

УДК 666.952.2

Тип статьи: научная статья

ГРНТИ 67.15; 61.31

Научная специальность ВАК: 2.1.5 Строительные материалы и изделия (технические науки)

EDN VPY0ZQ

DOI 10.62980/2076-0655-2026-81-93

ВЛИЯНИЕ КОМПЛЕКСНОЙ МИНЕРАЛЬНОЙ ДОБАВКИ НА СТРУКТУРООБРАЗОВАНИЕ ЦЕМЕНТНОГО КАМНЯ

Альваш Фарах А., Иноземцев А.С., Булгаков Б.И., Ляпидевская О.Б.

ФГБОУ ВО «Национальный исследовательский Московский государственный строительный университет»

АННОТАЦИЯ

Введение. Цементная отрасль активно совершенствуется, внедряя многокомпонентные цементы и используя промышленные отходы в качестве добавок для повышения эффективности и уменьшения затрат. Изучение влияния тонкодисперсных активных добавок на состав цементного камня является важной задачей для повышения качества бетонов.

Материалы и методы. Для проведения исследования были использованы методы термогравиметрического анализа (ТГА) и рентгенофазового анализа (РФА). Используя портландцемент ЦЕМ I 52,5 Н, метакаолин (МК) и механоактивированные золы-уноса (ЗУ) и золу, полученную в результате сжигания финиковых косточек (ЗФК), были изготовлены образцы цементного камня для проведения испытаний в виде контрольного состава, на 100% состоящего из портландцемента, и трех других составов с различным сочетанием указанных тонкодисперсных активных добавок, частично заменяющих портландцемент.

Результаты. ТГА показал, что частичная замена портландцемента тонкодисперсными добавками, обладающими пуццоланической активностью (10% мас. МК или смесью 6% МК, 1% ЗУ и 3% ЗФК по массе) приводит к снижению содержания свободного $\text{Ca}(\text{OH})_2$ (портландита) в цементном камне на 7–16% по массе после 28 суток твердения по сравнению с контрольным составом. Результаты РФА подтвердили снижение интенсивности пиков $\text{Ca}(\text{OH})_2$ и рост пиков низкоосновных гидросиликатов кальция (C-S-H) в составах с использованными тонкодисперсными активными добавками, что подтверждает их пуццоланическую активность.

Выводы. Использование указанных активных минеральных добавок дает возможность оптимизировать фазовый состав цементного камня путем связывания избыточного гидроксида кальция в дополнительные гидросиликаты с низкой основностью, что будет способствовать повышению плотности и прочности цементного камня бетона на многокомпонентном вяжущем, а также его стойкости к коррозии. При этом, наибольшую пуццоланическую активность продемонстрировал состав многокомпонентного вяжущего, в котором портландцемент был частично заменён смесью метакаолина, золы-уноса и золы финиковых косточек в указанных количествах.

КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА: тонкодисперсные активные добавки, пуццоланическая активность, многокомпонентное вяжущее, свободный гидроксид кальция (портландит), низкоосновные гидросиликаты кальция, термогравиметрический анализ, рентгенофазовый анализ.

ДЛЯ ЦИТИРОВАНИЯ: Альваш Фарах А., Иноземцев А.С., Булгаков Б.И., Ляпидевская О.Б. Влияние комплексной минеральной добавки на структурообразование цементного камня // Техника и технология силикатов. – 2026. – Т. 33, № 1. – С. 81-93. <https://doi.org/10.62980/2076-0655-2026-81-93> . EDN VPY0ZQ

Поступила в редакцию: 21.01.2026 г

Одобрена к публикации: 22.02. 2026 г.

Type of article - scientific article

OECD 2.01 Civil engineering

FA CONSTRUCTION & BUILDING TECHNOLOGY

EDN VPYOZQ

DOI 10.62980/2076-0655-2026-81-93

THE EFFECT OF A COMPLEX MINERAL ADDITIVE ON THE STRUCTURE FORMATION OF CEMENT STONE

Alwash Farah Alaa A., Inozemtcev A.S., Bulgakov B.I., Lyapidevskaya O.B.

National Research Moscow State University of Civil Engineering

ABSTRACT

Introduction. The cement industry is rapidly improving, introducing multi-component cements and using industrial waste as additives to increase efficiency and reduce costs. Studying the effect of finely dispersed active additives on the composition of cement paste is an important task for improving the quality of concrete.

Materials and methods. Thermogravimetric analysis (TGA) and X-ray diffraction (XRD) were used to conduct the study. Using CEM I 52.5 N Portland cement, metakaolin (MK), mechanically activated fly ash (FA) and date kernel ash (DKA), cement stone samples were prepared for testing. These samples included a control composition consisting of 100% Portland cement and three other compositions with varying combinations of the aforementioned finely dispersed active additives, partially replacing Portland cement.

Results. TGA showed that partial replacement of Portland cement with finely dispersed additives possessing pozzolanic activity (10% by weight of MK or a mixture of 6% MK, 1% FA, and 3% DKA by weight) leads to a decrease in the content of free $\text{Ca}(\text{OH})_2$ (portlandite) in the cement stone by 7–16% by weight after 28 days of hardening compared to the control sample. The X-ray diffraction results confirmed a decrease in the intensity of the $\text{Ca}(\text{OH})_2$ peaks and an increase in the peaks of low-basic calcium hydrosilicates (C-S-H) in the compositions with the used finely dispersed active additives, which confirms their pozzolanic activity.

