

**ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ И ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ
ИССЛЕДОВАНИЯ ЦЕМЕНТНОГО КАМНЯ С ДОБАВКОЙ
МИКРОКРЕМНЕЗЕМА**

Ксеншкевич Л.Н., Барабаш И.В. (*Одесская государственная академия строительства и архитектуры г. Одесса*)

Проведені фізико-хімічні методи дослідження цементного каменю на в'язучому з добавкою мікрокремнезему, що піддавалось механохімічній активації. Виявлено вплив концентрації мікрокремнезему на міцність цементного каменю на активованому в'язучому

По своему химическому составу микрокремнезем состоит в основном из аморфного кремнезема. Размер частиц МК не превышает 0,01-0,1 мкм, что в сотни раз мельче зерен портландцемента. Столь высокая дисперсность МК позволяет ему активно участвовать в процессах структурообразования твердеющего портландцемента, химически взаимодействовать с известью, образующейся при гидратации алита [1]. Появляющиеся при этом новообразования в виде гидросиликатов кальция снижают пористость цементного камня, повышают его прочность.

Задачей исследований было проведение дифференциально-термического анализа (ДТА) цементного камня с добавкой микрокремнезема, вяжущее которого подвергалось механохимической обработке. В качестве контроля испытывались образцы цементного камня, вяжущее которого не подвергалось активации.

В качестве установки для ДТА использовался дериватограф Q – 1500D системы Паулик-Паулик-Эрдей, представляющий собой много-функциональную систему для термического анализа, позволяющую на одной ленте получить термогравиметрическую (ТГ – изменение массы образца при его нагревании), дифференциально-термическую (ДТА) и температурную (Т) кривые.

Прибор, показанный на рис.1, включает аналитические весы, печь, устройство для регулирования температуры печи по заданной программе, тигли для образца и эталона, регулятор напряжения и гальванометрический самописец, работающий по принципу «световой луч — фотобумага».

ДТА проводили с целью определения температуры, при которой изменяется физическое состояние вещества или ее химический состав [2]. Для проведения экспериментальных исследований применялся чистоклинкерный портландцемент марки 500 (клинкер производства Одесского цементного завода). В качестве активной добавки к портландцементу использовался микрокремне-зём (МК) Никопольского завода ферросплавов. Кон-центрация микрокремнезема в портландцементе колебалась от 0 до 10%. В качестве разжижителя использовался суперпластификатор С-3 в количестве 1% от массы портландцемента.

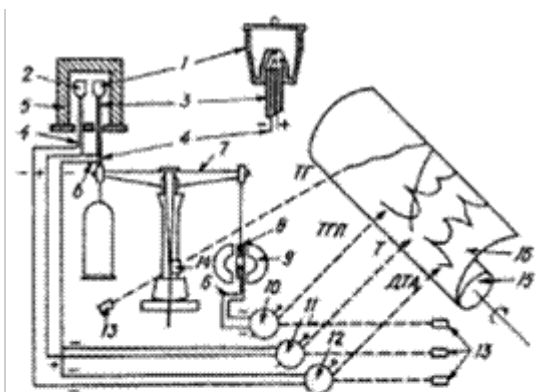


Рис. 1 Дериватограф Q – 1500D:

1 – тигель для образца; 2 – тигель для инертного вещества; 3 – фарфоровая трубка; 4 – термопары; 5 – электрическая печь; 6 – нескручивающийся провод; 7 – весы; 8 – катушка; 9 – магнит; 10 – гальванометр для ТГП; 11 – гальванометр для измерения температуры; 12 – гальванометр для ДТА; 13 – лампы; 14 – оптическая щель; 15 – цилиндр для фоторегистрации; 16 – фотобумага.

Скоростная обработка производилась в трибо-активаторе [3] при скорости вращения ротора 2800 об/мин. Для контроля готовились цементные смеси аналогичных составов без скоростного смешения.

Масса образцов стано-вила 1000 мг, чувствительность за шкалой ТГ- 200 мг, за шкалой ДТА – 250 мкВ, за шкалой ДТГ – 500 мкВ. Образцы исследовали в атмосфере воздуха со скоростью нагрева $10^{\circ}\text{C}/\text{мин}$.

Проведенный термический анализ контрольных образцов **1** и образцов на мехеноактивированном вяжущем **2** (в обоих случаях содержание МК=0%, температура твердения $t=20^{\circ}\text{C}$) показал, что первый эндотермический эффект, появляется в области температур $20 - 455^{\circ}\text{C}$, с максимумом при температуре 150°C . Вследствие испарения воды для образца **1** потеря массы на этой стадии составляет 5,4%, а для образца **2** – 5,2%.

Второй эндотермический эффект, наблюдается вследствие распада гидроокиси кальция и для образца **1** находится в области температур $455 - 585^{\circ}\text{C}$, а для образца **2** – в области температур $455 - 615^{\circ}\text{C}$. Потеря массы образцов на этой стадии одинаковая и составляет 1,8%.

Третий эндотермический эффект, соответствующий процессу распада карбоната кальция и выделению воды гидрокарбо-алюмосиликатами, на термограмме образцов проявляется в области температур $615 - 900^{\circ}\text{C}$.

