

Deformatie onder druk van sinterende klei

door J. H. van der Velden

Centraal Technisch Instituut TNO, Apeldoorn

Dit artikel behandelt een onderzoek naar de deformatie van op druk belaste sinterende klei. Er wordt een meetmethode voor de deformatie beschreven die als kenmerk draagt, dat de hoogteverandering van verticaal belaste proefblokjes klei tijdens de sintering wordt vergeleken met de tegelijkertijd in dezelfde oven en bij het zelfde bakregime optredende bakkrimp van niet-belaste proefblokjes.

De deformatie wordt daarbij gedefinieerd als het geconstateerde verschil in procentuele hoogteverandering van de proefblokjes in de belaste en in de niet-belaste toestand.

Het onderzoek van een Nederlandse rivierklei leidt tot een aantal opmerkelijke resultaten met betrekking tot de invloed van de druk, de baktemperatuur, de aanhoudtijd en de bakkrimp op de deformatie.

Er wordt een deformatiediagram ontwikkeld aan de hand waarvan de praktische betekenis van het deformatie-onderzoek wordt toegelicht.

Deformation under load of sintering clay bodies

This paper deals with an investigation of the deformation of soaking clay under load. The method of measuring deformation is described.

The change of height of sintering testpieces under load is compared with the firing shrinkage of uncharged testpieces when fired for the same time in the same laboratory kiln.

In the scope of this paper deformation is defined as the observed difference in the percentages of change in height of the testpieces with and without charge.

The investigation of a Dutch river clay leads to a number of remarkable results with respect to the influence of pressure, firing temperature, soaking time and firing shrinkage on the deformation.

On the basis of a developed deformation diagram the practical significance of the investigation is illustrated.

1. Probleemstelling en motivering van het onderzoek

De deformatie van grofkeramische producten tijdens het sinterproces is een hinderlijk verschijnsel. Het verslechtert de maatvastheid en de vormjuistheid van het eindproduct en dwingt het bedrijf in vele gevallen tot het sorteren van de gebakken producten in verschillende, ten dele ongewenste, kwaliteitsklassen.

De vormveranderingen vinden dikwijls plaats onder invloed van het gewicht van de zich boven de betreffende producten bevindende ovenlading. Het verschijnsel doet zich niet alleen voor bij sterk gesinterde producten, zoals bijvoorbeeld straatstenen, doch ook bij producten die slechts een relatief geringe bakkrimp hebben ondergaan, zoals metselstenen, dakpannen en draineerbuizen.

De in de grofkeramische industrie gebruikte Nederlandse kleisoorten zijn in het algemeen gevoelig voor het optreden van deformaties.

Een deformatie van de producten kan worden voorkomen door:

- a. een modificatie van de fabricagegrondstof. De mogelijkheid zal afhangen van het kostenverhogend effect van deze maatregel.
- b. het beperken van de zethoogte van de producten in de oven. Naarmate de zethoogte kleiner wordt gekozen, zullen de investeringskosten van een oveninstallatie voor een gegeven productiecapaciteit in het algemeen hoger worden.
- c. het toepassen van een aangepast zetpatroon. Hierbij wordt opgemerkt dat ook aan andere soms strijdige eisen van baktechnische en transporttechnische aard voldaan moet worden.
- d. het beperken van de mate van sintering van het product. Deze maatregel is toepasbaar onder voorwaarde dat het kwaliteitsniveau van het eindproduct niet wordt opgeofferd aan de begeerde constantheid van de kwaliteit. Het behoud van een voldoende grote marge in de keuze van de mate van sintering

van grofkeramische produkten is van wezenlijk belang voor een aanpassing van de eigenschappen van het eindprodukt aan het programma van eisen waaraan bij de toepassing van de produkten moet worden voldaan.

Voor het oplossen van concrete fabricageproblemen terzake van het beperken of voorkomen van een deformatie van grofkeramische produkten tijdens het sinterproces is het gewenst het verschijnsel als zodanig nader te analyseren. Tevens doet zich daarbij de behoefte gevoelen aan een betrouwbare meetmethode waarmee het deformatiegedrag van een grondstof kan worden vastgesteld.