Conclusions. The use of these active mineral additives allows for the optimization of the phase composition of cement paste by binding excess calcium hydroxide into additional low-basicity hydrosilicates, which will contribute to an increase in the density and strength of the cement paste in multi-component binder concrete, as well as its corrosion resistance. Furthermore, the highest pozzolanic activity was demonstrated by a multi-component binder composition in which Portland cement was partially replaced with a mixture of metakaolin, fly ash, and date kernel ash in the specified quantities.

KEY WORDS: finely dispersed active additives, pozzolanic activity, multicomponent binder, free calcium hydroxide (portlandite), low-basic calcium hydrosilicates, thermogravimetric analysis, X-ray phase analysis.

FOR CITATION: Alwash Farah Alaa A., Inozemtcev A.S., Bulgakov B.I., Lyapidevskaya O.B. The effect of a complex mineral additive on the structure formation of cement stone // Engineering and Technology of Silicates. – 2026. Vol. 33, No-1. – Pp. 81 – 93. <https://doi.org/10.62980/2076-0655-2026-81-93> EDN VPYOZQ

Received by the editors: January 21, 2026

Approved for publication: February 22, 2026

ВВЕДЕНИЕ

Цементная индустрия представляет собой ключевую сферу строительного сектора. Одним из направлений для повышения эффективности цементной отрасли является развитие производств смешанных цементов и расширение использования техногенных отходов в качестве сырья и добавок. К актуальным мировым трендам в цементном производстве относится увеличение выпуска многокомпонентных цементов. Прогнозы указывают, что в скором времени доля многокомпонентных цементов достигнет 75...80% от всего объема производства цемента, тогда как цементы без добавок будут применяться лишь для специальных задач [1].

В настоящее время использование бездобавочного клинкерного цемента не оправдано по причине разнообразия условий эксплуатации бетонных и железобетонных изделий и конструкций. В этой связи создание и исследование новых добавок, а также композиционных вяжущих, повышающих качество вяжущих веществ и эксплуатационные показатели получаемых на их основе бетонов, представляют собой важную и актуальную задачу. Известно, что применение многокомпонентных цементов с высоким содержанием минеральных добавок позволяет существенно снизить общие и производственные затраты и углеродный след, что более эффективно в сравнении с переходом к сухому способу производства портландцемента, который экономит 35...40 % электроэнергии, но требует больших капиталовложений. В некоторых странах переход от использования традиционного портландцемента к многокомпонентному цементному вяжущему уже завершен. Например, в Индии, Бельгии и отдельных странах Центральной и Южной Америки доля многокомпонентных цементов с содержанием активных минеральных добавок не менее 30 % превышает 70 % от общего производства [2].

Как известно, для замещения части цемента в бетонной смеси используются вспомогательные цементирующие материалы, представляющие собой это тонкодисперсные минеральные вещества, которые могут иметь природное или техногенное происхождение. Традиционно в цементной промышленности применяются разные виды пуццолановых добавок, которые улучшают свойства вяжущего, например, метакаолин, шлак или зола-унос. При замене портландцемента указанные минеральные добавки за счет наличия в составе кремнезема способны взаимодействовать гидратной известью в цементном камне, связывая водорастворимый портландит в более плотные и прочные гидросиликаты кальция (C-S-H) [3].

В работе [4] показано влияние на свойства бетона метакаолина, содержание которого варьировалось в диапазоне 5...15% от массы цемента. Авторами установлено, что 10 % портландцемента можно эффективно заменить метакаолином с целью улучшения сорбционной способности и устойчивости к карбонизации бетона. Для более глубокого анализа свойств были осуществлены разные аналитические исследования, такие как, на образцах цементной пасты (с 10% метакаолина и без него). Исследование влияния на структурообразование цементного камня объяснило полученный положительный эффект на свойства от использования метакаолина связыванием портландита в C-S-H гель через пуццолановую реакцию, снижением пористости камня, созданием центров нуклеации для гидратации и изменением соотношения различных фаз C-S-H геля. Комбинирование метакаолина с золой-унос так же показывают эффективность для модифицирования бетонов [5], которое заключается в

INTRODUCTION

The cement industry is a key sector in the construction industry. One way to improve the industry's efficiency is by developing mixed cement production and expanding the use of industrial waste as raw materials and additives. Current global trends in cement production include an increase in the production of multicomponent cements. Forecasts indicate that the share of multicomponent cements will soon reach 75–80% of total cement production. Cements without additives will be used only for special applications [1].

Currently, the use of pure clinker cement is not justified. Its service conditions in concrete and reinforced concrete products and structures vary widely. In this regard, the development and research of new additives and composite binders is crucial. This allows for improving the quality of binders and the performance of concretes produced using them. It is known that the use of multicomponent cements with a high content of mineral additives can significantly reduce overall and production costs and carbon footprint. Multicomponent cements are more efficient than switching to the dry method of producing Portland cement. This saves 35-40% of energy, but requires greater capital investment. In some countries, the transition from traditional Portland cement to multicomponent cement binders has already been completed. For example, in India, Belgium, and some countries in Central and South America, the share of multicomponent cements exceeds 70% of total production. These cements contain at least 30% active mineral additives [2].

