Интернет-журнал «Транспортные сооружения» <https://t-s.today>
Russian journal of transport engineering

2018, №1, Том 5 / 2018, No 1, Vol 5 <https://t-s.today/issue-1-2018.html>

URL статьи: <https://t-s.today/PDF/21SATS118.pdf>

DOI: 10.15862/21SATS118 (<http://dx.doi.org/10.15862/21SATS118>)

Статья поступила в редакцию 19.02.2018; опубликована 11.04.2018

Ссылка для цитирования этой статьи:

Галкин Ю.Ю., Удодов С.А. Фазовый анализ структуры цементного камня, изолированного при его раннем нагружении // Интернет-журнал «Транспортные сооружения», 2018 №1, <https://t-s.today/PDF/21SATS118.pdf> (доступ свободный). Загл. с экрана. Яз. рус., англ. DOI: 10.15862/21SATS118

For citation:

Galkin Yu.Yu., Udodov S.A. (2018). Phase analysis of the structure of cement stone isolated at its early loading. *Russian journal of transport engineering*, [online] 1(5). Available at: <https://t-s.today/PDF/21SATS118.pdf> (in Russian). DOI: 10.15862/21SATS118

УДК 691:54

Галкин Юрий Юрьевич

ФГБОУ ВО «Кубанский государственный технологический университет», Краснодар, Россия
Аспирант

E-mail: tcnii@mail.ru

РИНЦ: http://elibrary.ru/author_profile.asp?id=892312

SCOPUS: <http://www.scopus.com/authid/detail.url?authorId=57200364000>

Удодов Сергей Алексеевич

ФГБОУ ВО «Кубанский государственный технологический университет», Краснодар, Россия
Заведующий кафедрой «Производства строительных конструкций и строительной механики»

Кандидат технических наук, доцент

E-mail: udodov-tec@mail.ru

РИНЦ: http://elibrary.ru/author_profile.asp?id=598582

Фазовый анализ структуры цементного камня, изолированного при его раннем нагружении

Аннотация. Нагружение железобетонных конструкций на ранних этапах твердения вызывает развитие неупругих деформаций, затухающих со временем. Учитывая интенсивное протекание в этот период деформаций усадки, важную роль играет учет влияния влажности на структуру композитов, подвергнутых раннему нагружению. Представленная статья является частью диссертационного исследования автора. В ней приводится обзор работ по изучению зависимости «влажность цементного камня – деформации ползучести». Так как на деформации ползучести, в свою очередь, оказывают влияние параметры раннего нагружения (возраст к моменту нагружения, величина и длительность нагрузки), то уместно предполагать и наличие связи между влажностью нагружаемого цементного камня и его свойствами после снятия нагрузки. Опираясь на уже имеющиеся данные, авторами проведен сравнительный анализ фазового состава нагруженных и ненагруженных образцов с помощью РФА и ДТА. На рентгенограммах нагруженных образцов высота пиков основных минералов уменьшается, что может говорить о повышении степени гидратации. Пики этtringита, а также гидросиликатов CSH имеют более высокую интенсивность при анализе образцов после раннего нагружения. Несмотря на отмеченные аспекты, главные пики, относящиеся к портландиту, при приложении нагрузки уменьшаются. Выдвинуто предположение о связывании этой фазы сульфатными

составляющими. Дуга аморфности нагруженного образца лежит ниже контрольного, что указывает на его меньшую аморфность.

Дифференциально-термический анализ в целом хорошо коррелирует с данными РФА. Дериватограммы нагруженных образцов указывают на их повышенную влажность, а определение содержания портландита по потере массы в диапазоне 430-470 °С показало уменьшение этой фазы при раннем нагружении цементного камня.

Ключевые слова: раннее нагружение; портландцемент; влажность; изоляция поверхности; рентгенофазовый анализ; дифференциально-термический анализ; гидросиликаты кальция; портландит; этtringит

Введение

Возведение железобетонных конструкций объектов транспортной инфраструктуры подразумевает действие кратковременных нагрузок, в том числе и динамических, уже на ранних этапах твердения бетонного композита. Не влияя на несущую способность, такого рода воздействия могут вызывать деформации ползучести, как при сжатии, так и при растяжении, даже при деформациях, во много раз меньших предельно допускаемой для материала при указанных видах нагрузки [1]. Особую актуальность имеет вопрос и «напряженной усадки» [2], которая наблюдается в условиях напряжений и также должна учитываться для рассматриваемого явления.