In het navolgende wordt een door de werkgroep Grofkeramiek van het Centraal Technisch Instituut TNO ontwikkelde meetmethode beschreven en wordt een overzicht gegeven van de inzichten waartoe een experimenteel onderzoek van het deformatieverschijnsel bij een Nederlandse grofkeramische klei heeft geleid.

2. Keuze van de meetmethode

Vervormingen tijdens de sintering kunnen ontstaan door een belasting van de produkten op druk, trek, buiging, wringing of afschuiving.

Gemeenend werd, dat een belasting van sinterende proefstukken op druk zich het beste voor de bestudering van het deformatieverschijnsel zou lenen.

Indien de bekende drukverwekingsbeproeving (VOD) van gebakken vuurvaste bouwmaterialen wordt toegepast op het sinterende grofkeramische halffabrikaat meet men de som van de onder druk optredende deformatie en de normale bakrimp die ook zonder uitwendige belasting zou optreden.

De ontwikkelde meetmethode draagt het kenmerk dat tegelijkertijd in dezelfde oven en met een zelfde bakregime niet-belaste en in verticale richting belaste proefstukken worden gebakken. De proefstukken zijn rechthoekige parallellepipedale. De lineaire bakrimp in de hoogterichting van de niet belaste proefblokjes wordt vergeleken met de hoogteverandering van de belaste proefblokjes. De deformatie wordt daarbij gedefinieerd als het geconstateerde verschil in procentuele hoogteverandering van de proefblokjes in de belaste en in de niet-belaste toestand.

Het gelijktijdig uitvoeren van de bakproef met belaste en niet-belaste proefblokjes in een zelfde oven, is gezien de grote temperatuurgevoeligheid van de sintering van de meeste Nederlandse grofkeramische kleien noodzakelijk. Kleine verschillen in afstooktemperatuur zouden de vergelijkbaarheid van de meetresultaten van de belaste en de niet-belaste proefblokjes sterk kunnen schaden.

3. Uitvoering van het deformatie-onderzoek

Het deformatie-onderzoek wordt verricht aan rechthoekige proefblokjes van gedroogde klei met een grondvlak van nominaal 30 x 30 mm en een hoogte van 10 mm. De proefblokjes worden gezaagd uit het te onderzoeken gedroogde halffabrikaat. Indien dit niet mogelijk is, worden ze uit de te onderzoeken grondstof vervaardigd, waarbij de keuze van de vormgevingsmethode en van de persrichting wordt afgeleid uit de doelstelling van het betreffende onderzoek.

De kleiconsistentie bij de vormgeving wordt als volgt gekozen:

- bij strengpersverwerking : 25 mm Pfefferkornresthoogte
- bij vormbakverwerking : 5 mm Pfefferkornresthoogte
- bij vrijheid in de keuze van het type vormgeving : 15 mm Pfefferkornresthoogte

De proeffichamen worden zeer zorgvuldig vervaardigd. Door schuren en polijsten van de gedroogde blokjes wordt ervoor gezorgd dat ze rechthoekig zijn en planparallele boven- en ondervlakken hebben. De proefblokjes worden bij 105°C in een droogstoof gedroogd en daarna tot de aanvang van de bakproeven in een exsiccator boven calciumchloride bewaard.

De bakproeven worden uitgevoerd in een automatisch geregelde elektrische oven.

Het bakregime is als volgt:

- opwarmingsnelheid tot 500°C : 120°C/h vanaf 200°C
- opwarmingsnelheid van 500°C tot de baktemperatuur : 30°C/h
- keuze van de baktemperatuur : op grond van dilatometercurve
- ovenatmosfeer : oxiderend
- aanhoudtijd bij baktemperatuur : 4 uren
- koelsnelheid : natuurlijke koeling (16 uren)

Per proef worden drie proefblokjes gebakken die met hartafstanden van 50 mm naast elkaar in de oven worden opgesteld. Het middelste blokje wordt op druk belast met nominaal 0,5 kg/cm² (49 kN/m²).

Tijdens de bakproef wordt van één van de blokjes het verloop van de oppervlaktetemperatuur met de tijd geregistreerd. Direct na elke bakproef worden de proefblokjes in afwachting van een verdere behandeling in een exsiccator boven calciumchloride bewaard.