To replace some of the cement in a concrete mix, auxiliary cementitious materials are used. These materials are finely dispersed mineral substances. These minerals can be of natural or man-made origin. Traditionally, the cement industry uses various types of pozzolanic admixtures. These admixtures improve the properties of the binder. Commonly known admixtures include metakaolin, slag, and fly ash. When replacing Portland cement, the specified mineral additives, due to the presence of silica in their composition, are capable of interacting with hydrated lime in the cement stone, binding water-soluble portlandite into denser and stronger calcium hydrosilicates (C-S-H) [3].

The effect of metakaolin on the properties of concrete was demonstrated in [4]. The metakaolin content varied in the range of 5–15% of the cement mass. The authors found that 10% of Portland cement can be effectively replaced with metakaolin. This improves the sorption capacity and resistance of concrete to carbonation. For a more in-depth analysis of its properties, studies were conducted on cement paste with and without 10% metakaolin. A study examining the effect on the structure of cement paste explained the positive effect of metakaolin on its properties. This is due to the binding of portlandite into the C-S-H gel through a pozzolanic reaction. This creates nucleation sites for hydration and changes the ratio of the various phases of the C-S-H gel. This effect is accompanied by a decrease in the porosity of the stone. Combining metakaolin with fly ash has also proven effective for modifying concrete [5]. This effectiveness lies in the ability to replace up to 30% of

возможности замены портландцемента до 30 % при обеспечении проектной прочности как в ранние (7 суток) так и поздние (28 суток) сроки твердения.

Ключевым условием для эффективного применения минеральных добавок различной природы и их сочетаний является установление закономерностей их влияния на процессы структурообразования цементного камня. Для анализа и количественного определения формирующихся продуктов гидратации в цементном камне, установления новообразующихся или соотношения типичных фаз используются высокоинформативные методы, такие как термогравиметрический анализ (ТГА). Термогравиметрический анализ (ТГА) цементного камня дает возможность количественно оценить фазовый состав продуктов гидратации минерального вяжущего, измеряя массу образца при нагреве (обычно до 1000 °С). Метод основан на анализе тепловых эффектов при дегидратации и декарбонизации компонентов цементного камня в определённых температурных диапазонах. Это позволяет определить содержание гидроксида кальция $\text{Ca}(\text{OH})_2$, гидросиликатов кальция (C-S-H), этtringита и карбонатов. В термическом разложении цементного камня традиционно выделяют три ключевых температурных интервала: испарение адсорбционной воды и кристаллогидратной воды из гидросульфатоалюмината кальция (до 300 °С), дегидратация свободного гидроксида кальция (портландита) (350...500 °С) и декарбонизация (500...750 °С) [7-9].

В научном исследовании [10] предложен способ количественного анализа минеральных фаз в гидратированных цементных пастах, который сочетает количественную рентгеновскую дифрактометрию (РФА) и термогравиметрию (ТГА). Этот метод отличается возможностью оценить уровень аморфной фазы вне зависимости от предполагаемого стехиометрического соотношения между основными продуктами гидратации, кальциевым гидроксидом (CH) и гидратом силиката кальция (C-S-H). Предложенный метод оказался эффективным для исследования серых (ГОРС) и белых (ВОРС) традиционных портландцементов, которые твердели в течение 56 суток. Распределения фаз, выявленные с помощью РФА/ТГА, полностью совпали с распределениями, полученными с использованием сканирующего электронного микроскопа в режиме обратного рассеяния (BSEM) методом анализа уровней серого на изображениях, тогда как элементный состав аморфной фазы хорошо соответствовал составу, измеренному с помощью количественной энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (EDS).

В работе [11] установлено, что комплексная органоминеральная добавка на основе золы-уноса, микрокремнезема и суперпластификатора влияет на деформации гидротехнического бетона в сульфатной среде. Используемый в этой работе микрокремнезём, состоящий на 91,65 % из аморфного диоксида кремния, связывает свободный гидроксид кальция в менее растворимые низкоосновные гидросиликаты, в результате чего уплотняется структура бетона и уменьшаются деформации бетонных образцов, а также повышаются его сульфатостойкость.

Несмотря на значительное количество работ, посвященных применению отдельных минеральных добавок, влияние комплексных (комбинированных) минеральных добавок на фазовый состав и, как следствие, на долговременную устойчивость структуры цементного камня изучено недостаточно. Большинство исследований ограничиваются оценкой механических характеристик бетонов, оставляя без внимания тонкие механизмы взаимодействия многокомпонентных

Portland cement with the additive. This ensures the achievement of design strength both early (7 days) and late (28 days) in the curing process.

The key condition for the effective use of mineral additives of various natures and their combinations is the establishment of patterns of their influence on the processes of structure formation of cement stone. Highly informative methods such as thermogravimetric analysis (TGA) are used to analyze and quantify the hydration products formed in cement stone, and to determine newly formed phases or the ratio of typical phases. Thermogravimetric analysis (TGA) of cement stone makes it possible to quantitatively evaluate the phase composition of the hydration products of the mineral binder by measuring the mass of the sample during heating (usually up to 1000 °C). The method is based on the analysis of thermal effects during dehydration and decarbonization of cement stone components within specific temperature ranges. This allows for the determination of calcium hydroxide ($\text{Ca}(\text{OH})_2$), calcium silicate hydroxides (C-S-H), ettringite, and carbonate contents. In the thermal decomposition of cement stone, three key temperature ranges are traditionally distinguished: evaporation of adsorption water and crystal hydrate water from calcium hydrosulfoaluminate (up to 300 °C), dehydration of free calcium hydroxide (portlandite) (350...500 °C) and decarbonization (500...750 °C) [7-9].

