

DOI: 10.34031/2071-7318-2024-10-1-68-81

**Калита Д.И.**

ООО Научно-производственное объединение «КВАНТ»

E-mail: dkalita@yandex.ru

## ИСПОЛЬЗОВАНИЕ МЕТОДА ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВОДОУДЕЛЕНИЯ ЦЕМЕНТА ПРИ ВХОДНОМ КОНТРОЛЕ КАЧЕСТВА В ПРОИЗВОДСТВЕ БЕТОНА

**Аннотация.** Водоуделение цемента – один из базовых показателей качества, который, однако не используется для цементов, предназначенных для изготовления рядовых бетонных смесей. В ряде случаев при входном контроле необходимо с минимальными трудозатратами получить информацию о качестве цемента и его пригодности к применению в конкретных составах бетонной смеси. Определение водоуделения позволяет в минимальные сроки получить данные как по величине достигаемого водоуделения, так и по его кинетике.

Базовой методикой принят стандартный метод определения величины водоуделения по ГОСТ 310.6-2020, дополнительно включающий замеры высоты столба цементного теста, что позволяет построить кривую водоуделения. В модифицированных методиках использовали мерные цилиндры измененного объема.

Собраны и представлены статистические данные по водоуделению цементов производственных партий различных заводов. Изучена связь водоуделения с нормальной плотностью и сроками схватывания цемента. Исследовано влияние длительного (до 5 месяцев) срока хранения цементов на величину водоуделения.

Рассмотрены геометрические факторы, влияющие на величину водоуделения и кинетику процесса: высота столба цементного теста, размеры измерительного цилиндра. Изучено влияние исходного водоцементного отношения цементного теста на величину водоуделения.

Установлена трехстадийность процесса водоуделения цемента при преобладании канального типа водоуделения. Отмечено нелинейное снижение водоуделения при уменьшении водоцементного отношения. Полученные базовые кинетические зависимости водоуделения могут быть использованы для прогнозирования водоуделения бетонных смесей.

**Ключевые слова:** водоуделение цемента, цементное тесто, цементная суспензия, кинетика водоуделения цемента, метод испытания, лежалый цемент.

**Введение.** Показатель водоуделения цемента является одним из обязательных показателей качества по ГОСТ 30515-2013 «Цементы. Общие технические условия». В РФ нормируется водоуделение цемента для бетона аэродромных покрытий, цемента для железобетонных изделий и мостовых конструкций, а также для бетона покрытий автомобильных дорог общего пользования - показатель не должен превышать 28%. Для цементов по ГОСТ 31108-2020 «Цементы общестроительные. Технические условия», составляющих подавляющий объем производства в стране этот показатель не является обязательным, и в документе о качестве на партию цемента он не отражается.

Потребитель цемента при изготовлении бетонных смесей по ГОСТ 7473-2010 «Смеси бетонные. Технические условия» осуществляет входной контроль цемента по перечню показателей, не включающему водоуделение. В целом, показатель водоуделения не используется при входном контроле качества цемента не предназначенного для транспортного строительства.

Производители цемента не имеют необходимости регулировать водоуделение, зависящее от

множества факторов. Между тем, значение величины водоуделения находится в определенных пределах, которые будут определяться стабильностью технологии производства и качества сырья. Существенные отклонения последних не могут не повлиять на величину водоуделения.

В случае проведения испытаний в рамках входного контроля полученные данные далее не используются в процессе производства бетонных смесей, поскольку связь показателя водоуделения с прочими показателями качества цемента и параметрами качества бетонных и растворных смесей в литературе раскрыта слабо, а статистические данные по водоуделению цементов в открытой печати отсутствуют. Стандартная же методика ГОСТ 310.6-2020 не предполагает получения данных по кинетике протекания процесса.

Цементное тесто, представляющее собой концентрированную полидисперсную суспензию цементных зерен в воде можно рассматривать как структурированную жидкость. Стойкость цементного теста к водоуделению обеспечивается тогда, когда структура, образующаяся за счет сил Ван-дер-Ваальса, достаточно прочна, чтобы противодействовать влиянию гравитации на ча-

стицы и препятствовать их оседанию [1]. Седиментационные процессы в цементном тесте имеют место только до образования устойчивой коагуляционной структуры, одной из причин появления которой является протекание процесса схватывания. Все факторы, содействующие ускорению образования коагуляционной структуры, таким образом будут уменьшать водоотделение.

Водоудерживающая способность цементов зависит от объема образующихся коагуляционных структур, а также от количества, образуемого этtringита и размеров его кристаллов. При малых дозировках гипса отмечается образование мелкокристаллического этtringита, что, особенно при высоких значениях В/Ц, не может обеспечить создание сплошной структуры в материале. При высоких дозировках гипса в объеме цементной суспензии формируются крупные кристаллы, вызывающие создание жесткой структуры материала, не допускающей протекание седиментационного уплотнения системы. Оптимальное количество гипса, вводимое в цемент для регулирования сроков схватывания, зависит от минералогического состава клинкера (в основном от содержания алюминатной фазы) и его тонкости помола [2].

Водоотделение цемента зависит и от прочих факторов, в том числе от минералогического и гранулометрического состава, удельной поверхности, вида и количества минеральных добавок и интенсификаторов помола.

Заметное влияние оказывает удельная поверхность цемента: чем ниже удельная поверхность, тем выше водоотделение цемента [3, 4]. При этом частичное замещение цемента минеральными добавками, например, молотым известняком не влияет на водоотделение, если удельная поверхность цемента с добавкой не изменяется [5]. По другим данным увеличение удельной поверхности не сказывается на величине водоотделения, но уменьшает скорость водоотделения [6]. На многие показатели качества цемента влияет не столько удельная поверхность, как показатели гранулометрического состава. Правильный подбор вида и дозировки интенсификаторов помола цементного клинкера позволяет регулировать гранулометрический состав цемента, уменьшая как количество крупных фракций (более 30 мкм), так и количество мелкой фракции 0-5 мкм, что позволяет в итоге управлять водоотделением цемента [7, 8]

При хранении цемента в нем под воздействием паров воды и  $\text{CO}_2$  воздуха протекают физико-химические процессы, связанные с процессами гидролиза и гидратации в поверхностных слоях зерен, в первую очередь наиболее реакционно способных минералов портландцементного

клинкера [9]. В результате связывания отдельных частиц цемента продуктами гидратации, а также вторичными продуктами карбонизации гидратов происходит комкование цемента [10–12]. Продукты предгидратации выступают затравками гидратации цемента при его затворении, при этом сроки начала схватывания уменьшаются [13]. Выдерживание цемента в силосах, ввиду протекания на поверхности зерен гидратационных процессов, приводит как к снижению водоотделения до 5–15 % [14, 15], так и уменьшению его активности. Последнее особенно заметно на тонкоизмельченных и быстротвердеющих цементах.

Не подвергается сомнению влияние величины водоцементного отношения (В/Ц) на кинетику протекания процесса гидратации цемента, структурообразования и водоотделения цементного теста. При снижении В/Ц уменьшается водоотделение, при достижении некоторого предельного значения В/Ц перестает визуально фиксировать отделение жидкой фазы. Однако седиментация в цементном тесте без заметного отделения воды может протекать уже при В/Ц=0,28 [16]. Увеличение В/Ц увеличивает количество выделяемой воды, при этом скорость водоотделения в диапазоне В/Ц=0,5-1,1 практически линейно зависит от В/Ц [17].

Водоотделение может происходить либо постепенно (т.н. "нормальное водоотделение") или за счет образования каналов в толще цементного теста (т.н. "канальное водоотделение"). Нормальное водоотделение характеризуется скоростью водоотделения, которая изначально постоянна, затем следует период уменьшения скорости, а затем внезапное прекращение из-за начала схватывания цементного теста, тогда как канальное водоотделение характеризуется внезапным увеличением скорости водоотделения через некоторое время из-за образования каналов [18, 19].

Из-за отличающихся условий экспериментов в диапазоне В/Ц от 0,5 до 1,6 разные исследователи отмечают оба типа водоотделения. При нормальном водоотделении [17] индукционный период отсутствует, скорость водоотделения практически постоянна вплоть до высокой степени завершенности процесса. При канальном водоотделении процесс начинается с длительного индукционного периода, во время которого формируется система вертикальных каналов, по которым вода вытесняется из концентрированной суспензии, затем следует период с нарастанием скорости, в течение которого образуются водоотводящие каналы, после чего вытеснение воды происходит с постоянной скоростью; на завершающей стадии процесса скорость водоотделения падает [20]. В то же время в исследованиях

[21, 22] отмечается возрастающая скорость водоотделения с момента окончания перемешивания суспензии с достижением максимальной скорости процесса через 5–10 минут и практически полным его окончанием через 40–50 минут.

