle suspensiedeeltjes groter dan  $16 \mu\text{m}$  het aftapniveau juist zijn gepasseerd. (Stokes).

Uit de met een areometer bepaalde dichtheid van de afgetapte en gehomogeniseerde suspensie wordt het percentage afgeslibde vaste stof kleiner dan  $16 \mu\text{m}$  berekend. [4] Dit "percentage afslibbaar onder  $16 \mu\text{m}$ ", aan te duiden met het symbool "S 16" is een maat voor de vetheid van het kleimonster.

De wijze van afslibbing onderscheidt zich van andere methoden [3] door:

- een ongestoorde bezinking van de suspensie tot ver onder het aftapniveau.
- een vrijwaring van het aftapkanaal van een voortijdige indringing van de suspensie.
- een snelle aftap in minder dan vijf seconden via een in stromings-technisch opzicht gunstig gesitueerd kanaal in de as van het bezinkvat.
- een aftap met een in hoofdzaak neerwaarts gerichte toestroming van de suspensie, waardoor relatief weinig reeds tot onder het aftapniveau bezonken deeltjes mede worden afgevoerd.
- een eenvoudige uitvoering van het bezinkvat.
- een overzichtelijke en weinig plaatsruimte vergende opstelling van bezink- en opvangvat onder elkaar.

Het gevonden percentage afslibbaar onder 16  $\mu\text{m}$  (S 16) is lager dan de fractie kleiner dan 16  $\mu\text{m}$  (f 16), die in het oorspronkelijke monster aanwezig is en die bijvoorbeeld met de pipetmethode van Köhn [2] kan worden bepaald. Een deel van de oorspronkelijk in de afgetapte suspensie laag aanwezige deeltjes kleiner dan 16  $\mu\text{m}$  is immers tijdens de bezinking ook reeds tot beneden het aftapniveau gezonken en wordt niet afgeslibd.

S 16 mag dan ook niet met f 16 worden verward.

Ofschoon het percentage afslibbaar onder 16  $\mu\text{m}$  in het algemeen toereikend is voor de bedrijfsinterne grondstofcontrole, kan het gewenst zijn een S 16-uitkomst te correleren met het traditioneel gehanteerde leemgehalte (f 10) van het betreffende monster.

Voor het theoretisch onderzoek naar dit verband [4] werd gebruik gemaakt van het feit, dat het massapercentage deeltjes met een diameter  $\leq d$ , groter dan 2  $\mu\text{m}$ , doch kleiner dan 16  $\mu\text{m}$  doorgaans bij benadering rechtlijnig verloopt met de logaritme uit d (bijlage 03).

De helling  $a = \text{tg } \alpha$  van de sommatiecurve in dit korrelgroottegebied bedraagt voor een gegeven kleimonster:

$$a = \frac{(f 16 - f 2)}{\log 16 - \log 2} = \frac{(f 16 - f 2)}{0,903}$$

Aan de hand van dit gegeven, kan de navolgende globale betrekking tussen het percentage afslibbaar onder 16  $\mu\text{m}$  (S 16) en het leemgehalte (f 10) worden afgeleid [4]:

$$f 10 = S 16 + 0,013.a$$

De orde van grootte van a is bij Nederlandse jonge rivierkleien 25 en bij magere lösslemen 10.

De getalwaarde van a is uiteraard mede afhankelijk van de mate waarin men er bij de voorbehandeling van de proefeenheid in slaagt, de korrelagregaten in afzonderlijke deeltjes te splitsen.

Uit het vorenstaande volgt, dat de helling van de sommatiecurve een te verwaarlozen invloed heeft op het uit S 16 berekende leemgehalte en dat S 16 praktisch gelijk is aan f 10.

Zou men door een andere keuze van de bezinkingstijd bijvoorbeeld het percentage afslibbaar onder 10  $\mu\text{m}$ , dus S 10, bepalen, dan wordt de relatie met f 10 [4]:

$$f\ 10 = S\ 10 + 0,217.a$$

De invloed van de helling a van de sommatiecurve op f 10 is dan niet meer te verwaarlozen en blijkt bijvoorbeeld uit de analyseuitkomsten van Verhorst [5].

Bij het correleren van S 16-uitkomsten met leemgehalten dient men overigens wel te bedenken, dat noch een suspensieafzuiging bij de traditionele leemgehalte-bepaling volgens Köhn, noch de afslibbing van het monster bij de bepaling van S 16, geheel beantwoorden aan de modelvoorstellingen, die aan de berekening van de betreffende korrelfracties ten grondslag liggen. De hieruit mogelijk voortvloeiende kleine verschillen in de uitkomsten van S 16 en f 10 kunnen, voor zover nodig, door onderlinge vergelijking van de analyseresultaten met een correctiefactor q in rekening worden gebracht.

$$f\ 10 = q \cdot S\ 16$$

IV-3. Hulpstoffen

	omschrijving	aantal	eenheid	nr	prijs
3.1	aluminiumfolie, d=0,01;b=300	25	m	003 B 6	
3.2	waarnemingenstaten (bijlage 04)	500	st	-	
3.3	analyseformulieren (bijlage 01)	500	st	-	
3.4	weegpapiertjes	1000	st	152 B 20	
3.5	gedemineraliseerd water	100	l	-	
3.6	natriumoxalaat (Na <sub>2</sub> C <sub>2</sub> O <sub>4</sub> ), zuiver	1000	g	-	
3.7	lab.-wasmiddel "Sparkleen"	6	kg	1180 B 1	

