

KATHOLIEKE

UNIVERSITEIT

LEUVEN

FACULTEIT DER WETENSCHAPPEN

DEPARTEMENT AARDWETENSCHAPPEN

FYSICO-CHEMISCHE GEOLOGIE

**mineralogische studie van
paniseliaan-klei uit egem (w.-vl.)
en
technologische implicaties**

LICENTIAATSVERHANDELING

AANGEBODEN DOOR

PAUL VAN OYEN

PROMOTOR : PROF. DR. W. VIAENE

Met dank aan mijn promotor,
prof. W. Viaene, die de leiding
had over dit werk en het kritisch
heeft nagezien.

Aan Jos Decler en dr. Raoul
Ottensburgs voor de hulp bij het
uitwerken.

Bijzondere dank aan de heer
Ampe, voor de vele faciliteiten
en leerrijke contacten.

Verder advies kwam van prof.
F. Gullentops, prof. G.S.D. King
en dr. N. Vandenberghe, waarvoor
dank.

Dank aan de mensen van de afdeling
fysico-chemische geologie en aan
Jos en Patrick.

inhoud

INLEIDING

1. GEOLOGISCH KADER

- § 1 Het Paniseliaan : Literatuur
- § 2 Het Werkterrein : inleiding
 - 1. beschrijving van de groeve
 - 2. bemonstering
 - 3. boringen-discussie

2. KARAKTERISERING VAN DE GRONDSTOF

- § 1 Chemische Analyses
 - 1. bepaling van de hoofdelementen
 - 2. specifieke analyses
 - 3. resultaten en bespreking
- § 2 Mineralogisch Onderzoek
 - 1. methode
 - 2. semi-kwantitatieve bepaling
 - 3. resultaten en bespreking
 - 4. bepaling van vrij kwarts
- § 3 Fysische Analyses
 - 1. granulometrie
 - a) methode
 - b) resultaten en bespreking
 - 2. pfefferkorntest
 - a) methode
 - b) resultaten en bespreking
- § 4 Thermische Analyses
 - 1. totaal-analyse
 - 2. X-R-D van verhitte monsters

3. TECHNOLOGISCHE EVALUATIE

- § 1 Werkwijze
 - 1. Vormgeving
 - 2. bakproeven
 - 3. testen op gebakken
produkten
- § 2 Resultaten en bespreking
 - 1. invloed temperatuur
 - 2. invloed kleimonsters
 - 3. invloed afmageren
met zand
 - 4. invloed hoeveelheid
zand
 - 5. invloed afmageren
met schist

4. VERGELIJKING MET DE FABRIEK

- § 1 De vormgeving
- § 2 Het droogproces
- § 3 Het bakken
 - 1. de tunnelovens (fabriek)
 - 2. vergelijking met
de statische oven (labo)
- § 4 Analyses van Händle

BESLUITEN

BIBLIOGRAFIE

inleiding

Klei is in België een belangrijke grondstof. Nochtans wordt hier, in tegenstelling tot Nederland en Duitsland, weinig onderzoek gedaan om deze grondstof efficiënt aan te wenden. In deze studie worden de kenmerken van de klei en hun relatie met het gebruik in de grofkeramiek benadrukt.

Een grofkeramische studie omvat vooreerst een geologisch inkaderen. Hierbij plaatst men de klei in de stratigrafie, gaat men de afzettingsomstandigheden na en maakt men conclusies over de verspreiding en eventuele nieuwe vindplaatsen.

Vervolgens wordt de klei mineralogisch, chemisch en fysisch gekarakteriseerd. Deze stap is nodig om de technologische kenmerken te verklaren en het verwerken van de grondstof te beheersen.

Verdere studie betreft het verwerken van de klei. Hier wordt het drogen en het bakken bestudeerd.

Wij hebben studie verricht op Paniseliaan - klei uit de groeve van de steenbakkerij Ampe NV te Egem, West-Vlaanderen.

1. geologisch kader

§ 1 HET PANISELIAAN - LITERATUUR

De zeer gevarieerde afzettingen van het Paniseliaan zijn al lang discussieonderwerp voor wat betreft hun stratigrafie. Het Paniseliaan werd in 1851 door Dumont ingevoerd als benaming voor de "*zandig-kleiige afzettingen tussen het Ieperiaan en het Brusselitaan*". Sedert die tijd werd het afwisselend al dan niet als aparte étage beschouwd. Rutot geeft op de legende van de geologische kaart van 1892 een verdere onderverdeling, die we in de discussie blijven gebruiken (zie tabel 1).

Voor een gedetailleerde opsomming van de historie kunnen we verwijzen naar de doctoraatsverhandeling van Geets (R.U.G. 1969). Wij interesseren ons vooral aan de ondergrens van het Paniseliaan, gezien ons werkterrein de top van het Paniseliaan niet meer bevat. Recent is daaromtrent gepubliceerd :

Nolff (1972) verdeelt het onder eoceen in een onderste formatie van Ieper en verder in de formaties van Panisel, Den Hoorn en Brussel (zie tabel 1). Daardoor komt het aparte karakter van de zandige P2 afzettingen wel naar voor. Alhoewel hij zijn artikel begint met een verduidelijking over lithostratigrafie en chronostratigrafie, baseert hij zich op de fauna om Plm bij het Ieperiaan onder te brengen. Ook zijn formatie van Panisel is gekenmerkt door een "*faune inconnue*" : geen Ieperiaan fossielen meer en nog niet de Teleostea van het Lutetien. Het is dan ook vreemd dat hij in zijn formatie van Panisel lithologische eenheden afzondert : die lithologie had juist aan de basis van zijn onderverdeling in formaties moeten liggen. Daarnaast komt de interpretatie van de onderste grijze klei als klei van Vlaanderen ook niet overeen met bevindingen uit boringen die we verder bespreken.

RUTOT (1892)	NOLF (1972)	DE MOOR & GEETS (1975)
P2 fossielhoudende bruingrijze zanden	formatie van Den Hoorn - zanden van Aalter - zanden van Oedelem	lid van Pittem
P 1c zandige klei met subcontinue, fossielrijke zandsteenbanken	formatie van Panisel	lid van Pittem
P 1b glauconietrijk zand met fijne kleilenzen vol fossielen indien niet verweerd	- lignietfacies - zandig facies - kleiïg facies	lid van Pittem
P 1m grijze plastische klei, lagunair of polderklei	formatie van Ieper	lid van Ledeberg
Y d groengrijs zand, glauconiethoudend, met o.a. Nummulites Planulata	- klei van Merelbeke - zanden van Mons-en-Pévèle - klei van Vlaanderen	lid van Ledeberg
Yc grijze plastische klei	- klei van Vlaanderen	lid van Ledeberg

TABEL 1 : OVERZICHT VAN DE STRATIGRAFIE VAN HET ONDER-EOCEEN

De Moor en Geets (1975) hebben het onder-Eoceen in Vlaanderen bestudeerd. Zij hebben meerdere lithologische eenheden afgescheiden op basis van kwantitatieve sedimentologische studie en studie van zware mineralen. Ze beschrijven het Yc-Yd en Pl als een geheel van *waddenaftzettingen* waarin de invloed van getijdewerking niet overal gelijk is. Dit verklaart tevens waarom de onderverdelingen van de geologische kaart van 1909 en van de Conseil Géologique de Belgique (1929) onvoldoende uniformiteit vertonen in lithologie en dikte. De auteurs beseffen ook de beperkte lithostratigrafische betekenis van hun nieuwe indeling in "leden". Het hele onder-Eoceen kent wel eenzelfde genese maar deze waarborgt geen regelmaat in opeenvolging van de verschillende lagen. Het past volgens de auteurs ook in een *zeer trage transgressie*, waarin we naar boven toe een meer regelmatige opeenvolging krijgen en een grotere invloed van de getijdewerking.

Nolf herziet samen met *De Coninck* (1978) zijn visie, voornamelijk omdat bij het uitdiepen van de groeve te Egem, beter studiemateriaal voorhanden was. Studie op de resten van het phytoplankton doen de auteurs besluiten dat de fossielrijke zanden onder de zandsteenbank van 0,5 m die ze overal in de streek terugvinden, tot het Yd behoren. Deze zanden werden door *Nolf* (1973) verkeerdelijk als Plb beschouwd. De kleilaag daarboven werd door *Rutot* (1885 en 1896) verkeerdelijk als Plm gekarteerd : alle auteurs interpreteren deze nu als Plc, zij het veel kleiiger dan elders. Het Plc begint volgens *Nolf* en *De Coninck* met de zandsteenbank. In hun coupe van de ringbeek te Egem interpreteren ze de klei die 16 m onder de zandsteenbank steekt terug als klei van Vlaanderen. We komen hier later op terug.

Geets (1978) plaatst alles tot en met het Plb in het Ieperiaan. Op basis van granulometrie en zware mineralen beschrijft hij het Plb als een iets grovere topzone van het Ieperiaan. Hij stelt zich ook vragen over de betekenis van Plm, dat in zijn ontsluitingen uit de streek van Roeselare-Tielt alleen als een 4 cm laagje werd beschreven in Egem. Het Plc wordt volgens Geets op de lagere delen van een wad afgezet, terwijl het substraat van Plb en Y d in geulen van het waddensysteem was afgezet. Ook hier houdt Geets aan de visie dat het onder-Eoceen in een langzame transgressie kadert.

Willems, Bignot en Moorkens (1981) geven aan het "Ypresian" 2 betekenissen :

- sensu stricto : d.i. men behoudt het Paniseliaan als aparte étage
- sensu lato : d.i. het Ypresian bevat alle afzettingen tussen het L^{an}deniaan en het Brusselitaan.

In de bespreking wordt het Paniseliaan herleid tot een formatie in het Ieperiaan.

Conclusie

Het Paniseliaan bevat zeer gevarieerde afzettingen, die een vervolg zijn van de langzame transgressie in het Ieperiaan. Een indeling als aparte étage is moeilijk houdbaar. Het geologisch kader moet, gezien de grote afwisseling op korte afstand, zeer plaatselijk opgemaakt worden.

§ 2 HET WERKTERREIN

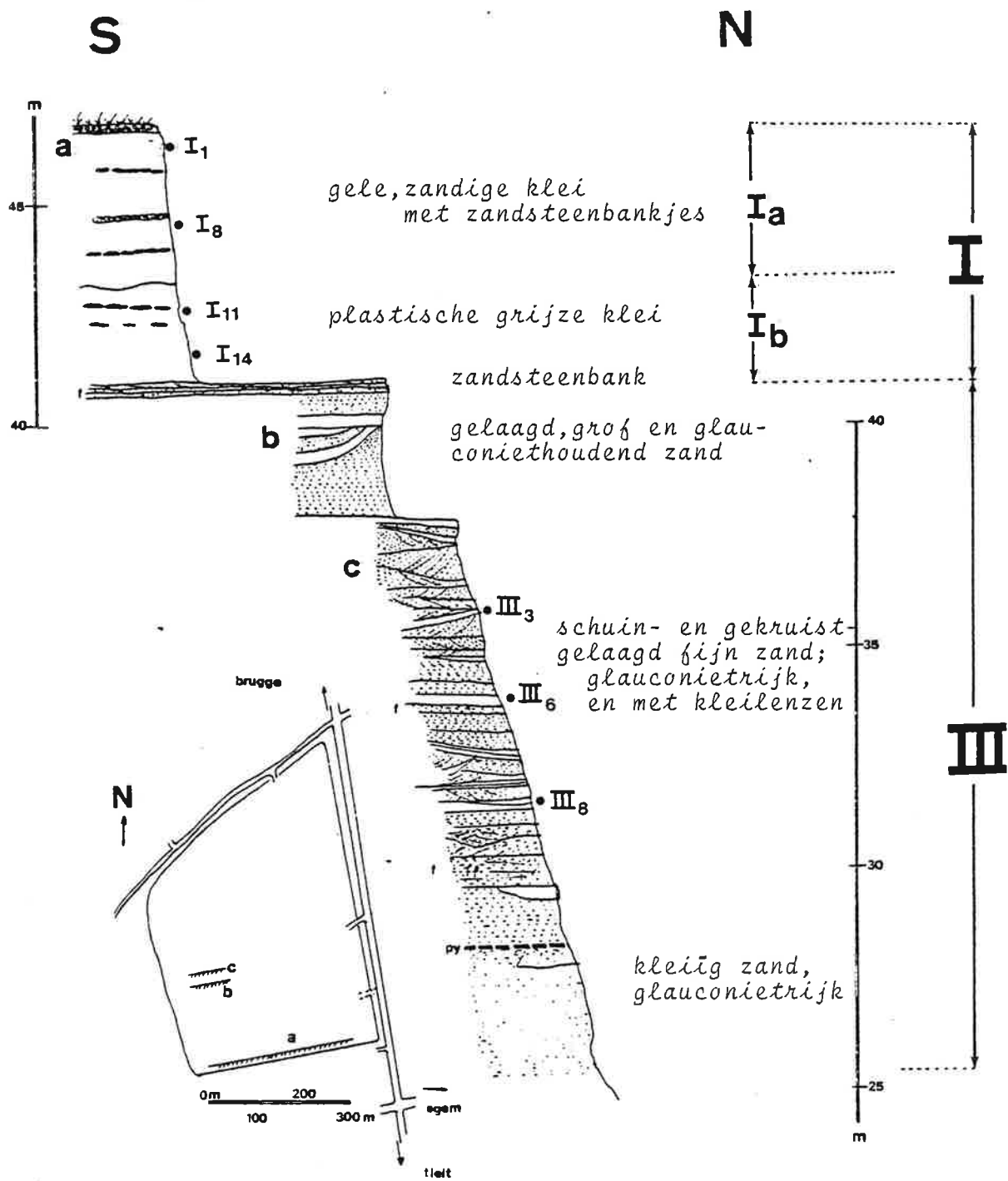
De bemonstering voor deze studie gebeurde in de groeve van de steenbakkerij Ampe, langs de baan Brugge-Roeselare te Egem. Deze kleigroeve heeft ons momenteel een goede coupe van het onder-Paniseliaan en het boven-Ieperiaan uit de streek. Veel van de gedane studies omtrent deze sedimenten zijn dan ook op deze groeve gebaseerd. Naast de grote klei-put is er een kleine zandwinningsput, aan de westzijde van de steenbakkerij. Deze is vrij ondiep en sterk verweerd en werd niet bemonsterd.

De groeve was tot het eind van de jaren '70 slechts een 7-tal meter diep maar het onderliggende zand is daarna uitgebaat ter gelegenheid van de aanleg van een nabije snelweg. Momenteel bereikt de groeve, die start op een topografische hoogte van 46 m, een niveau van 25 m. Dit stelt ons in staat een aantal vroegere waarnemingen te verruimen. In fig. 1 geven we een doorsnede van de groeve naast een kleine situering. In fig. 2 vinden we een detailcoupe van het bovenste pakket. Dit pakket werd ook beschreven door Nolf (1972) en Geets (1978). De klei wordt daaruit afgegraven als een mengsel van bleke en donkere klei in een verhouding van $\pm 7/4$. De dieper gelegen sedimenten zijn gekend uit een aantal boringen, die we beschrijven in punt 3.

-1. Beschrijving

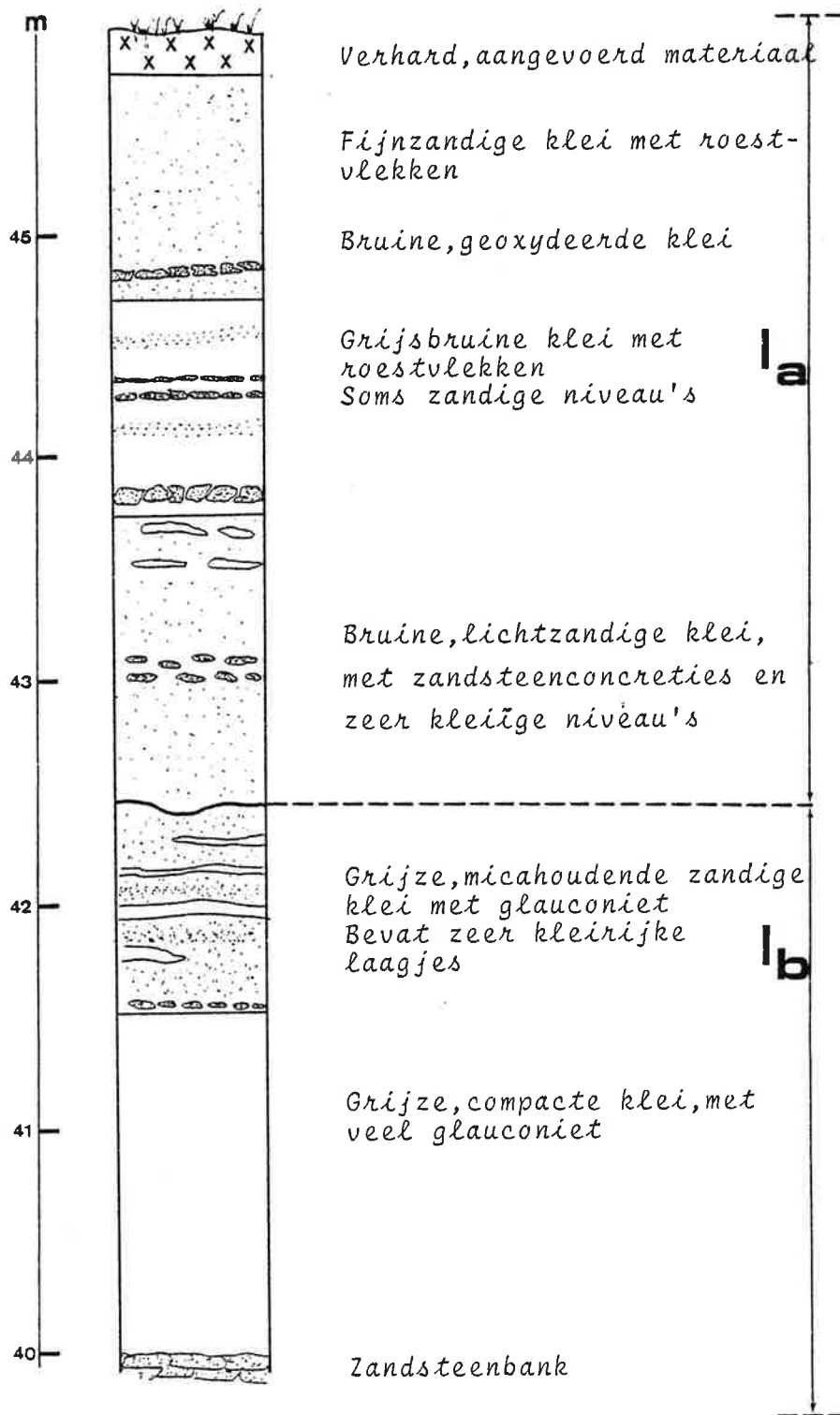
In fig. 1 wordt de groeve-wand weergegeven zoals die door ons werd opgemeten met een niveau. Wand a wordt afgegraven voor de steenbakkerij en daarom geven we een detailbeschrijving in fig. 2. Onderaan wordt de groeve dus momenteel uitgediept voor wegenwerken.