Задачей исследования ставилось:

- анализ статистических данных по водоотделению цементов ряда заводов в течение длительного времени наблюдения, с целью возможного использования для идентификации марок цемента и заводов-производителей и определения стабильности качества цемента;
- изучение влияния времени хранения цемента на величину водоотделения;
- получение данных по кинетике процесса водоотделения, в условиях использования как

стандартной методики ГОСТ 310.6-2020, так и модифицированной.

**Материалы и методы.** В исследованиях использованы портландцементы, произведенные по ГОСТ 31108-2020 в течение 2022-2023 г (табл.1), активная минеральная добавка ECOFIL-480 (молотый гранулированный доменный шлак) производства ООО «Мечел-Материалы» (табл. 2).

Испытания каждой пробы цемента производились по показателям: нормальная густота, сроки схватывания, водоотделение. Нормальная густота и сроки схватывания цемента определялись по методике ГОСТ 30744-2001.

Таблица 1

Показатели качества цемента (по документам о качестве)

Характеристики цемента		Тип и класс цемента, производитель			
		ЦЕМ I 42,5Н ООО «Петербургцемент»	ЦЕМ 0 42,5Н АО «Пикалевский цемент»	ЦЕМ II/В-III 42,5Н ОАО «Сланцевский цементный завод»	ЦЕМ I 42,5Н ЗАО «Осколцемент»
Способ производства клинкера		сухой	мокрый	сухой	мокрый
Способ помола		замкнутый	открытый	замкнутый	открытый
Удельная поверхность, м <sup>2</sup> /кг		391 *	390*	400–430	300–320
Химический состав клинкера, %	C <sub>3</sub> S	56,0–60,8	62,4*	65,4	60,17
	C <sub>2</sub> S	13,2–18,5	17,1 *	10,9	15,39
	C <sub>3</sub> S+ C <sub>2</sub> S	72,0–76,6	78,5–81,4	76,3	75,56
	C <sub>3</sub> A	6,6–8,0	4,8–6,5	7,1	6,7
	C <sub>4</sub> AF	9,0–11,0	10,3–11,5	10,1	10,1
	Na <sub>2</sub> O+K <sub>2</sub> O	1,21–1,22	0,96–1,14	0,95–1,03	0,60
Нормальная густота, %		31,4–32,6	23,2–27,4	27,0–30,0	25,0
Срок начала схватывания, мин		155–200	140–185	180–230	220

\* - средние значения за I полугодие 2022 г по данным производителя

Таблица 2

Показатели качества минеральной добавки ECOFIL-480

Удельная поверхность, м <sup>2</sup> /кг	Тонкость помола, проход через сито №0045, %	Химический состав, %				Срок начала схватывания, начало, мин	Прочность при сжатии в 28 суток, МПа
		MgO	Na <sub>2</sub> O+0,658K <sub>2</sub> O	CaO+MgO+SiO <sub>2</sub>	(CaO+MgO) / SiO <sub>2</sub>		
504	99,9	11,13	0,74	82,49	1,5	150	15,4

Водоотделение цемента в целях получения статистических данных исследовалось при водоцементном отношении (В/Ц) равном 1,0. В прочих экспериментах В/Ц охватывало диапазон, реально используемый в производстве товарных бетонных смесей (0,5–1,0), в особых случаях, представляющих интерес превышало его (1,0–1,4).

Определение водоотделения производилось по методике ГОСТ 310.6-2020 в стеклянных цилиндрах по ГОСТ 1770-74 емкостью 500 см<sup>3</sup> (в дополнительных опытах - в цилиндрах емкостью 250, 100 и 25 см<sup>3</sup>), при начальном уровне заполнения цилиндра суспензией 460–465 см<sup>3</sup> (245–250, 97–100, 24,7–25,0 см<sup>3</sup> соответственно).

Ручное перемешивание цементного теста по методике ГОСТ 310.6-2020 не всегда обеспечи-

вало стабильный результат гомогенизации суспензии, поскольку интенсивность перемешивания стандартом не нормируется. Стабильные результаты перемешивания цементного теста получены при скорости перемешивания не менее 90–120 об/мин.

Цементное тесто, изготовленное путем ручного перемешивания цемента с дистиллированной водой, оставлялось для оседания в мерном цилиндре до полного завершения процесса, после чего определялся объем осевшего цементного теста.

Для определения кинетических характеристик процесса водоотделения замеры производились каждые 5–20 минут. Во избежание испарения воды цилиндры во время опыта закрывались полимерной пленкой.

Водоотделение рассчитывалось в объемных процентах по формуле:

$$W = \frac{a-b}{a} \cdot 100, \quad (1)$$

где  $a$  – первоначальный объем цементного теста,  $\text{см}^3$ ;  $b$  – объем осевшего цементного теста,  $\text{см}^3$ .

**Основная часть.** Водоотделение отдельных партий цемента ЦЕМ I 42,5Н производства ООО «Петербургцемент» варьируется в широких пределах, причем изменение этого параметра от партии к партии зачастую носит скачкообразный характер и слабо прогнозируется (рис. 1). Полученные по результатам измерения водоотделения цемента данные удовлетворительно аппроксимируются линейной функцией, что свидетельствует об отсутствии фактора сезонности и достаточно высокой стабильности качества цемента. Можно отметить, что отдельные партии цемента показывают водоотделение существенно ниже средних значений, в диапазоне 15–20 %.

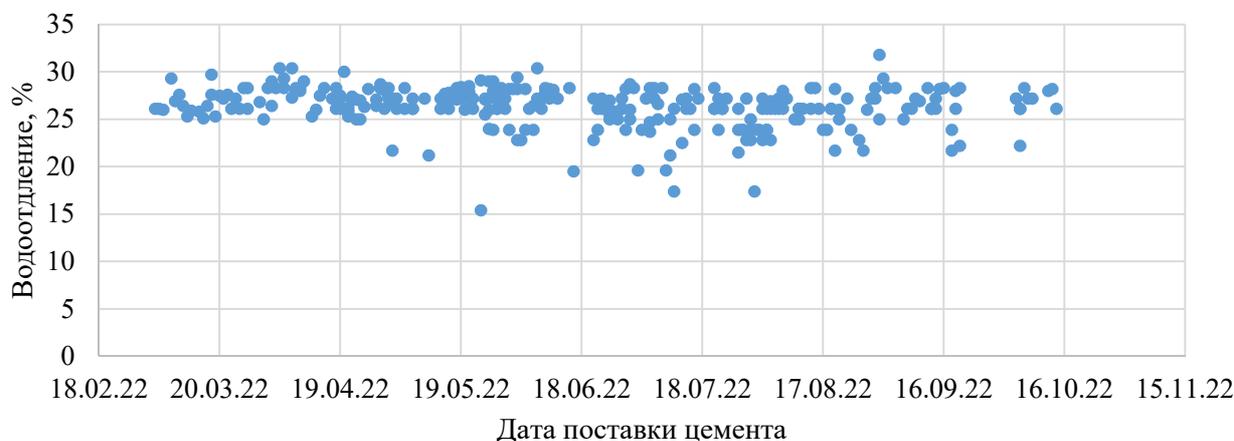


Рис. 1. Водоотделение цемента ЦЕМ I 42,5Н производства ООО «Петербургцемент»

Данные по водоотделению цемента ЦЕМ 0 42,5Н производства АО «Пикалевский цемент» (рис. 2) также демонстрируют скачкообразное изменение от партии к партии, при этом размах колебаний существенно выше, часть партий цемента имеет водоотделение ниже 15 %.

Следует отметить, что именно на партиях цемента с водоотделением менее 15 % отмечались признаки ложного схватывания как в лабораторных испытаниях, так и при использовании в производстве.