IV-4. Apparatuur en gereedschappen

	omschrijving	aantal	eenheid	nr	prijs
4.1	balans, weegbereik 311 g, gevoeligheid 0,01 g (Cent-O-Gram, Ohaus)	1	st	139 B 1	
4.2	Kookplaat, 1500 W, 220 V, 7 standen	1	st	38 B 8	
4.3	magneetroerder m. verwarmingsplaat 500 W, 220 V	1	st	1762 B 3	
4.4	bezinkvat, perspex, (V-1, bijl. 7)	1	st	-	
4.5	zeef messing, maaswijdte 125 µm, d = 200 Ø, h = 50	1	st	1651 B 8	
4.6	lab.thermometer -10/+30;0,1°C	2	st	1418 B 8	
4.7	lab.thermometer -10/+100;1°C	1	st	1418 B 2	
4.8	stopwatch, 0-60 min, 0-60 s. (Heuer nr. 503.901)	1	st	1511 B 1	
4.9	areometer (V-3) nr.L20H-805.040.s	2	st	-	
4.10	statief, h = 1000 mm - staal 13/8	1	st	688 B 10	
4.11	dubbelton-klemmen d = 13/13 Ø	3	st	670 B 2	
4.12	draagklem (Fisher nr.9-490)	1	st	666 B 2	

	omschrijving	aantal	eenheid	nr	prijs
4.13	statiefringen, d = 100 Ø	1	st	677 B 2	
4.14	thermometerklem (Fisher nr.5-809)	1	st	668 B 1	
4.15	kettingklemmen (Fisher nr. 5-745)	2	st	667 B 1	
4.16	luchtpompje (silent, 300 l/h)	1	st	791 B 1	
4.17	bellenbuis, kunststof d <sub>i</sub> = 9 à 10 Ø; l = 500	1	st	-	
4.18	slang, kunststof, d = 7/10 Ø	2	m	1260 B 6	
4.19	slangklem (Fisher nr. 5-847)	1	st	1263 B 1	
4.20	maatcilinder, polypropeen, hoog model, 1000 ml (bellenvat)	1	st	823 B 7	
4.21	signaalklok, 0-15 min	1	st	1515 B 1	
4.22	vergrootglas	1	st	-	
4.23	dozen, polyetheen, 88 x 80 x 68	40	st	088 B 6	
4.24	bekerglazen, 800 ml, laag model	10	st	155 B 10	
4.25	maatcilinders, glas, 250 ml, laag model	2	st	820 B 15	
4.26	maatcilinders, glas, 500 ml hoog model	3	st	820 B 7	
4.27	pipet met zuiger, 50 ml	1	st	1078 B 8	
4.28	ballonspuitfles, glas, 500 ml	1	st	495 B 2	
4.29	spuitfles polyetheen, 1000 ml	1	st	495 B 7	
4.30	voorraadfles, polyetheen, 5 l	1	st	488 B 12	
4.31	voorraadfles, bruin glas, wijde hals, 1000 ml	1	st	499 B 20	
4.32	decanteerflessen (H <sub>2</sub> O), 25 l	4	st	484 B 2	
4.33	tapkranen/decanteerflessen	4	st	484 B 4	
4.34	schaal, polypropeen d = 240 Ø	1	st	101 B 3	
4.35	trechters, polyetheen d = 100 Ø	1	st	1504 B 7	
	trechters, polyetheen d = 120 Ø	1	st	1504 B 8	
	trechters, polyetheen d = 150 Ø	1	st	1504 B 9	
4.36	roermagneten l = 30 d = 8 Ø	10	st	1227 B 3	

	omschrijving	aantal	eenheid	nr	prijs
4.37	roermagneetopnemer (Pick-up)	1	st	1229 B 6	
4.38	kroezentang, l = 200	1	st	1309 B 3	
4.39	spatellepel, l = 150	1	st	1280 B 3	
4.40	poederlepel, staal, l = 120	1	st	1281 B 2	
4.41	schaar, l = 160	1	st	1238 B 1	
4.42	pincet, staal, geribde bek	1	st	1068 B 1	
4.43	roerstaven l = 250	5	st	1235 B 3	
4.44	wissers, rubber, groot blad	2	st	1646 B 3	
4.45	reinigingsborstels l = 380	2	st	177 B 8	
4.46	reinigingskwasten b = 38	2	st	177 B 11	
4.47	merkpen, blauw (Marktex)	1	st	856 B 3	

#### IV-5. Werkwijze

##### 5.1 Watergehaltebepaling

5.1.1 Weeg op een stukje tot een bakje gevormde aluminiumfolie, zonder vochtverlies, in een dunne laag, circa 8 g van het doorengemengde analysemonster af tot op 0,01 g en noteer de massa op de waarnemingsstaat (bijlage 04). Sluit het monsterdoosje direct na de inweeg en zet het terug op een koele plaats.

5.1.2 Plaats de folie met de inweeg op een vooraf op 300 à 800 W ingeschakelde elektrische kookplaat en drijf op deze wijze in 20 à 30 minuten alle poriënwater uit het monster.

5.1.3 Weeg de folie met het gedroogde materiaal na enige afkoeling op de balans tot op 0,01 g, noteer de massa en werp de folie met het monster vervolgens in de afvalbak.

5.1.4 Bereken het watergehalte W van het analysemonster in % ( $\frac{m}{m_d}$ ), dat wil zeggen in massaprocenten van de droge massa, overeenkomstig de aanwijzingen op de waarnemingenstaat, ontleen de massa van de aluminiumfolie aan een weging van een groot aantal gelijke stukjes folie.

## 5.2 Voorbehandeling van de proefeenheid

- 5.2.1 Schat, vooruitlopend op de uitkomst van de watergehaltebepaling (5.1.4) het watergehalte  $W_s$  van het analysemonster in % ( $m/m_d$ ).
- 5.2.2 Bepaal op grond van die schatting een inweeg die ongeveer 40 g vaste stof bevat. Vermenigvuldig daartoe 40 met  $(1 + 0,01 \cdot W_s)$ .
- 5.2.3 Weeg deze hoeveelheid op een weegpapiertje af tot op 0,01 g. Noteer de massa  $G_v$  en breng de inweeg zonder verlies over in een laag model bekerglas van 800 ml.
- 5.2.4 Voeg 200 ml gedemineraliseerd water toe.
- 5.2.5 Doseer met een meetpipet 40 ml van een natriumoxalaatoplossing met een massaconcentratie van 25 g/l.
- 5.2.6 Breng een roermagneet in het bekerglas.
- 5.2.7 Verwarm de suspensie op een van een magnetische roerder voorziene elektrische kookplaat van 500 W, met ingeschakelde roerinrichting, zonder spatten in 15 minuten tot het kookpunt [6]. Controleer vervolgens met een spatel of een homogene suspensie is ontstaan. Zet de verwarming zonodig nog enige minuten voort.
- 5.2.8 Verwijder de roermagneet uit de suspensie. Spoel deze met een spuitfles met gedemineraliseerd water zorgvuldig in het bekerglas schoon.
- 5.2.9 Koel het bekerglas met suspensie vervolgens in een koud waterbad af.