Vóór en na het bakproces wordt de hoogte van elk van de drie blokjes op een meetbank met een micrometer vastgesteld. De grootte van de belasting wordt betrokken op het gemiddelde oppervlak van boven- en ondervlak in de gebakken toestand.

De gemeten hoogteveranderingen worden uitgedrukt in procenten van de oorspronkelijke hoogten. De procentuele hoogteverandering van de niet-belaste proefblokjes is de lineaire bakkrimp. Het verschil in procentuele hoogteverandering van de belaste en de niet-belaste proefblokjes wordt de 'deformatie' genoemd.

In totaal worden vijf bakproeven verricht bij vijf verschillende baktemperaturen die aan de hand van de dilatometercurve van de betreffende grondstof worden gekozen. De gebakken proefblokjes kunnen voor verder onderzoek op kwaliteitbepalende eigenschappen worden gebruikt. De meetresultaten van het deformatie-onderzoek worden opgenomen in het 'deformatiediagram', waarin horizontaal de lineaire bakkrimp en verticaal de deformatie bij een belasting van 0,5 kgf/cm² is uitgezet.

4. Overzicht van de onderzoeksresultaten

Ten einde het inzicht in het deformatieverschijnsel te verdiepen werd een Nederlandse rivierklei aan het voren omschreven onderzoek onderworpen, met dat verschil dat bij de bakproeven verschillende belastingen en verschillende combinaties van baktemperatuur en aanhoudtijd bij de baktemperatuur werden toegepast.

De hoofdkenmerken van de onderzochte klei waren:

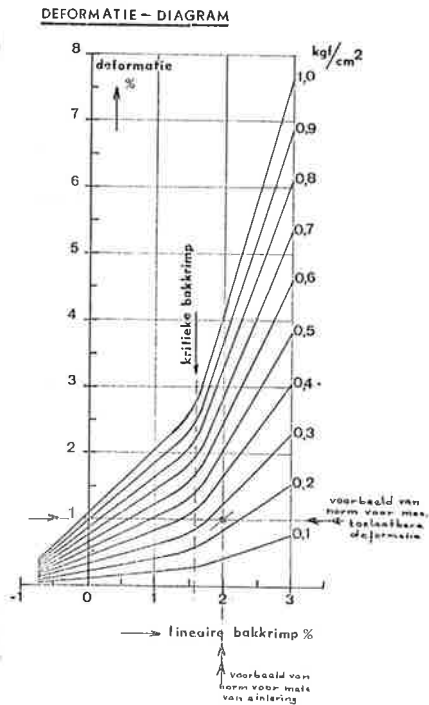
type	: rivierklei van de Waal
korrelfractie < 10 µm	: 39 gew. %
korrelfractie < 2 µm	: 22 gew. %
totaal specifiek oppervlak	: 64 m ² /g
vormgevingsconsistentie	: 5 mm Pfefferkornresthoogte
Al ₂ O ₃	: 11 gew. %
SiO ₂	: 63 gew. %
CaO (totaal)	: 6,2 gew. %
MgO	: 2,4 gew. %
Fe ₂ O ₃	: 3,6 gew. %

De baktemperaturen werden gevarieerd tussen 1080 en 1120°C. Voor de aan-

houdtijden bij de baktemperatuur werden waarden tussen 6 minuten en 25 uren gekozen. De gevonden bakkrimpwaarden schommelden voornamelijk tussen $-0,7\%$ en 3% .

De belangrijkste resultaten van het onderzoek waren als volgt:

- Bij een gegeven belasting bleek de deformatie van de proefblokjes uitsluitend afhankelijk van de lineaire bakkrimp in de onbelaste toestand, ongeacht de keuze van het temperatuur-tijdverloop dat tot het ontstaan van deze lineaire bakkrimp had geleid.
- De relatie tussen deformatie en bakkrimp bleek afhankelijk te zijn van de kleisoort. Dit overigens verwachte resultaat kwam tot uiting door een onderzoek aan een klei met een gewijzigde samenstelling.



Relatie tussen de lineaire bakkrimp en de deformatie onder druk tijdens de sintering van een Nederlandse rivierklei.