Взаимосвязь напряженной усадки и ползучести остается не полностью выясненной, хотя зависят они от одних и тех же факторов – водоцементного отношения, влажности и количества цементного теста (Е. Фрейсине, О. Вагнер, Вишневецкий Г.Д. [3]).

Улицкий И.И. [4], обобщив многочисленные экспериментальные данные (рис. 1), пришел к выводу о росте деформаций ползучести при уменьшении влажности среды.

Рисунок 1. Влияние влажности среды на ползучесть и усадку бетона [4]

Т. Гансен, наоборот, указывал на рост ползучести с ростом влажности окружающей среды, объясняя его ускорением диффузии воды внутрь цементного геля [5]. В работе [6] отмечается повышение ползучести гидросиликатов кальция серии C-S-H (В) с ростом влажности в опытах Н.Н. Скоблинской и К.Г. Красильникова. Для большей надежности проектировщики должны исходить из более низкой величины влажности. Для количественной

оценки влияния влажности З.Н. Цилосани предлагал рассматривать два эффекта: адсорбционное облегчение деформации под влиянием влаги и развитие деструктивных проявлений усадки [7]. Попеременное циклическое набухание и высыхание вызывает рост деформаций ползучести. Причем с каждым циклом она уменьшается по сравнению с предыдущим циклом [8].

С увеличением возраста цементного камня влияние влажности среды уменьшается (рис. 2). Набухание образцов и поглощение ими влаги в зависимости от влажности среды исследовано в [7] на образцах, нагруженных изгибаемой нагрузкой (рис. 3). Перед испытанием все образцы высушивались при 110 °С. Деформация оказалась в прямой зависимости от влажности среды и от того количества влаги, которая поглотилась ими во время нахождения под нагрузкой.

Рисунок 2. Ползучесть бетона, нагруженного в различном возрасте (а, [9]) и твердевшего при различной влажности (б, [10]): а: 1 – 50 %, 2 – 70 %, 3 – 100 %; б: 1 – 28 сут., 2 – 90 сут., 3 – 360 сут.

Действительно, образцы, находящиеся в сухой среде и, следовательно, не поглотившие влагу, фактически во времени не деформировались (рис. 3, кривая 1). Кривые нарастания прогибов расположились в строгом соответствии с возрастающей влажностью среды [4]. Скорость деформирования на начальных этапах нагружения была меньше, затем интенсивность роста прогибов была выше (кривые 2, 3 и 4). Это связано, по-видимому, с постепенным поглощением влаги со временем, что и является причиной интенсификации процесса деформирования.

Влажность среды: 1 – 0; 2 – 2,25; 3 – 48,5; 4 – 70,4; 5 – 100 %; 6 – в воде

Рисунок 3. Прогибы предварительно высушенных образцов при различной относительной влажности среды [4]

Природа влияния усадочных напряжений на интенсификацию деформаций ползучести бетона при осевом сжатии при любом уровне напряжений заключается в том, что усадочные напряжения, алгебраически суммируясь с начальными напряжениями от внешней нагрузки, увеличивают вероятность «разрушения» коагуляционных контактов в цементном камне, что приводит к увеличению скорости деформации ползучести и ее конечного значения [10].

Ползучесть цементного камня зависит от количества влаги в бетоне, от степени его водонасыщения. Увеличение первоначального влагосодержания до определенного предела (20-35 %) повышает его ползучесть, а затем снижает ее, о чем подробно написано в исследовании [11]. Рисунок 4 иллюстрирует эту закономерность.

Рисунок 4. Влияние начального влагосодержания на деформации ползучести [11]

А.В. Забегаев [107] выделяет 2 различных механизма: выдавливание межслоевой воды из гидратированного геля с последующими локальными микроразрушениями и поверхностное натяжение при взаимодействии микротрещин с капиллярами, заполненными водой. Повышение влажности ведет к ослаблению структуры и развитию микротрещин, однако, при определенном содержании связанной воды она способна оказывать сопротивление раскрытию трещин за счет поверхностного натяжения и снижать тем самым величину деформаций.