## 5.3 Slibanalyses

- 5.3.1 Stel het bezinkvat gebruiksgereed op (bijlage 02). Plaats daartoe de staafvormige stop vertikaal op de afvoer van het in verticale positie aan een statief bevestigde vat en zet een hoog model maatcilinder van 500 ml onder de uitloop.
- 5.3.2 Breng de toebereide suspensie (5.2.9) met behulp van gedemineraliseerd water uit een spuitfles en een rubber spatel via een trechter in haar geheel over in het bezinkvat en vul met gedemineraliseerd water aan tot de merkstreep op het vat. Het totale suspensievolume  $V$  bedraagt dan circa 1 l. (De kalibratie van het bezinkvat vindt plaats overeenkomstig het gestelde in deel V onder 2.).



- 5.3.3 Zet het luchtpompje aan en stel het luchtdebiet zodanig in, dat de bellenstroom uit de bellenbuis het water in het bellenvat zonder spatten in heftige beroering brengt. (bijlage 05). Plaats de bellenbuis vervolgens in het bezinkvat en homogeniseer de suspensie door het uiteinde langzaam gedurende één à twee minuten over de bodem en in het bijzonder langs de randen daarvan heen en weer te bewegen. Zorg ervoor, dat de suspensie niet in draaiing geraakt.
- 5.3.4 Meet intussen de watertemperatuur in °C. Wacht met aflezen tot de aanwijzing constant is en noteer deze.
- 5.3.5 Trek de bellenbuis na deze handelingen in ongeveer één seconde rechtshandig uit de suspensie en zet onmiddellijk daaropvolgend de chronometer in werking. Plaats de bellenbuis terug in het bellenvat en noteer het begintijdstip van de bezinking.
- 5.3.6 Raadpleeg de bezinkingstabel (bijlage 06) [4] bij de gemeten suspensietemperatuur en laat de suspensie rustig bezinken tot de voorgeschreven bezinkingstijd bijna verstreken is. Gebruik voor het geven van een waarschuwingssignaal een signaalklokje.
- 5.3.7 Trek op het moment, dat de bezinkingstijd op de chronometer verstreken is, de staafvormige stop met een vlotte beheerste beweging rechtstandig uit het afvoergat omhoog.
- 5.3.8 Zet de maatcilinder met de opgevangen suspensie (circa 500 ml) vóór de bezinkvatopstelling en homogeniseer de suspensie gedurende 30 seconden op dezelfde wijze als aangegeven onder 5.3.3.
- 5.3.9 Trek de bellenbuis vervolgens rechtstandig in ongeveer één seconde uit de suspensie. Zet de buis snel terug in het bellenvat en plaats onmiddellijk daarop op soepele wijze de areometer in de vloeistof. Lees de areometerschaal zonder dralen met behulp van een vergrootglas af op de plaats waar de bovenkant van de vloeistofmeniscus de steel van de areometer raakt en noteer de waarneming  $P_V''$  in  $\text{kg/m}^3$ . Zet vervolgens het luchtpompje af.

5.3.10 Reinig direct na de analyse alle vaatwerk grondig met leidingwater. Voor de kwalitatieve indruk van het gehalte aan grove korrelfracties spoele men het bezinkvat schoon over een zeef van 125  $\mu\text{m}$ . De kwantitatieve bepaling is eveneens mogelijk, doch blijft hier onbesproken.

Droog het vaatwerk af en zet het stofvrij gereed voor een volgende analyse. Maak de areometer regelmatig met een ontvettingsmiddel schoon. Spoel na met gedemineraliseerd water.

#### 5.4 Verwerking van de waarnemingen

5.4.1 Bepaal aan de hand van de bij de areometer behorende ijkgrafiek de schaalcorrectie S, die van toepassing is op de afgelezen waarde (Zie deel V onder 4). Noteer S, met inachtneming van het teken, op de waarnemingenstaat.

5.4.2 Bepaal aan de hand van de tabel op bijlage 09 de temperatuurcorrectie T. (Zie deel V onder 5.).

Noteer T op de waarnemingenstaat met inachtneming van het teken.

5.4.3 Bereken aan de hand van de gegevens op de waarnemingenstaat het percentage afslibbaar onder 16  $\mu\text{m}$  met de navolgende formule. Let op het teken van de correcties S en T [4].

$$S_{16} = \frac{160,6 \cdot V \cdot (1 + 0,01 W)}{G_V} \cdot \{P_V'' - 1000 + S + T\}$$

Hierin is:

S<sub>16</sub> = percentage afslibbaar onder 16  $\mu\text{m}$  in % ( $\text{m}/\text{m}_\text{D}$ )

V = oorspronkelijk suspensievolume in l

W = watergehalte van profeenheid in % ( $\text{m}/\text{m}_\text{D}$ )

G<sub>V</sub> = afgewogen hoeveelheid vochtig monster in g

P<sub>V</sub>'' = aflezing van de areometer in  $\text{kg}/\text{m}^3$

S = schaalcorrectie in  $\text{kg}/\text{m}^3$

T = temperatuurcorrectie in  $\text{kg}/\text{m}^3$

5.4.4 Bereken het leemgehalte  $f_{10}$  in % ( $\frac{m}{m_d}$ ) door vermenigvuldiging van de gevonden waarde van  $S_{16}$  met de uit vergelijkend onderzoek resulterende factor  $q$ .

$$f_{10} = q \cdot S_{16}$$

5.4.5 Noteer de uitkomsten op het analyserapport

## DEEL V SPECIFICATIES EN IJKINGEN

V-1. Specificatie van het bezinkvat

Het bezinkvat is geheel van perspex vervaardigd. Bijlage 07 toont een maatschets van het vat. Bodem, aftapkanaal en rubberstop zijn ingelijmd.

V-2. Calibratie van het bezinkvat2.1 Taak

Het bezinkvat (bijlage 07) dient van een merkstreep te worden voorzien, die aangeeft tot welk peil het vat met suspensie moet worden gevuld. Tevens dient het daarbij behorende suspensievolume  $V$  te worden bepaald (circa 1 l.).

2.2 Werkwijze

2.2.1 Stel de positie van de merkstreep vast door, met water van  $20^{\circ}\text{C}$ , in het vertikaal opgestelde bezinkvat, het gemiddelde vloeistofniveau na de aftap van het water te bepalen en dit niveau te verhogen met 140 mm. Houd er rekening mee, dat het peil van de ondoorzichtige kleisuspensie aan de bovenrand van de meniscus wordt afgelezen.