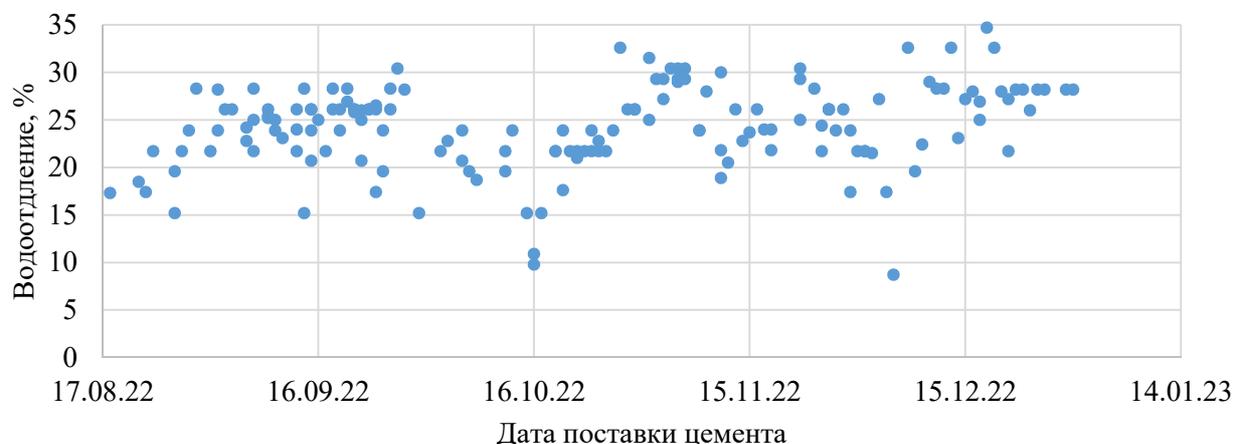


Рис. 2. Водоотделение цемента ЦЕМ 0 42,5Н производства АО «Пикалевский цемент»

Применение теста Харке-Бера к данным по водоотделению цемента производства ООО «Петербургцемент» и АО «Пикалевский цемент» позволило опровергнуть гипотезу о распределении данных по нормальному закону. Полученные медианные значения показателя водо-

отделения испытываемых цементах разных производителей довольно близки и находятся в диапазоне 23–27 %, что с учетом имеющегося места разброса значений от партии к партии не позволяет использовать результаты испытаний на водоотделение для идентификации цемента по производителю или марке (табл. 3).

Таблица 3

Показатели водоотделения цемента по данным входного контроля в течение 2022 г.

Тип и класс цемента, производитель	Количество проб	Водоотделение цемента, %			
		Минимальное значение	Максимальное значение	Размах	Медиана
ЦЕМ I 42,5Н ООО «Петербургцемент»	291	15,4	31,8	16,4	26,8
ЦЕМ 0 42,5Н АО «Пикалевский цемент»	174	8,7	34,7	26,0	25,0
ЦЕМ II/В-Ш 42,5Н ОАО «Сланцевский цементный завод»	43	13,9	28,0	14,1	23,4

Слабая положительная корреляция сроков схватывания цемента с показателем водоотделения была установлена только для цемента ЦЕМ I 42,5Н производства ООО "Петербургце-

мент" (рис. 3). Для остальных исследованных цементов связь тонкости помола по остатку на сите №008, нормальной густоты цементного теста и сроков его схватывания с водоотделением цемента не выявлена.

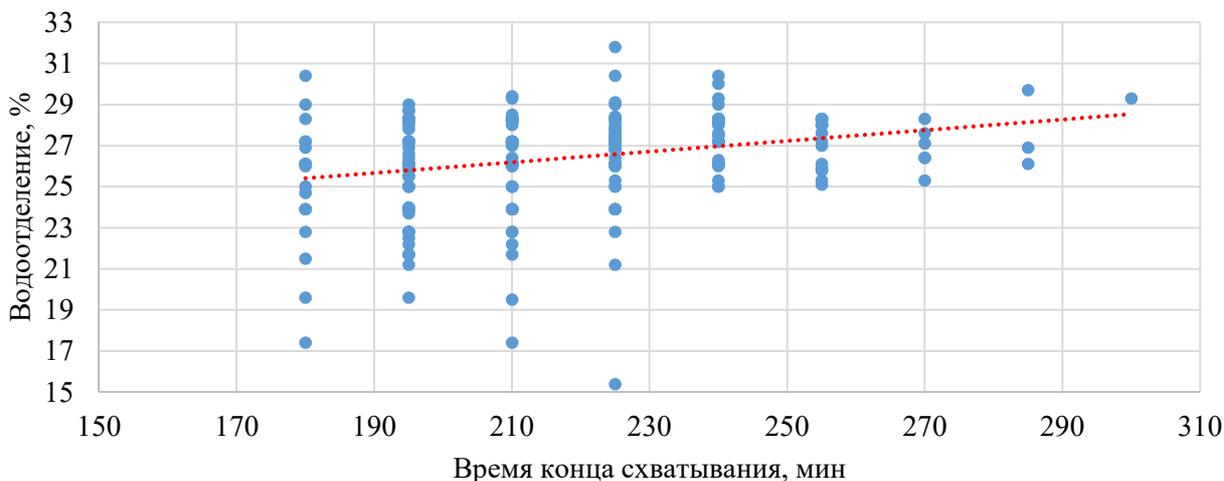
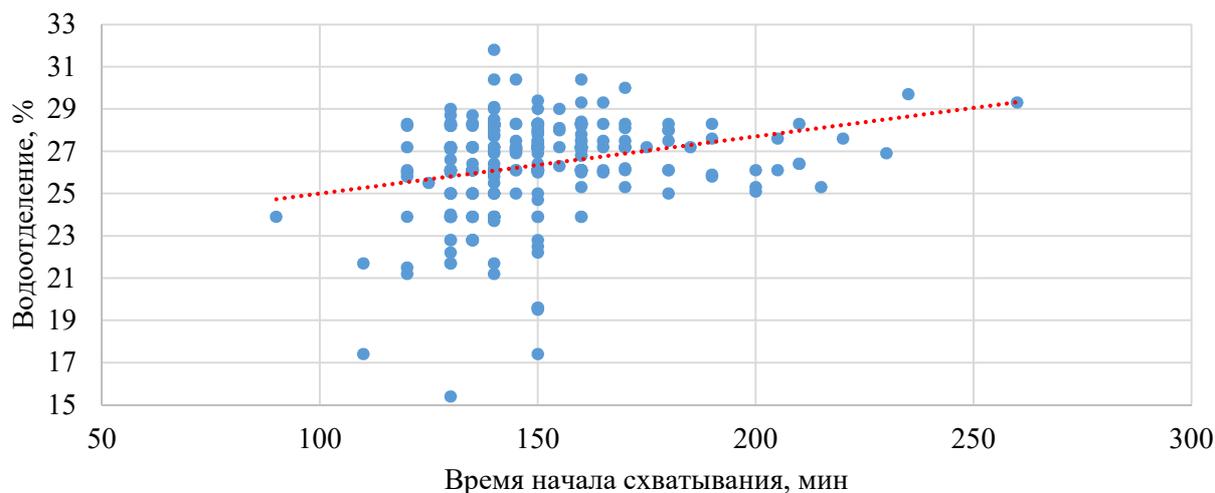


Рис. 3. Зависимость водоотделения цемента ЦЕМ I 42,5Н ООО «Петербургцемент» от сроков схватывания

При использовании партии цемента АО «Пикалевский цемент» с водоотделением 8,7–10,9 % в производстве бетона отмечены признаки ложного схватывания, потребовавшие существенной корректировки состава бетона. При использовании в производстве бетона партий цемента с водоотделением от 15 до 35 % показатели качества бетонных смесей оставались в допустимых пределах без каких-либо корректировок состава. Таким образом при водоотделении цемента менее 10–15 % возможно появление признаков ложного схватывания, что потребует корректировки состава бетонной смеси.

Выдерживание цемента после отбора проб в закрытой таре при температуре  $20 \pm 5$  °С (как имитация хранения в течение гарантийного срока годности, составляющего 2 мес.) приводит к уменьшению водоотделения в диапазоне 0,5–2,9 % (табл. 4). При дальнейшем хранении цемента тенденция к уменьшению водоотделения сохраняется и при сроке хранения 5 месяцев во-

доотделение уменьшается на 2,6–11,8 %. Происходящие на поверхности зерен цемента физико-химические реакции, включающие взаимодействие с влагой и углекислым газом воздуха, приводят к образованию продуктов, служащих ускорителями протекания процессов гидратации при затворении цемента. Стойкость цемента к хранению определяется его составом, так, цемент АО «Пикалевский цемент» ЦЕМ 0 42,5Н обладает заметно меньшей стойкостью, чем остальные испытанные цементы, что возможно обусловлено особенностями состава цемента. При хранении частицы цемента образуют агломераты, которые при относительно слабом механическом воздействии (просеивание через сито №09, приготовление цементного теста) не разрушаются. Более крупные частицы лежалого цемента в суспензии оседают быстрее и время достижения полного водоотделения для цемента со сроком хранения 5 месяцев сокращается на 20–30 %.