По Шейкину [10], при уменьшении начального влагосодержания от его оптимального значения часть коагуляционных контактов в геле гидросиликатов кальция теряет пленочную воду, что приводит к уменьшению жесткости тоберморитового геля в момент приложения нагрузки, а, следовательно, и к уменьшению предельной меры ползучести бетона. При повышении же вследствие утолщения водных прослоек вокруг частиц дисперсной фазы геля гидросиликатов кальция сокращается число несущих коагуляционных контактов в единице объема цементного камня, в результате в момент приложения постоянной статической нагрузки уменьшается жесткость геля, а, следовательно, и предельная мера ползучести бетона.

Недостаток воды как активного компонента цементного композита приводит к уменьшению интенсивности протекания гидратационных актов под нагрузкой. При твердении в среде, отличной от водной (например, в керосине), наблюдается быстрое затухание ползучести, тогда как в условиях повышенной влажности этот процесс более растянут во времени (рисунок 5, [7]).

Рисунок 5. Прогибы образцов в жидкостях различных полярностей [7]:

1 – очищенный неполярный керосин; 2 – вода. Величина нагрузки: а – 0,3, б – 0,5 и в – 0,7 от разрушающей при кратковременном нагружении

Применение изоляции для нагруженного бетона снижает его ползучесть (рис. 6, [10]). Невилль А.М. подчеркивает, что нагруженный при постоянной относительной влажности бетон характеризуется ползучестью, которая не вызывает потерю воды в окружающую среду. Вероятно, этот аспект может указывать на то, что влага под нагрузкой в результате химического взаимодействия может переходить из физически связанной в химически связанную, образуя новые гидросиликатные продукты. В результате не наблюдается потеря влаги из материала при его выдерживании под нагрузкой.

Рисунок 6. Кривые деформации ползучести изолированных и неизолированных образцов различных (1-5) сечений [10]

Целью работы было изучение фазового состава нагруженных образцов после кратковременного нагружения в раннем возрасте и сравнение его с образцами, которые не подвергались нагрузке («контрольные»). В качестве методов исследования выбран рентгенофазовый и дифференциально-термический анализ.

Методика экспериментальных работ

В качестве вяжущего применялся портландцемент Цем I 42,5 Н ГОСТ 31108 Верхнебаканского цементного завода. Химический состав приведен в таблице 1.

Таблица 1

Химический состав применяемого портландцемента

Наименование	Химический состав, %							
	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	SO ₃	R ₂ O	TiO ₂
«Верхнебаканский» Цем I 42,5 Н ГОСТ 31108	21	4,36	4,16	64,7	0,46	3	0,62	-

Приготавливались призмы 40×40×160 мм на цементном тесте с водоцементным отношением 0,28. На 1 сутки твердения к образцам прикладывалась сжимающая нагрузка $P = 0,3P'_{сж}$, где $P'_{сж}$ – разрушающая нагрузка при испытании призм на сжатие в вертикальном положении (разделив значение на площадь, получим призменную прочность). Контроль постоянства нагрузки проводился при помощи динамометров ДОСМ 3-5. В течение всего срока наблюдений, который составлял 7 суток, показания индикаторов уменьшались, что связано с протеканием ползучести цементного камня. По истечении срока образцы измельчались, подготавливались пробы и проводился рентгенофазовый и дифференциально-термический анализ.

Для идентификации основных фаз применяемых цементов проводился рентгенофазовый анализ на дифрактометре XRD-7000 фирмы «Shimadzu» (Япония) с помощью программного комплекса PDWin 4.0 и пакета Crystallographica Search-Match, интегрированных в программно-аппаратный комплекс прибора. Условия проведения съемки – анод медь, длина волны медного излучения Ка линии равна 1,54051 Å, 40 кВ, 30 мА, диапазон углов 5-70 град., скорость съемки 1 град./мин.

Рентгенограмма исходного цемента до затворения приведена на рисунке 7.