2.2.2 Leid het suspensievolume  $V$  in l af uit een weging van het bezinkvat gevuld met gedemineraliseerd water van  $20^{\circ}\text{C}$  tot aan de merkstreep ( $f_{20} = 0,9982 \text{ kg/m}^3$ ) en een weging in lege droge toestand.

V-3. Specificatie van de areometer

Kies een areometer met een meetbereik van 1000 tot  $1020 \text{ kg/m}^3$ . Een schaalwaarde van  $0,2 \text{ kg/m}^3$  is voldoende. Een areometer, die aan deze specificatie voldoet, is die overeenkomstig DIN 12791.

V-4. Schaalcorrectie  $S$  van de areometer4.1 ijктаak

Een areometer wordt gewoonlijk geijkt voor een gebruik bij  $20^{\circ}\text{C}$ .

Dit betekent, dat de relatie tussen de areometeraflezing en de dichtheid van vloeistoffen van 20°C vastgesteld moet worden. Deze ijking wordt gewoonlijk in gespecialiseerde laboratoria verricht. Tevens dient er rekening mee gehouden te worden, dat de aflezing in kleisuspensie aan de bovenrand van de tegen de areometerschaal opgeklimmen vloeistof moet plaatsvinden en niet op het niveau van het vrije vloeistofoppervlak.

#### 4.2 Werkwijze

- 4.2.1 Bereid aan de hand van de gegevens op bijlage 08, in hoog modelmaatcilinders van 500 ml, een viertal NaCl-oplossingen in gedemineraliseerd water met dichtheden tussen 1002 en 1020 kg/m<sup>3</sup>.  
Breng de maatcilinders met inhoud in een waterbad op 20 +/- 0,1°C.
- 4.2.2 Reinig de van een registratienummer voorziene areometer met een ontvettingsmiddel.
- 4.2.3 Spoel de areometer met gedemineraliseerd water schoon en droog het instrument af. Zorg, dat de areometertemperatuur 20 +/- 1°C bedraagt.
- 4.2.4 Plaats de areometer achtereenvolgens in elk van de bereide oplossingen en lees met een vergrootglas zowel af op het niveau van het vrije vloeistofoppervlak, als aan de bovenrand van de vloeistofmeniscus. Herhaal vóór elke meting handeling 4.2.3.
- 4.2.5 Bereken de correctie Z in kg/m<sup>3</sup> voor de ter hoogte van het vrije vloeistofoppervlak in kg/m<sup>3</sup> afgelezen dichtheden.  
Onder "correctie" dient steeds de getalwaarde te worden verstaan, die, met inachtneming van het teken, bij de waargenomen waarde moet worden opgeteld.
- 4.2.6 Stel ook het gemiddelde verschil vast tussen de aflezingen aan het vrije vloeistofoppervlak en aan de bovenrand van de meniscus. Dit is de meniscuscorrectie M in kg/m<sup>3</sup>. Aangezien de getalwaarden op de steel van boven naar beneden toenemen, is de meniscuscorrectie op een aflezing aan de bovenrand van de meniscus steeds positief.
- 4.2.7 De totale schaalcorrectie S in kg/m<sup>3</sup> voor aflezingen in kleisuspensies berekene men uit  $S = (Z + M)$ .

4.2.8 Geef de schaalcorrecties zowel grafisch als tabellarisch weer in een bij de areometer behorende gedateerde ijkgrafiek.

V-5. Temperatuurcorrectie T [4]

De relatie tussen de te bepalen massaconcentratie aan vaste stof en de gemeten dichtheid van de suspensie is temperatuurafhankelijk. Die temperatuurafhankelijkheid kan met een correctie X (kg/m<sup>3</sup>) in rekening worden gebracht.

Voorts dient bij metingen in suspensies met een van 20°C afwijkende temperatuur rekening gehouden te worden met een miswijzing van de areometer vanwege de thermische volumeverandering van het areometergedeelte, dat zich onder het vloeistofoppervlak bevindt. De voor dit verschijnsel aan te brengen correctie Y in kg/m<sup>3</sup> bedraagt:

$$Y = - \gamma \cdot 10^3 \cdot (\theta - 20)$$

Hierin is  $\theta$  de temperatuur in °C waarbij de meting plaatsvindt en  $\gamma$  de kubieke uitzettingscoëfficiënt in K<sup>-1</sup> van de glassoort, waaruit de areometer is vervaardigd. Voor een areometer uit Jena-normaalglas, 16 III geldt:  $\gamma = 0,243 \cdot 10^{-4} - K^{-1}$ .

De correctie Y wordt dan:

$$Y = - 0,0243 (\theta - 20)$$

Op bijlage 09 zijn de correcties X en Y, alsmede de totale temperatuurcorrectie T = (X + Y) voor een ruim temperatuurgebied aangegeven.

De correctie X is onafhankelijk van de soort areometer en werd aan een tabellenboek met fysische gegevens van water ontleend.

De correctie Y heeft betrekking op de reeds genoemde glassoort. Voor in thermisch opzicht afwijkende glassoorten, dient de tabel op bijlage 09 aan de hand van de betreffende formule te worden gewijzigd.

DEEL VI LITERATUUROPGAVE

- [1] Casagrande, A., "Die Areometer-Methode zur Bestimmung der Kornverteilung von Böden".  
Springer, Berlin, 1934.
- [2] Velden, J.H. van der, "Onderzoeksvoorschrift Granulometrische Analyse van Keramische Grondstoffen (pipetmethode volgens Köhn)."  
CTI-TNO-rapport 76-07287
- [3] Gessner, H., "Die Schlämmanalyse".  
Akademische Verlagsgesellschaft, Leipzig, 1931.
- [4] Velden, J.H. van der, "Grondslagen van de slibanalyse".  
CTI-TNO-rapport 77-06089.
- [5] Verhorst, G.F., "Een snelle methode van kleionderzoek voor de bedrijfscontrole in de kleiindustrie".  
Mededeling no. 1. van het Keramisch Instituut TNO dd. mei 1944.
- [6] Velden, J.H. van der, "Voorbehandeling van de klei bij de granulometrische analyse".  
CTI-TNO-rapport 77-06092.