Для образца **1** потеря массы на этой стадии составляет – 2 %, а для образца **2** – 3% (рис. 2, 3).

На термограммах образца **3** (содержание МК=10%, контроль) и **4** (содержание МК=10%, вяжущее активированное) присутствуют три ярко выраженных эндотермических эффекта. Согласно данным дифференциально-термогравиметрического анализа (кривая ДТА) первый эффект на термограммах образцов наблюдается в области температур $20-470^{\circ}\text{C}$ и соответствует процессу выделения физико- и химически связанной влаги. Второй эндотермический эффект, который проявляется в области температур $470 - 555^{\circ}\text{C}$, соответствует процессу распада $\text{Ca}(\text{OH})_2$ с выделением воды ($\text{Ca}(\text{OH})_2 = \text{CaO} + \text{H}_2\text{O}$).

Согласно данным термогравиметрического анализа (кривая ТГ) потеря массы образца **3** на этой стадии составляет 0,6%, а для образца **4** она составляет 1%. Это свидетельствует о повышенном содержании в образце **4** несвязанной $\text{Ca}(\text{OH})_2$.

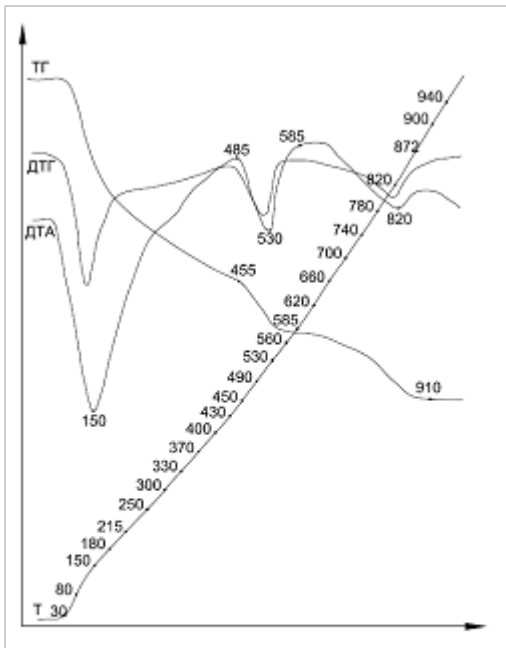


Рис. 2 Данные термогравиметрического анализа образца **1**

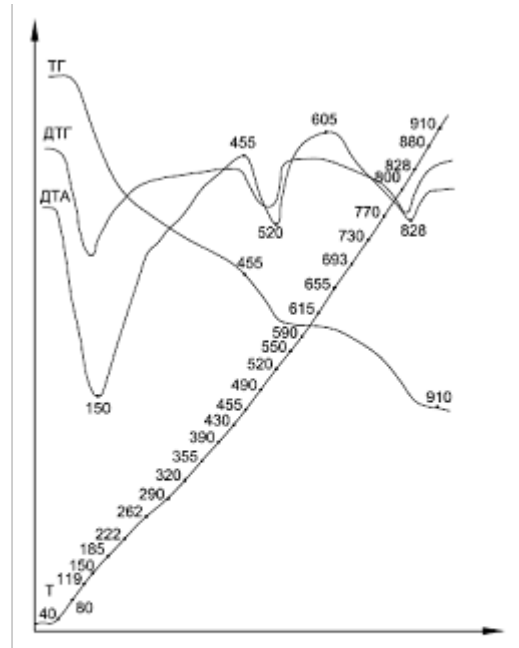


Рис. 3 Данные термогравиметрического анализа образца **2**

Третий эндотермический эффект проявляется в области температур 600 – 875°C и соответствует процессу распада карбоната кальция ($\text{CaCO}_3 = \text{CaO} + \text{CO}_2$). Потеря массы образца **3** на этой стадии составляет 2%, а для образца **4** – 2,3% (рис. 4, 5)