Таблица 4

## Изменение водоотделения цемента после хранения

Тип и класс цемента, производитель	Время хранения цемента, мес.					Изменение за 2 мес., %	Изменение за 5 мес., %
	0	1	2	3	5		
ЦЕМ I 42,5Н ООО «Петербургцемент»	26,1	25,1	23,2	–	18,8	2,9	7,3
ЦЕМ 0 42,5Н АО «Пикалевский цемент»	26,1	22,6	21,9	17,3	14,3	4,2	11,8
ЦЕМ II/В-III 42,5Н ОАО «Сланцевский цементный завод»	24,2	23,7	22,8	-	21,6	1,4	2,6

Аналогичное по характеру влияние на водоотделение оказывает предварительная гидратация цемента в составе цементного теста (рис. 5), когда начало процесса седиментации искусственно отодвигается от начала эксперимента путём дополнительного перемешивания цементного теста перед перемещением в мерный цилиндр. По мере выдержки цементной суспензии,

происходящие в ней процессы гидратации цемента, приводят к повышению структурной вязкости системы. Дополнительное перемешивание перед переливанием в мерный цилиндр не разрушает полностью возникшие структурные связи, поэтому более вязкие выдержанные суспензии демонстрируют меньшее водоотделение.

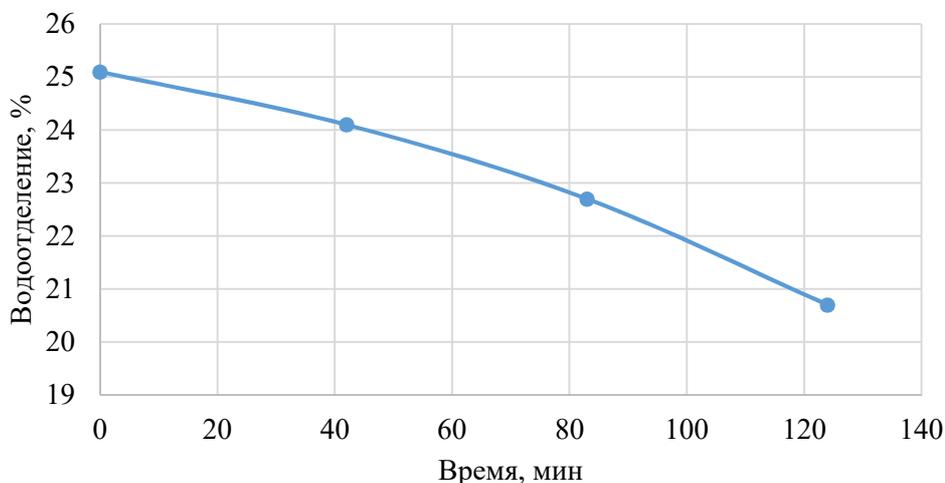


Рис. 5. Зависимость водоотделения цемента ЦЕМ I 42,5Н ООО «Петербургцемент» от времени выдержки после приготовления цементного теста

Общий вид кинетических кривых водоотделения всех цементов (табл. 1) как для свежих, так и для лежалых, а также для предварительно затворенных цементных суспензий соответствует представленному на рис. 6. Исследования кинетики водоотделения показали, что процесс, который протекает с меняющейся скоростью, можно разбить на три этапа (рис. 7). На начальном этапе длительностью 10–40 минут происходит резкое возрастание скорости водоотделения, без какого-либо заметного индукционного периода. На втором основном этапе длительностью 20–70 минут возможен как вариант стабилизации скорости на одном уровне («плато»), что позволяет аппроксимировать скорость водоотделения функцией линейной регрессии, так и вариант достаточно плавного изменения скорости. На завершающем этапе длительностью до 60 минут отмечается резкое снижение скорости водоотделения.

В процессе водоотделения образцы разделяются на уплотненный слой цементной суспензии

в нижней части измерительного цилиндра и нарастающий слой выделяющейся воды в верхней части цилиндра. Во всех опытах оба слоя четко разделены друг от друга. Полное окончание водоотделения наступает через 80–170 минут от начала испытаний.

Вариант протекания процесса в три этапа с выходом кривой изменения скорости процесса на плато является наиболее частым. Следует отметить, что вид кинетической кривой может несколько отличаться даже на двух параллельных испытаниях одной пробы цемента. На вид кинетической кривой могут влиять как свойства самого цемента, меняющиеся от партии к партии, так и неучтенные внешние факторы при проведении испытаний. При этом максимальная достигаемая величина водоотделения для отдельной каждой пробы цемента остается практически постоянной, являясь стабильным параметром качества цемента.

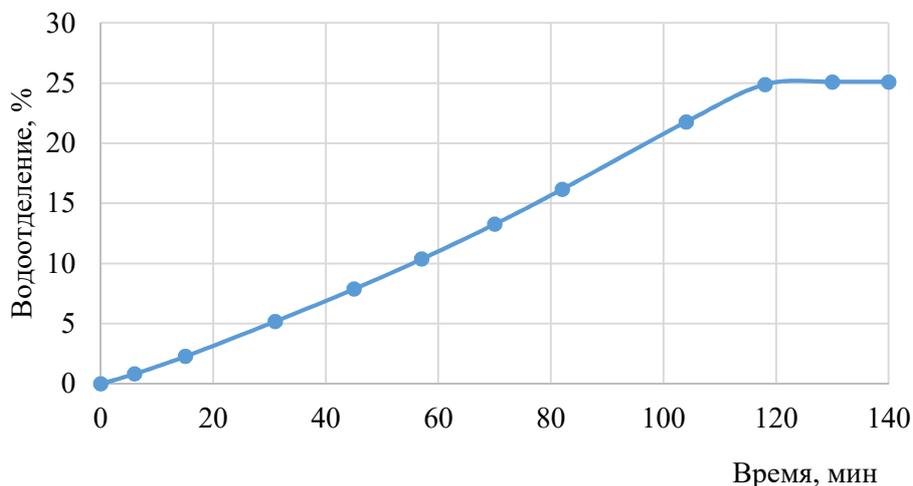


Рис. 6. Кинетическая кривая водоотделения цементного теста ЦЕМ I 42,5Н ООО «Петербургцемент»

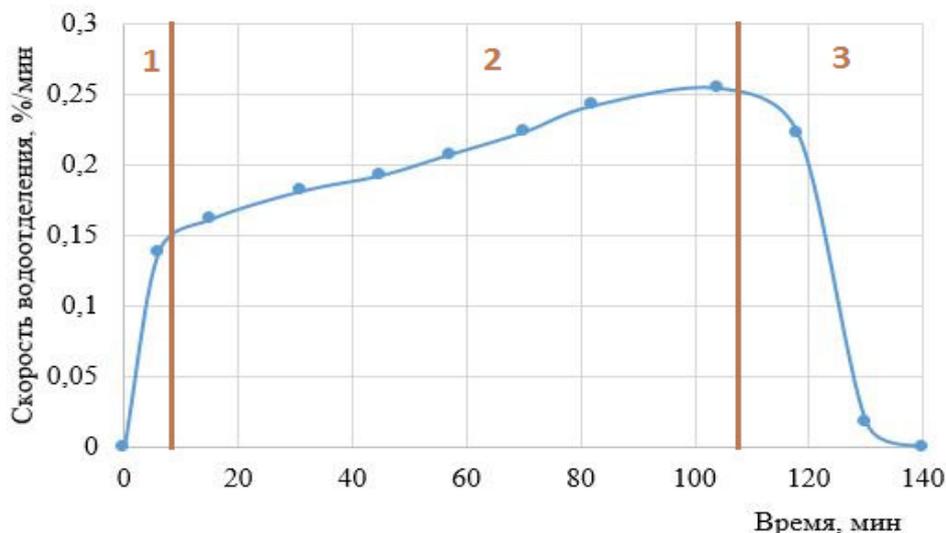


Рис. 7. Кривая изменения скорости водоотделения цементного теста ЦЕМ I 42,5Н ООО «Петербургцемент»  
1 – начальный этап водоотделения, 2 – основной этап, 3 – завершающий этап

Исследования водоотделения цемента с использованием стеклянных цилиндров уменьшенной емкости проводилось с целью определения возможности использования методик, отличающихся малым расходом материалов. Используемые измерительные цилиндры имеют, в зависимости от объема, разную цену деления (табл. 5). Определение объема осевшего цементного теста проводится визуально с точностью 0,5 см<sup>3</sup>, ориентируясь на ближайшее деление шкалы и гра-

ницу раздела воды и цементной суспензии в цилиндре. Длина шкалы, приходящаяся на каждые 0,5 см<sup>3</sup> объема, существенно зависит от объема цилиндра. Требуемая ГОСТ 310.6-2020 точность измерения в 0,5 см<sup>3</sup> гораздо легче может быть обеспечена на цилиндрах уменьшенных объемов. Однако при этом увеличивается относительная погрешность измерения. Так, переход от цилиндров емкостью 500 см<sup>3</sup> к цилиндрам емкостью 25 см<sup>3</sup> снижает относительную точность определения объема более чем в 2 раза.