**ANALYSERAPPORT  
nr**

**BEDRIJFSLABORATORIUM**

bemonsteringsobject: ----- -----	bemonsteringsplaats: ----- -----	bemonsteringsdatum - tijdstip ----- -----
--	--	--

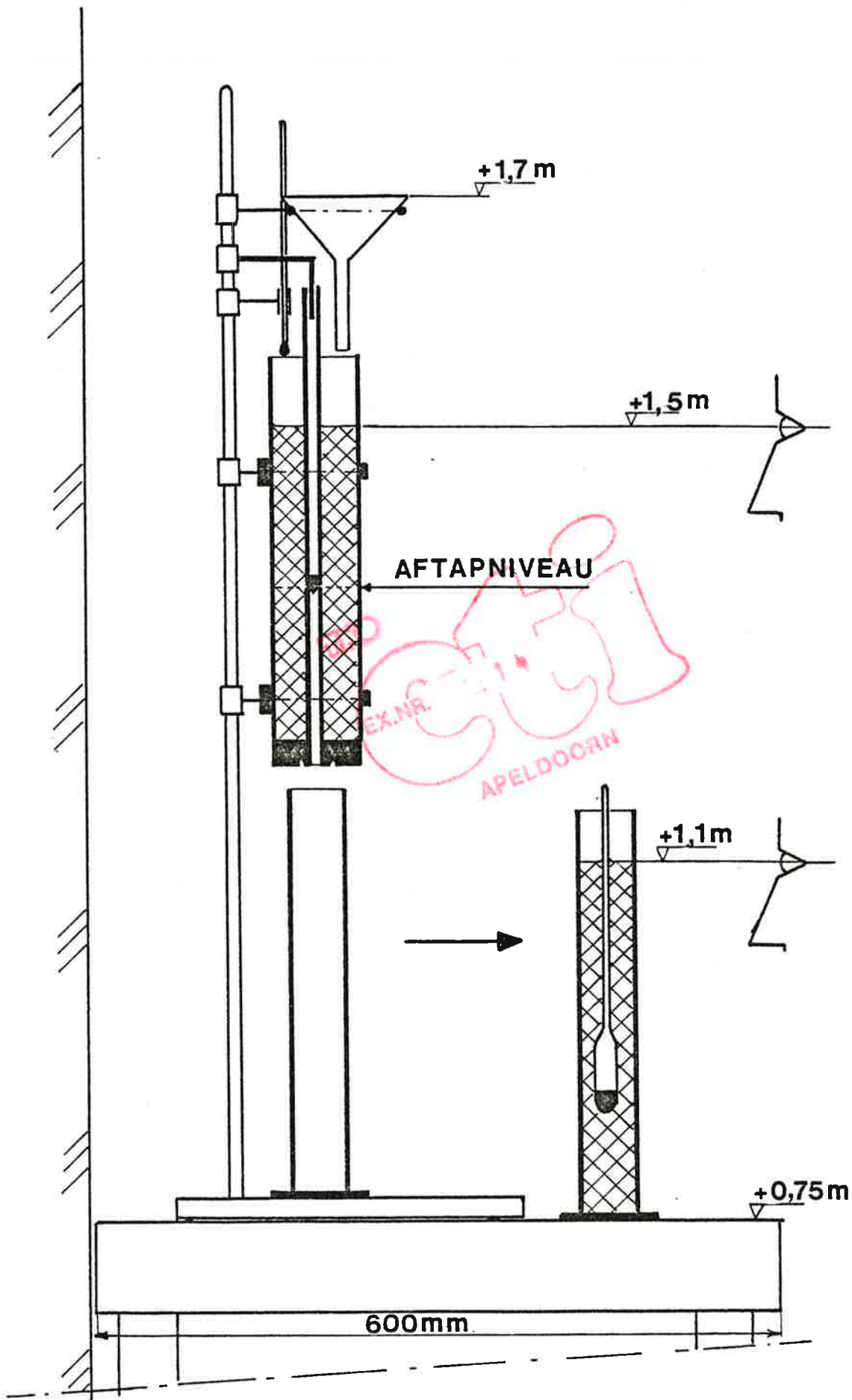
aantal/soort eenheden: ----- ----- ----- -----	uiterlijke kenmerken: ----- ----- ----- -----	extra bewerkingen: ----- ----- ----- -----
--	---	--

laboratoriummonster:	merk:	grootte:
----------------------	-------	----------

analyse	eenheid	uitkomst	laborato- rium	gereed dd.
-----	-----	-----	-----	-----
-----	-----	-----	-----	-----
-----	-----	-----	-----	-----
-----	-----	-----	-----	-----
-----	-----	-----	-----	-----
-----	-----	-----	-----	-----
-----	-----	-----	-----	-----
-----	-----	-----	-----	-----
-----	-----	-----	-----	-----
-----	-----	-----	-----	-----