Het afgegraven pakket heeft een zandiger bovenste zone van geoxideerde klei, die geel gekleurd is. Daaronder vinden we een zone van grijze, plastische klei met zandige



- kleiïg
- zandig
- zandsteen (concreties)
- py** verweerde pyrietnodules
- f** fossielrijk

FIGUUR 1: LITHOLOGIE VAN DE GROEVE



FIGUUR 2 : DETAILCOUPE VAN PAKKET I

bandjes die glauconiet-rijk zijn. Het contactvlak is ondulerend en dit heeft te maken met een vroeger grondwaterpeil of met het doorsijpelen van meteorisch water. Onderaan dit eerste pakket vinden we een zandsteenbank, die zeer rijk is aan brachiopoden. Daaronder komt een geheel van grovere en fijnere zanden, vaak gekruist- en schuingelaagd, met af en toe een kleilens daartussen.

-2. Bemonstering (zie fig. 1)

Het deel van de groeve boven de zandsteenlaag noemen we pakket I, waarbij de nummers 1 tot 10 uit de *bleke klei* komen, en de verdere nummers uit het *donkere deel*. Onder de zandsteenbank beginnen we pakket III, van boven naar onder genummerd van III 1 tot III 14. Hieruit werden alleen een aantal *kleilensen* geanalyseerd: III 3, III 4, III 6, III 8. Pakket II was in de bemonstering een horizontaal equivalent van I maar werd verder niet geanalyseerd.

Naast deze lokale monsters werden ook nog representatieve *sleufmonsters* genomen. Deze laatste worden genomen door een verticale gleuf van 10 cm breed en 5 cm diep zo egaal mogelijk uit te graven. Ze moeten ons een globaler beeld geven van een gans pakket zoals het wordt afgegraven en verwerkt. Zo verkregen we monsters Ia en Ib, resp. de bleke en de donkere klei.

De firma Geolab deed in 1978 een bemonsterde boring in de kleiuitput, waarvan de stalen technologisch werden geanalyseerd door de firma Händle. Een spoelboring in de zandwinningsgroeve moest een controle geven en een idee van de laterale verbreding. De zandwinning in de kleigroeve onderaan was toen volop bezig, en de waterpassing van beide boringen blijkt nergens nog voorhanden te zijn. Dergelijke toestanden zijn natuurlijk niet bevorderlijk voor het oplossen van stratigrafische problemen. Een bijkomende moeilijkheid is de weinig gedetailleerde beschrijving van de boorstalen. Vermits we mochten beschikken over

de stalen van de boring werd die ook bemonsterd, met de monsters B1 en B2 resp. op 4,5 - 5 m en 11,5 - 12 m in de boring.

-3. Boringen - discussie

In fig. 3 is in het kort de interpretatie van Nolf (1972-78) en Geets (1978) van de groeve weergegeven. Bemerk dat in 1973 de groeve slechts reikte tot + 37 m. Nolf heeft daarbij ook 2 spoelboringen geplaatst, waarvan één in de zandwinningsgroeve die reikte tot + 23 m en vanaf + 24,5 m vette klei aanboorde. Deze klei heeft hij als Yc geïnterpreteerd. Op basis van de beschrijving van de Heer Ampe en de boringen van Nolf werd de grote boring geplaatst in fig. 4.

Er blijkt dus een laag van + 3,5 m groene licht-zandige klei tussen het niveau + 24,5 m en + 21 m te steken, waarvan de analyses van Händle een gemiddeld vrij-kwarts gehalte geven van 30%. Het is duidelijk dat dit belangrijk is voor de eventuele uitbreiding van de groeve. Het monster B2 komt uit deze zone. Deze laag klei zou in aanmerking komen voor verwerking, eventueel in mengsel met bovenliggend zand. De laag kon met de handboor niet worden aangeboord vanuit de huidige bodem van de groeve (op 26 m), vanwege moeilijkheden met het grondwater. De vette Ieperiaanklei Yc werd op een niveau van ongeveer - 6 m aangeboord door Geolab. Dit is in overeenstemming te brengen met een boring te Tielt (Gulinck 1967) en de kleigroeve van Kortemark.

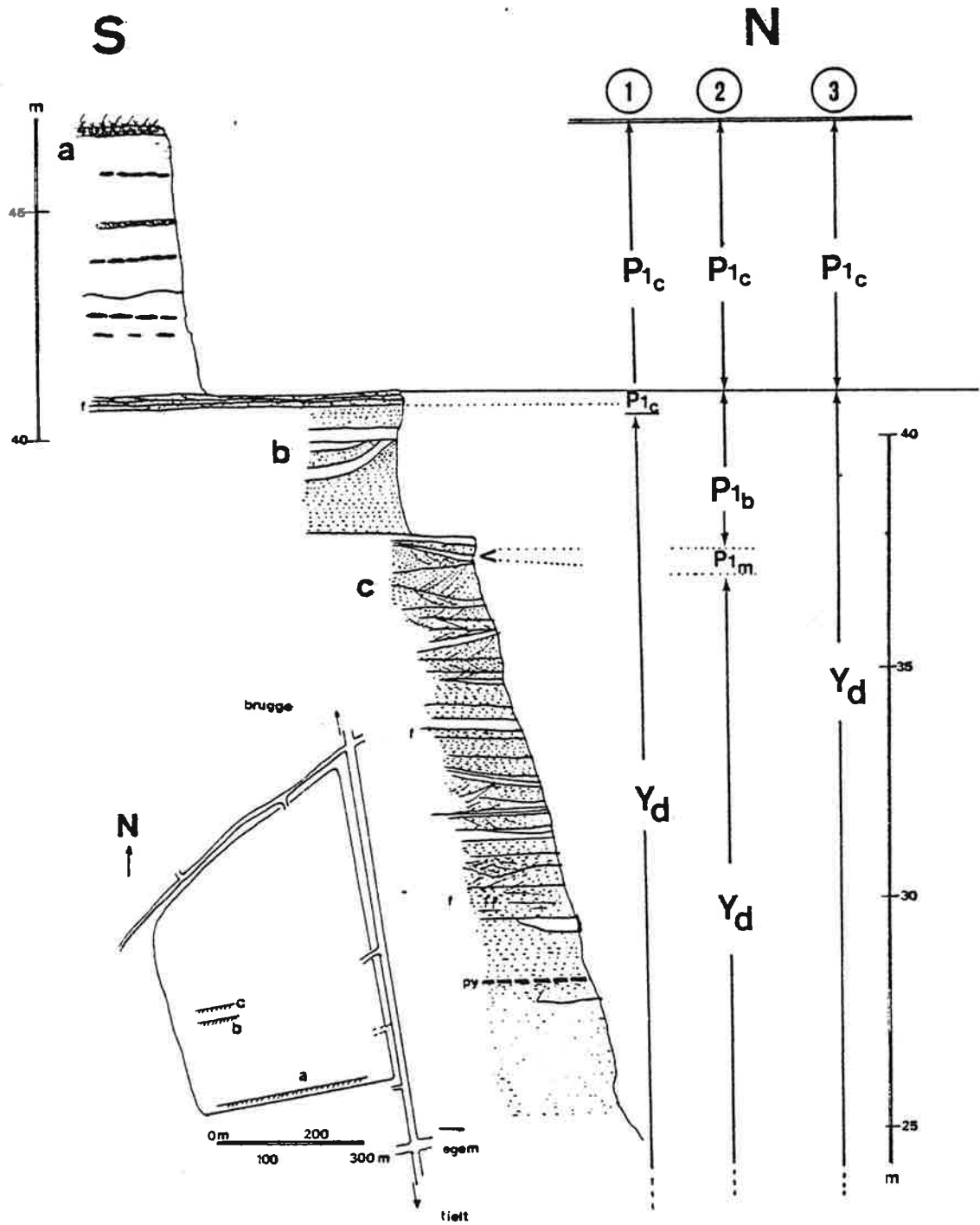
Vermelden we nog dat momenteel door Limbourg (1982) een studie verricht wordt op nummulieten en foraminiferen uit de groeve. De studie bevestigt de boven-Ieperiaan ouderdom van de zanden juist onder de zandsteenbank (+ 40 m). Het bovenliggende Plc is zeer arm aan microfossielen en zou volledig geremanieerd zijn. Alleen de zandsteenintercalla-

ties bevatten een weinig radiolariën en sponsspacula.

Conclusie

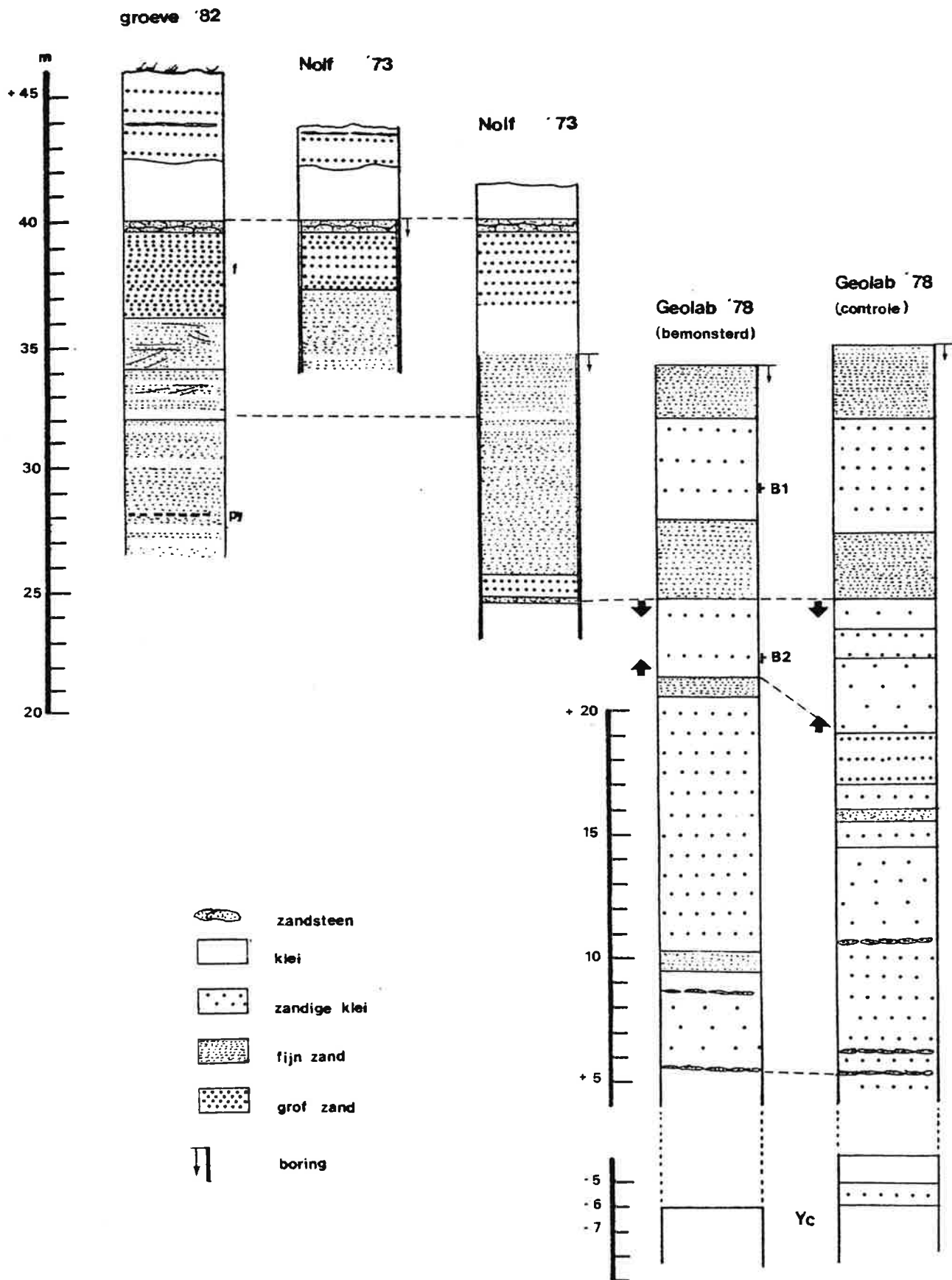
De Paniselklei ligt te Egem op een kleine heuveltop, en is er bijna volledig afgegraven. Daarom moet naar een uitbreiding in de diepte worden gezocht.

Uit een vergelijking van de twee boringen van Geolab (fig 4) die op ongeveer 250 m uit elkaar stonden, blijkt de grote laterale verandering in het boven-Ieperiaan, eigen aan dit soort wadafzettingen. Een kleirijke zone zoals rond B2 is wel vervolgbaar, maar bestaat vermoedelijk uit kleilenzen tussen zand, en niet uit een homogeen pakket zandige klei (zie ook hoofdstuk 2). Verder zal uit de samenstelling blijken dat dit pakket voor verwerking in aanmerking komt.



- ① interpretatie volgens De Coninck en Nolf (1978)
- ② " " Nolf (1972)
- ③ " " Geets (1978)

FIGUUR 3 : STRATIGRAFIE VAN DE GROEVE



FIGUUR 4 : SAMENVATTING VAN DE BORINGEN

2. karakterisering van de grondstof

§ 1 CHEMISCHE ANALYSES

Een kwantitatieve chemische analyse moet ons aanwijzingen geven over de kleimineralogie en over enkele nevenbestanddelen die een belangrijke invloed kunnen hebben op het bakgedrag. Deze kenmerken vinden we ook in de fysische en technologische analyses. Twee groepen bepalingen werden gemaakt :

-1. Bepaling van de hoofdelementen

a) voorbereiding

De monsters worden op 40° gedroogd en in een porceleinen kroes fijn gemaakt. Daarna wordt 0,500 g opgelost door een Li-metaboraatfusie volgens Ingamells (1970).

b) bepaling

- SiO_2 , Al_2O_3 , MnO , CaO en P_2O_5 worden door emissiespectrometrie bepaald in een Ar-plasma.
- MgO , TiO_2 , K_2O , Na_2O en het totaal Fe gehalte als Fe_2O_3 worden door atomaire absorptiespectrometrie bepaald.

De ijkcurves werden opgesteld aan de hand van geochemische standaarden.

-2. Specifieke analyses

- FeO wordt bepaald volgens Shafer (1966) door titratie met $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ in zuur midden.
- S wordt door verhitting (1250°C, onder O_2 stroom) geoxydeerd tot H_2SO_4 , dat getitreerd wordt met NaOH.

- het totaal koolstofgehalte (organisch materiaal en carbonaten) wordt onder de vorm van CO_2 volumetrisch bepaald na verbranding op 1100° .
- voor de hoeveelheid carbonaat wordt het CO_2 , dat ontstaat, bij behandelen van het monster met HCl , volumetrisch bepaald.
- H_2O^+ en H_2O^- samen (H_2O^\pm) worden bepaald met een moisture analyser door verhitten tot 1000° .
 H_2O^+ wordt bepaald als het gewichtsverlies bij verhitten tot 105° .
 H_2O^- wordt berekend als het verschil tussen H_2O^\pm en H_2O^+ .
- L.I. (loss of ignition) is het totaal gewichtsverlies bij verhitten tot 1000° .
- organische koolstof wordt bepaald door oxydeerbare bestanddelen te oxyderen met een dichromaatoplossing en te titreren met een FeSO_4 oplossing.

Meer details over deze methodes vinden we bij Notebaert (1980).

-3. Resultaten en bespreking

De resultaten werden uitgedrukt in gewichtsprocenten van de oxyden (uitgezonderd voor C en S) en weergegeven in tabel 2. De gegevens onder het totaal werden niet meegerekend.

De twee sleufmonsters, Ia en Ib, schijnen representatief te zijn voor hun pakket : ze geven ongeveer voor alle waarden een gemiddelde van de twee andere monsters uit hun pakket.

a) de bleke klei (Ia, Il, en I8)

Deze bevat relatief veel SiO_2 en weinig Al_2O_3 .

We weten inderdaad dat dit pakket zandiger is dan de donkere klei. Het fluxgehalte staat voor de som van $\text{Fe}_2\text{O}_{3\text{tot}}$, MgO , Na_2O , CaO en K_2O .

Het is hier laag, evenals de gehalten aan S en C. Aanwezigheid van S en C geven problemen bij het bakken (zie verder). Afwezigheid van S en C kan

	Ia	II	I8	Ib	III	III3	III6	III8	B1	B2	
SiO ₂	76.44	74.95	76.76	71.87	72.93	72.39	60.53	57.05	70.11	78.45	64.44
Al ₂ O ₃	7.35	7.90	6.91	9.30	9.27	8.79	12.79	11.97	7.74	6.24	11.44
Fe ₂ O ₃	4.68	5.04	4.60	4.48	3.65	4.66	5.22	6.65	4.53	4.20	4.44
FeO	0.36	0.37	0.36	0.89	0.74	1.20	1.58	2.80	1.95	0.82	1.17
MnO	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.03	0.11	0.05	0.01	0.02
MgO	1.07	1.08	1.14	1.17	1.05	1.27	1.77	1.72	1.55	1.19	1.45
CaO	0.29	0.72	0.21	0.48	0.29	0.57	2.65	3.85	2.58	0.96	1.51
Na ₂ O	0.38	0.48	0.38	0.41	0.41	0.45	0.45	0.45	0.55	0.51	0.65
K ₂ O	1.72	1.72	1.67	2.00	1.95	2.00	2.43	2.24	2.10	2.29	2.45
H ₂ O ⁺	5.99	6.27	6.50	6.42	6.62	6.28	9.06	8.36	9.61	3.85	6.16
CO ₂	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.06	2.09	1.17	0.29	0.26
TiO ₂	0.68	0.68	0.60	0.78	0.77	0.72	0.74	0.69	0.67	0.45	0.79
P ₂ O ₅	0.05	0.06	0.05	0.07	0.06	0.05	0.06	0.07	0.07	0.06	0.06
S	0.01	0.01	0.01	0.62	0.50	0.55	0.35	0.58	0.20	0.18	0.45
Tot.C	0.17	0.34	0.12	0.94	0.92	0.90	0.57	0.83	0.38	0.42	0.77
	99.21	99.64	99.33	99.45	99.18	99.75	99.29	99.46	99.26	99.92	99.06
Org.C	0.11	0.30	0.08	0.92	0.90	0.87	0.57	0.82	0.37		
H ₂ O ⁺	1.59	2.82	3.38	1.65	3.27	3.33	4.14	4.04	2.17		
LI	4.34	4.31	3.91	5.89	5.82	5.35	7.06	7.58	4.85		

TABEL 2 : RESULTATEN VAN DE CHEMISCHE ANALYSES (IN GEWICHTSPROCENTEN)

de porositeit echter verlagen doordat tijdens het bakken weinig gassen ontsnappen. Bijna al het ijzer is geoxydeerd, en de relatief grote hoeveelheid heeft het gebakken produkt een rode kleur.

b) de donkere klei (Ib, III en II4)

Deze is duidelijk Al_2O_3 -rijker. Uit DTA (§4) en uit de granulometrie (§3) leren we dat deze klei minder vrij kwarts bevat en meer kleimineralen. Het hoge gehalte aan S en C wijst op meer reducerende afzettingsomstandigheden, of op het feit dat het grondwaterpeil tot hier reikte. Het glauconiet is nog niet geoxydeerd, zodat de Fe^{2+}/Fe^{3+} verhouding relatief hoog ligt.

c) de kleilenzen (III3, III6 en III8)

De resultaten zijn hier beïnvloed door de hoge glauconietgehaltenes. Zo krijgen we hoge gehaltenes aan Fe^{2+} , en wijst het lage SiO_2 gehalte van III6 niet op een afwezigheid van een zandfractie : deze zandfractie bestaat hier echter voornamelijk uit glauconiet.