In a scientific study [10], a method for quantitative analysis of mineral phases in hydrated cement pastes was proposed, which combines quantitative X-ray diffractometry (XRD) and thermogravimetry (TGA). This method is distinguished by its ability to estimate the level of the amorphous phase regardless of the assumed stoichiometric ratio between the main hydration products, calcium hydroxide (CH) and calcium silicate hydrate (C-S-H). The proposed method proved effective for studying gray (GOPC) and white (WOPC) conventional Portland cements cured for 56 days. The phase distributions revealed by X-ray diffraction/TGA were in complete agreement with those obtained using a backscatter scanning electron microscope (BSEM) using gray-scale analysis. The elemental composition of the amorphous phase was in good agreement with that measured by quantitative energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDS).

In the work [11] it was established that a complex organomineral additive based on fly ash, microsilica and superplasticizer affects the deformation of hydraulic concrete in a sulfate environment. The microsilica used in this study, which consists of 91.65% amorphous silicon dioxide, binds free calcium hydroxide into less soluble, low-basicity hydrosilicates. This results in a compacted concrete structure and reduced deformation of concrete specimens. The use of microsilica in concrete improves its sulfate resistance.

Despite the significant number of works devoted to the use of individual mineral additives and complex (combined) mineral additives, their influence on the phase composition and long-term stability of the structure of cement stone has not been sufficiently studied. Most studies are limited to assessing the mechanical properties of concrete. However, the subtle mechanisms of interaction between multicomponent additives and

добавок с клинкерными фазами, что затрудняет прогнозирование долговечности материала в агрессивных средах.

С точки зрения инженерных характеристик, данное исследование направлено на повышение устойчивости цементного материала к агрессивным факторам окружающей среды, таким как сульфатная коррозия и морская вода, за счет точного контроля его фазового состава. Это достигается путем стабилизации гидроксида кальция и связывания свободного гидроксида кальция, а также снижения содержания токсичных алюминатных фаз, тем самым повышая долговременную стабильность связующих материалов. Понимание механизмов гидратации и условий образования низкоосновных гидросиликатов кальция, которые более стабильны и менее подвержены растворению, способствует продлению срока службы крупных бетонных конструкций (таких как мосты и плотины) на десятилетия вперед.

Таким образом, исследование влияния комплексной тонкодисперсной минеральной добавки на особенности фазового состава и структурообразование цементного камня представляет собой актуальную научно-практическую задачу. Понимание общего механизма действия таких добавок позволяет эффективно использовать в качестве компонентов вяжущих минеральное сырье различного происхождения, решая задачи снижения энергопотребления и выбросов CO₂ при производстве цемента без потери качества материала.

Цель работы заключается в установлении закономерностей структурообразования цементного камня при введении комплексной минеральной добавки на основе техногенных отходов и оценке изменений его фазового состава с использованием методов термического анализа.

Материалы и методы

Объектом исследования является композиционное вяжущее, полученное на основе портландцемента ЦЕМ I 52,5 Н (ПЦ), минеральных добавок высокоактивный метакраолин (МК) ($\rho_{\text{МК}} = 2550 \text{ кг/м}^3$ и $\rho_{\text{н,МК}} = 350 \text{ кг/м}^3$), зола-унос (ЗУ), образовавшаяся в результате сжигания твердого топлива при обжиге кирпичей ($S_{\text{уд}} = 850 \text{ м}^2/\text{кг}$, $\rho_{\text{ЗУ}} = 2420 \text{ кг/м}^3$ и $\rho_{\text{н ЗУ}} = 860 \text{ кг/м}^3$). Эту золу подвергали механоактивации путем помола в шаровой мельнице в течение 20 мин. Также применялась зола, полученная в результате сжигания финиковых косточек (ЗФК), являющихся в Ираке многотоннажным сельскохозяйственным отходом, требующим рациональной утилизации, которую также подвергали механоактивации в шаровой мельнице до получения удельной поверхности $S_{\text{уд}} = 1050 \dots 1100 \text{ м}^2/\text{кг}$. Соотношение компонентов в составе разработанного вяжущего веществ принималась в соответствии с таблицей 1.

Исследование влияния тонкодисперсных активных добавок на особенности фазового состава выполнено с помощью термогравиметрического анализа цементного камня, который основывается на оценке изменения массы образца при его нагреве [12] и рентгенофазового анализа (РФА).

Согласно [13-14], термограмма портландцементного камня нормального твердения характеризуются тремя основными эндотермическими эффектами, связанных с удалением адсорбционной воды из гелеобразных продуктов гидратации и кристаллогидратной воды из гидросульфалюмината кальция при температуре 100...150 °С, дегидратацией портландита при 430...580 °С и диссоциацией CaCO₃ при 720...800 °С.

clinker phases are ignored. This makes it difficult to predict the durability of the material in aggressive environments.