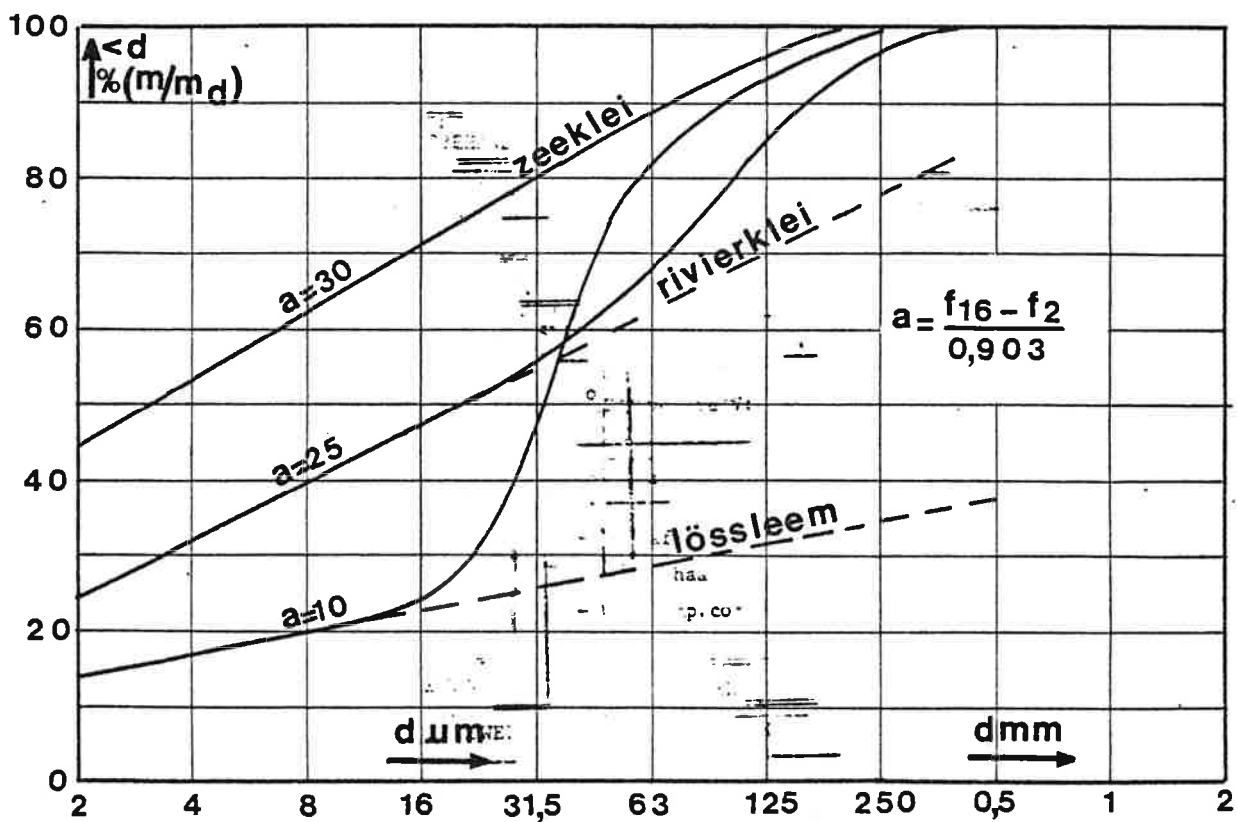
Opmerkingen:  
-----  
-----





APPARATUUR VOOR DE SLIBANALYSE

M.T. TNO  
 Grofkeramiek  
 doss: 4018  
 790312 bijlage: 02



KORRELGROOTTE VERDELINGEN VAN  
DRIE NEDERLANDSE KLEIEN

M.T.-TNO  
GROFKERAMIEK  
doss: 4018  
790312 bijl. 03

**SLIBANALYSE**

**WAARNEMINGENSTAAT**

datum:	analist:	merk:	reg.nr.:
--------	----------	-------	----------

**WATERGEHALTEBEPALING**

- al.bakje + klei, vochtig	g	al.bakje + klei, droog	g
- al.bakje + klei, droog	g	al.bakje, leeg	g
- massa water, w	g	massa klei, droog, m <sub>d</sub>	g
schatting watergehalte, W <sub>s</sub> : z <sup>(m/m<sub>d</sub>)</sup>		WATERGEHALTE W = $\frac{W}{m_d} \cdot 100 = z^{(m/m_d)}$	

**VOORBEHANDELING VAN PROEFEEENHEID**

schatting inweeg: 40(1+0,01.W <sub>s</sub> )=	g	ingewogen G <sub>v</sub> :	g
---	---	----------------------------	---