We krijgen hier voor het eerst CO_2 . Dit is te verklaren door het oplossen van de talrijke fossielen, die in het Paniseliaan sensu stricto (p 7) ontbreken. We keren hier in §2 verder op terug.

d) stalen uit de boring (B1 en B2)

B1 is duidelijk een zandig monster. Het werd door de analyses van Händle beschreven met een vrij kwartsgehalte van 50% (zie verder §2.4).

B2 vertoont opvallende gelijkenissen met analyses van boven-Ieperiaan klei door Notebaert (1980). Vermits deze laag eventueel in aanmerking komt voor verwerking in de fabriek, vermelden we ook dat de gehaltenes aan C en S weinig verschil vertonen met die van de bovenliggende pakketten ,Ia en Ib. Het hoge $CaCO_3$ gehalte is hier opvallend.

Een belangrijk gegeven in de evaluatie van de klei is het pyrietgehalte. Om dit juist te berekenen zou van het totaal S het gedeelte van de oplosbare sulfaten moeten afgetrokken worden. Dit kan o.a. gravimetrisch bepaald worden door neerslaan van die sulfaten als BaSO_4 . Uit DTA analyse zal blijken dat alleen Ib een opmerkelijk pyrietgehalte bevat. Vermits deze klei vermengd wordt met Ia, die geen pyriet bevat, zal dit geen gevolgen hebben voor het bakgedrag. Daarom werden de berekeningen achterwege gelaten. Gezien de grijze klei nog in gereduceerde toestand is, wijst de hoge S waarde zeer vermoedelijk op de aanwezigheid van pyriet.

Conclusie

In vergelijking met andere Belgische kleien is de Paniseliaan-klei een eenvoudige grondstof wat betreft de nevenbestanddelen (Decler et al.1982).

§ 2 MINERALOGISCH ONDERZOEK

In de praktijk blijkt X-stralen diffractie nog steeds de snelste methode te zijn om de kleimineralogie te bepalen.

-1. Methode

Ongeveer 10 g monster wordt zonder peptisant in 100 ml gedemineraliseerd water geschud. Door centrifugeren wordt de fijne fractie afgescheiden van het zand. De fijne fractie wordt dan met gedemineraliseerd water gecentrifugeerd en gewassen tot het een stabiele suspensie vormt, d.i. tot het na 10 minuten centrifugeren op 2000 rpm nog niet volledig bezonken is. Door sneller en langer centrifugeren wordt dan de fijne fractie afgescheiden en terug opgeschud in 100 ml gedemineraliseerd water. Na 47'47" haalt men dan met een pipet uit de bovenste cm alleen deeltjes $< 2 \mu\text{m}$ (wet van Stokes). Dit wordt per monster op 2 glasplaatjes aangebracht waarna men bij kamertemperatuur het water laat verdampen. Door langzaam bezinken komen de plaatvormige kleipartikels op hun *oof* vlak te liggen. Het zijn deze vlakken die zullen diffracteren.

Onder vacuum werden eerst drie opnames gemaakt van elk monster:

- zonder verder behandelen : N-opname
- na 24 uur in glycolatmosfeer gebracht te hebben : G-opname
- na 1 uur verhit te hebben op 500° : V-opname

Dit werd gedaan met het plaatje van de N-opname.

Verdere voorwaarden waren :

Cr straling ($\lambda_{\text{Cr}} = 2.29092$)

V filter

30 kV ; 30 mA

tijdsconstante 4" bij een bereik van 1000 c.p.s.

of 2000 c.p.s.

-2. Semi-kwantitatieve bepalingen

De opnames voor de semi-kwantitatieve bepalingen werden gemaakt van geglycoliseerde plaatjes, maar zonder vacuum. De vacuumpomp bleek immers de glycol vrij snel te onttrekken aan de klei. Van een geglycoliseerd plaatje werd het maximum van de 17 Å piek gezocht en werd de goniometer op deze 2θ stand gestopt. Zonder vacuum in te schakelen bleef de piek 2 uren zonder intensiteitsverlies. Werd vacuum getrokken, dan halveerde de piekhoogte op \pm 15 minuten tijd. Voor Cr-straling wordt normaal vacuum gebruikt, maar het voordeel qua intensiteit en background daarbij weegt niet op tegen het risico verkeerde bepalingen te krijgen.

Vaak wordt voor de berekening de oppervlakte van smectiet en kaolinit door een factor gedeeld (Vandenberghe 1974). Dit heeft te maken met het verschil in Lorentz-polarisatiefactor tussen de kleimineralen. Er is discussie over de grootte van de factor. We laten de oppervlaktes van alle pieken onveranderd. Bij onze monsters zou het procentueel verschil bij delen van de montmorillonietpiek door 3 zeer gering zijn, door de grote overmaat aan smectiet. Bemerkt dat het kwantitatief bepalen van kleimineralen aan de hand van X-stralen diffractie benaderend is en dat we derhalve alleen van een semi-kwantitatieve methode kunnen spreken. Om het geringe gehalte aan kaolinit in de resultaten niet verloren te laten gaan bij de afronding der cijfers, werden de resultaten procentueel weergegeven.

Als het draagglasje met de lengterichting evenwijdig aan de goniometeras werd aangebracht, bleek onder $2\theta = 9^\circ$ een deel van de X-stralen verloren te gaan. Een smallere divergentiegleuf was niet voorhanden. Daarom werd het plaatje met de breedterichting parallel aan de goniometeras aangebracht, zodat vanaf $2\theta = 3^\circ$ de volledige bundel X-stralen door het plaatje opgevangen werd. Na berekening vonden we dat een divergentiegleuf van $1/4^\circ$ zou volstaan op de eerste methode te handhaven.

- 3. Resultaten en Bespreking

In alle monsters werd een zeer gelijkaardige samenstelling gevonden (zie tabel 3). Hoofdbestanddeel is overal een smectiet, die tot 97% van de monsters uitmaakt. Deze smectiet is volgens Thorez (1976) "well crystallized class B". Daarnaast vinden we overal een goed gekristalliseerde 10Å fase, die we aan illiet toeschrijven. In enkele monsters vinden we daarnaast nog een spoor van kaoliniet .

	% Montmorilloniet	% Illiet	Sporen kaoliniet
Ia	95	5	
II1	96	4	
II8	97	3	
Ib	93	7	
II11	92	8	
II14	93	7	X
III3	97	3	X
III6	87	11	2
III8	97	3	X
B1	97	3	
B2	96	3	1

TABEL III : SEMI-KWANTITATIEVE BEPALINGEN VAN DE KLEIMINERALEN

De reflecties van de smectiet variëren in de N-opnames van 12.30 Å tot 14.50 Å (zie fig. 5), waarvoor een aantal verklaringen mogelijk zijn. Vooreerst zijn met smectiet veel

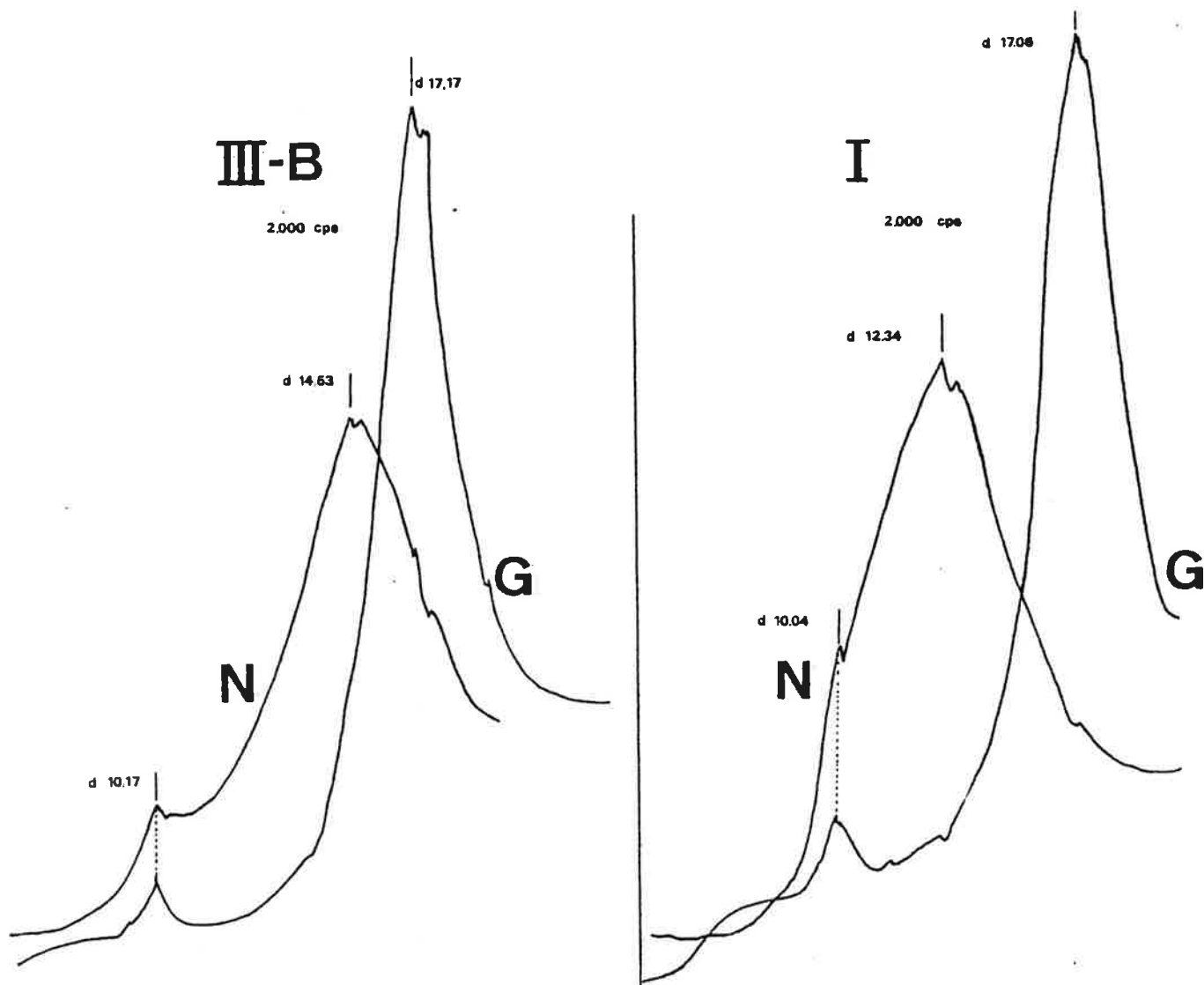
mixed layer kleien gekend, die al dan niet regelmatig zijn (Brindley 1980). Daarnaast kan de d-waarde ook variëren met de mate van hydratatie. Het interlayer-water kan in hoeveelheid en aantal lagen verschillen. Tenslotte kan een andere vrij kation een andere reflectie geven. Gezien het hier om een "interlayer" positie gaat, is dit veelal gepaard met een verschillende mate van hydratatie.

Bij onregelmatige *mixed layer kleien* kunnen de reflecties sterk variëren en kan één van de bestanddelen in de G-opnames uitzetten tot 17 Å (Thorez 1976). In dit geval echter zijn de reflecties in de N-opnames nooit scherp gescheiden van reflecties van de 10 Å fase. Wij vinden zeer scherp gescheiden pieken.

Verschillende *hydratatie* zou direct wijzen op 2 montmorilloniettypes, gezien voor alle preparaten eenzelfde preparatietechniek werd gevolgd.

Thorez beschrijft 12.30 Å als de d-waarde van een Na-rijke montmorilloniet met 1 H₂O molecuul, terwijl 14 Å de d-waarde is van een Ca variëteit met 2 H₂O molecules. Argumenten daarvoor vinden we vooreerst in de geologie : deze twee soorten typeren resp. pakket I (Paniseliaan, afgegraven) en pakket III en B (kleilenzes in het Ieperiaan). Daarnaast zijn pakketten III en B rijk aan fossielen, die bij het oplossen het milieu Ca-rijk maken. Verder vinden we in de chemische analyses van pakket III en de boringen inderdaad veel Ca, waarvan de toename t.o.v. pakket I slechts voor 2/3 te verklaren is door CaCO₃.

Een Na-montmorilloniet is in België eerder zeldzaam. We hebben op verschillende manieren proberen aan te tonen dat de montmorilloniet inderdaad Na-rijk is in pakket I en Ca-rijk in pakket III en B. Er werd gewerkt met stalen II en III3. Van beide monsters werd de zandfractie verwijderd door centrifugeren. Bij telkens 150 mg van de fijnere fractie werden



Kleilenzen in het Ieperiaan:
Ca-montmorilloniet

Paniseliaan-klei:
Na-montmorilloniet

N-opname : onbehandeld monster

G-opname : geglycoliseerd monster

FIGUUR 5 : DIFFRACTOGRAMMEN
VAN BEIDE PAKKETTEN

- 1) 20 ml NH_4Ac 1N oplossing gevoegd
- 2) 20 ml NaAc 1N oplossing gevoegd
- 3) 20 ml CaCl_2 2N oplossing gevoegd

Telkens werd 24 uur geschud, gefilterd en gewassen met 10 ml van de oplossing. Van de behandelde klei werd met de lutumfractie preparaten gemaakt voor de diffractometer. Om een stabiele suspensie te krijgen diende de klei 10x gewassen te worden met gedemineraliseerd water.

In de eerste 2 behandelingen verdween alle smectiet, en bleef alleen een 10 Å fase over. Bij behandelen met CaCl_2 een 10 Å piek en een montmorilloniet op 12.30 Å, zowel in II als III3.

Onze testen geven dus geen eenduidige verklaring. Gezien de mogelijke geologische implicaties van het verschil tussen beide pakketten, zouden verdere testen moeten worden uitgevoerd. Zo zou o.a. de vloeistof na ionenuitwisseling kunnen geanalyseerd worden op Na en Ca. Diffractometrie alleen schijnt hier dus geen oplossing te bieden.

-4. Bepaling van vrij kwarts

a) methodes

Het gehalte aan vrij kwarts in een kleimonster is het percentage SiO_2 dat niet gebonden is aan andere silikaten dan polymorfen van SiO_2 zelf. Het wordt dus bepaald door kwarts en soms ook door opaal, chalcedoon of andere vormen van SiO_2 . Zoals later blijkt is het een belangrijke parameter bij het verwerken van de klei (vormgeving, droogproces, bakken, zie H 3).

We hebben geprobeerd verschillende methodes voor de

kwantitatieve bepaling van vrij kwarts te vergelijken. Daarvoor werd telkens gewerkt met een hoeveelheid monster dat zachtjes werd fijngestampt tot alles fijner was dan $106 \mu\text{m}$. De fractie $> 106 \mu\text{m}$ was nergens groter dan 10%.

Vooreerst is er een *chemisch-gravimetrische methode* volgens Trostel en Wynne (1940) waarbij in theorie het residu na oplossen van een smelt alleen nog bestaat uit vrij kwarts. Als controle wordt het residu behandeld met HF. Daarna bleek soms nog een aanzienlijke rest aanwezig te zijn (tot 20 mg), die volgens diffractogrammen echter geen SiO_2 meer bevatte. Dit gewicht werd dan gewoon van het eerste residu afgetrokken.

Vervolgens werd van hetzelfde monster een *DTA-opname* gemaakt met een chromel-alumel termokoppel. De oppervlakte van de piek voor de $\alpha \rightarrow \beta$ overgang in kwarts (573°) werd berekend als de hoogte x de breedte op halve hoogte. We namen het gemiddelde tussen de pieken van opwarmen en afkoelen. Dit bleek met de andere analysemethodes betere correlaties te geven dan de piekhoogte zelf. De percentages werden berekend door de som van de oppervlaktes gelijk te stellen aan de som van de chemische percentages, en te herberekenen per monster. De opnames werden gemaakt onder volgende voorwaarden :

- range T 50 mV
- range ΔT 2 mV
- stijging en afkoeling $10^\circ/\text{min}$
- papiersnelheid : 2 mm/sec
- 25 mg monster t.o.v. 25 mg Al_2O_3 poeder

Tenslotte kregen we van J. Decler een monster van de Boomse klei (SN3a) waarvan naast de chemische methode ook een kwantitatieve bepaling met diffractogrammen was gemaakt (Institut de Géologie - Strasbourg).

Uit de chemische analyses van onze monsters (tabel 2) werd dan ook het vrije kwartsgehalte berekend volgens Timmers uit :

$$(1) \% \text{ kwarts} + \% \text{ kleimineralen} = 100 - \% \text{ Fe}_2\text{O}_3\text{tot} - \% \text{ orgC} - \% \text{ CaCO}_3$$

$$(2) \% \text{ kwarts} + 1/2 \% \text{ kleimineralen} = \% \text{ SiO}_2$$

b) resultaten en bespreking

	% Chemisch	% tegenanalyse	DTA		Timmers %
			opp mm ²	%	
Ia	46.7		22.9	52.5	58.5
Ib	44.9		16.8	38.5	51.3
B1	57.1	52 *	28.8	66.0	63.3
B2	41.1	24 *	14.3	32.7	44.2
SN3a	40.5	XRD 34.5 ** chem 35.0 **			
	(a)	(b)	(c)	(d)	(e)

TABEL : RESULTATEN ANALYSES VRIJ KWARTS

* Analyses volgens Händle. Gebruikte methode onbekend.

** Gegevens J. Decler mondeling

1) vooreerst valt een groot verschil op tussen (a), (c) en (d). De waardes per monster lopen meer dan 10% uiteen. Toch zijn in elke methode de relatieve gehalten dezelfde nl. in afnemende hoeveelheid B1, Ia, Ib en B2.

Chemisch worden alle vormen van SiO₂ bepaald, terwijl met DTA alleen kristallijn kwarts de omzetting ondergaat. Theoretisch zou de waarde van (c) steeds kleiner moeten zijn dan (a). Dit is niet altijd het geval. De waarde (d) kan slechts een benadering zijn, gezien de vereenvoudigingen bij het opstellen van de vergelijkingen.

- 2) Alhoewel er een zeer goede overeenkomst bestaat tussen de chemische en röntgenografische methode voor SN3a (ook op meerdere monsters geconstateerd), vinden we 5 % verschil tussen SN3a (a) en (b). De reproduceerbaarheid van de chemische methode wordt hierdoor in vraag gesteld.
- 3) Alhoewel we niet weten welke methode gebruikt werd door Händle, is het verschil tussen B1 (a) en (b) beperkt tot 5 %. Voor B2 krijgen we echter grote verschillen tussen alle waardes. Dit verklaren we doordat de boring per halve meters werd bemonsterd, waaruit slechts een kleine hoeveelheid werd genomen. Nochtans komen de waardes (a) en (c) van dezelfde kleine hoeveelheid. Wellicht wijst het verschil met (b) erop dat we rond B2 geen homogeen pakket van licht-zandige klei hebben, maar dat we misschien eerder veel kleilenzen hebben in een zandige matrix. Belangrijk voor de verdere uitbating is dat alle waardes voor B2 lager zijn dan die voor Ia of Ib m.a.w. dat er vermoedelijk bij verwerken van die zone meer zal mogen afgemagerd worden dan nu het geval is.

c) conclusies

De chemische methode is zeer tijdrovend en delikaat (veel afwegen, verassen,...). Er is een probleem met een residu dat niet oplost met HF.