From an engineering perspective, this study aims to improve the resistance of cementitious materials to aggressive environmental factors. Among the aggressive factors considered are sulfate corrosion and seawater. Improving the resistance of cementitious materials to aggressive factors is achieved by stabilizing calcium hydroxide and binding free calcium hydroxide, as well as reducing the content of aluminate phases. This improves the long-term stability of binders. Low-basic calcium silicate hydroxides are more stable and less susceptible to dissolution. Understanding the hydration mechanisms and conditions under which they form can help extend the service life of large concrete structures (such as bridges and dams) for decades to come.

Thus, the study of the influence of a complex finely dispersed mineral additive on the features of the phase composition and structure formation of cement stone is a relevant scientific and practical task. Understanding the general mechanism of action of such additives allows for the effective use of mineral raw materials of various origins as binder components. This addresses the challenges of reducing energy consumption and CO₂ emissions during cement production without compromising material quality.

The aim of the work is to establish the patterns of structure formation of cement stone with the introduction of a complex mineral additive based on man-made waste and to evaluate changes in its phase composition using thermal analysis methods.

Materials and methods

The object of the study is a composite binder obtained on the basis of Portland cement CEM I 52.5 N (PC), mineral additives highly active metakaolin (MK) ($\rho_{\text{mk}} = 2550 \text{ kg/m}^3$ and $\rho_{\text{n,mk}} = 350 \text{ kg/m}^3$), fly ash (FA) formed as a result of combustion of solid fuel during firing of bricks ($S_{\text{sp}} = 850 \text{ m}^2/\text{kg}$, $\rho_{\text{FA}} = 2420 \text{ kg/m}^3$ and $\rho_{\text{n FA}} = 860 \text{ kg/m}^3$). This ash was subjected to mechanical activation by grinding in a ball mill for 20 min. Ash obtained from burning date kernels (DPA) was also used. In Iraq, this ash is a large-tonnage agricultural waste requiring efficient disposal. The date kernel ash was mechanically activated in a ball mill to achieve a specific surface area of 1050–1100 m²/kg. The ratio of components in the composition of the developed binder was taken in accordance with Table 1.

The study of the influence of finely dispersed active additives on the features of the phase composition was carried out using thermogravimetric analysis of cement stone, which is based on the assessment of the change in the mass of the sample during its heating [12] and X-ray phase analysis (XPA).

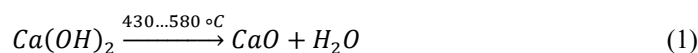
According to [13-14], the thermogram of normally hardened Portland cement stone is characterized by three main endothermic effects. The first effect is associated with the removal of adsorption water from gel-like hydration products and crystal hydrate water from calcium hydrosulfoaluminate at temperatures of 100–150 °C. The second effect is due to the dehydration of portlandite

at 430–580 °C. The third effect occurs during the dissociation of CaCO₃ at 720–800 °C.

Таблица 1. Составы вяжущих веществ
Table 1. Compositions of binders

Составы / Compositions	Вяжущее вещество, % мас. / Binder, % by wt.			
	ПЦ / PC	МК / МК	ЗУ / FA	ЗФК / ДКА
№1 (контрольный)	100	-	-	-
№2	90	10	-	-
№3	90	3	7	-
№4	90	6	1	3

При этом эндотермическое разложение портландита цементного камня при температурном воздействии, которое сопровождается его высушиванием и уменьшением массы за счет испарения воды, происходит по известной схеме:



Определение содержания портландита в цементном камне образцов, указанных в таблице 1, выполнено с использованием термогравиметрического анализатора NETZSCH DSC 404 C Pegasus (Великобритания) на кафедре химии Вавилонского университета в г. Багдад (Ирак) (рисунок 1 а).

In this case, the endothermic decomposition of portlandite cement stone under temperature influence, which is accompanied by its drying and reduction in mass due to the evaporation of water, occurs according to a known scheme:

The determination of the portlandite content in the cement stone of the samples indicated in Table 1 was carried out using a NETZSCH DSC 404 C Pegasus thermogravimetric analyzer (UK) at the Department of Chemistry of the Babylon University in Baghdad (Iraq) (Figure 1 a).

РИСУНОК 1

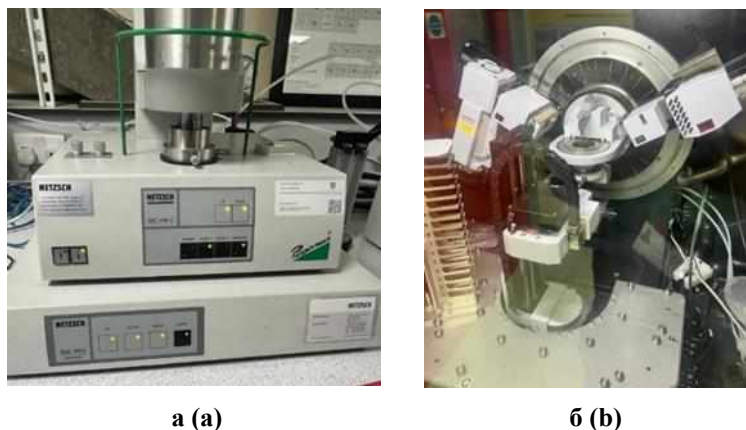
ПРИБОРЫ ДЛЯ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