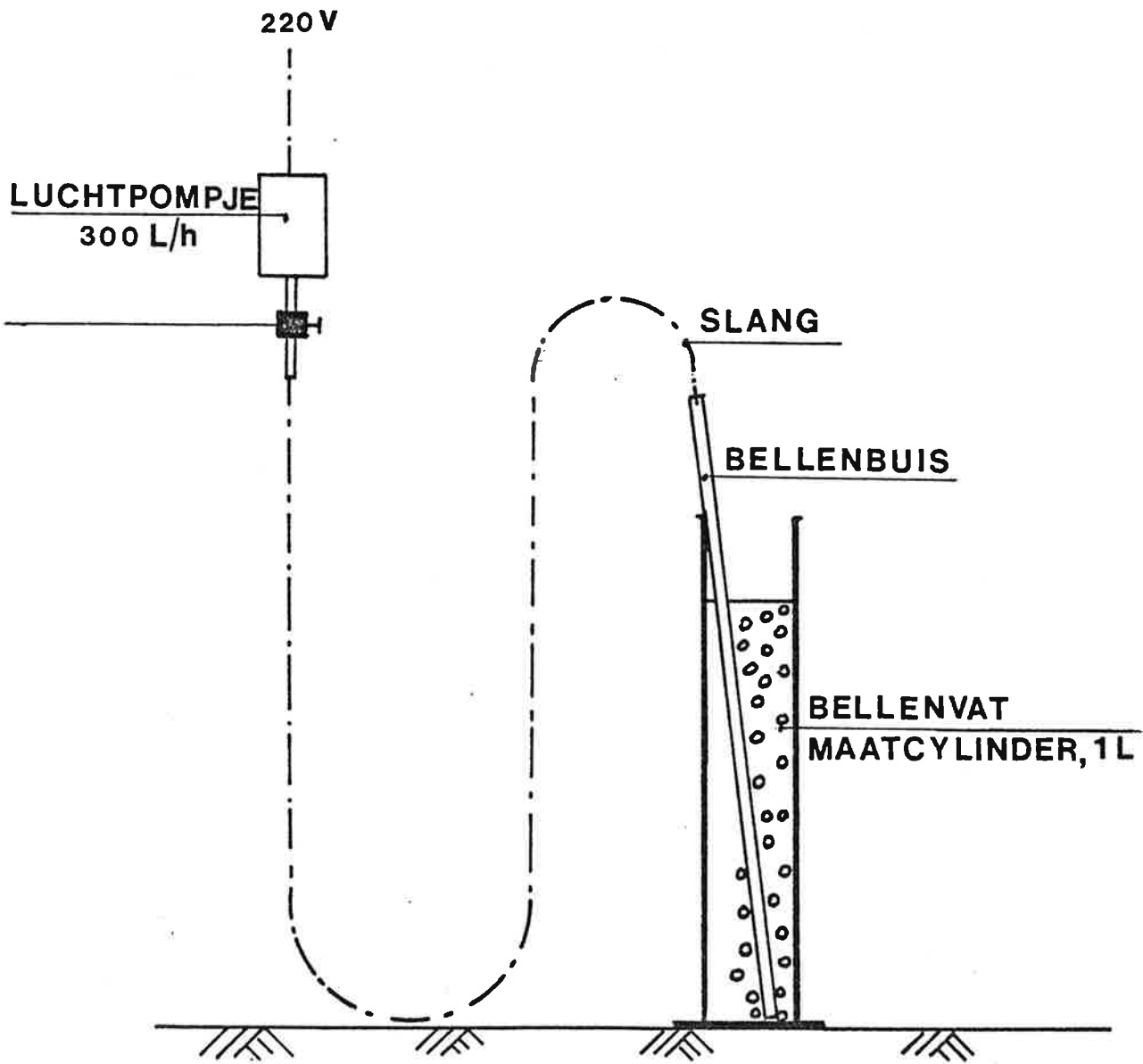
**SLIBANALYSE**

bezinkvat nr.:	temp.θ: °C			volume V: l	factor q:
	uur	min	sec	areometer-	
- begintijdstip			-	aflezing P <sub>v</sub> " :	kg/m <sup>3</sup>
- bezinktijd t	-			schaalcorrectie S :	kg/m <sup>3</sup>
- aftaptijdstip				temp.correctie T :	kg/m <sup>3</sup>

**VERWERKING VAN WAARNEMINGEN**

$$S_{16} = \frac{160,6 \cdot V \cdot (1+0,01.W)}{G_v} \cdot \{ P_v'' - 1000 + S + T \}$$

	S 16 :	z <sup>(m/m<sub>d</sub>)</sup>
f 10 = q · S 16 :	f 10 :	z <sup>(m/m<sub>d</sub>)</sup>
opmerkingen:	>125 μm:	



LUCHPOMPJE MET BELLENVAT

MT - TNO  
GROF KERAMIEK  
BIJLAGE 05

Bezinkingstijden voor de bepaling van het percentage afslibbaar onder  
16  $\mu\text{m}$ , bij een bezinkingsdiepte  $H = 140 \text{ mm}$

$\theta$ $^{\circ}\text{C}$	$P_s$ $10^{-9} \cdot \text{m} \cdot \text{s}$	T min.'s''	$\theta$ $^{\circ}\text{C}$	$P_s$ $10^{-9} \cdot \text{m} \cdot \text{s}$	T min.'s''
10	1454	13'.20''	20	1118	10'.11''
11	1414	12'.53''	21	1091	9'.57''
12	1375	12'.32''	22	1065	9'.42''
13	1338	12'.12''	23	1041	9'.29''
14	1302	11'.52''	24	1017	9'.16''
15	1268	11'.33''	25	994	9'. 4''
16	1236	11'.16''	26	972	8'.52''
17	1204	10'.58''	27	950	8'.39''
18	1174	10'.42''	28	930	8'.29''
19	1145	10'.26''	29	910	8'.18''