Таблица 5

### Геометрические параметры измерительных цилиндров

Объем цилиндра, см <sup>3</sup>	Внутренний диаметр цилиндра, мм	Высота мерной части цилиндра, мм	Цена деления, см <sup>3</sup>	Объем цилиндра на 1 мм шкалы, см <sup>3</sup>	Объем цилиндра на 1 мм шкалы, %
500	50	253	5	2	0,40
250	39	211	2	1,35	0,54
100	27	171	1	0,58	0,58
25	17	106	0,5	0,24	0,96

Для цементов ЦЕМ 0 42,5Н АО «Пикалевский цемент» и ЦЕМ II/В-III 42,5Н ОАО «Сланцевский цементный завод» время окончания процесса водоотделения прямо пропорционально зависит от высоты столба цементной суспензии, снижаясь практически вдвое при уменьшении объема цилиндра с 500 до 25 см<sup>3</sup>, в то время как для молотого доменного шлака можно отметить только заметное снижение времени окончания

процесса при уменьшении объема цилиндра с 500 до 250 см<sup>3</sup>, практически не изменяющееся при дальнейшем уменьшении до 25 см<sup>3</sup> (рис. 8). Для показателя водоотделения ситуация обратная: молотый доменный шлак при уменьшении объема цилиндра с 500 до 25 см<sup>3</sup> демонстрирует уменьшение водоотделения в два раза, в то время как на цементе водоотделение снижается не столь резко (табл. 6).

Таблица 6

### Показатели процесса водоотделения в зависимости от объема измерительного цилиндра

Объем цилиндра, см <sup>3</sup>	Материал		
	ЦЕМ 0 42,5Н АО «Пикалевский цемент»	ЦЕМ II/В-III 42,5Н ОАО «Сланцевский цементный завод»	Молотый гранулированный доменный шлак ООО «Мечел-Материалы»
Время окончания процесса водоотделения, мин			
500	153	143	108
250	140	133	85
100	113	104	80
25	77	74	77
Водоотделение, %			
500	30,3	27,5	12,9
250	29,1	27,6	10,9
100	28,6	27,1	6,2
25	26,3	26,0	5,9

Природа материала, используемого для изготовления суспензии (теста) и его химический состав по всей видимости влияют на столь разный характер поведения суспензии при изменении геометрических размеров столба суспензии.

Изменение объема используемого цилиндра с 500 до 25 мм влечёт уменьшение высоты и диаметра столба суспензии более чем в два раза, что

увеличивает влияние краевых эффектов. Влияние изменения геометрических размеров столба суспензии (высоты и диаметра) на параметры процесса водоотделения цемента проявляется в уменьшении максимально достигаемого значения водоотделения, и существенном ускорении окончания процесса при уменьшении размеров цилиндров.

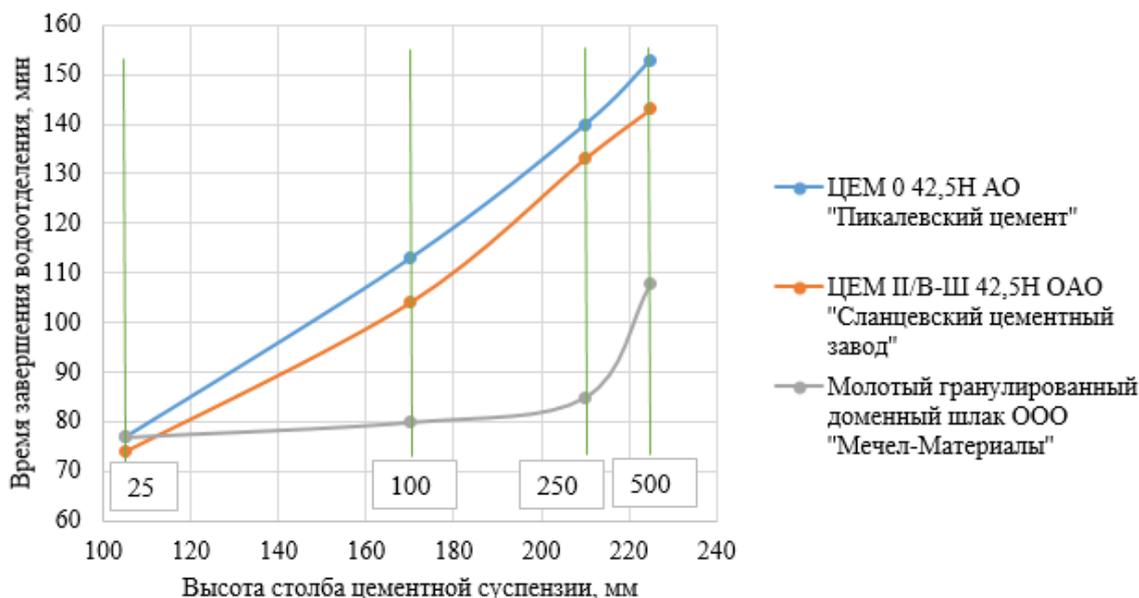


Рис. 8. Водоотделение цементного теста от начальной высоты столба при использовании измерительных цилиндров разных объемов (500, 250, 100, 25 см³)

Для определения влияния только высоты столба цементного теста на параметры процесса водоотделения были проведены испытания, ре-

зультаты которых отражены в таблице 7. Кинетические кривые и соответствующие им кривые скорости водоотделения представлены на рис. 9 и 10.

Таблица 7

**Показатели процесса водоотделения в зависимости от исходного объема цементного теста (цемент АО «Пикалевский цемент» ЦЕМ 0 42,5Н; измерительный цилиндр объемом 500 см³)**

Объем цементного теста, см³	Высота столба цементного теста, мм	Время окончания водоотделения, мин	Водоотделение, %	Время достижения максимальной скорости, мин
500	253	98	30,0	88
335	173	86	29,6	56
261	133	60	28,4	40
186	97	56	28,5	31

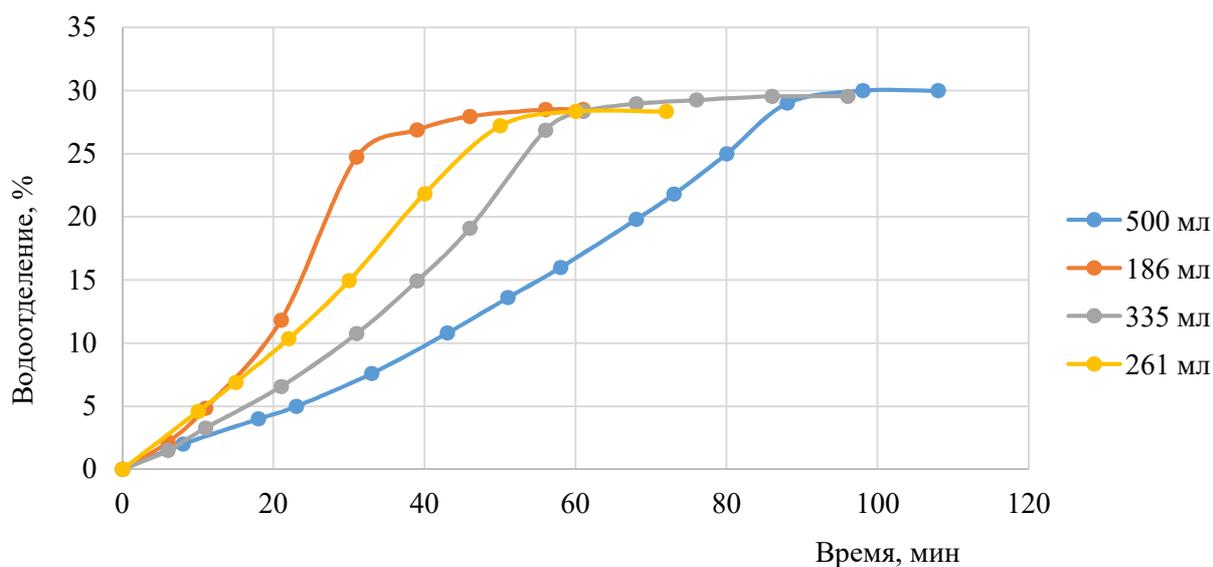


Рис. 9. Кинетические кривые водоотделения цементного теста при различном его начальном объеме (цемент АО «Пикалевский цемент» ЦЕМ 0 42,5Н; измерительный цилиндр объемом 500 см³)