De methode met DTA staat helemaal nog niet op punt. De resultaten hierbij zijn zeker sterk afhankelijk van de vorm van SiO_2 , en de korrelgrootteverdeling van kwarts. Verder zal het verbrijzelen de kristalstructuur van de kwartskorrels aantasten, zodat de $\alpha \rightarrow \beta$ overgang niet volledig kan plaatsgrijpen. Bovendien is er een belangrijk matrix-effekt, dat werd geconstateerd door vergelijking van de kleimonsters met mengsels van 25, 50 en 75% kwartspoeder en Al_2O_3 -poeder. Eenzelfde monster gaf ook soms, zonder het uit het toestel te verwij-

deren, bij een 2^e opname 10% verschil.

Voorlopig is het wellicht éénvoudiger een granulometrische analyse uit te voeren op het kleimonster, met een bijkomende analyse van de zandfractie (veldspaten, glauconiet...). Een dergelijke studie kan ons evenveel informatie geven over het gehalte aan vrij kwarts.

Vermelden we nog dat R. Ottenburgs aan een analoge vergelijking werkt op meerdere monsters van verschillende Belgische kleien. Voorlopig werden daarbij dezelfde moeilijkheden ontmoet.

§ 3 FYSISCHE ANALYSES

-1. Granulometrie

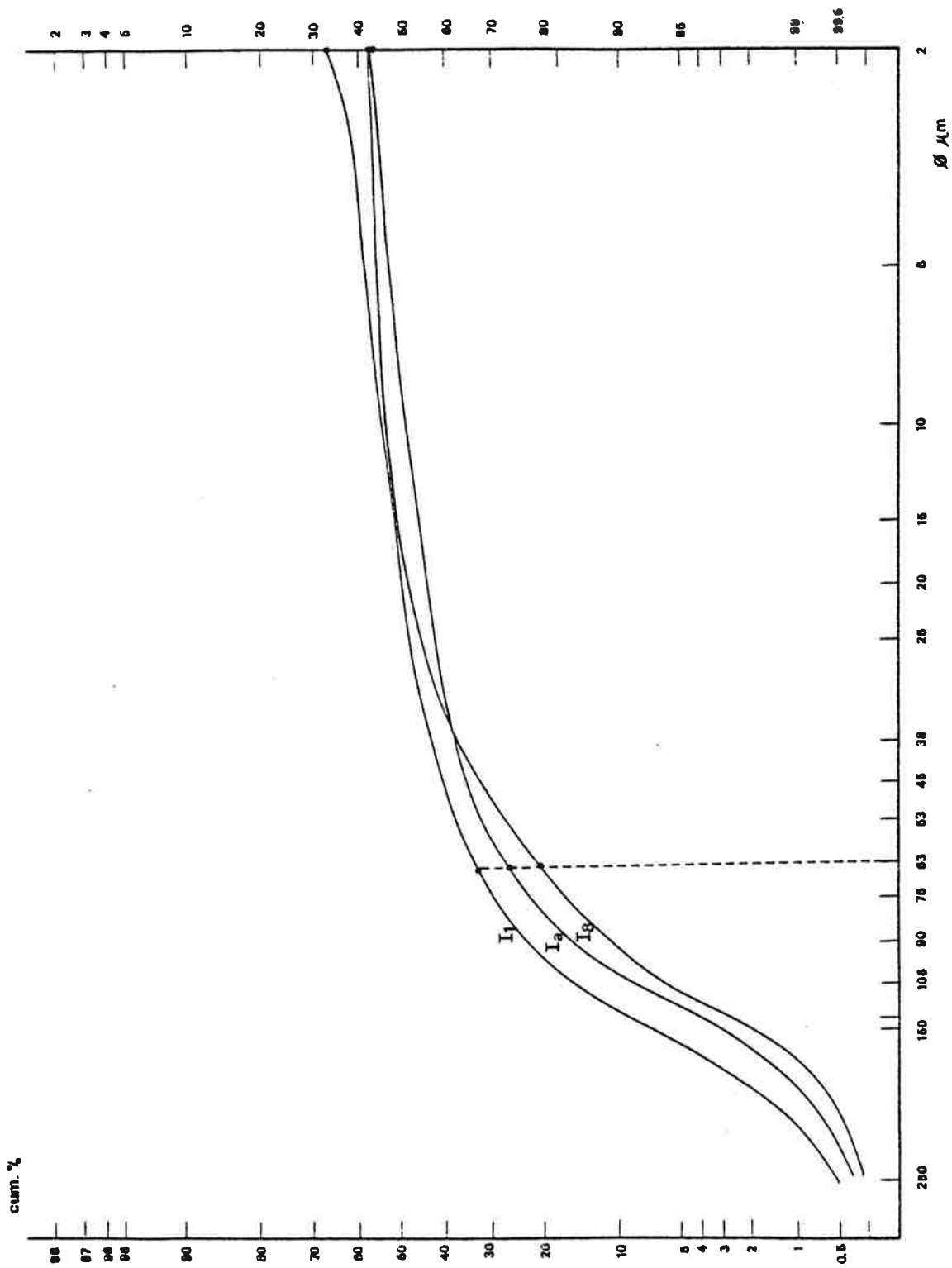
De hoeveelheid grove en kleine deeltjes in de grondstof geeft goede correlaties met andere gegevens. Zo is de granulometrie van belang bij het drogen en bij de vormgeving. Van een aantal monsters werd een granulometrische curve opgesteld. Van andere werden alleen de frakties $>63 \mu\text{m}$ en $<2 \mu\text{m}$ berekend. Ook werden twee zandsoorten geanalyseerd (geel zand uit de zandwinning en groen zand uit de kleiput onderaan), omdat verdere proeven de mogelijkheid moeten aantonen om met groen zand af te mageren.

a) methode

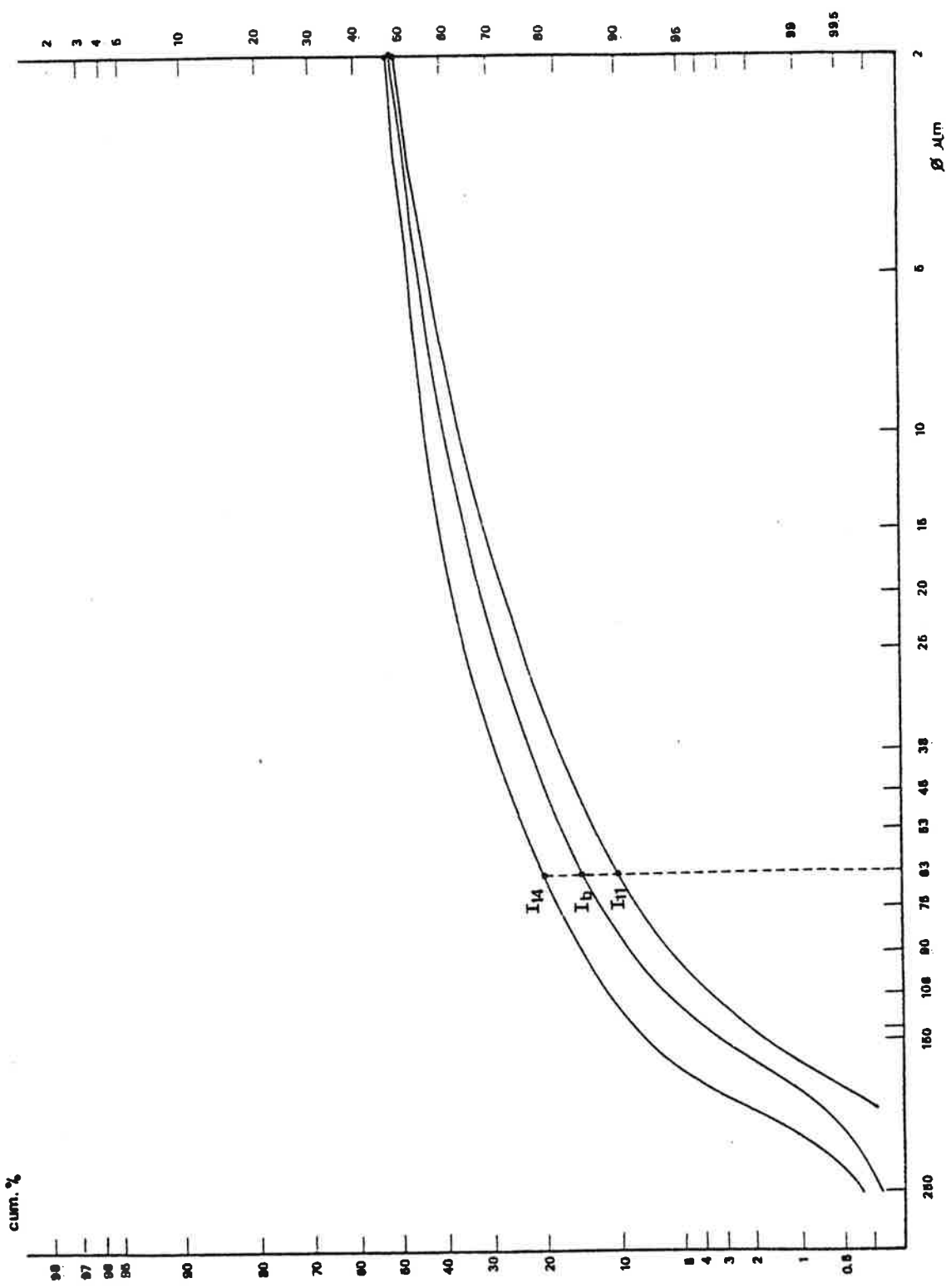
De klei werd op 40° gedroogd. Men weegt 10,00 g en brengt deze in 50 ml peptisant (9.48 g Na-oxalaat + 0.52 g Na_2CO_3 per liter) waaraan men 150 ml gedemineraliseerd water aan toevoegt. Om een nog betere stabiele suspensie te krijgen laat men de vloeistof even koken en trillen in een ultrasoon waterbad. Op een zeef van 38 mesh wordt eerst alles gezeefd. De fracties $>38 \mu\text{m}$ worden verder nat gezeefd, gedroogd op 105° en gewogen. De kleinere frakties worden afgetapt uit de sedimentatiekolom, waarbij gebruik wordt gemaakt van de wet van Stokes om de valsnelheid van de deeltjes te berekenen. Ook deze frakties worden gedroogd op 105° en gewogen. Hier moet het gewicht gecorrigeerd worden voor het toegevoegde peptisant.

b) resultaten en bespreking

De resultaten van de verschillende kleimonsters werden uitgezet in tabel 4 en figuren 6 en 7. Vooreerst zien we dat onze sleufmonsters Ia en Ib duidelijk een gemiddelde weergeven van resp. de



FIGUUR 6 : GRANULOMETRISCHE CURVES
VAN MONSTERS UIT DE BLEKE KLEI



FIGUUR 7 : GRANULOMETRISCHE CURVES
VAN MONSTERS UIT DE GRIJZE KLEI

bleke en de donkere klei. De lutumfractie van pakket I varieert tussen 33% en 50%. De bleke klei is zandiger. Er werden in pakket I fragmenten gevonden tot 5 mm, waarvan de grootste uit ijzernodules en zandsteenbrokjes bestonden.

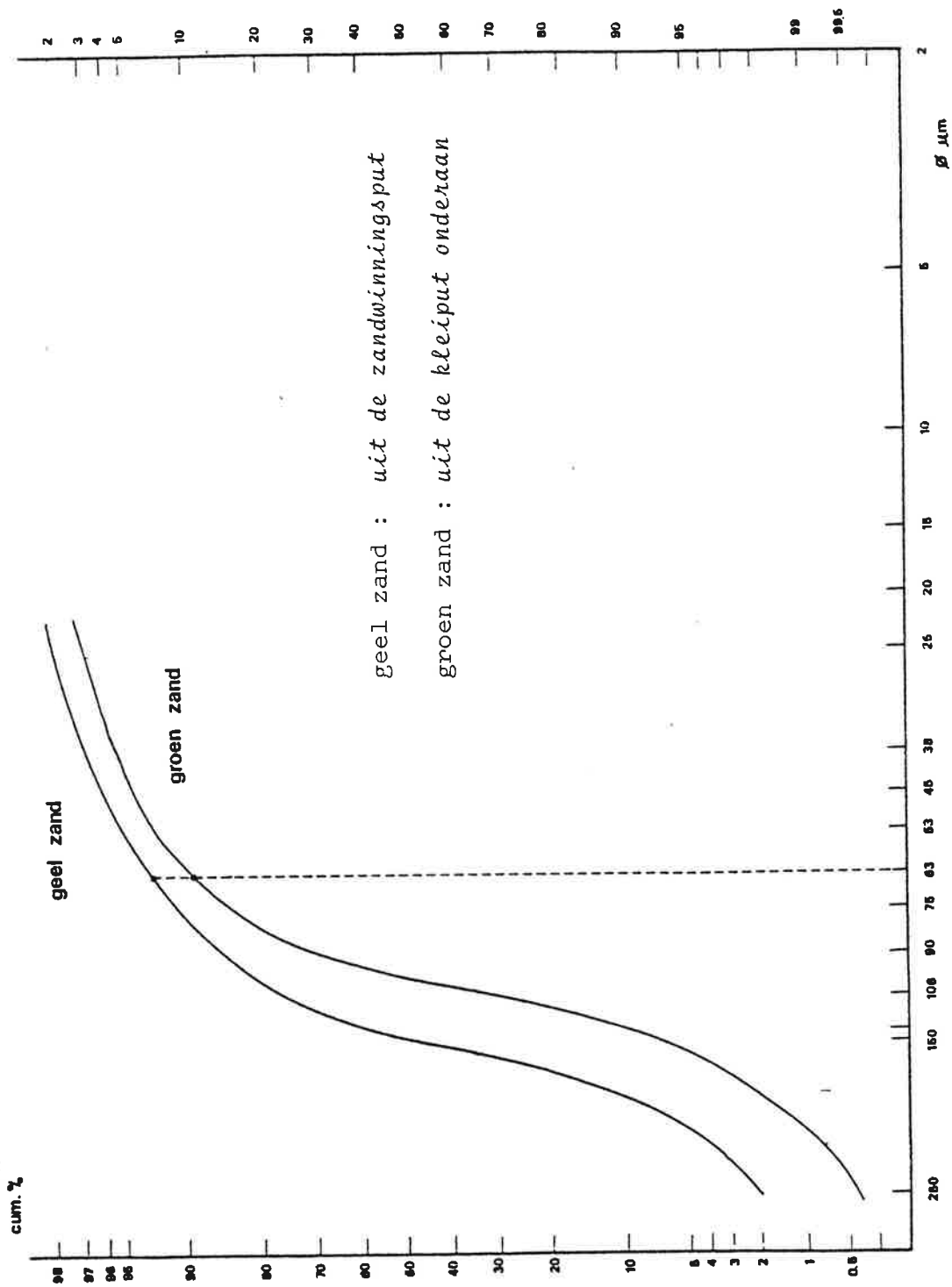
De kleilenzen (pakket III) bevatten een grotere siltfractie. Sommige van die lenzen zijn erg dun, en bij het bemonsteren is er misschien een kleine fout gebeurd door wat zand mee te nemen.

Het monster B1 is duidelijk zandig. B2 bevat weer een grote kleifractie en weinig zand. Vermoedelijk zal bij eventuele exploitatie deze laag bruikbaar zijn, wat we ook al concludeerden in § 2.4.

monster	% 2 μm	% 63 μm
Ia	41.6	26.8
II1	41.0	19.2
I8	33.7	32.7
Ib	46.8	13.5
II11	50.2	8.5
II4	46.1	17.2
III3	44.7	4.2
III6	25.4	10.4
III8	17.9	23.8
B1	14.9	63.0
B2	27.0	14.4

TABEL 4 : RESULTATEN VAN DE GRANULOMETRIE

In fig. 8 geven we de resultaten van de zandmonsters. Het gele zand is dus grofkorreliger dan het groene. Ze bevatten resp. 89% en 93% $>63 \mu\text{m}$. Op de gevolgen hiervan komen we later terug.



FIGUUR 8 : GRANULOMETRISCHE CURVES
VAN BEIDE ZANDSOORTEN

-2. Pfefferkorntest

De consistentie van een klei-water systeem is de weerstand van het mengsel tegen shear-krachten. Pfefferkorn introduceerde in 1924 een methode i.v.m. de consistentie van de klei. Daar het een eenvoudige en snelle test is, en sinds het werk van van der Velden (1979) is deze methode aangewezen om het klei-water systeem te bestuderen. De consistentie en het daarmee samenhangend watergehalte bepalen het vormgevingsproces van een klei, en zijn daarom belangrijke parameters. De plasticiteits-index volgens de Atterberg-methode wordt meestal in de bodemkunde gebruikt.

a) methode

Een constant gewicht (1192.8 g) laat men vanop een constante hoogte (146 mm) op een kleicilinder vallen : de oorspronkelijke hoogte van het cilindertje (40 mm) wordt gereduceerd tot een *resthoogte*, die in verband staat met het watergehalte van het monster. Het watergehalte wordt uitgedrukt als *het gewicht water op het gewicht droge klei* (m/m_d). Gezien het technologisch belang van deze test (zie hoofdstuk 3) werden volgende monsters bij 5 of 6 goedgespreide watergehaltes beproefd :

- Ia
- Ib
- Ia+b (transportband fabriek)
- Ia+b met 10% groen zand
- " " 20% " "
- " " 10% geel zand
- " " 20% " "

Deze monsters moeten ons toelaten de invloed van de hoeveelheid en de soort toegevoegd zand na te gaan. Het *plasticiteitsgetal* volgens Pfefferkorn is *het watergehalte dat overeenkomt met een resthoogte van 15 mm.*

b) resultaten

Alle resultaten worden weergegeven in tabel 5 en figuren 9,10 en 11.

- 1) Het verband tussen *de resthoogte en het watergehalte* lijkt op het eerste zicht lineair te zijn (correlatiecoëfficiënt minimaal 0.9). Dit wordt door van der Velden (1979) voor de Nederlandse kleien betwist. Hij laat het verband bij hogere watergehaltes afbuigen. De pfefferkron-test werd ook door Notebaert (1980) niet-lineair geïnterpreteerd. Wij hebben in het beschouwde interval de punten lineair verbonden. De hoge correlatiecoëfficiënten zijn hiervoor een aanwijzing. Verder is de bekomen vergelijking éénvoudig te hanteren, en de verschillende monsters éénvoudig te vergelijken.

Er is bij enkele monsters misschien een kromming waar te nemen bij de onderste punten (vb. Ib en 20% geel). Deze is o.i. veroorzaakt doordat vanaf dit watergehalte H_2O als afzonderlijke component tussen de klei aanwezig is, waarbij meer water dus minder invloed zou hebben op de resthoogte (de kurve staat horizontaler). Misschien hebben we met een tweede rechte te maken vanaf een zeker watergehalte. Vermelden we dat bij het droogproces ook twee verschillende fazen zijn waar te nemen, zowel bij de krimp als bij het gewichtsverlies (Clews 1969 en Brownell 1976). Dit heeft te maken met twee verschillende vormen van water aanwezig in de klei.