Рисунок 7. Рентгеновский спектр цемента
Цем I 42,5 Н «Верхнебаканский» (разработано авторами)

На рентгенограмме применяемого портландцемента видны дифракционные отражения основных минералов: алита ($d = 3,03; 2,74; 2,6; 2,44; 2,32; 2,18; 1,76; 1,62; 1,48$ Å), белита ($d = 3,87; 3,03; 2,77; 2,607; 2,44; 2,18; 1,76; 1,62$ Å), целита ($d = 7,29; 3,65; 2,77; 2,69; 1,94; 1,91$ Å), трехкальциевого алюмината ($d = 2,69; 2,19; 1,91; 1,57$ Å), а также гипса ($d = 3,45; 3,06; 2,77; 2,67$ Å).

Так как измерения усадки не проводилось, поэтому, чтобы снизить возможное влияние напряженной усадки, поверхность нагруженных и контрольных образцов изолировалась при помощи полиэтиленовой пленки. Каждая грань укрывалась пятью слоями пленки. Это было сделано для снижения вызываемых напряженной усадкой различий в потере влаги при описании кривых потери массы при термогравиметрическом анализе поверхность образцов, подвергнутых раннему нагружению, а также контрольных изолировалась при помощи полиэтиленовой пленки. Каждая грань укрывалась пятью слоями пленки.

Результаты и обсуждение

На рентгенограмме контрольного образца происходило уменьшение интенсивности пиков основных минералов в связи с их гидратацией. Фазовый состав представлен (рис. 8) непрореагировавшим алитом с $d = 3,87; 3,03; 2,77; 2,74; 2,61; 2,32; 2,18; 1,76; 1,62 \text{ \AA}$, портландитом с $d = 4,9; 3,1; 2,62; 1,92; 1,79; 1,48 \text{ \AA}$, тоберморитом (ТБ на рентгенограмме) с $d = 3,06; 2,96; 2,81; 1,68; 1,66 \text{ \AA}$, кальцитом с $d = 3,03; 2,28; 2,09; 1,44 \text{ \AA}$. Исчезают отражения, относящиеся к гипсу, что связано с образованием гидросульфатоалюмината кальция (ГСАК) с $d = 9,71; 5,57; 4,67; 3,86; 2,56; 2,2; 2,15 \text{ \AA}$.

Рисунок 8. Рентгенограмма контрольного образца
на п/ц «Верхнебаканский» ($w/c = 0,28$) (разработано авторами)

Высокоосновные гидросиликаты кальция C-S-H (II) имеют дифракционные отражения $d = 9,71; 3,06; 2,81; 1,57 \text{ \AA}$, а низкоосновные C-S-H (I) – $d = 3,1; 3,03; 2,81; 2,74; 1,92; 1,79; 1,68 \text{ \AA}$. Гидроалюминаты на рентгенограмме соответствуют пикам с $d = 10,69; 10,62; 5,08; 2,88; 2,71; 1,66; 1,65 \text{ \AA}$. Также присутствуют пики негидратированного C_3A ($1,9; 1,55$). Диффузная дуга в диапазоне углов $2\theta = 2...18^\circ$ свидетельствует о наличии аморфной фазы, которая появляется при затворении зерен вяжущего.

После семисуточной выдержки под нагрузкой рентгенограмма приобрела вид, приведенный на рисунке 9. Для одних и тех же фаз произошло изменение углов и соответствующих им межплоскостных расстояний, что вызвано, по всей видимости, сжатием кристаллической и аморфно-кристаллической структуры цементного камня. В результате наблюдается уменьшение интенсивности пиков алита с $d = 3,031; 2,772; 2,744; 2,609$ к значениям $3,033; 2,760; 2,320; 2,184$, портландита (к значениям $d = 4,916; 2,625; 1,927; 1,795$).

Рисунок 9. Рентгенограмма нагруженного цементного камня (п/и «Верхнебаканский») (разработано авторами)

Снижение пиков гидроксида кальция может объясняться связыванием его с сульфатными составляющими и переходом в гидросульфоалюминат [12], а смещение – результатом взаимодействия с другими фазами [13]. На это указывает смещение пиков ($d = 9,75; 5,578; 2,566$), относимых к ГСАК, и увеличение при этом величины I/I_1 (соответствует межплоскостным расстояниям $d = 9,667; 5,590; 2,559$). Результат наложения рентгенограмм нагруженного и контрольного образцов представлен на рисунке 10.