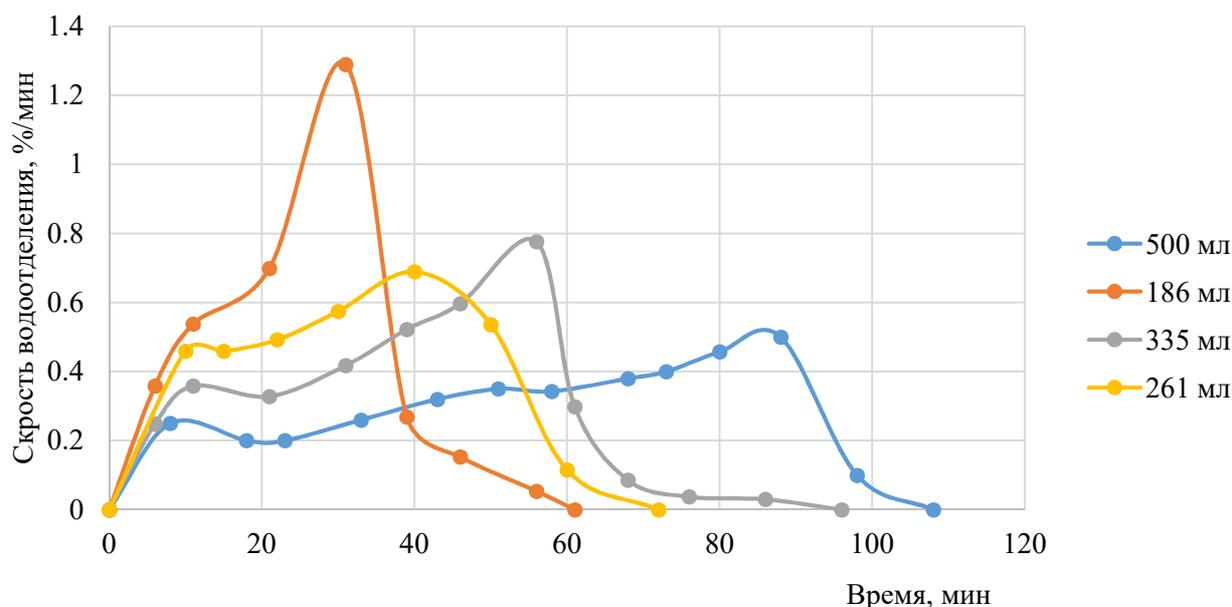


Рис. 10. Кривые изменения скорости водоотделения цементного теста при различном его начальном объеме (цемент АО «Пикалевский цемент» ЦЕМ 0 42,5Н; измерительный цилиндр объемом 500 см<sup>3</sup>)

Общий вид кинетических кривых при изменении высоты столба цементного теста сохраняется неизменным. Время завершения процесса водоотделения прямо пропорционально уменьшается с уменьшением высоты столба суспензии. Прямо пропорционально уменьшению столба суспензии уменьшается и время достижения максимальной скорости процесса водоотделения. Максимальная достигаемая скорость процесса водоотделения при уменьшении исходной высоты столба цементной суспензии увеличивается, что приводит к более раннему завершению процесса водоотделения при несколько меньшей достигаемой величине водоотделения.

Использование для испытаний на водоотделение мерных цилиндров объемом менее 500 см<sup>3</sup> позволяет провести испытания и получить данные по величине водоотделения. Однако значения водоотделения для цемента получаются заниженными. Такие параметры процесса водоотделения как время достижения максимальной скорости и время завершения процесса прямо пропорционально зависят от высоты столба цементного теста и при изменении типа мерного цилиндра отклонения в полученных данных будут весьма существенными.

Скорость завершения водоотделения таким образом зависит от высоты столба цементного теста, что не позволяет напрямую связывать время завершения водоотделения с временем протекания определенных химических и физико-химических процессов в цементном тесте (в частности таких как тепловыделение), скорость которых не зависит от геометрических параметров испытываемого образца цементного теста.

Использование стандартной методики ГОСТ 310.6-2020 с определением водоотделения цемента в цилиндрах емкостью 500 см<sup>3</sup> по сравнению с цилиндрами емкостью 250, 100, 25 см<sup>3</sup> позволяет наблюдать более длительное протекание процесса водоотделения и проводить замеры количества выделившейся воды с более высокой точностью, чем на цилиндрах уменьшенного объема.

Определение водоотделения цемента по ГОСТ 310.6-2020 производится при фиксированном значении В/Ц равном 1,0. Однако уменьшение величины водоотделения при уменьшении В/Ц цементного теста не описывается ожидаемой линейной зависимости (рис. 11). Вид зависимости водоотделения цемента от начального В/Ц существенно зависит от природы цемента.

Ранжирование цементов по величине водоотделения, достигнутом при В/Ц=1,0 радикально меняется при проведении испытаний цементного теста с В/Ц=0,5–0,7, более соответствующем реальному его значению в бетонах и растворах. Так, цемент производства ООО «Петербургцемент», проявляющий самое высокое водоотделение при нормированном В/Ц=1,0 менее остальных склонен к водоотделению при В/Ц=0,50 демонстрируя практически полное отсутствие водоотделения; а цемент ЗАО «Осколцемент», показывающий самое низкое водоотделение в диапазоне В/Ц=1,0–1,4 – при В/Ц=0,50 имеет заметное водоотделение, превышающее таковое для остальных испытанных цементов.

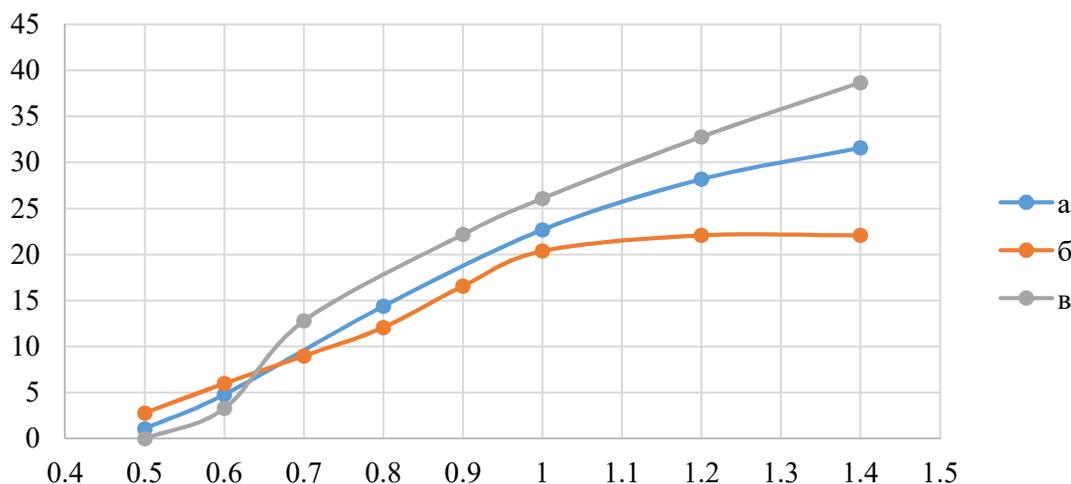


Рис. 11. Водоотделение цементного теста от величины В/Ц:  
 а – ЦЕМ II/В-III 42,5Н ОАО «Сланцевский цементный завод», б – ЦЕМ I 42,5Н ЗАО «Осколцемент»,  
 в – ЦЕМ I 42,5Н ООО «Петербургцемент»

### Выводы.

1. Медианные значения показателя водоотделения испытываемых цементов разных производителей близки и находятся в диапазоне 23–27 %, что с учетом фактического размаха значений в исследуемом периоде не позволяет по величине водоотделения идентифицировать марку и/или производителя цемента. Изменение значений водоотделения от партии к партии носит не плавный, а скачкообразный характер.