а – термогравиметрический анализатор NETZSCH DSC 404 C Pegasus
б – порошковый рентгеновский дифрактометр XDA-D8 Advance

Figure 1

Instruments for physical and chemical analysis

а - thermogravimetric analyzer NETZSCH DSC 404 C Pegasus
б – powder X-ray diffractometer XDA-D8 Advance



Содержание портландита в цементном камне определяли по формуле (2) [14]:

$$m_{\text{Ca(OH)}_2} = \frac{a \times Mr(\text{Ca(OH)}_2)}{Mr(\text{H}_2\text{O})}, \quad (2)$$

где $m_{\text{Ca(OH)}_2}$ – доля Ca(OH)₂ в образце цементного камня, %; a – потери массы, %, вследствие выделения воды при разложении Ca(OH)₂, определённые методом термогравиметрического анализа; $Mr(\text{Ca(OH)}_2)$ и $Mr(\text{H}_2\text{O})$ – молекулярные массы портландита и воды, равные 74 и 18 соответственно.

Рентгенофазовый анализ выполнен с использованием рентгеновского дифрактометра XDA-D8 Advance «OXFORD» (Англия) в Научно-техническом центре защиты окружающей среды водных ресурсов и возобновляемой энергии в г. Багдад (Ирак) (рисунок 1 б). Рентгенофазовый анализ позволяет осуществлять качественный и количественный анализ кристаллических фаз, устанавливать кристаллическую структуру

The content of portlandite in cement stone was determined using formula (2) [14]:

where $m_{\text{Ca(OH)}_2}$ is the proportion of Ca(OH)₂ in the cement stone sample, %; a is the mass loss, %, due to the release of water during the decomposition of Ca(OH)₂, determined by thermogravimetric analysis; $Mr(\text{Ca(OH)}_2)$ and $Mr(\text{H}_2\text{O})$ are the molecular masses of portlandite and water, equal to 74 and 18, respectively.

X-ray phase analysis was performed using an XDA-D8 Advance "OX-FORD" X-ray diffractometer (England) at the Scientific and Technical Center for Environmental Protection, Water Resources and Renewable Energy in Baghdad (Iraq) (Figure 1 b). X-ray phase analysis allows for the qualitative and quantitative analysis of crystalline phases, the establishment of the crystalline structure of organic, inorganic and organoelement compounds, and the study of the

органических, неорганических и элементоорганических соединений, исследовать состав поликристаллических материалов, уровень кристалличности композиционных вяжущих и многокомпонентных бетонов [16-17].

Результаты исследования

Образцы цементного камня, приготовленные с минеральными добавками в соответствии с таблицей 1, подвергались тепловому воздействию с линейным приращением температуры до 800 °С. Данные исследования с применением термогравиметрического анализа влияния добавления метакАОлина и механоактивированных кислот ЗУ и ЗФК к вяжущему на основе портландцемента на потери массы при нагреве цементного камня образцов составов № 1...4 в возрасте 28 суток твердения представлены на рисунках 2, 3.

composition of polycrystalline materials, the level of crystallinity of composite binders and multicomponent concretes [16-17].

Research results

Samples of cement stone, prepared with mineral additives in accordance with Table 1, were subjected to thermal action with a linear temperature increase up to 800 °С. The data from a study using thermogravimetric analysis of the effect of adding metakaolin and mechanically activated acidic FA and DPA to a binder based on Portland cement on the mass loss during heating of cement stone samples of compositions No. 1...4 at the age of 28 days of hardening are presented in Figures 2 and 3.

РИСУНОК 2

КРИВЫЕ ДТГ ЦЕМЕНТНОГО КАМНЯ ИССЛЕДУЕМЫХ СОСТАВОВ

Figure 2

DTG curves of cement stone of the studied compositions

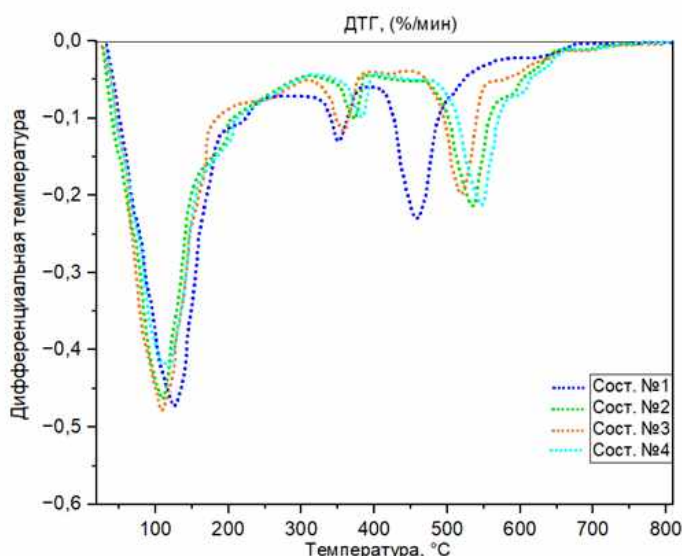
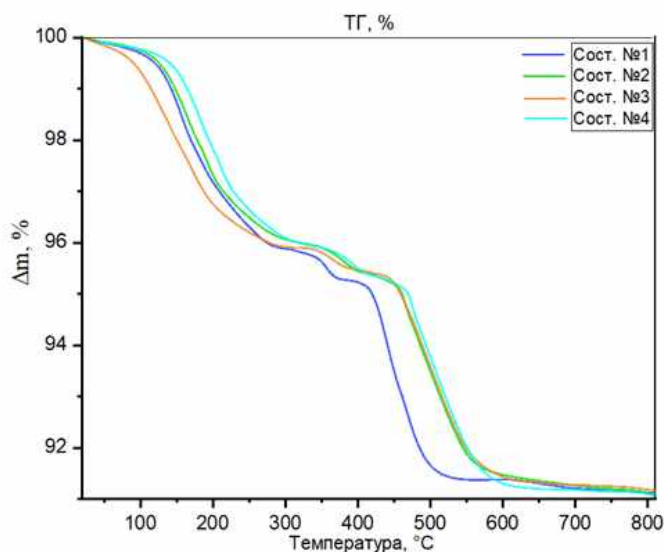