In het gebied dat volgens van der Velden (1980) voor de strengpers gebruikt wordt, nl. resthoogte 25-28mm, is het verband zeker lineair.

- 2) *De zuivere kleimonsters* (figuur 9) tonen onmiddellijk Ia+b als mengsel van Ia en Ib. De donkere klei is sterker afhankelijk van het watergehalte. Vergeten we hierbij niet dat, hoe vlakker de curve, hoe minder ze afhankelijk is van het

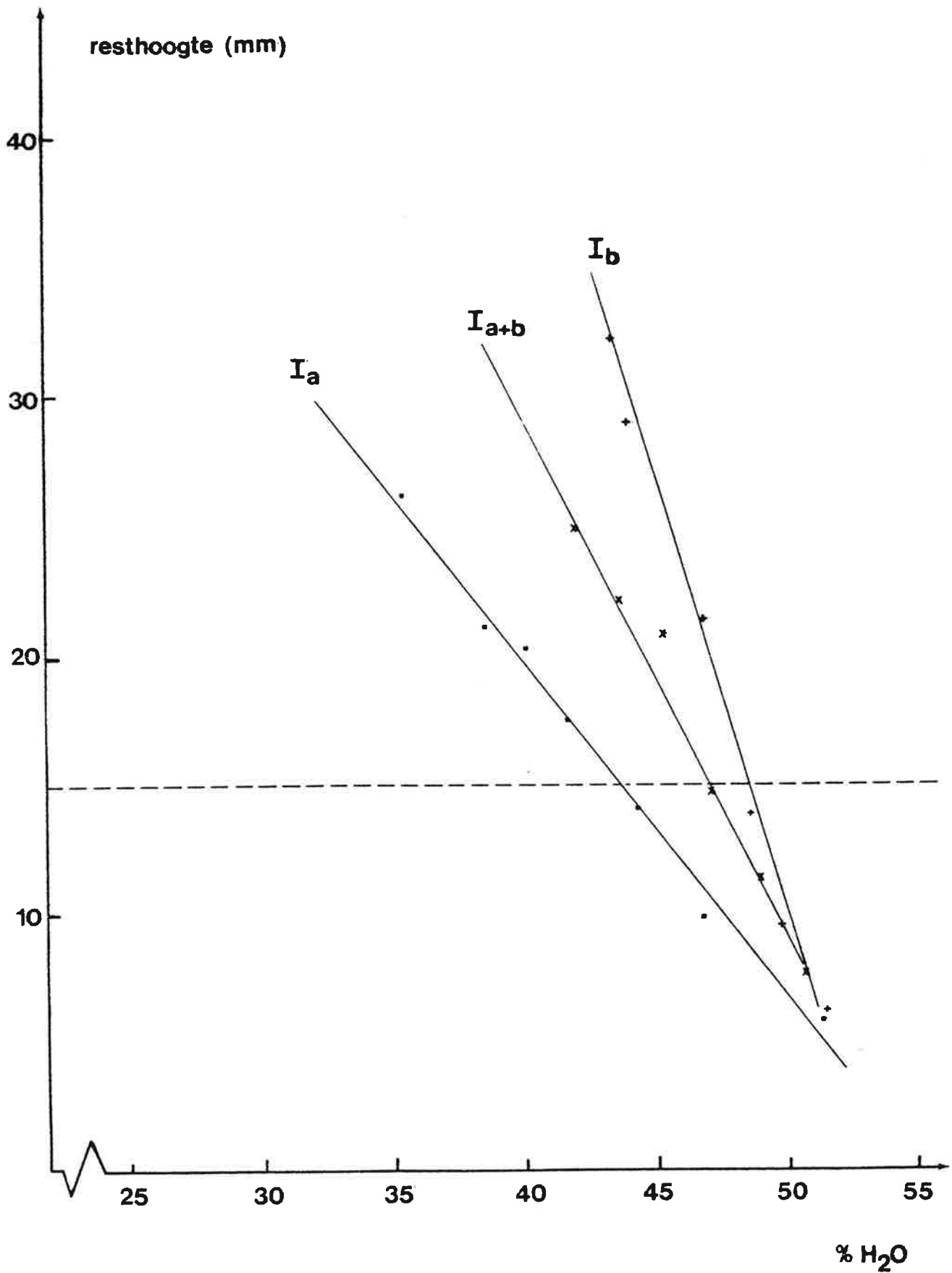
Monster	Consistentie- stabiliteit	Regressie- coëfficiënt	Plasticiteits- getal
1. Ia	+ 0.77	- 0.99	43.6
2. Ib	+ 0.30	- 0.99	48.4
3. Ia+b	+ 0.49	- 0.98	47.1
4. Ia+b + 10% geel zand	+ 0.61	- 0.99	39.6
5. Ia+b + 20% geel zand	+ 0.57	- 0.98	38.6
6. Ia+b + 10% groen zand	+ 0.49	- 0.99	43.6
7. Ia+b + 20% groen zand	+ 0.39	- 0.97	40.5
8. Ia+b labopers	+ 0.47	- 0.96	38.0
9. Ia+b + 10% > 500 μm	+ 0.50	- 0.99	32.2
10. Ia+b + 10% 250-500 μm	+ 0.46	- 0.99	33.6
11. Ia+b + 10% 125-250 μm	+ 0.44	- 0.99	33.6
12. Ia+b + 10% < 125 μm	+ 0.38	- 0.97	33.8
13. Ia+b + 10% schist	+ 0.52	- 0.99	38.0
14. Ia+b + 20% schist	+ 0.42	- 0.99	35.0

TABEL 5 : RESULTATEN VAN PFEFFERKORNTTEST

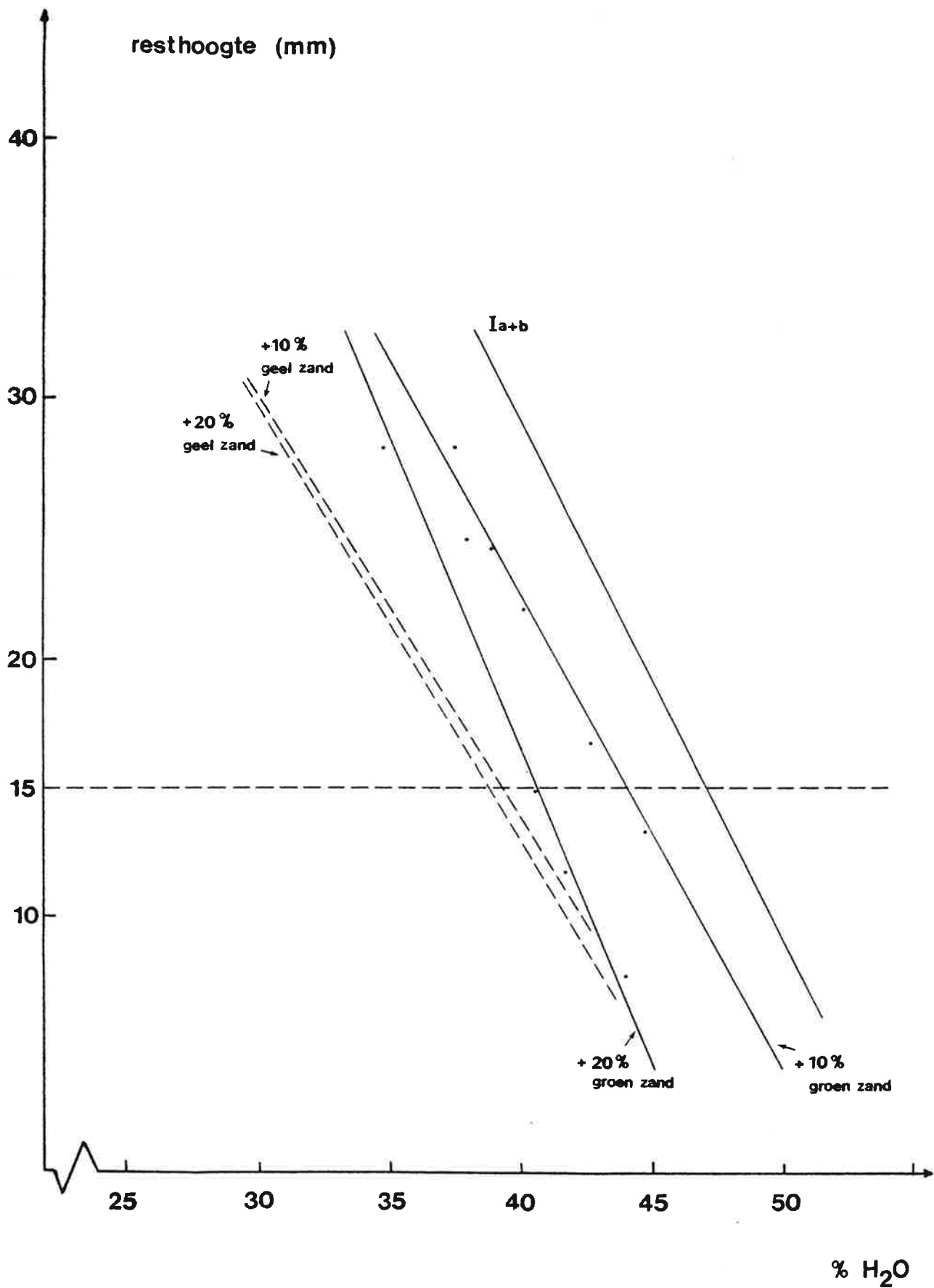
1, 2 en 3 : zie fig. 9

4, 5, 6 en 7 : zie fig. 10

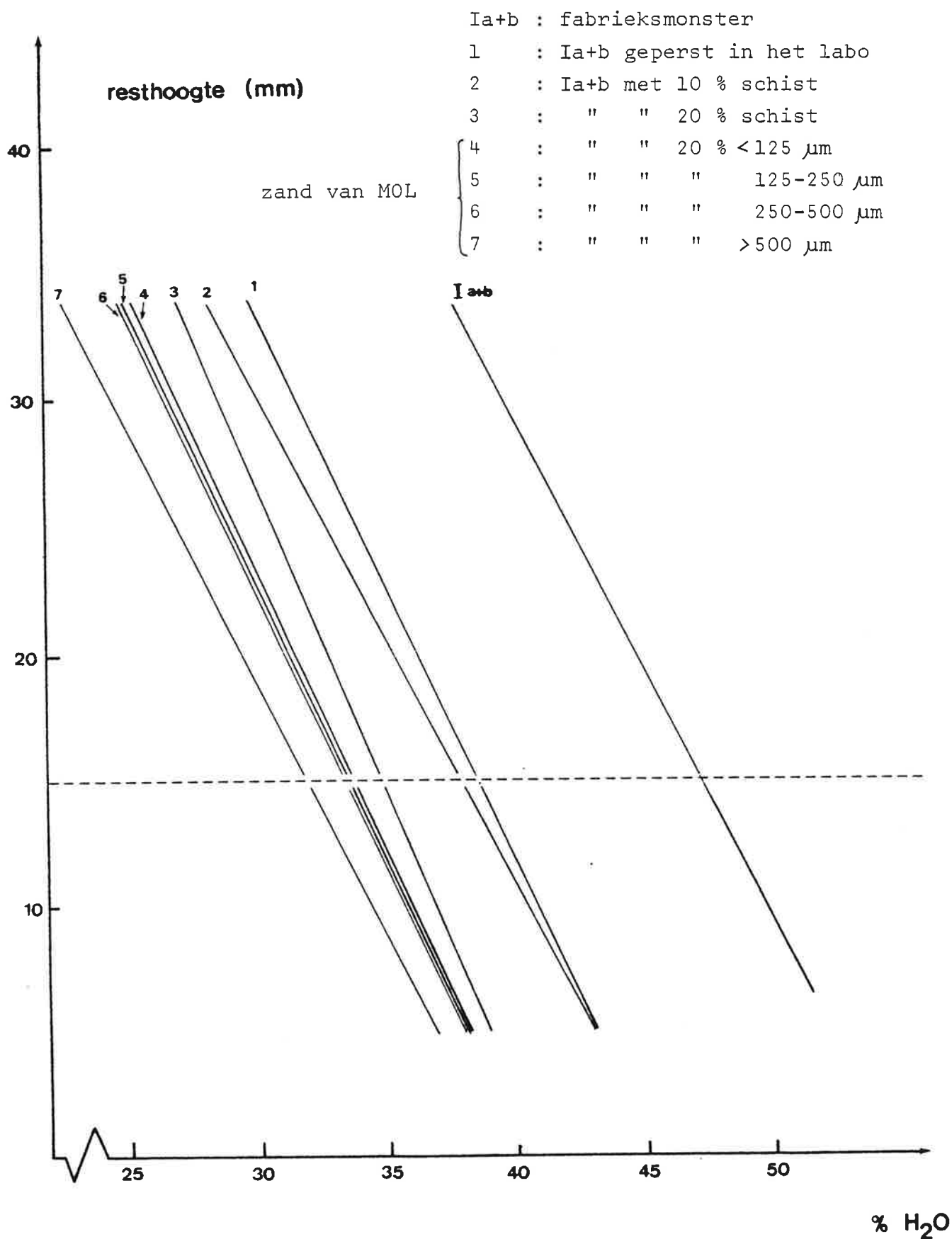
8 tot 14 : zie fig. 11



FIGUUR 9 : RESULTATEN VAN DE STUIKTEST /
ZUIVERE KLEIMONSTERS



FIGUUR 10 : RESULTATEN VAN DE STUIKTEST /
AFMAGERING MET GEEL EN GROEN ZAND



FIGUUR 11 : RESULTATEN VAN DE STUIKTEST /
AFMAGEREN MET ZAND EN SCHIST

watergehalte, en des te minder problemen de klei zal geven bij het vinden van het juiste watergehalte om te persen. Hoe meer de curve naar links ligt, hoe voordeliger : dan moet immers minder water ontsnappen tijdens het drogen.

Het verschil tussen Ia en Ib is te verklaren door de granulometrie : Ia is veel grofkorreliger, en rijker aan zandfractie. Zoals we later zien, is de invloed van het toevoegen van zand echter niet terug te vinden in de helling van de rechte.

Een bijkomende verklaring vinden we in de hoeveelheid organisch materiaal bij Ib (zie § 4.1). Het organisch materiaal dat als organo-kleikomplex aan de klei is gebonden, kan de plasticiteit zeker beïnvloeden.

3) *Toevoegen van geel zand* heeft een grotere invloed dan toevoegen van groen zand (zie figuur 10). De rechten blijven allen parallel aan de oorspronkelijke rechte van Ia+b. Het verschil tussen 10% en 20% afmageren is gering.

4) Er werd dan verder gewerkt met een in het labo *geperst monster van Ia+b* (zie figuur 11). Onmiddellijk valt het grote verschil op met het geknede monster Ia+b. Het homogeen maken door malen en persen bevoordeelt de consistentie dus beduidend. Bij het geperste monster werden dan *20% fracties van zuiver kwartzand (zand van Mol)* gevoegd. Deze hebben een zeer gelijke invloed, die bovendien parallel loopt aan het vertrekmonster, Ia+b. Andermaal blijkt de granulometrie de helling niet te veranderen.

Ook werd hier 10% en 20% (gemalen) schist toegevoegd. De verschuiving is weer parallel, maar geringer dan bij toevoegen van zand. Voor de duidelijkheid werden hier de meetpunten niet weergegeven.

c) bespreking

Een verklaring voor het gedrag van deze verschillende mengsels zoeken we in de verschillende types water en de manier waarop dit in de klei aanwezig is. Dit vinden we ook terug in het droogproces. Bij het drogen zal , naast het watergehalte ook het gemak waarmee dit water wordt losgelaten, een rol spelen (Clews 1969 en Brownell 1976). Er is een eerste faze waarbij het water naar de oppervlakte migreert en daar verdampt. Dit gebeurt met een constante aanvoer : het gewichtsverlies en de krimp zijn lineair. Om het droogproces te optimaliseren d.i. de krimp evenals de tijdsduur minimaal te houden, is het dus van belang krimpvrij materiaal (zoals zand) toe te voegen. Daarbij is er steeds een limiet volgens de eisen van sterkte voor de steen (zie hoofdstuk 3). Bij toevoegen van 10% zand is, mits goed mengen, de compacte kleimassa verstoord, waardoor het water beter kan ontsnappen. Verder afmageren tot 20% heeft alleen invloed in de mate dat het oorspronkelijk watergehalte verder gereduceerd wordt.

De toegevoegde schist is te heterogeen qua korrelgrootte om het water beter te kunnen laten ontsnappen. Niet alleen bij het drogen, maar verder ook bij het bakken, zou het fijner malen van de schist zeker betere resultaten geven. Een gelijke korrelgrootte kan leiden tot een benadering van de dichtste bolstapeling van de deeltjes. Deze zou dan een minimaal poriënvolume geven, en dus een minimaal watergehalte buiten de kleimineralen.

Bij het drogen is er dan een tweede faze, waarbij het geadsorbeerde water ter plaatse verdampt en dan gasvormig migreert. Deze faze is minder kritisch en heeft minder relatie met de Pfefferkorntest.

-3. Specifiek Oppervlak

Uit een studie van Amerongen (1967) haalde van der Velden (1978) een goede correlatie tussen het evenwichtswatergehalte bij adsorptie in lucht met een relatieve vochtigheid lager dan 80% en het totaal specifiek oppervlak van een klei. Daarom worden de bepalingen gedaan met de waterdampadsorptie van de analysemonsters onder gelijke omstandigheden te vergelijken met die van één of meer referentiemonsters, waarvan het specifiek oppervlak bekend is. De methode van van der Velden (1978) werd gevolgd.

monster	specifiek oppervlak (m ² /g)
standaard 1	139
standaard 2	84
Ia	171
I1	164
I8	164
Ib	178
I11	164
I14	155
III3	186
III6	170
III8	154
B1	105
B2	189

TABEL 6 : RESULTATEN VAN HET SPECIFIEK OPPERVLAK

De waarde van het specifiek oppervlak wordt in grote mate bepaald door de kleimineralogie; ze is hoger naarmate meer zwellende kleien aanwezig zijn. Ook de granulometrie is een bepalende faktor; fijnkorrelige klei heeft een groter specifiek oppervlak.

We hebben reeds gezien dat de kleimineralogie zeer weinig varieert. Ook het verschil in de montmorillonietsoorten tussen pakketten I en III is niet terug te vinden in het specifiek oppervlak. De fout die bij de gebruikte methode kan gemaakt worden is $\pm 10 \text{ m}^2/\text{g}$. Gezien onze resultaten zeer dicht bijeen liggen, zijn de correlaties met andere parameters niet zo relevant. We vinden wel duidelijk B1 als zandig monster terug.