2. Установлено, что методика испытаний ГОСТ 310.6 применима как для нахождения величины водоотделения, так и для определения параметров кинетики процесса. В большинстве случаев при проведении испытаний по методике ГОСТ 310.6 водоотделение цемента носит канальный характер с увеличением скорости процесса по мере его протекания.

3. Отличия кинетики водоотделения на цементах разных марок, в частности время достижения максимальной скорости процесса, могут являться предметом более глубокого изучения, однако в целях производственных предпочтений должно быть отдано определению максимального значения водоотделения по ГОСТ 310.6.

4. Цементы при хранении проявляют тенденцию к уменьшению водоотделения, зависящую, вероятно, среди прочих факторов и от химического состава цемента.

5. Использование для испытаний уменьшенных объемов цементного теста в мерных цилиндрах объемом менее 500 см<sup>3</sup> нежелательно как из-за сниженной точности определения значений водоотделения, так и по причине получения заниженных значений водоотделения. Время достижения максимальной скорости, время за-

вершения процесса водоотделения прямо пропорционально уменьшаются при уменьшении высоты столба цементного теста.

6. Снижение водоотделения цементов при уменьшении водоцементного отношения в пастах носит неравномерный характер, что не позволяет по результатам стандартных испытаний по водоотделению прогнозировать водоотделение бетонов. При выборе цемента, обеспечивающего нормированное водоотделение в бетоне (особенно это касается дорожных бетонов) необходимо принимать во внимание результаты испытаний не только при значениях В/Ц, требуемых ГОСТ 310.6, но и при реальных В/Ц, имеющих место в бетонах.

7. Полученные кинетические зависимости водоотделения могут быть использованы для прогнозирования водоотделения бетонных смесей.

### БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Брыков А.С. Причины нестабильности водоотделения цементного теста // Цемент и его применение. 2021. №6. С.72–74.
2. Пашенко А.А., Мясникова Е.А., Гумен В.С., Ревсютин Ю.Р. Теория цемента. Киев: Будівельник, 1991. 168 с.
3. Янцарикова Д., Хела Р., Нецвет В., Перина Т. Влияние колебаний в характеристиках цемента на его водоотделение // Цемент и его применение. 2022. №1. С. 118–121.
4. Yan Liang Ji, Zhen Ping Sun, Min Pang. The Influence of Various Gypsum Dosage, Specific Area of Cement and Water Reducers on Bleeding of Fresh Cement Paste Using Low-Field NMR // Materials Science Forum. 2021. Vol. 1036. Pp. 255–262. DOI: 10.4028/www.scientific.net/MSF.1036.255

5. Tennis P.D., Thomas M.D.A., Weiss W.J. State-of-the-art report on use of limestone in cements at levels of up to 15 % // SN 3148, Portland Cement Association, Skokie, Illinois, USA, 2011. 78 p.
6. Жумалиев К.М., Барпиев Б.Б., Абытов А.Б. Зависимость коэффициента водоотделения КВ от удельной поверхности и фазового состава цемента // *Материаловедение*. 2014. № 4. С. 5–7.
7. Ильин Д.С., Фрейдун А.И., Леардини К. Уменьшение водоотделения цемента при помощи интенсификаторов помола // *Цемент и его применение*. 2021. № 1. С. 71–73.
8. Wainwright P.J., Ait-Aider H. The influence of cement source and slag addition on the bleeding of concrete // *Cement and Concrete Research*. 1995. Vol. 25. № 7. Pp. 1445–1456.
9. Адамцевич А.О., Еремин А.В., Пустовгар А.П., Пашкевич С.А. Исследование влияния внешних факторов на свойства портландцемента в условиях длительного хранения // *Строительные материалы*. 2015. № 1. С. 53–57.
10. Крутилин А.А., Крапчетова Т.В., Инькова Н.А., Пахомова О.К. Исследование физико-химических процессов, сопровождающих коррозию цементов («слёживание») во влажном воздухе, содержащем углекислоту // *Вестник Дагестанского государственного технического университета. Технические науки*. 2021. Т.48. № 2. С. 103–112. DOI: 10.21822/2073-6185-2021-48-2-103-112
11. Дубина Э., Планк Й., Вадсё Л., Блэк Л., Кёниг Х. Исследование стойкости цемента при его хранении в сухих строительных смесях. Часть 1. Поверхностная гидратация клинкерных фаз, свободной извести и сульфатных фаз при поглощении влаги из воздуха // *ALITinform: Цемент. Бетон. Сухие смеси*. 2011. № 3 (20). С. 38–45.
12. Баженова О.Ю., Баженова С.И. К вопросу повышения качества цемента // *Успехи современной науки*. 2017. Т.6. №3. С. 31–33.
13. Головизнина Т.Е. Влияние длительного хранения на свойства цементов // *Наукоёмкие технологии и инновации: сборник докладов международной научно-практической конференции*, Белгород, 06–07 октября 2016 года. Том Часть 1. Белгород. Белгородский государственный технологический университет им. В.Г. Шухова. 2016. С. 70–74
14. Кузнецов А.М. Технология вяжущих веществ и изделий из них. М.: Высш. шк., 1963. 455 с.
15. Шахова Л.Д., Котляров Р.А. Требования к нормальной густоте, водопотребности и водоотделению цементов для транспортного строительства // *Строительные материалы*. 2018. № 5. С. 57–60.
16. Bhatti J.I., Banfill P.F.G. Sedimentation behavior in cement pastes subjected to continuous shear in rotational viscometers // *Cement and Concrete Research*. 1982. № 12. Pp. 69–78.
17. Tabea von Bronk, Haist M., Lohaus L. The Influence of Bleeding of Cement Suspensions on Their Rheological Properties // *Materials*. 2020. № 13. 1609. DOI: 10.3390/ma13071609
18. Tan T.S., Wee T.H., Tan S.A., Tam C.T., Lee S.L. A consolidation model for bleeding of cement paste // *Advances in cement research*. 1987. Vol. 1. № 1. Pp 1-26.
19. Tan T.S., Loh C.K., Yong K.E., Wee T.H. Modelling of bleeding of cement paste and mortar // *Advances in Cement Research*. 1997. Vol. 9. № 34. Pp. 75–91.
20. Massoussi N., Keita E., Roussel N. The heterogeneous nature of bleeding in cement pastes // *Cement and Concrete Research*. 2017. Vol. 95. Pp. 108–116. DOI: 10.1016/j.cemconres.2017.02.012
21. Панфилов В.А., Гончарова О.В., Гончаров А.А., Худасов В.И. Водоотделение в дорожном цементе // *Международная научно-техническая конференция молодых ученых БГТУ им. В.Г. Шухова: сб. докл. Белгород*. 2018. С. 3404–3407.
22. Крайненко В.В., Калинин А.В., Гончаров А.А. Применение добавок с целью уменьшения водоотделения в цементах // *Международная научно-техническая конференция молодых ученых БГТУ им. В.Г. Шухова: сб. докл. Белгород*. 2021. С. 3041–3045.

#### *Информация об авторах*

**Калита Дмитрий Иванович**, кандидат химических наук, заместитель генерального директора по качеству. E-mail: dkalita@yandex.ru. ООО «Научно-производственное объединение «КВАНТ». Россия, 305005, г. Курск, пр-т Вячеслава Клыкова, зд. 1Б, оф. 4

*Поступила 04.08.2024 г.*

© Калита Д.И., 2025

**Kalita D.I.**

Scientific and Production Association "KVANT" LLC

E-mail: dkalita@yandex.ru

**USING THE METHOD OF DETERMINING CEMENT PASTE BLEEDING FOR INPUT QUALITY CONTROL IN CONCRETE PRODUCTION**

**Abstract.** Fresh cement paste bleeding is one of the basic quality indicators, which, however, is not used for cements intended for the production of ordinary concrete mixtures. In some cases, during input inspection, it is necessary to obtain information on the quality of cement and its suitability for use in specific concrete mix compositions with minimal labor costs. Determining water separation allows to quickly obtain data on both the amount of bleeding water separation and its kinetics.