РИСУНОК 3

КРИВЫЕ ТГ ЦЕМЕНТНОГО КАМНЯ ИССЛЕДУЕМЫХ СОСТАВОВ

Figure 3

TG curves of cement stone of the studied compositions



На ДТГ и ТГ кривых (рисунок 3 и 4) наблюдается три типичных эндоэффекта [18-21], характерных для процессов дегидратации слабо связанной адсорбционной воды в диапазоне температур 50...250 °С, разложения портландита в диапазоне 300...400 °С и диссоциации

On the DTG and TG curves (Figures 3 and 4), three typical endoeffects are observed [18-21], characteristic of the processes of dehydration of weakly bound adsorption water in the temperature range of 50...250 °С, decomposition of portlandite in the range of 300...400 °С, and dissociation of

кальцита при 490...650 °С. Таким образом, все четыре образца проходят три стадии термического разложения, но с чётко выраженным смещением температурных пиков в ряду №1 < №3 < №2 < №4. Это смещение свидетельствует о повышении термической стабильности в том же порядке. Наиболее стабильным является состав №4, наименее стабильным — №1. Различия в термическом поведении обусловлены, вероятно, разным составом (органических и минеральных компонентов), структурными особенностями образцов. Параметры кривых ДТГ и ТГ представлены в таблице 2.

calcite at 490...650 °С. Thus, all four samples undergo three stages of thermal decomposition, but with a clearly expressed shift of temperature peaks in the series No. 1 < No. 3 < No. 2 < No. 4. This shift indicates an increase in thermal stability in the same order. Composition No. 4 is the most stable, and No. 1 is the least stable. Differences in thermal behavior are likely due to differences in composition (organic and mineral components) and structural features of the samples. The parameters of the DTG and TG curves are presented in Table 2.

Таблица 2. Результаты термогравиметрического анализа: температура и потеря массы
Table 2. Results of thermogravimetric analysis: temperature and mass loss

Составы / Composi- tions	Первый эндозффект / First endo effect		Второй эндозффект / Second endo effect		Третий эндозффект / Third endo effect	
	Температура пика, °С / Temperature, °С	Потеря массы, % / Mass loss, %	Температура пика, °С / Temperature, °С	Потеря массы, % / Mass loss, %	Температура пика, °С / Temperature, °С	Потеря массы, % / Mass loss, %
№1	115	4,72	378	0,62	491	3,74
№2	132	4,56	402	0,53	546	2,79
№3	124	4,68	385	0,58	513	3,24
№4	135	4,42	408	0,52	552	2,58

Анализ параметров ДТГ и ТГ, представленных в таблице 2 показывает, что добавление в многокомпонентное вяжущее на основе портландцемента тонкодисперсных материалов с высокой пуццоланической активностью в количестве 10 % мас. метакеолина или комбинации 6 % мас. метакеолина с 1 % мас. механоактивированной ЗУ и 3 % мас. ЗФК способствует снижению потери массы для 2 эндозффекта по сравнению с контрольным составом №1, не содержащим указанные добавки. Это указывает на снижение доли портландита в составе цементного камня в возрасте 28 суток, что подтверждается данными представленными на рисунке 4.

Видно, что снижение потери массы на рисунок 5а, коррелирует с долей портландита, которое снизилось на 7...16 % мас. Это может объясняться образованием в структуре цементного камня низкоосновных гидросиликатов кальция за счет протекания пуццолановой реакции. Кроме того, указанное согласуется со снижением потери массы для 3 эндозффекта (таблица 2), что указывает на меньшее содержание карбонатных фаз, которые являются продуктом карбонизации гашеной извести.

На рисунке 5 представлены дифрактограммы цементного камня в возрасте 28 суток твердения для исследуемых составов, позволяющие оценить количественное соотношение фаз гидратных новообразований, в частности портландита ($\text{Ca}(\text{OH})_2$, CH) и низкоосновных гидросиликатов кальция (CSH).