§ 4 THERMISCHE ANALYSES

-1. Totaal-Analyse : DTA op kleimonsters

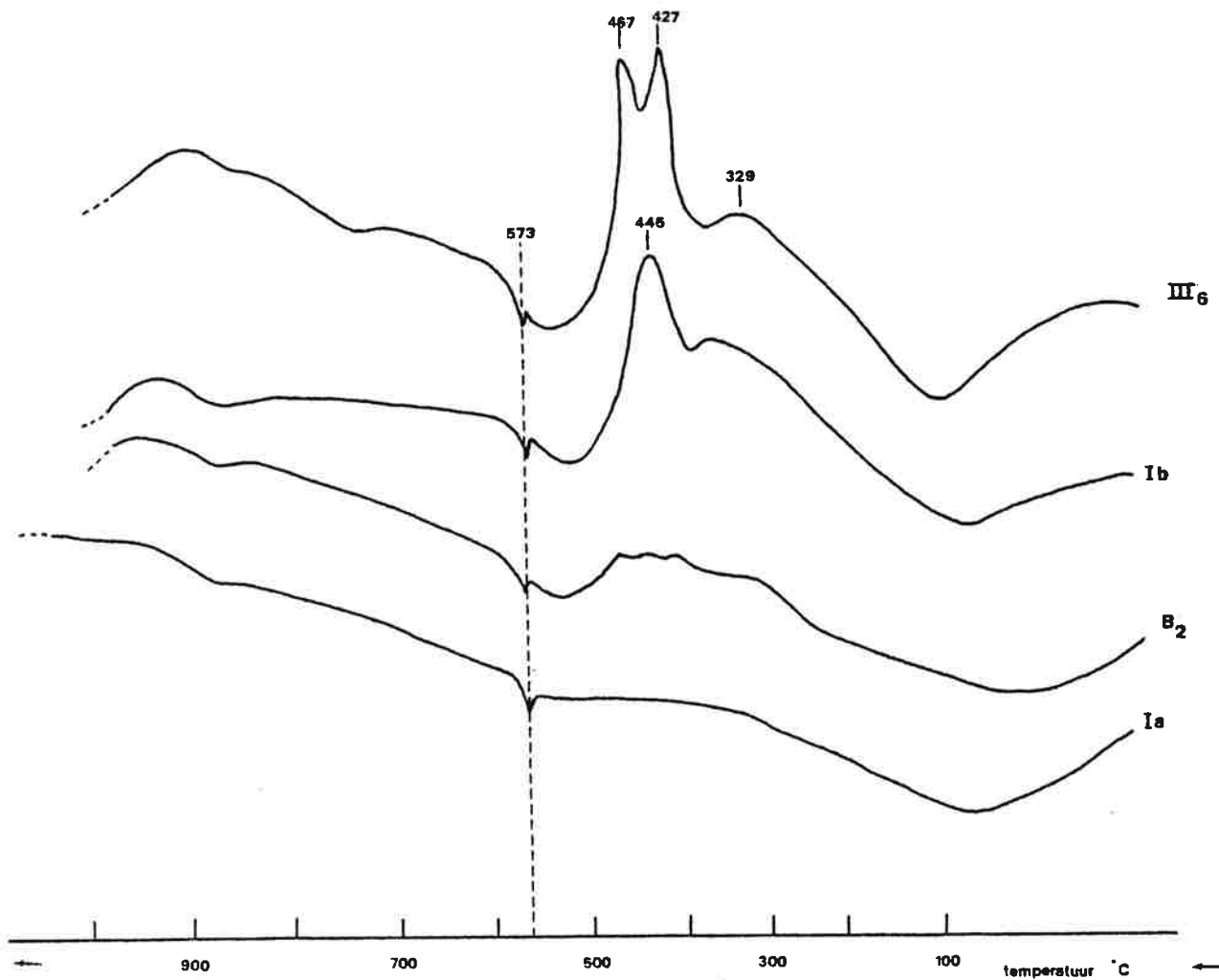
Differentieel thermische analyse werd uitgevoerd op 150 mg van volgende monsters : Ia, Ib, III6 en B2. Dit gebeurde met een toestel van het type Stanton Redcroft DTA 673-4 onder volgende voorwaarden :

- opwarmsnelheid 10°/min.
- Pt : Pt,Rh 18% termokoppel
- range T 5 mV
- range ΔT 20 mV
- papiersnelheid 2 mm/min.

De resultaten geven we in figuur 12.

In alle monsters vinden we een dalende lijn tot $\pm 120^\circ$. Deze lijn geeft het verlies van het geadsorbeerde water weer.

In alle monsters vinden we rond 120° een endotherme piek. We weten dat illiet en montmorilloniet vanaf deze temperatuur het interlamellair water verliezen. Dit verlies kan bij illiet gespreid gebeuren tot 400° , maar door de overmaat montmorilloniet in onze monsters gebeurt de reactie vrij snel. In alle monsters vinden we ook rond 540° een tweede endotherme piek. Dit is de temperatuur waarbij illiet en montmorilloniet het structurele water verliezen. Beide blijven echter kristallijn verder bestaan. Wel verschrompelen de structuren tot de illietstructuur. Verder vinden we overal op 573° een kleine scherpe endotherme piek. Deze geeft de omzetting van $\alpha \rightarrow \beta$ kwarts weer, en werd als ijkpunt gebruikt voor de temperatuurscurve. Daarnaast is er overal een zwakke endotherme zone rond 850° . Deze is te verklaren door het definitief uiteenvallen van de illietstructuur. Op de reacties bij hogere temperatuur komen we verder terug in 2.



- III₆ : kleilens in het Ieperiaan
 I_b : grijze Paniselianaanklei
 I_a : bleke Paniselianaanklei
 B₂ : boringmonster uit de kleirijke zone

FIGUUR 12 : D.T.A.-OPNAMES
 VAN DE BELANGRIJKSTE MONSTERS

In Ia vinden we daarnaast geen pieken. We weten uit de chemische analyse dat deze klei zeer weinig S en C bevat en geen carbonaat.

Ib geeft een exotherme piek op 378° : de verbranding organisch materiaal tot CO₂. Op 445° is er een grote exotherme piek van het oxyderen van pyriet.

De kleilens III6 bevat op 329° een exotherme piek, die ook van de verbranding van organisch materiaal komt, evenals de piek op 427°. Wellicht hebben we hier te doen met twee soorten organisch materiaal, waarvan de ene als organokleikomplexen aanwezig is, en de ander als partikels tussen de kleikorrels. DTA-analyse van organisch materiaal is verder, door de grote variaties, niet zo éénvoudig. De exotherme piek op 467° komt van de verbranding van pyriet. Het aanwezige CaCO₃ moet endotherm verdwijnen rond 850°-900°. Dit valt echter samen met het uiteenvallen van illiet.

Het monster uit de boring, B2, bevat organisch materiaal en pyriet, maar in geringe mate. Het is echter niet onmiddellijk mogelijk om uit deze pieken kwantitatieve besluiten te trekken. Zeker de verbranding van koolstof geeft zeer variabele pieken, afhankelijk van de soort organisch materiaal en de beschikbaarheid van zuurstof.

Conclusie

DTA-analyse geeft dus in weinig tijd veel informatie, zowel over de kleimineralogie als over belangrijke nevenbestanddelen. De meeste van deze reacties kunnen theoretisch kwantitatief gebruikt worden. Zoals we echter reeds aanstipten bij het bepalen van vrij kwarts (§ 2.4) zijn er vaak moeilijkheden om de methodes op punt te stellen.

-2. Diffractogrammen van verhitte produkten

van der Velden (1980) beschrijft het sinteren als een verdichtingsverschijnsel : " *het produkt krimpt. De drijvende kracht is de vermindering van de oppervlakte-energie van het poederagglomeraat. De belangrijkste transportmechanismen zijn : verdamping en condensatie, alsmede volumediffusie. Het proces is temperatuur- en tijdafhankelijk; ook de samenstelling van de atmosfeer, waarin de sintering plaatsvindt, is van invloed op het resultaat.*"

Bij het sinteren gaan de kleimineralen omzetten. We krijgen ook hoog-temperatuursfazen van kwarts. De omzettingen die bij lagere temperatuur gebeuren, hebben we beschreven in 1. In theorie (Brownell 1976) vormt smectiet rond 800° reeds spinel en hematiet. Rond 900° is er de vorming van mulliet. Rond 1050° smelt smectiet en krijgen we een (amorfe) glasfaze. De smelttemperatuur mag niet (te lang of te vroeg) bereikt worden, anders wordt teveel glas gevormd en is de absorptie en de porositeit van de steen veel te laag.

We hebben Ia (gleufmonster van de bleke klei) bij drie temperaturen (950°, 1050° en 1150°) verhit en verbrijzeld. Daarvan werden diffractogrammen gemaakt. We vonden bij stijgende temperatuur een toenemende hoeveelheid trydimiet en afnemende hoeveelheden kristobaliet en mikroklien. Overal vonden we een weinig mulliet. Mulliet is een vezelig mineraal en de vorming ervan is belangrijk voor de sterkte van de steen. Er werd in alle opnames hematiet gevonden. Spinel werd niet aangetroffen.

Om dit aspect te vervolledigen, moet vooreerst een grondige mineralogie van de zandfractie van het monster gemaakt worden (vorm van Fe, veldspaten, ...). Vervolgens moeten de faze-overgangen grondig bestudeerd worden. Wegens tijdgebrek hebben we dit gedeelte achterwege gelaten.

3. technologische evaluatie

Hoofddoel bij de technologische evaluatie van een klei is de waarde als grondstof te bepalen en dit met een minimum aantal parameters, van welke aard ook. Gezien het belang van de kleigrondstof in Nederland, heeft van der Velden (1979) daar enkele jaren terug reeds heel wat studie op dit terrein geleverd. We vermelden ook de studie van Timmers (1980-'81). De Nederlandse kleien bevatten echter duidelijk minder zwellende kleimineralen. Dit geeft wel moeilijkheden bij het beoordelen van Belgische kleien met Nederlandse parameters, zoals we reeds zagen bij de pfefferkorntest (hoofdstuk 2 §3.2).

De resultaten van hoofdstuk 1 en 2 helpen ons het bakgedrag van een klei te begrijpen. Dit bakgedrag leren we uit een aantal bakproeven en testen op het gebakken materiaal. Voor dit hoofdstuk werden volgende mengsels gemaakt :

- groep 1 : Ia de bleke klei
- " 2 : Ib de donkere klei
- " 3 : Ia+b verhouding 7/4
- " 4 : " + 10% geel zand
- " 5 : " + 10% groen zand
- " 6 : " + 20% " "
- " 7 : " + 30% " "
- " 8 : " + 10% groen zand + 10% schist
- " 9 : " + 20% " " + 10% "

Het is de bedoeling de invloed na te gaan van afmageren met schist en/of zand, alsook de mogelijkheid om met groen zand af te mageren.

§ 1 WERKWIJZE

-1. het persen

Op het labo werd de klei 2x door een kleine strengpers gemalen, teneinde de mengsels homogeen te maken. Het watergehalte is hierbij van groot belang. Te droog persen betekent een overbelasting voor de machine, terwijl bij te nat persen de vormelingen niet cohesief genoeg zijn. Om het droogproces te optimaliseren moet gezocht worden naar het kleinst mogelijke watergehalte. In de kleine pers is ook een maaltandwiel voorzien, zodat het uitzicht van onze stenen altijd fijner is dan bij de fabrieksmonsters. Oorspronkelijk werden volle stenen van 40x28x80 mm geperst. Na aankoop van het Grindo-Sonic apparaat (zie verder), werden volle stenen van 40x28x150 mm geperst, omdat dan de breedte-lengte verhouding buiten de kritische waarde van 1/3 valt.

-2. het drogen

De stenen droogden minimum 2 weken bij kamertemperatuur. Voor het bakken werden de vormen 24 u op 105° gedroogd.

-3. de bakproeven

Van elk mengsel werden minimum 2 stenen gebakken, op 950°, 1050° en 1150° in een oven met statische atmosfeer. Als uitgangspunt daarvoor werd de vuurzone van de tunnelovens uit de steenbakkerij Ampe genomen, waar de maximumtemperatuur ± 1040° bedraagt. De bakproeven gebeurden onder volgende voorwaarden :

- starttemperatuur 105°
- snelheid van opwarmen en afkoelen : 60°/u
- aanhoudtijd maximum temperatuur : 1 uur
- maximum temperatuur : bakproef 1 950°
 bakproef 2 1050°
 bakproef 3 1150°

Op te merken valt dat we een beduidend verschil in temperatuur noteerden tussen de posities vooraan en achteraan in de oven. Van elk mengsel werden daarom de stenen alleen in de achterste helft van de oven geplaatst, waar ook het meettermokoppel geplaatst is. Om een vergelijking tussen de tunnelovens en de statische oven te kunnen maken werden van elk mengsel ook 2 stenen in de steenbakkerij gebakken. De bekomen resultaten vermelden we verder. De temperatuurscurve van de tunnelovens toont een stijging van 30°/uur. Onze keuze van 60°/uur is te verantwoorden doordat onze stenen veel kleiner zijn, en dus de reacties veel sneller volledig zijn. Vermits bij onze monsters geen noemenswaardige kernvorming voorkomt, deden we geen verdere proeven met lagere opwarmsnelheden.

-4. Testen op gebakken produkten

a) krimpmetingen (volgens Schmidt 1979)

Onmiddellijk na het persen wordt in de vorm een afdruk gemaakt van 2 puntjes, 60 mm uiteen. Tijdens het drogen en bakken komen deze dichterbij, en die lineaire krimp drukken we procentueel uit als

$$1) \% \text{ lineaire krimp van persen tot na drogen op } 20^{\circ}$$

$$\text{krimp } 0-20 = \frac{60 \text{ mm} - d(20^{\circ})}{60 \text{ mm}} \times 100$$

$$2) \% \text{ lineaire krimp van persen tot na drogen op } 105^{\circ}$$

d.i. de lineaire droogkrimp

$$\text{krimp } 0-105 = \frac{60 \text{ mm} - d(105^{\circ})}{60 \text{ mm}} \times 100$$

$$3) \% \text{ lineaire krimp van na drogen op } 105^{\circ} \text{ tot na}$$

bakken, d.i. de lineaire bakkrimp

$$\text{krimp } 105-B = \frac{d(105) - d(B)}{d(105)} \times 100$$

Hierbij wijst d(20), d(105) en d(B) resp. op de afstand tussen de afdrukken op 20°, 105° en na het bakken. De resultaten worden weergegeven in tabel 7a en 7c.

b) gewichtsverlies

1) % gewichtsverlies van persen tot na drogen op 105°

$$= \frac{G(P) - G(105)}{G(105)} \times 100$$

2) % gewichtsverlies van 105° tot na bakken

$$= \frac{G(105) - G(B)}{G(B)} \times 100$$

3) % gewichtsverlies van persen tot na bakken

$$= \frac{G(P) - G(B)}{G(B)} \times 100$$

Hierbij wijst G(P), G(105) en G(B) resp. op het gewicht van de vorm na persen, na drogen op 105° en na het bakken. De resultaten worden weergegeven in tabel 7a en 7d.

c) elasticiteitsmodulus

Voor de metingen van de elasticiteitsmodulus werd gebruik gemaakt van een " Grindo-Sonic "-apparaat, een ontwerp van de firma J.W. Lemmens Electronica. Dit apparaat werkt niet-destructief en daarnaast is het ook heel éénvoudig in opstelling en bediening. Het is dus te verkiezen boven de klassieke doorbuigproeven of destructieve proeven op sterkte. Het vindt zijn oorsprong in de slijpsteenindustrie maar biedt veel mogelijkheden in kwaliteitsonderzoek en controle van allerhande materialen.

De elasticiteit van het materiaal is evenredig met de periode van de trilling in de richting waarin de steen wordt aangetikt. Het principe van het toestel is gebaseerd op het feit dat de laatste trillingen in die richting ook de minst gestoorde zijn. Storende trillingen van torsie of van externe factoren zullen snel verminderen in de tijd. Ook de intensiteit van de elastische trillingen vermindert, maar de periode blijft gelijk. Het toestel kiest 4 van de laatste trillingen en integreert

de periode ervan. De uitlezing van het toestel geeft een getal recht evenredig met de periode. Dit getal (GSA = Grindo-Sonic aflezing) kan met een geprogrammeerde formule, waarin massa en afmeting van de steen in rekening worden gebracht, omgezet worden in de elasticiteitsmodulus. Een lage modulus wijst op een hoge elasticiteit; m.a.w. een geringe stijfheid of sterkte. Naar wij menen staan, mits een goede strategie, met het toestel nog vele wegen open : onderzoek naar barstvorming, droogproces, porositeit en sterkte liggen binnen de mogelijkheden.

Van elk mengsel van elke baktemperatuur werden de stenen getest en het gemiddelde van de elasticiteitsmoduli geven we in tabel 7a. Testen op fabrieksmonsters geven we in hoofdstuk 4. Vermelden we nog dat het toestel slechts reproduceerbare resultaten geeft als de lengte/breedte verhouding groter is dan 3.

d) saturatiecoëfficiënt (volgens A.S.T.M. 1974)

Van elk mengsel van elke baktemperatuur werd een steen 24 u in gedemineriseerd water ondergedompeld, met een natte handdoek afgeveegd en gewogen. Het absorptiepercentage na 24 u wordt uitgedrukt als

$$\% \text{ abs}_{24} = \frac{G(24) - G(D)}{G(D)} \times 100$$

Vervolgens werd de steen 5 u in gedemineriseerd water gekookt, in het water afgekoeld, afgeveegd en gewogen. Het absorptiepercentage na 5 u koken wordt uitgedrukt als

$$\% \text{ abs}_5 = \frac{G(5) - G(D)}{G(D)} \times 100$$

Hierbij wijst G(D), G(24) en G(5) resp. op het gewicht van de steen droog, en na 24 en 5 u behandelen. G(D) werd bekomen door de steen uiteindelijk op 105° te drogen en te wegen. Uit beide resultaten (abs₂₄ en abs₅) werd de saturatiecoëfficiënt berekend volgens ASTM, en weergegeven in tabel 6b.

$$\text{sat.coëf.} = \frac{\% \text{ abs } 24}{\% \text{ abs } 5}$$

e) kleur, vorm en uitzicht

De kleur van de gebakken scherf werd bepaald met de Munsell Soil Color Chart. Er werden nooit kleurprodukten toegevoegd. In de fabriek worden wel mangaan en kalk toegevoegd om resp. bruine en gele produkten te krijgen. De problemen daarbij zijn industrieel ook belangrijk, maar we gaan er hier niet dieper op in.

Bij het beoordelen van de vorm werden vervormingen door het persen achterwege gelaten. Zoals hoger vermeld is vooral de kleine pers gevoelig voor variaties in watergehaltes. Zo hadden we soms een gekartelde rand bij de stenen, die beschreven wordt als "dragon's teeth" (Brownell 1976) en te wijten is aan te nat persen.

§ 2 RESULTATEN EN BESPREKING

Alle resultaten zijn weergegeven in tabel 7. De resultaten voor de droogkrimp zijn vanzelfsprekend sterk afhankelijk van het watergehalte waarbij werd geperst. Ze dienen daarom samen bekeken te worden met de resultaten voor het gewichtsverlies van persen tot na drogen op 105°. Een aantal vergelijkingen kon worden gemaakt :

-1. Invloed temperatuur

We krijgen bij toenemende temperatuur een duidelijke toename van elasticiteitsmodules, dus van sterkte. De toename tussen 1050° en 1150° blijkt in alle groepen iets lager te zijn dan tussen 950° en 1050°, maar is toch nog opvallend. Dit kan ook worden gezegd van het gewichtsverlies tussen persen en bakken (7a). De absorptiewaardes echter, evenals de saturatiecoëfficiënt, dalen bij hogere temperatuur. Dit betekent dat, bij hogere temperatuur niet alleen het totaal poriënvolume kleiner is geworden, maar dat de poriënstructuur meer gesloten is. Ook de resultaten voor de bakrimp verhogen bij toenemende temperatuur.