The basic methodology is the standard method for determining the amount of water separation in GOST 310.6-2020, which additionally includes measurements of the height of the cement paste column, which allows plotting a water separation curve. In modified methods, measuring cylinders of various volumes were used.

Statistical data on water separation of cement pastes from production batches of various plants are collected and presented. The relationship between water separation and normal consistency and setting time of cement is studied. The effect of a long (up to 5 months) shelf life of cements on the amount of water separation is studied. The geometric factors influencing the amount of water separation and the kinetics of the process are considered: the height of the cement paste column, the dimensions of the measuring cylinder. The influence of the initial water-cement ratio of the cement paste on the amount of water separation is studied. A three-stage process of water separation of cement is established with the prevalence of the channel type of water separation. A nonlinear decrease in water separation is noted with a decrease in the water-cement ratio. The obtained basic kinetic dependencies of water separation can be used to predict the water separation of concrete mixtures.

**Keywords:** cement bleeding, cement paste, cement slurry, cement bleeding kinetic, test method, aged cement.

**REFERENCES**

1. Brykov A.S. Causes of instability of water bleeding of cement paste [Prichiny nestabil'nosti vodootdeleniya cementnogo testa]. Cement and its applications. 2021. No. 6. Pp. 72–74. (rus)
2. Pashchenko A.A., Myasnikova E.A., Gumen V.S., Revsyutin Y.R. Cement theory [Teoriya cementa]. Kiev: Budivel'nik, 1991. 168 p. (rus)
3. Yancarikova D., Hela R., Necvet V., Perina T. Variability in cement properties – influence on bleeding of cement paste [Vliyanie kolebanij v karakteristikah cementa na ego vodootdelenie]. Cement and its applications. 2022. No. 1. Pp. 118–121. (rus)
4. Yan Liang Ji, Zhen Ping Sun, Min Pang. The Influence of Various Gypsum Dosage, Specific Area of Cement and Water Reducers on Bleeding of Fresh Cement Paste Using Low-Field NMR. Materials Science Forum. June 2021. 1036. Pp. 255–262. DOI: 10.4028/www.scientific.net/MSF.1036.255
5. Tennis P.D., Thomas M.D.A., Weiss W.J. State-of-the-art report on use of limestone in cements at levels of up to 15 %. SN 3148, Portland Cement Association, Skokie, Illinois, USA, 2011. 78 p.
6. Zhumaliev K.M., Barpiev B.B., Abytov A.B. Dependence of water bleeding coefficient  $K_v$  on specific surface and phase composition of cement [Zavisimost' koeficienta vodootdeleniya  $K_v$  ot udel'noj poverhnosti i fazovogo sostava cementa]. Materials Science. 2014. No. 4. Pp. 5–7. (rus)
7. Ilyn D.S., Frejdun A.I., Leardini K. Reduction of cement water gain by means of grinding intensifiers [Umen'shenie vodootdeleniya cementa pri pomoshchi intensivatorov pomola]. Cement and its applications. 2021. No. 1. Pp. 71–73. (rus)
8. Wainwright P.J., Ait-Aider H. The influence of cement source and slag addition on the bleeding of concrete. Cement and Concrete Research. 1995. Vol. 25. No. 7. Pp. 1445–1456.
9. Adamcevic A.O., Eremin A.V., Pustovgar A.P., Pashkevich S.A. Research in influence of external factors on properties of portland-cement under conditions of long-term storage [Issledovanie vliyaniya vneshnih faktorov na svojstva portlandcementsa v usloviyah dlitel'nogo hraneniya]. Construction Materials. 2015. No. 1. Pp. 53–57. (rus)
10. Krutilin A.A., Krapchetova T.V., In'kova N.A., Pahomova O.K. Study of physicochemical processes accompanying corrosion of cements (“caking”) in humid air containing carbon dioxide [Issledovanie fiziko-himicheskikh processov, soprovozhdayushchih korroziyu cementov («slyozhivaniye») vo vlazhnom vozduhe, soderzhashchem uglegislotu]. Herald of Daghestan State Technical University. Technical Sciences. 2021. Vol. 48. No. 2. Pp. 103–112. (rus)
11. Dubina E., Plank J., Vadsö L., Blek L., König H. Investigation of the long-term stability during storage of cement in drymix mortars. Part 1. Prehydration of clinker phases, free lime and sulfate phases

under different relative humidities (RH) [Issledovanie stojkosti cementa pri ego hranenii v suhih stroitel'nyh smesyah. Chast' 1. Poverhnostnaya gidrataciya klinkernyh faz, svobodnoj izvesti i sul'fatnyh faz pri pogloshchenii vlagi iz vozduha]. ALITinform: Cement. Concrete. Dry mixes. 2011. No. 3. Vol. 20. Pp. 38–45. (rus)

12. Bazhenova O.YU., Bazhenova S.I. On the issue of improving the quality of cement [K voprosu povysheniya kachestva cementa]. Advances of modern science. 2017. Vol. 6. No. 3. Pp. 31–33. (rus)

13. Goloviznina T.E. The influence of long-term storage on the properties of cements [Vliyanie dlitel'nogo hraneniya na svoystva cementov]. High-tech technologies and innovations: collection of reports of the international scientific and practical conference. Belgorod. October 06–07, 2016. Volume Part 1. Belgorod: BSTU. 2016. Pp. 70–74. (rus)

14. Kuznecov A.M. Technology of binders and products made from them [Tekhnologiya vyazhushchih veshchestv i izdelij iz nih]. M: High School. 1963. 455 p. (rus)

15. Shahova L.D., Kotlyarov R.A. Requirements for normal consistency, water demand and water separation of cement for transport construction [Trebovaniya k normal'noj gustote, vodopotrebnosti i vodootdeleniyu cementov dlya transportnogo stroitel'stva]. Construction Materials. 2018. No. 5. Pp. 57–60. (rus)

16. Bhatta J.I., Banfill P.F.G. Sedimentation behavior in cement pastes subjected to continuous

shear in rotational viscometers. Cement and Concrete Research. 1982. No. 12. Pp. 69–78.

17. Tabea von Bronk, Haist M., Lohaus L. The Influence of Bleeding of Cement Suspensions on Their Rheological Properties. Materials. 2020. No. 13. 1609. DOI: 10.3390/ma13071609

18. Tan T.S., Wee T.H., Tan S.A., Tam C.T., Lee S.L. A consolidation model for bleeding of cement paste. Advances in cement research. 1987. Vol. 1. No. 1. Pp. 1–26.

19. Tan T.S., Loh C.K., Yong K.E., Wee T.H. Modelling of bleeding of cement paste and mortar. Advances in Cement Research. 1997. Vol. 9. No. 34. Pp. 75–91.

20. Massoussi N., Keita E., Roussel N. The heterogeneous nature of bleeding in cement pastes. Cement and Concrete Research. 2017. Vol. 95. Pp. 108–116. DOI: 10.1016/j.cemconres.2017.02.012

21. Panfilov V.A., Goncharova O.V., Goncharov A.A., Hudsov V.I. Water bleeding in road cement [Vodootdelenie v dorozhnom cemente]. International scientific and technical conference of young scientists of BSTU after V.G. Shukhov Belgorod: BSTU. 2018. Pp. 3404–3407. (rus)

22. Krajnenko V.V., Kalinin A.V., Goncharov A.A. The use of additives to reduce water bleeding in cements [Primenenie dobavok s cel'yu umen'sheniya vodootdeleniya v cementah]. International scientific and technical conference of young scientists of BSTU named after V.G. Shukhov: collection of reports. Belgorod. 2021. Pp. 3041–3045. (rus)

#### *Information about the authors*

**Kalita, Dmitry I.** PhD. E-mail: dkalita@yandex.ru. Scientific and Production Association "KVANT" LLC. Russia, 305005, Kursk, Vyacheslav Klykov Avenu, building 1B, off. 4.

*Received 04.08.2024*

#### **Для цитирования:**

Калита Д.И. Использование метода определения водоотделения цемента при входном контроле качества в производстве бетона // Вестник БГТУ им. В.Г. Шухова. 2025. № 1. С. 68–81. DOI: 10.34031/2071-7318-2024-10-1-68-81

#### **For citation:**

Kalita D.I. Using the method of determining cement paste bleeding for input quality control in concrete production. Bulletin of BSTU named after V.G. Shukhov. 2025. No. 1. Pp. 68–81. DOI: 10.34031/2071-7318-2024-10-1-68-81