Рисунок 10. Изменение вида рентгенограмм в результате силового нагружения (разработано авторами)

При анализе нагруженного образца исчезает пик, относящийся к низкоосновному гидросиликату С-S-H с $d = 2,74 \text{ \AA}$, и появляются новые с $d = 7,32 \text{ \AA}$ и $d = 8,18 \text{ \AA}$. Отношение I/I_1 для пиков тоберморита в сравниваемых материалах на одних и тех же межплосткостных расстояниях (2,966 и 2,970; 1,833 и 1,823; для 1,686) увеличиваются на 2-5 % в нагруженном образце (см. рис. 10).

В подвергнутом сжатию цементному камню уменьшилось число пиков негидратированного C_3A ($d = 1,900$; $1,558$) и гидроалюминатов (C_4AH_{19} с $d = 10,622$; $1,656$ и

C_2AH_8 с $d = 10,695 \text{ \AA}$) и возник новый, относящийся к C_4AH_{13} ($d = 7,796 \text{ \AA}$). Для C_4AH_{19} , C_4AH_{13} и C_3AH_6 интенсивность I/I_1 возрастает на 4-7 % (по данным рентгенофазового анализа).

Имеет место тенденция к уменьшению пиков портландита, негидратированных минералов цементного клинкера C_3S , C_3A , C_4AF по данным анализа проб нагруженного образца. Это может указывать на повышение степени гидратации цементного камня, уменьшения содержания кристаллических фаз и образование аморфно-кристаллической структуры, которая присуща гидросиликатам $C-S-H$ по данным исследований, проводимых в этой области в последнее время [13-14]. Появление пиков, изменение их количества и интенсивности для гидратных продуктов демонстрирует преобразование кристаллических фаз, увеличение степени аморфности гидратов, что, по мнению [15], может приводить к повышению их дисперсности и упрочнению цементного камня.

На дериватограммах контрольного и нагруженного цементного камня (рис. 11) видны эндоэффекты при 100-120 °С, отражающие удаление слабо связанной адсорбционной воды. Потеря массы оказалась выше у нагруженных образцов, что позволяет говорить об их повышенной влажности (итоговое изменение массы по рис. 4. $\Delta W_{\text{нагр}} = 21,82 \%$ против 19,87 %). Результаты согласуются с данными, полученными в п. 3.4 настоящей работы, так как потери массы при высушивании изолированными нагруженными образцами были также выше. Эндоэффект при 430-470 °С относится к разложению портландита, а на участке от 400 до 430 °С – к дегидратации C_3AH_6 .

Рисунок 11. Дериватограммы цементных образцов:

контрольного (а) и нагруженного (б) на 1 сутки (разработано авторами)

Экзоэффект при 720-770 °С – декарбонизация кальцита $CaCO_3$. Потеря массы (по Маршу) на участке разложения 6-водного гидроалюмината для нагруженного выше, чем для контрольного, что согласуется с данными РФА.

Определяли содержание портландита $Ca(OH)_2$ в рассматриваемых пробах по формуле (2):

$$x = \frac{a \times 74}{18} \times 100\%, \quad (2)$$

где x – содержание $Ca(OH)_2$ в цементном камне, a – потери массы за счет отщепления воды при разложении $Ca(OH)_2$.

Для нагруженного оно равнялось 7,19 %, а для контрольного – 7,44 %, что на 3,3 % выше. Уменьшение пика портландита на рентгенограмме (рис. 10) хорошо коррелирует с полученными данными ДТА.

В диапазоне температур от 100 до 200 °С установлена разница в изменении массы 1,24 %, относимая к разложению гидросульфоалюмината кальция. Согласно рентгенограмме, следует отметить выраженную интенсивность пиков ГСАК в сжатых образцах (интенсивность дифракционных максимумов для них была выше согласно обработке в ПК «Match!»). Поэтому более высокая потеря массы в рассматриваемом случае – результат дегидратации 13- и 19-водного гидроалюмината.

Выводы

Анализ воздействия нагрузки в раннем возрасте на цементный камень в условиях изоляции поверхности позволил установить следующее:

- высота пиков кристаллических веществ (в особенности алита и портландита – рис. 10) снижается при раннем нагружении цементного камня;
- состав новообразований, индексируемых РФА, отличается для деформированных образцов;
- значение углов и межплоскостных расстояний для одних и тех же фаз изменяется, что говорит о механическом деформировании структуры;
- интенсивность пиков гидратных продуктов (I/I_1) различна;
- появляются новые пики (тоберморита, кубического 6-водного гидроалюмината, низкоосновных гидросиликатов кальция CSH).