Al deze variaties zijn verklaarbaar door het bakproces. Dit proces is een omzettingsproces, waarbij de kleimineralen overgaan in hoog-temperatuurfazen, die we vermeld hebben in H2 §4-2.

-2. Invloed van de nevenbestanddelen (groep 1 en 2)

Eenzelfde kleimineralogie kan door verschillende nevenbestanddelen heel andere resultaten geven. We gaan hier niet in op het verschil in granulometrie tussen Ia en Ib (zie 3) maar beschouwen alleen de chemische analyses : Ib (groep 2) is veel rijker aan organisch C en S. Dit is een oorzaak van kernvorming, die we reeds vanaf 950° aantreffen. Deze kern is echter pas beduidend vanaf 1050°

Groep	Elasticiteitsmodulus		% gewichtsverlies P-B		% bakkrimp			% krimp P-20	% krimp P-105
	950°	1050°	950°	1050°	950°	1050°	1150°	P-20	P-105
1	4.45	6.50	42.4	43.2	0.07	1.94	3.82	12.0	12.2
2	8.45	13.62	46.1	48.2	0.20	1.55	3.55	12.4	12.9
3	6.66	9.55	47.5	46.9	0.10	2.63	4.40	11.9	12.2
4	6.81	8.11	44.4	45.0	0.70	2.09	4.20	12.0	12.4
5	5.63	8.79	38.2	38.4	0.13	2.45	3.58	10.0	10.2
6	5.85	8.10	37.3	37.4	0.21	2.10	3.79	9.8	10.0
7	5.51	7.88	36.4	36.0	0.28	2.95	3.80	8.6	8.6
8	6.50	9.92	32.4	33.5	0.16	2.25	4.37	7.7	8.0
9	5.52	7.31	31.0	31.8	0.27	2.81	x	7.8	8.2
===== (7a) =====									
Groep	% Absorptie na 24 u		% absorptie na 5 u		saturatiecoëfficiënt			% gewichtsverlies P-105	% gewichtsverlies 105-B(gem.)
	950°	1050°	950°	1050°	950°	1050°	1150°	P-105	105-B(gem.)
1	18.8	15.8	23.5	21.4	0.80	0.74	0.68	38.0	3.5
2	14.0	11.0	17.3	16.0	0.81	0.69	0.51	41.2	4.6
3	15.9	13.8	19.8	18.9	0.80	0.73	0.58	41.1	3.3
4	15.7	13.8	20.0	18.6	0.78	0.74	0.61	38.3	4.2
5	16.0	13.4	20.5	18.2	0.78	0.73	0.61	35.1	3.9
6	16.0	14.6	20.2	19.1	0.79	0.76	0.61	35.1	3.8
7	16.0	14.6	20.3	19.4	0.79	0.75	0.62	31.6	3.7
8	14.8	12.0	18.1	15.7	0.81	0.76	0.57	27.2	4.3
9	x	x	x	x	x	x	x	26.2	3.8
===== (7b) =====									
===== (7c) =====									
===== (7d) =====									

TABEL 7 : RESULTATEN TECHNOLOGISCHE EVALUATIE

// = niet te meten
x = geen monsters

en zwart vanaf 1150°. Kernen komen voor bij monsters met een zeer kleine zandfractie. Ze ontstaan doordat C en S in het centrum van de steen in gereduceerde toestand blijven en een gereduceerde omgeving creëren voor Fe, omdat de buitenste schil reeds gebakken is en zeer weinig poreus. Kernvorming komt de sterkte van de steen ten goede: de elasticiteitsmoduli van de Ib stenen ligt bij 950° en 1050° beduidend hoger dan bij Ia, en zelfs hoger dan bij de stenen waar schist aan toegevoegd werd (groep 8 en 9). De elasticiteitsmodulus kon niet gemeten worden bij 1150°. Dit verklaren we doordat de zwarte kern het opgewekte trillingspatroon volledig verstoort. Kernvorming weer spiegelt zich ook in de lage absorptiewaardes. De kern is daarom niet minder poreus dan de rest van de steen, maar dit kan wel wijzen op de zeer ondoordringbare buitenste schil. Ook de saturatiecoëfficiënt, die anders heel constant lijkt voor alle mengsels bij een bepaalde temperatuur, is bij stenen met kernvorming lager: bij vijf uren koken kan het water de kern wellicht bereiken en dan de absorptie meer verhogen dan bij andere stenen. Kernvorming wijzigt niets aan de kleur van de buitenste laag, maar blaast de steen wel op. Dit zwellen stijgt met de temperatuur en bedraagt bij 1150° ongeveer 20 % in hoogte. Daarom, en ook omdat de steen niet kan worden verwerkt, is kernvorming te vermijden. Waarschijnlijk zijn stenen met een kern ook minder bestand tegen verwerking (vorst, regen).

Bij de mengsels, waarin Ib als component voorkomt, wordt de kernvorming verwaarloosbaar.

-3. Invloed van de zandsoort (groep 4 en 5)

De verschillen tussen toevoegen van 10% geel zand en 10% groen zand zijn miniem. Het groen zand is fijn-korreliger en bevat een grotere lutumfractie (zie granulometrie H2 §) Bij een gelijk perswatergehalte zal de steen met groen zand dus iets meer krimpen. De resultaten van de krimp moeten voorzichtig gehanteerd worden en steeds vergeleken met het

watergehalte waarbij wordt geperst. Toch is het duidelijk dat de verschillen minimaal zijn. Het groene zand versterkt de steen, doordat het ook klei bevat. De verschillen voor absorptie en saturatie zijn miniem. Het ijzer dat bij het groen zand aanwezig is in glauconiet, is bij het gele zand in geöxideerde toestand aanwezig als limonietfilm rond de kwartskorrels. Daarom is er geen kleurverschil. Het geel zand uit de zandwinningsgroeve is immers het horizontaal equivalent van de grove groene zanden aan de top van pakket III in de kleigroeve.

Wegens een defect aan de oven kon de invloed van het toevoegen van verschillende fracties zand van Mol niet worden nagegaan.

-4. Verschillende hoeveelheden zand (groep 5,6 en 7)

De afname van krimp bij toenemend gehalte groen zand is ten dele ook aan het droger persen te wijten. Bij 1050° zien we het best dat de steen met meer groen zand minder sterk wordt. Meer zand betekent relatief minder klei, dus minder materiaal dat sterkte geeft door het bakproces. Bij 1050° zien we ook met een hoger zandgehalte een grotere absorptie zowel na 24 u als na 5 u koken. Meer zand betekent mits goed mengen meer heterogene bestanddelen in de klei. Daardoor krijgen we een groter poriënvolume, een grotere absorptie. Dit helpt ook de geringere sterkte uitleggen. Van Daele ('82) deed analoge bevindingen met andere kleien.

-5. Toevoegen van schist (groep 5-8 en 6-9)

Het toevoegen van schist vermindert de droogkrimp en verhoogt de sterkte, maar verhoogt ook de bakrimp. Schist is vrij van H₂O en verliest dus geen water onder 105°. Het bevat wel nog H₂O dat pas vrijkomt vanaf ± 500°.

Het bevat ook kleimineralen, die de sterkte van de steen beduidend verhogen. Er is ongetwijfeld een verschil bij gebruik van fijngemalen en minder goed gemalen schist. Omdat de aanvoer heel verschillend kan zijn, werd voor onze proeven een gemiddelde genomen van een grovere en een fijnere lading schist.

Schist blijkt dus een goed afmageringsprodukt te zijn. Nochtans is er bij toevoegen van 10% reeds gevaar voor schilfers op het oppervlak van de steen, die er bij een eerste vorst reeds kunnen afspringen. De kostprijs van schist is ook te hoog om zonder zand te worden toegevoegd. Zoals vroeger reeds vermeld wordt alles in de kleine strengpers verder gemalen, zodat het uitzicht van onze stenen fijner is dan dat van de fabrieksmonsters. Een verdere vergelijking wordt gemaakt in hoofdstuk 4.

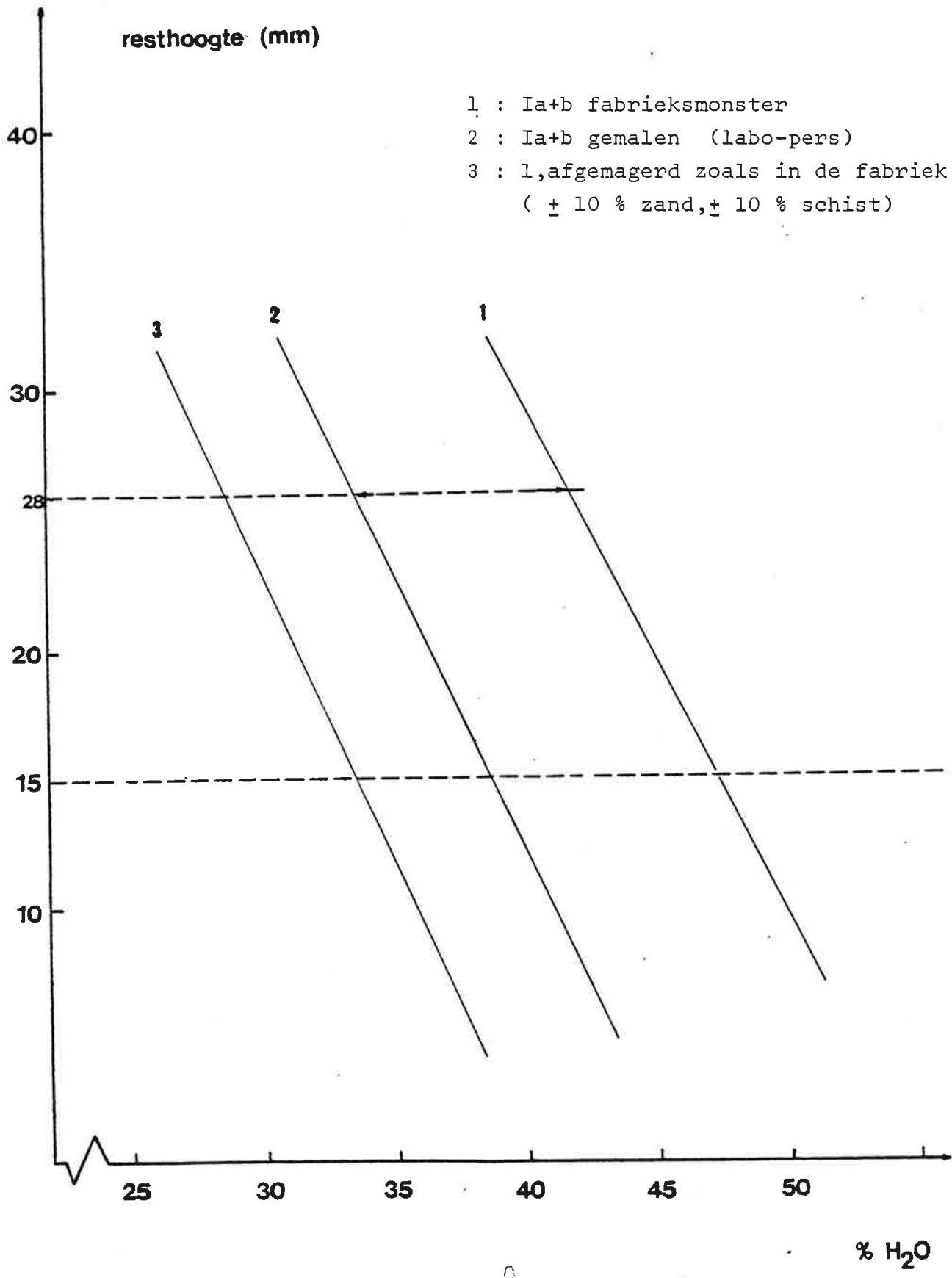
4. vergelijking met de fabriek

§ 1 DE VORMGEVING

Van der Velden (1980) schrijft voor het persen van stenen een resthoogte van 25 tot 32 mm voor. Bij verschillende controles in de fabriek vonden we een gemiddelde van 28 mm, afhankelijk van het type produkt en de tijd waarover de klei werd voorgedroogd. Dit komt overeen met een watergehalte van $\pm 28\%$ (fig 13), het geen betekent dat de afmagering met schist én zand vrij goed is (vgl. p.30-31). In fig. 13 wijzen we nogmaals op het verschil tussen een goedgemalen en een slechtgemengd vertrekmonster Ia + b. Het is dus belangrijk goed te mengen : zo kan men persen (rest hoogte 28 mm) met min. 8% water.

Het persen gebeurt altijd onder vacuum in de fabriek. Volgens Händle, die naast de boormonsters ook de verwerkte grondstof analyseerde, verhoogt dit de resthoogte met 2 mm. Er is dus minder water nodig om de klei even plastisch te maken. Vacuum wordt gekozen om bij later waterpercentage te kunnen werken en om de structuur homogener te maken.

Zoals vroeger reeds vermeld heeft de grootte van de schist- en zandsteenbrokjes een belangrijke invloed op de sterkte van de steen. Het is daarom nodig dat alles goed gemalen wordt. De maalinstallatie in de fabriek is regelbaar. In het labo is in de strengpers een fijn maaltandwiel voorzien. Er worden allerhande geperforeerde snelbouwenstenen geperst, naast façadestenen met 10 of 3 gaten ("volle stenen").



FIGUUR 13 : RESULTATEN VAN DE STUIKTEST /
VERGELIJKING MET FABRIEKSMONSTER

§ 2 HET DROOGPROCES

Het drogen gebeurt in droogkamers, waarin warme lucht van $\pm 120^\circ$ (recuperatie van de oven) geblazen wordt. De vochtige lucht verlaat de droogkamers langs onder. Elke 12 uren wordt de temperatuur geregeld. Er is een eerste periode van ongeveer 48 uren, waarbij de temperatuur 35 à 40 graden blijft. Dit moet toelaten dat de steen binnenin ook deze temperatuur krijgt vooraleer de buitenste schil droog is. Daarna voert men de temperatuur geleidelijk op tot $\pm 80^\circ$.

Snelbouwstenen blijven 4 dagen in de droogkamer, terwijl de "volle stenen" tot 7 dagen moeten drogen.

Het droogproces is in het labo slechts zeer sumier gebeurd. We zien wel (H3 tabel 6) dat het droogproces na 20 dagen op 20° reeds ver gevorderd is, zowel in krimp (tot 95%) als in gewichtsverlies (tot 90%). Drogen kan dus met weinig energie gebeuren mits men lang genoeg kan wachten. Dit zou natuurlijk veel grotere droogruimtes eisen, en bij een bedrijf met een breed gamma bijkomende moeilijkheden geven : de vraag naar stenen is immers heel wisselvallig in hoeveelheid en soort. Verder is ook het vochtigheidsgehalte van de omgeving natuurlijk van belang.

Het droogproces van de Belgische kleien is delikater dan het bakproces. Studie hierop zal speciale apparatuur vergen, en rekening moeten houden met industriële eisen van drogen in grote massa's en getallen.

§ 3 HET BAKKEN

-1. De tunnelovens

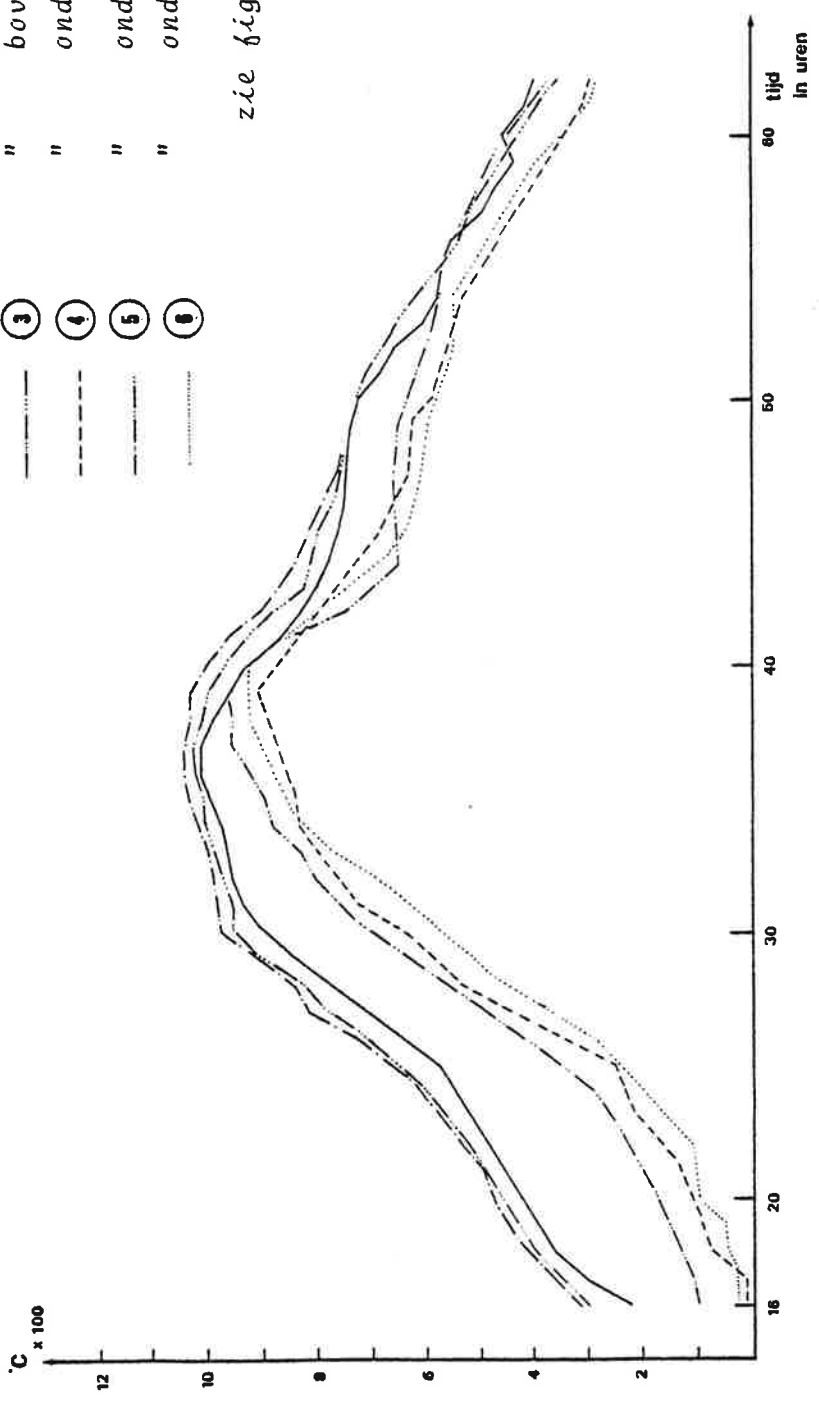
Er wordt gebakken in 2 tunnelovens. Van de grote tunneloven geven we de temperatuurscurve weer in fig. 14.