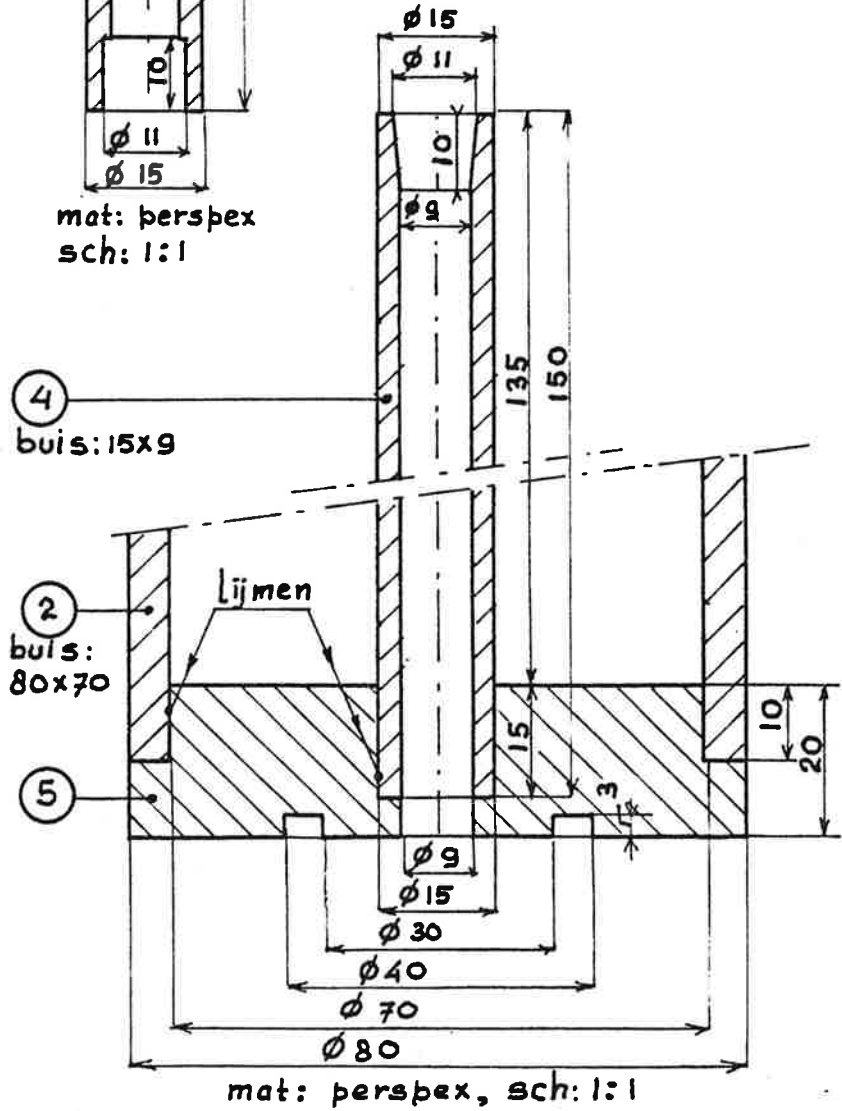
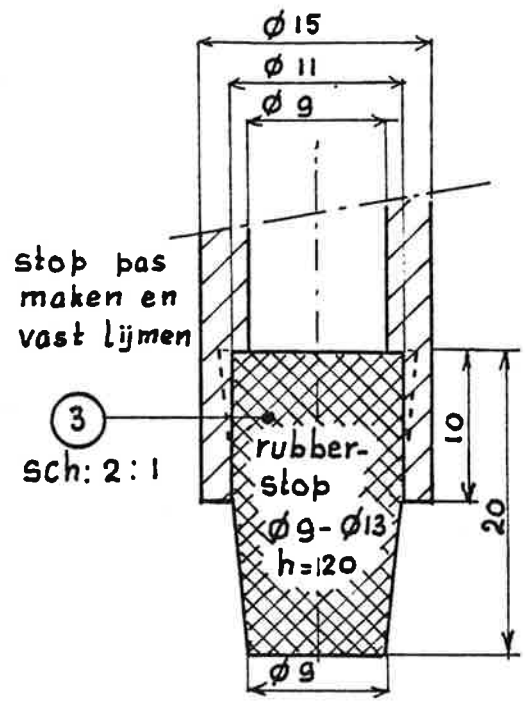
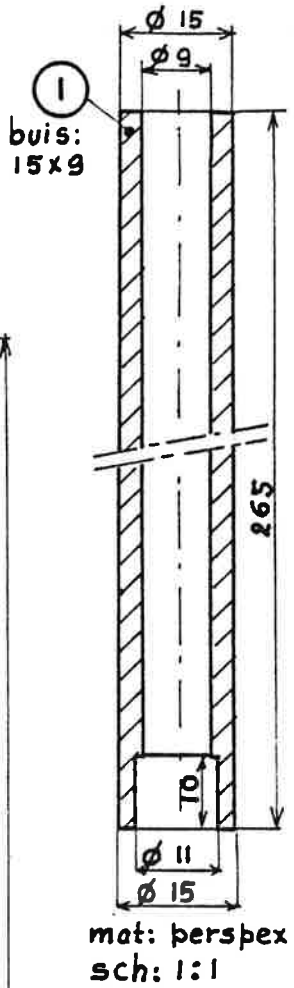
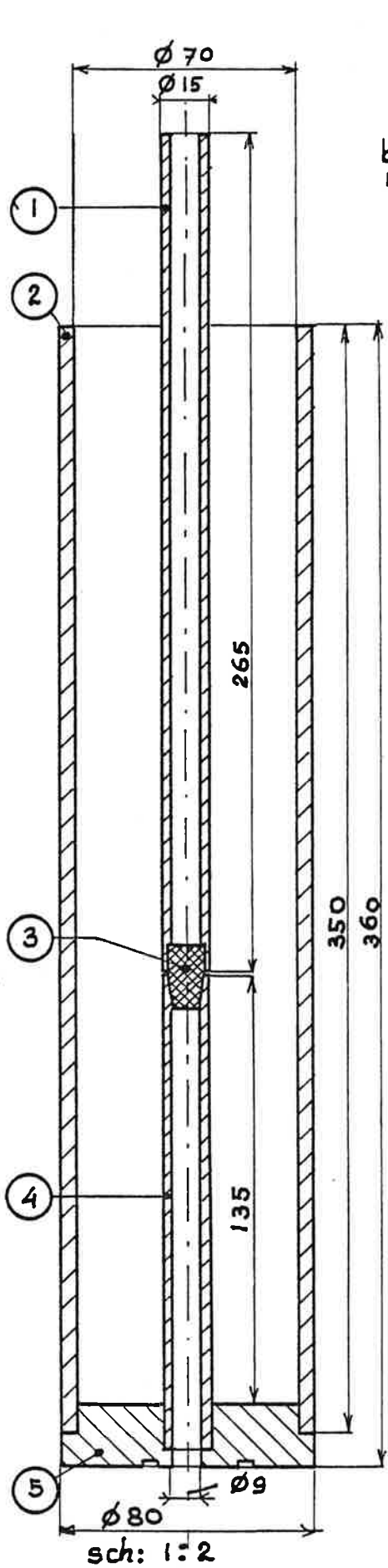
$$T = P_s \cdot \frac{H}{d^2}$$

T , bezinkingstijd in s

$P_s$ , temperatuurafhankelijke factor in  $10^{-9} \cdot \text{m} \cdot \text{s}$

H , bezinkingsdiepte in m

d , equivalente korreldiameter in m



**BEZINKVAT VOOR SLIBANALYSE**  
 materiaal: perspex, verbindingen door lijmen  
 schalen: 1:2 ; 1:1 ; 2:1, maten in mm

MT-TNO  
 GROFKERAMIEK  
 790312  
 Bijlage 07

Dichtheid $f$ van NaCl-oplossingen in water van 20°C in relatie tot de massaconcentratie $c$ van NaCl.			
$f$ kg/m <sup>3</sup>	$c$ g/l	$f$ kg/m <sup>3</sup>	$c$ g/l
1002,0	5,325	1012,0	19,532
1004,0	8,144	1014,0	22,407
1006,0	10,974	1016,0	25,294
1008,0	13,815	1018,0	28,192
1010,0	16,668	1020,0	31,101

Temperatuurcorrectie bij dichtheidsbepalingen met een bij 20<sup>0</sup>C geijkte areometer, met een kubieke uitzettingscoëfficiënt :  $\gamma = 0,243 \cdot 10^{-4} \text{ K}^{-1}$

$\theta$ °C	corr. X kg/m <sup>3</sup>	corr. Y kg/m <sup>3</sup>	corr. T=(X+Y) kg/m <sup>3</sup>	$\theta$ °C	corr. X kg/m <sup>3</sup>	corr. Y kg/m <sup>3</sup>	corr. T=(X+Y) kg/m <sup>3</sup>
11	-1,399	+0,219	-1,18	21	+0,211	-0,024	+0,19
12	-1,290	+0,194	-1,10	22	+0,432	-0,049	+0,38
13	-1,170	+0,170	-1,00	23	+0,664	-0,073	+0,59
14	-1,037	+0,146	-0,89	24	+0,906	-0,097	+0,81
15	-0,892	+0,122	-0,77	25	+1,157	-0,122	+1,04
16	-0,736	+0,097	-0,64	26	+1,418	-0,146	+1,27
17	-0,569	+0,073	-0,50	27	+1,689	-0,170	+1,52
18	-0,390	+0,049	-0,34	28	+1,969	-0,194	+1,78
19	-0,200	+0,024	-0,18	29	+2,258	-0,219	+2,04
20	0,000	0,000	0,00	-	-	-	-

$$\text{Correctie Y} = -\gamma \cdot 10^3 \cdot (\theta - 20)$$