ЛИТЕРАТУРА

1. Вишневецкий Г.Д. Основы расчета элементов конструкций на ползучесть [Текст]. – Л. ЛИСИ, 1979. – 84 с.
2. Методические рекомендации по исследованию усадки и ползучести бетона [Текст] / [Д-р техн. наук, проф. С.В. Александровский, канд. техн. наук В.В. Соломонов]; Науч.-исслед. ин-т бетона и железобетона. – Москва: НИИЖБ, 1975. – 117 с.: ил.; 24 см.
3. Бондаренко В.М. Некоторые вопросы нелинейной теории железобетона [Текст]. – Харьков, 1968. – 323 с.
4. Улицкий И.И. Определение величин деформаций ползучести и усадки бетонов [Текст+Иллюстр]. – Киев.: Госстройиздат УССР, 1963.
5. Гансен, Т.К. Ползучесть и релаксация напряжений / Т.К. Гансен; пер. Г.Д. Мариенгофа; под ред. О.Я. Берга. М.: Гос. изд-во по стр-ву, архитектуре и строит. материалам 1963. – 128 с.
6. Рояк С.М., Рояк Г.С. Специальные цементы [Текст]. – М.: Стройиздат, 1983. – 279 с.
7. Цилосани З.Н. Усадка и ползучесть бетона [Текст]. – Тбилиси: Мецниереба, 1979. 231 с.
8. Цилосани З.Н., Кизирия Г.В., Панцхава С.А., Абашидзе З.С. Влияние переменной влажности среды и нагрузки на длительные деформации бетона [Текст]. – Тбилиси: Мецниереба, 1988. – 101 с.
9. Невилль А.М. Свойства бетона [Текст+Иллюстр]. – М.: Стройиздат, 1972. – 344 с.
10. Шейкин А.Е., Чеховский Ю.В., Бруссер М.И. Структура и свойства цементных бетонов [Текст+Иллюстр]. – М.: Стройиздат, 1979. – 344 с.
11. Каранфилов Т.С. Влияние влажности бетона на его деформации ползучести [Текст+Иллюстр] // Ползучесть и усадка железобетонных конструкций. – М.: Стройиздат, 1976.
12. Макридин Н.И., Вернигорова В.Н., Максимова И.Н. О микроструктуре и синтезе прочности цементного камня с добавками ГСК [Текст] / Известия вузов. Строительство. 2003. – №8. – С. 37-42.
13. Pelleng R.J., Kushima A., Shahsavari R., van Vliet K.L., Buehler M.J., Yip S., Ulm F.-J. A realistic model of cement hydrates [Текст] / National Academy of Science. Proceedings, Wash., 2009. – v.106,38. – P. 16102-16107.
14. Бикбау М.Я. Атомная структура и механизм полиморфных превращений трехкальциевого силиката [Текст] / Цемент и его применение, 2006. – №4. – С. 71-76.
15. Исаева Т.С. Влияние добавок на свойства глиноземистого цемента: дисс. ... канд. техн. наук: 05.17.11 [Текст] / Исаева Татьяна Сергеевна. – Москва, 2008. – 167 с.

Galkin Yury Yur'evich

Kuban state technological university, Krasnodar, Russia
E-mail: temii@mail.ru

Udodov Sergey Alekseevich

Kuban state technological university, Krasnodar, Russia
E-mail: udodov-tec@mail.ru

Phase analysis of the structure of cement stone isolated at its early loading

Abstract. Loading of reinforced concrete structures in the early stages of hardening causes the development of inelastic deformations that fade with time. Considering the intensive flow of shrinkage deformations during this period, an important role is played by taking into account the effect of moisture on the structure of composites subjected to early loading. The review of works on the study of the dependence "moisture of cement stone – deformation of creep" is given. Since the creep strains, in turn, are influenced by the parameters of the early loading (age at the time of loading, the magnitude and duration of the load), it is appropriate to assume a connection between the moisture content of the cement stone being loaded and its properties after the load is removed. Based on the author's already available data, a comparative analysis of the phase composition of loaded and unloaded samples was performed using XRD and DTA. On the X-ray patterns of loaded samples, the height of the peaks of the main minerals decreases, which may indicate an increase in the degree of hydration. Peaks of ettringite, as well as CSH hydrosilicates, have a higher intensity when analyzing samples after the early loading. Despite the noted aspects, the main peaks related to portlandite, when the load is applied, decrease. An assumption has been made that this phase is bound by sulfate constituents. The arc of amorphousness of the loaded sample lies below the control one, which indicates its lesser amorphicity.