Er is een duidelijk verschil bij het opwarmen tussen de bovenzijde en de onderzijde van de oven. Bovenaan wordt een temperatuur bereikt van $+ 1040^{\circ}\text{C}$, terwijl onderaan $+ 970^{\circ}$ wordt bereikt. De onderzijde komt pas later bij deze maximumtemperatuur, en houdt die ook niet zo lang aan. Als de sinteringstemperatuur bereikt wordt, is theoretisch de tijdsduur waarover die wordt aangehouden verantwoordelijk voor de sterkte van de steen. Om dit na te gaan werd een ovensectie stenen gemeten met het Grindo-Sonic apparaat (Boiche et al). Het ging om een lading stenen met 3 gaten, waarvan een volledige verticale sectie gemeten werd ($n=268$). Vermits het apparaat in principe alleen volle voorwerpen meet, werd eerst nagegaan of de aflezing wel zinvol was. Daartoe werden 10 stenen gemeten, waarna de elasticiteitsmodulus berekend werd uit een vol balkje dat van de stenen werd gezaagd. Er bleek een lineair verband te bestaan tussen de "valse" elasticiteitsmodulus die we berekenden uit de geperforeerde steen, en de ware waarde die we uit een vol balkje berekenden, als de steen op een doorboord vlak werd aangetikt.

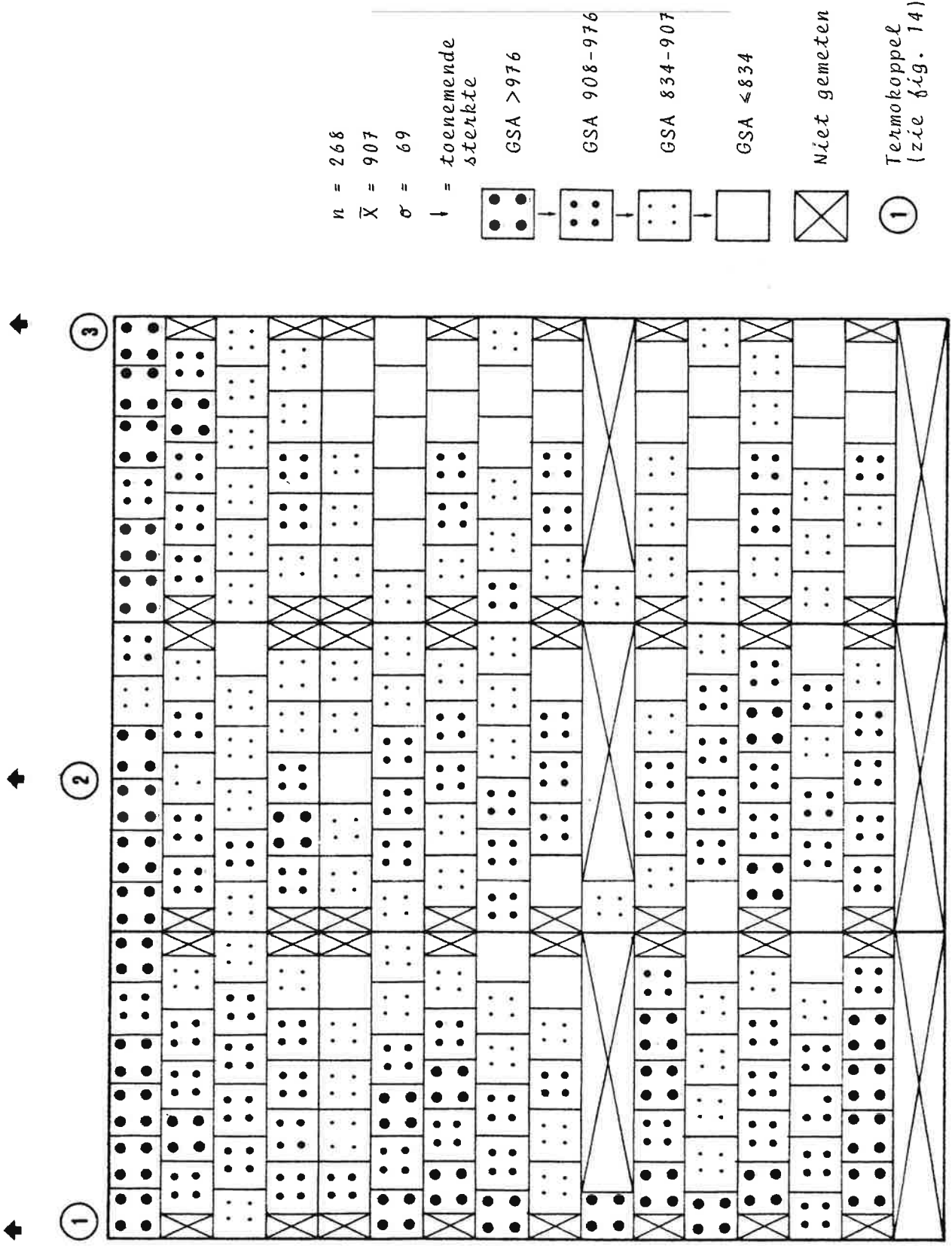
De omrekening naar de elasticiteitsmodulus werd niet gemaakt, omdat verondersteld werd dat alle stenen hetzelfde gewicht en dezelfde afmetingen hebben. De resultaten staan dus nog in GSA. Ondanks het feit dat de populatie op zichzelf heel heterogeen is (fig 15) toont fig 16 toch een aantal afgescheiden zones.

- ① ————— termokoppel boven links
- ② - - - - - " " boven midden
- ③ - · - · - · " " boven rechts
- ④ - - - - - " " onder links
- ⑤ - · - · - · " " onder midden
- ⑥ - - - - - " " onder rechts

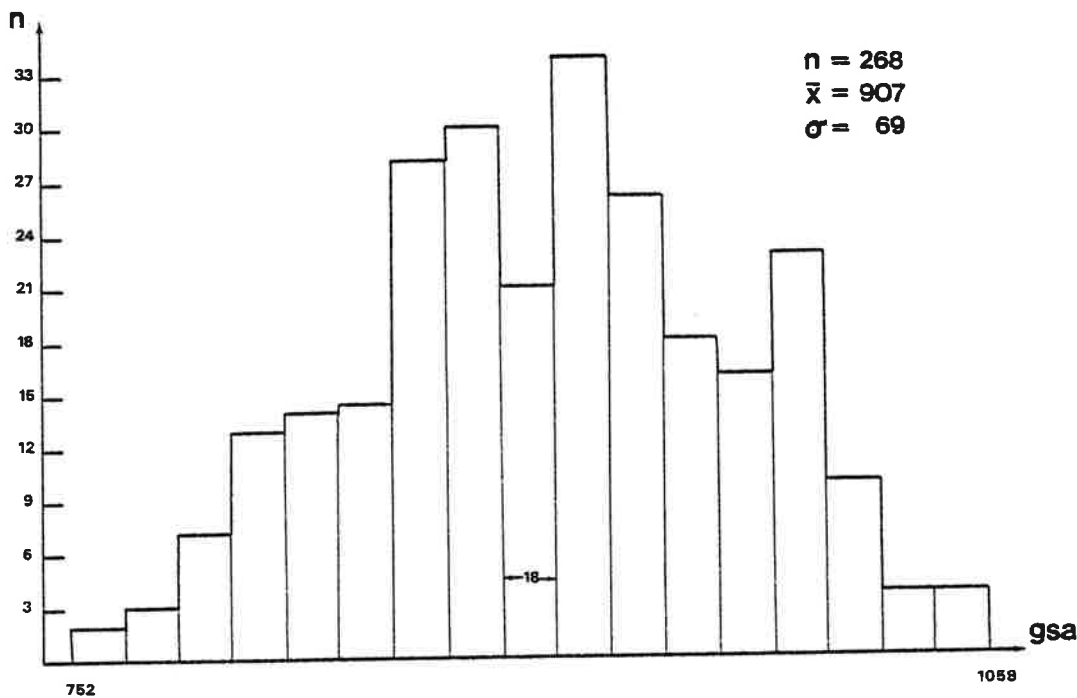
zie figuur 16



FIGUUR 14 : TEMPERATUURSCURVE VAN DE GROTE TUNNELOVEN



FIGUUR 16: RESULTATEN STERKTEPROEF OP EEN OVENSECTIE



FIGUUR 15 : HISTOGRAM VAN DE GEMETEN POPULATIE

Vooreerst is er een schil bovenaan en links van zwakkere stenen. Verder is het hele linkse pakket minder sterk. Het middenblok haalt een gemiddelde sterkte, met het bovendeel iets sterker dan de onderste helft. Het rechtse blok is duidelijk het sterkst.

Curves 1 en 4 (links) hebben inderdaad de laagste maximumtemperaturen. De curveparen 2-5 en 3-6 vertonen weinig verschil: De invloed van de verschillen bij afkoelen zijn verwaarloosbaar. De buitenste zwakkere schil is veroorzaakt doordat daar een gaping bestaat tussen de stapel en de ovenwand en alle luchtcirculatie daartussen gebeurt.

Twee gedeeltelijke horizontale secties werden opgemeten (de bovenste en de achtste laag van de rechter blok) waaruit blijkt dat binnenin een pak de stenen sterker zijn. Door de sinterende massa wordt de temperatuur langer hoog gehouden.

-2. Vergelijking met de statische oven

Om een vergelijking te kunnen maken tussen de statische oven en de tunneloven werd van elk mengsel een steen die in het labo geperst en gedroogd was, in de fabriek gebakken. Ze werden midden in een lading geplaatst aan de linkse (zwakste) zijde.

Groep	ξ_m labo 950°	ξ_m labo 1050°	ξ_m fabriek
1	4.45	6.50	5.35
2	8.45	13.62	11.35
3	6.66	9.55	8.29
4	6.81	8.11	7.71
5	5.63	8.79	7.05
6	5.85	8.10	6.41
7	5.51	7.88	6.08
8	6.50	9.92	7.36

De resultaten bevestigen een temperatuur van $\pm 1000^\circ$ voor de tunneloven. Verder zijn de variaties tussen de mengsels analoog. Dit garandeert de waarde van een studie met de statische oven.

§ 4 ANALYSES VAN HÄNDLE

In 1978 werden door de firma Händle (Mühlacker) analyses verricht op de boorstalen (zie hoofdstuk 2, § 2.4) maar ook op de klei die momenteel wordt verwerkt. Daaruit hebben we een aantal resultaten genomen om die te vergelijken met de resultaten die we in het labo bekomen hebben.

	Händle '78	labo
1. % lin. droogkrimp	10.2	11.8
2. % totale krimp 950°	11.8	11.9
1050°	13.2	14.1
3. absorptie % 950°	17.5	15.9
1050°	9.6	13.8
4. fractie % >20 um	41	39
20-2 um	20	16
<2 um	39	43
5. gloeiverlies %	5.1	4.9
6. specifiek gewicht		
950°	1.77	1.61
1050°	1.92	1.71

De verschillen bij 1,2,3 en 6 zijn te verklaren door het persen onder vacuum. Nochtans zouden we dan kleinere absorptie verwachten, ook bij 950°. Vermoedelijk werd gewerkt met een fabrieksmonster dat niet zo fijn gemalen was als het onze.

De resultaten voor 4 en 5 komen goed overeen. Dus hebben we hier een wederzijdse controle op het werk in ons labo en bij de firma Händle.

besluiten

Een studie voor de grofkeramiek houdt zich met de stratigrafie bezig, omdat dit vaak de geschikte manier is om de verbreiding van de ontginbare lagen na te gaan. Uit de literatuur blijkt dat de stratigrafie van het Paniseliaan nog een discussiepunt is, vooral in de streek van Egem. Voor de baksteenindustrie zal bruikbare informatie komen van sedimentologische studie; de waddenafzettingen geven, zoals uit twee niet-gepubliceerde boringen blijkt, (Geolab 1978), belangrijke laterale lithologische variaties op korte afstand. Zeer plaatselijk onderzoek is in het Paniseliaan vereist. Voor de groeve te Egem hebben we de mogelijkheid aangetoond om in de diepte (in het Ieperiaan) uit te breiden. Bij verder uitdiepen zal (op 25 m) een kleirijke zone van 3,5 m worden aangetroffen.

Fysisch en chemisch is de grondstof eenvoudig opgebouwd. Er is weinig variatie in de granulometrie, en de lutumfractie bedraagt \pm 40%. De gehalten aan organisch materiaal en zwavel zijn laag; er is geen kernvorming tijdens het bakken. Mineralogisch vinden we meer dan 90% smectiet. Er werd tevergeefs geprobeerd chemisch aan te tonen dat de Paniseliaan-klei uit Na-rijke montmorilloniet bestaat. Uit diffractogrammen en uit de geologie zijn hiervoor wel argumenten aangehaald. De kleilenzen uit het Ieperiaan bevatten Ca-montmorilloniet.

Met de Pfefferkorntest werd de invloed van het afmageren op de plasticiteit nagegaan. Bij toevoeging van schist en zand krijgen we een goede afmagering, mits het mengsel goed homogeen gemaakt wordt. De montmorilloniet-

rijke klei geeft problemen bij het drogen: het droogproces werd sumier geanalyseerd, en er werd verwezen naar mogelijk verder onderzoek. We hebben een verklaring gezocht voor het verschillend bakgedrag van diverse mengsels. De mogelijkheid om met groen zand (eenvoudig winbaar) af te mageren, is aangetoond. De sterkte van de stenen werd met een nieuwe methode (aan de hand van de elasticiteitsmodulus) bepaald. We hebben dit ook toegepast op fabrieksmonsters.

Dit werk past in een groter onderzoek op verschillende soorten Belgische kleien. We verwijzen naar Decléer et al. ('82), Ottenburgs et al. (in voorbereiding), Notebaert (1980) en Van Daele (1982). Uit een vergelijkende studie moeten dan economische besluiten worden geformuleerd.

bibliografie

- A.S.T.M. (1974) Standard Methods of Sampling and Testing brick and structural clay tile. C-67-73).
- BOICHE G. (1981) Applications de la détermination de la fréquence de resonance au contrôle des produits réfractaires (Hommes et Fonderies - Maart '81).
- BRINDLEY G.W. & BROWN G. Crystal Structures of Clay Minerals & their X-ray identification (Min.Soc.London) 495 pp.
- BROWN G. (1961) The X-ray identification and Crystal structures of clay minerals (Mineralogical Society London, 1961), 543 p.
- BROWNELL W.E. (1976) Structural Clay Products (Springer Verlag), 231 p.
- CAROLL D. (1970) Clay Minerals : A guide to their X-ray identification (The Geological Society of America, Special Paper 126).
- CLEWS (1969) Heavy Clay Technology (Academic Press 1969), 481 p.
- DECLLEER J., OTTENBURGS R., VANDENBERGHE N., VIAENE W. (1982) Geological and Physico-Chemical Characterisation of Belgian non-refractory Clay Deposits and its implication for industrial use (proceedings of the 7th International Clay Conference - Bologna & Pavia 1981, In druk), 11 p.
- DE CONICK (1978) Notes sur les couches de base de la formation de Panisel entre Torhout et Tielt (BSBG 1978 tome 87), pp. 171-181.
- DE MOOR & GEETS (1975) Applications de quelques méthodes sédimentologiques à l'étude des dépôts éocènes du bassin flamand (Extraits des publications du IXème Congrès International de Sédimentologie, Nice 1975).
- FOURMARIER (1954) Prodrôme d'une description géologique de la Belgique (Editions Vaillant, Liège 1954).

- GEETS S. (1969) Bijdrage tot de sedimentologische kennis van het Paniseliaan (doct. thesis R.V.G. 1969).
- GEETS S. (1978) De overgang Ieperiaan-Paniseliaan in de streek van Roeselare en Tielt (N.W.T. 1978), pp. 42-69.
- GEETS S. (1978) Boven-Ieperiaan in de streek van Tielt en de omgeving van Gent (B.S.B.G. 1978 tome 87).
- GRIM (1962) Applied Clay Mineralogy (Int. Series of the earth sciences - McGraw-Hill 1962).
- GRIM (1968) Clay Mineralogy (Int. Series of the earth sciences - McGraw-Hill 1968).
- GULINCK (1967) Profiles de l'Yprésien dans quelques sondages profonds de la Belgique (B.S.B.G. 1967 tome 76, pp. 108-113).
- INGAMELLS C.O. (1970) A Lithium Methaborate Flux insilicate analysis (Anal.Chim.Acta 52), pp. 323-334.
- LEUSDEN & HILKER (1980) Erhöhung der Masshaltigkeit von keramischen Produkten (Forschungsberichte des Landes Nordrhein-Westfalen 2960), Westdeutsches Verlag 1980, p. 74.
- LINSTER J.M. (1975) Bijdrage tot de kennis van het zogenaamde Paniseliaan op het kaartblad Moeskroen-Zwevegem, (Lic. thesis R.U.G. 1975).
- MACKENZIE R.C. (1972) Differential Thermal Analysis Volume 1 & 2 (Academic Press 1972) 775 p.
- NOLF (1972) Stratigraphie des Formations du Panisel et de Den Hoorn (B.S.B.G. 1972, tome 81), pp71-94.
- NOTEBAERT K. (1980) Mineralogisch Onderzoek van een kleigroeve van het Ieperiaan in Kortemark (W-Vl.) (lic. thesis K.U.L. 1980).
- POMEROL Ch. (1973) Stratigraphie et Paléogéographie : Ere Cénozoïque (Editions Doin 1973) 269 p.
- RUTOT A. (1892) Kaartblad 53 (Wingene-Tielt) + legende van de Geologische kaart 1/40.000.

- SCHMIDT H. (1979) Physikalische und Chemische Untersuchungsverfahren in der Grofkeramik, Teil III, Physikalische Grunduntersuchungen (Sprechsaal - 112 Jahrgang Heft 3 - 1979), pp 165-169.
- THOREZ J. (1976) Practical Identification of Clay Minerals Institute of Mineralogy - Liège State University Belgium (éditions Lelotte 1976).
- TIMMERS H.J. (1980) Eigenschappen van kleivoorkomens in Nederland (Klei , Glas en Keramiek 10, p 18-23).
- TIMMERS H.J. (1981) Kwaliteitseisen voor grofkeramische produkten (Klei, Glas en Keramiek 4, p. 114-116).
- TROSTEL & WYNN (1940) Determination of Quartz (free silica) in refractory clays (J. Am. Cer. Soc. 23 - 1,18-22).
- VANDENBERGHE N. (1974) Sedimentology of the Boom-clay (Rupelian) in Belgium (verhandeling van de Koninklijke Academie voor Wetenschappen, Letteren en Schone Kunsten van België).
- VAN DER VELDEN (1978) Evenwichtswatergehalte en specifiek oppervlak van kleien. Onderzoeksvoorschriften (Rapport T.N.O. 1978 ref. nr. 78-01607).
- VAN DER VELDEN (1979) Analysis of the Pfefferkorntest. (Ziegelindustrie, International) nr. 9, pp532-542.
- VAN DER VELDEN (1980) Voordracht- Evaluatie van klei-afzettingen voor de grofkeramiek..(T.N.O. 1980, ref. nr. 80-01878)
- VAN LANDUYT & TAMBUYSER (1981) Micro-structurele aspecten van de $\alpha \rightarrow \beta$ transformatie in kwarts waargenomen met behulp van elektronenmicroscopie. (Klei, Glas en Keramiek - maart 1981) pp. 50-55.
- WILLEMS, BIGNOT, MOORKENS(1981)"Ypresian - Stratotypes of Paleogene stages (Mémoire hors eérie no2 - Bulletin d'Information des Géologues du Bassin de Paris).
-