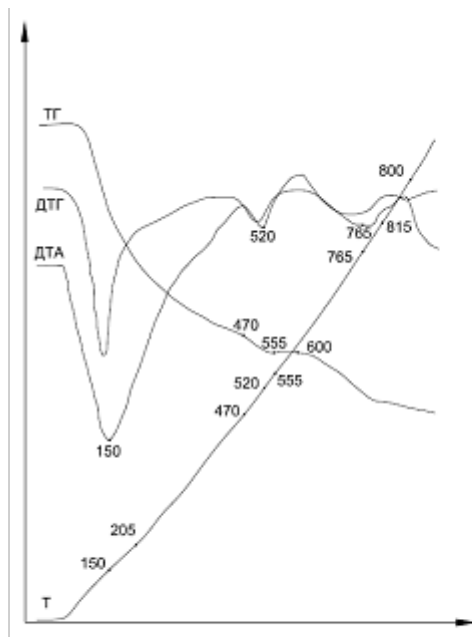


Рис. 4 Данные термогравиметрического анализа образца **3**

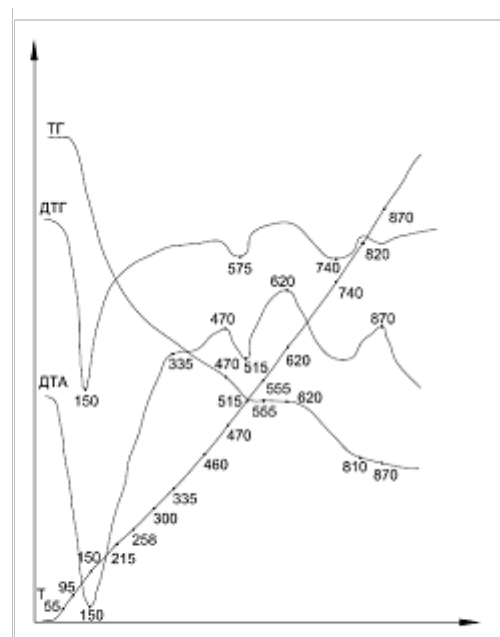


Рис. 5 Данные термогравиметрического анализа образца **4**

Наряду с ДТА исследовалось влияние механохимической активации и концентрации МК на изменение механических характеристик цементного камня.

После активации цементосодержащие композиции твердели в нормальных условиях. Испытания образцов проводились через 3, 7, 28 суток.

Результаты экспериментов свидетельствуют о том, что механоактивация цементосодержащих композиций ведёт к повышению прочности цементного камня во всем исследуемом диапазоне (3,7 и 28суток), рис. 6, 7.

Выявлено влияние микрокремнезема на прочность при сжатии цементного камня на механоактивированном вяжущем. Повышение концентрации микрокремнезема в вяжущем от 0 до 10% приводит к увеличению прочности цементного камня с 39,8 до 64,8 МПа, т.е. больше чем на 60%.

Механохимическая обработка цементной суспензии, содержащий 10% микрокремнезема, позволяет получить цементный камень с прочностью при сжатии в 2,2 раза выше по сравнению с прочностью контрольных образцов (активация отсутствует, содержание МК=0%).

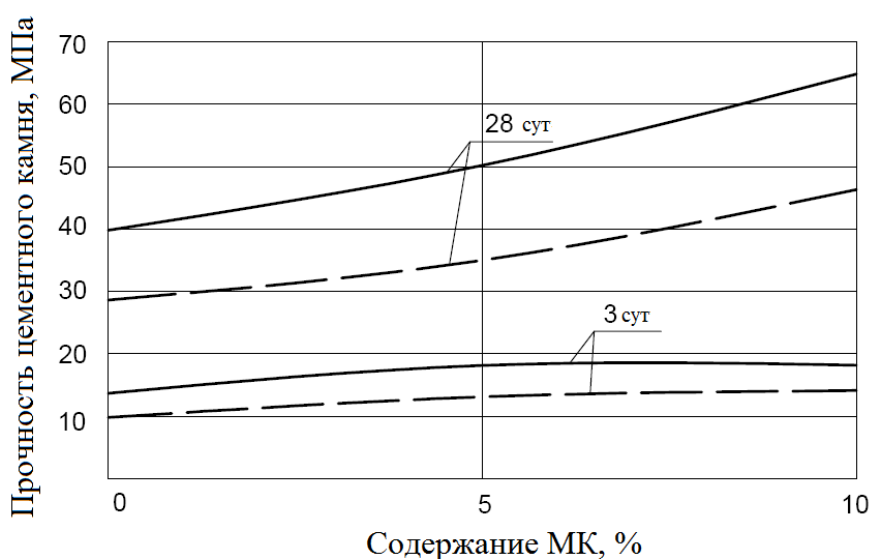


Рис.6 Влияние содержания микрокремнезема на прочность цементного камня
- - - - - контроль;
— цементный камень на механоактивированном вяжущем

Выводы

Проведенные опыты подтвердили участие микрокремнезема в физико-химических и физико-механических процессах организации структуры твердеющего цементного вяжущего. Механохимическая активация зёрен цемента и микрокремнезема обеспечивает как ускорение процессов структурообразования, так и повышение механических характеристик цементного камня.

SUMMARY

Physical and chemical methods of research a cement stone on knitting with an additive of micro-silica, subject of mechanical activated are conducted. Concentration influence of micro-silica on durability of a cement stone on the activated knitting is revealed.



Рис. 7 Кинетика нарастания прочности цементного камня

— — — традиционного приготовления (контроль);
— механоактивация

Содержание МК: 1, 1 - 0%, 2 - 5%, 3 - 10%

Литература

1. Каприелов С.С., Шейнфельд А.В., Кривобородов Ю.Р. Влияние структуры цементного камня с добавками микрокремнезема и суперпластификатора на свойства бетона // Бетон и железобетон. - №7. - 1992. - С.4-7.
2. Жданов Г.С., Илюшин А.С., Никитина С.В. Дифракционный и резонансный структурный анализ. /- М.: Наука, 1980.
3. Барабаш І.В. Механохімічна активація мінеральних в'язущих речовин.- Навчальний посібник.- Одеса. Астропрінт, 2002. - 100с.