Differential-thermal analysis as a whole correlates well with XRD data. Derivatograms of loaded samples indicate their increased humidity, and the determination of portlandite content by mass loss in the range 430-470 °C showed a decrease in this phase with the early loading of cement stone.

Keywords: early loading; Portland cement; moisture; surface insulation; X-ray phase analysis; differential thermal analysis; calcium hydrosilicates; portlandite; ettringite

REFERENCES

1. Vishnevetsky G.D. (1979). Osnovy rascheta elementov konstrukcij na polzuchest. [*Basics of calculating structural elements for creep.*] L.: LISI, p. 84.
2. Aleksandrovskij S.V., Solomonov V.V. (1975). Metodicheskie rekomendacii po issledovaniyu usadki i polzuchesti betona. [*Methodical recommendations on the study of shrinkage and creep of concrete.*] Moscow: NIIGB, p. 117.
3. Bondarenko V.M. (1968). Nekotorye voprosy nelinejnoj teorii zhelezobetona. [*Some questions of the nonlinear theory of reinforced concrete.*] Kharkov, p. 323.
4. Ulitsky I.I. (1963). Opredelenie velichin deformacij polzuchesti i usadki betonov. [*Determination of creep strain and shrinkage creep values.*] Kiev: Gosstroyizdat, p. 234.
5. Hansen T.K. (1963). *Creep and Stress Relaxation*. [Russ. ed.: Polzuchest i relaksaciya napryazhenij. Authorized transl. by G.D. Mariengofa; Ed. by O.Ya. Berga. Moscow: Gos. publishing house, building and architecture. materials, p. 128.]
6. Royak S.M., Royak G.S. (1983). Specialnye cementy. [*Special cements.*] Moscow: Stroizdat, p. 279.
7. Cilosani Z.N. (1979). Usadka i polzuchest betona. [*Shrinkage and creep of concrete.*] Tbilisi: Metznireba, p. 231.
8. Tsilosani Z.N., Kiziriya G.V., Pantshava S.A., Abashidze Z.S. (1988). Vliyanie peremennoj vlazhnosti sredy i nagruzki na dlitelnye deformacii betona. [*Influence of the variable humidity of the medium and the load on the long deformation of concrete.*] Tbilisi: Metznireba, p. 101.
9. Neville A.M. (1972). Svoystva betona. [*Properties of concrete.*] Moscow: Stroizdat, p. 344.
10. Sheikin A.E., Chekhovsky Yu.V., Brusser M.I. (1979). Struktura i svoystva cementnyh betonov. [*Structure and properties of cement concretes.*] Moscow: Stroizdat, p. 344.
11. Karanfilov T.S. (1976). Vliyanie vlazhnosti betona na ego deformacii polzuchesti. [*Effect of concrete moisture on its creep deformation.*] Moscow: Stroizdat.
12. Makridin N.I., Vernigorova V.N., Maksimova I.N. (2003). On the microstructure and synthesis of the strength of cement stone with additives GSK. *Izvestiya Vuzov. Stroitel'stvo*, 8, pp. 37-42. (in Russian).
13. Pelleng R.J., Kushima A., Shahsavari R., van Vliet K.L., Buehler M.J., Yip S., Ulm F.-J. (2009). A realistic model of cement hydrates. *National Academy of Science. Proceedings, Wash.*, 38(106), pp. 16102-16107.
14. Bikbau M.Ya. (2006). Atomic structure and mechanism of polymorphic transformations of tricalcium silicate. *Cement and its application*, 4, pp. 71-76. (in Russian).
15. Isayeva T.S. (2008). Vliyanie dobavok na svoystva glinozemistogo cementa. [*Effect of additives on the properties of alumina cement.*] Moscow, p. 167.