- Het verband tussen de bakkrimp en de deformatie onder constante belasting kon bij de onderzochte klei grafisch bij benadering worden weergegeven door twee rechte lijnstukken die elkaar bij een bepaalde kritieke waarde van de bakkrimp snijden (bij circa $1,5\%$ bakkrimp).
- Vanaf het begin van de sintering tot aan deze kritieke waarde van de bakkrimp was de deformatie van de belaste proefblokjes nagenoeg geheel toe te schrijven aan een versterkte krimp in de richting waarin de belasting werkte. In de richtingen loodrecht op de richting van de belasting gedroegen de blokjes zich alsof ze niet belast waren; ze vertoonden in die richtingen nagenoeg dezelfde bakkrimp als de niet belaste blokjes. De oorspronkelijk recht-

hoekige blokjes bleven in dit sintergebied rechthoekig.

- e. Het massiek scherfvolume (soortelijk volume) van de belaste proefblokjes bleek tot bakkrimpwaarden van 3% ongeveer rechtlijnig af te nemen met de bakkrimp. Dit verloop was ook door berekening af te leiden uit de procentuele verandering van de afmetingen in de drie hoofdrichtingen tijdens de onder d. bedoelde eerste deformatiefase.
- f. Boven de onder c. bedoelde kritieke waarde van de bakkrimp nam de deformatie veel sneller met de bakkrimp toe dan in de eerste deformatiefase. Er trad pyroplastische vloeï op (natte sintering) en de belaste, aanvankelijk rechthoekige, parallellepipedalen werden tonvormig.
- g. De deformatie van de belaste proefstukken bleek recht evenredig te zijn met de grootte van de belasting per oppervlakteëenheid.

5. *Praktische betekenis van het deformatie-onderzoek*

Het onder punt 3 beschreven deformatie-onderzoek levert een deformatiedigram op waarin de deformatie van proefblokjes onder een belasting van 0,5 kgf/cm² is uitgezet tegen de bakkrimp.

Op grond van het geconstateerde feit, dat de deformatie recht evenredig is met de grootte van de belasting, kunnen in dit deformatiedigram ook de deformatiecurven voor belastingen van bijvoorbeeld 0,1 tot 1 kgf/cm² worden getekend.

In de figuur zijn de op deze wijze verwerkte resultaten van een onderzoek aan de in hoofdstuk 4 gekarakteriseerde klei weergegeven.

Gesteld, dat dit onderzoek werd verricht ten behoeve van de specificatie van een nieuw te bouwen tunneloven voor waalmaatvormbakmetselstenen van 210 x 100 x 50 mm met een gewicht van 1,74 kg per stuk in gebakken toestand.

Gesteld, dat op grond van een visuele beoordeling van de gebakken proefblokjes en van enkele karakteristieke fysische eigenschappen daarvan een kwaliteitsniveau van het eindproduct wordt verlangd, overeenkomende met een lineaire bakkrimp van 2,0%.

Gesteld verder, dat het betreffende bedrijf de deformatie van de zwaarst belaste stenen in de oven wenst te beperken tot 1,0%.

Gesteld tenslotte, dat het bedrijf naast andere mogelijkheden overweegt de ovenlading op te bouwen uit steensdikke dicht gezette hulobladen en dat men zich afvraagt hoe hoog de ovenstapelings daarbij uit een oogpunt van deformatie zou mogen zijn.

De oplossing van dit probleem is aan de hand van de figuur wel bijzonder eenvoudig. Bij een bakkrimp van 2,0% en een toelaatbare deformatie van 1%, blijkt de toelaatbare druk circa 0,23 kgf/cm² te zijn.

Een eenvoudige berekening leert dat een hulopakket van in totaal acht kantelingen hoog juist een druk op de voetstenen veroorzaakt van 0,23 kgf/cm². De maximum toelaatbare zethoogte voor het onderzochte pakkettype is derhalve 8 kantelingen of wel circa 820 mm.

Ook alternatieve oplossingen voor de zetwijze kunnen op overeenkomstige wijze worden beoordeeld.

Het zal op grond van vorenstaand voorbeeld duidelijk zijn dat het deformatie-onderzoek in belangrijke mate kan bijdragen tot een verantwoorde specificatie van oveninstallaties.

Daarenboven kunnen de resultaten van deformatie-onderzoekingen van groot belang zijn bij de besluitvorming inzake de keuze van de mate van sintering van het eindproduct en inzake eventueel aan te brengen wijzigingen in de grondstofsamenstelling.