The analysis of the DTG and TG parameters presented in Table 2 shows that the addition of finely dispersed materials in an amount of 10% by weight to a multi-component binder based on Portland cement helps to reduce the mass loss for the 2nd endoeffect compared to the control composition No. 1, which does not contain additives. Finely dispersed additives have high pozzolanic activity. They contain metakaolin or a combination of 6% by weight metakaolin with 1% by weight mechanically activated FA and 3% by weight DPA. This indicates a decrease in the proportion of portlandite in the composition of the cement stone at the age of 28 days, which is confirmed by the data presented in Figure 4.

The decrease in mass loss in Figure 5a correlates with the proportion of portlandite, which decreased by 7–16% by weight. This can be explained by the formation of low-basic calcium hydrosilicates in the cement stone structure due to the pozzolanic reaction. The obtained data are consistent with a decrease in mass loss for the 3rd endo effect (Table 2). This indicates a lower content of carbonate phases, which are a product of slaked lime carbonation.

Figure 5 shows the diffraction patterns of cement paste after 28 days of curing for the studied compositions. They allow us to evaluate the quantitative ratio of hydrate formation phases, in particular portlandite ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) and low-basic calcium hydrosilicates (CSH).

РИСУНОК 4

ПОТЕРИ МАССЫ В ИССЛЕДУЕМЫХ ОБРАЗЦАХ

а – при термическом разложении портландита;
б – уровень свободного Ca(OH)_2 в цементном камне

Figure 4

Mass loss during thermal decomposition of portlandite and the content of free Ca(OH)_2 in cement stone

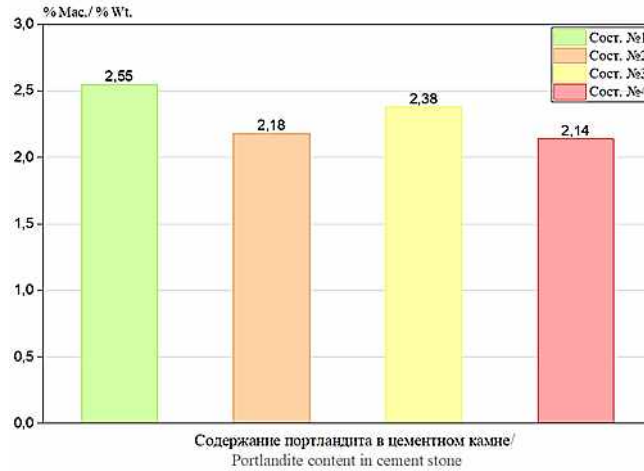
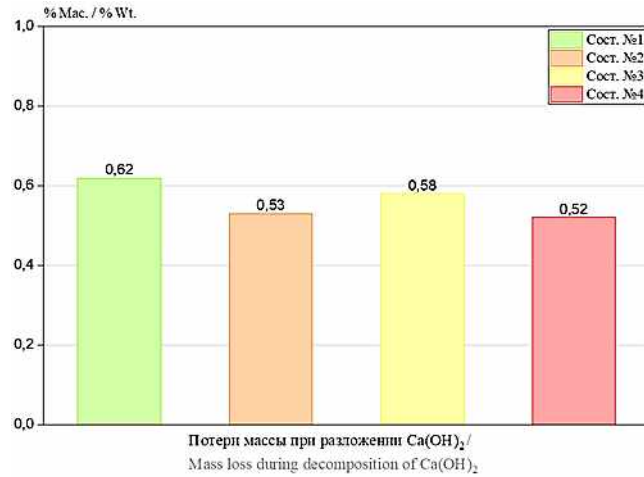


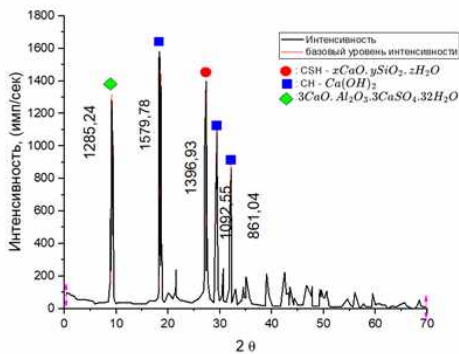
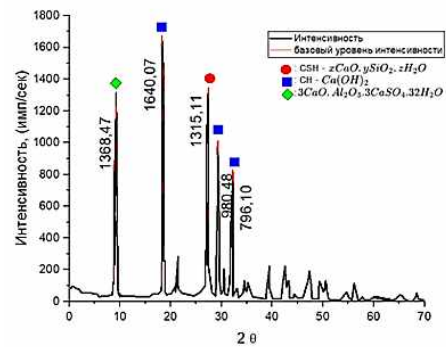
РИСУНОК 5

РЕНТГЕНОГРАММЫ ЦЕМЕНТНОГО КАМНЯ

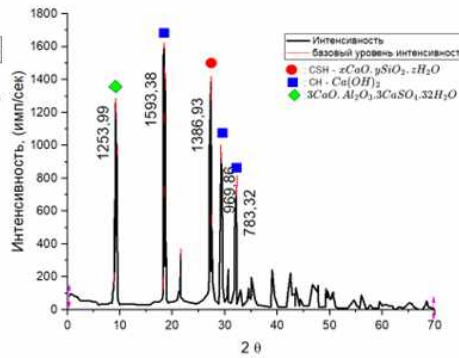
а – состав №1; б – состав №2;
в – состав №3; г – состав №4

Figure 5

X-ray diffraction of composition
а – composition No1; б – composition No2;
с – composition No3; д – composition No4

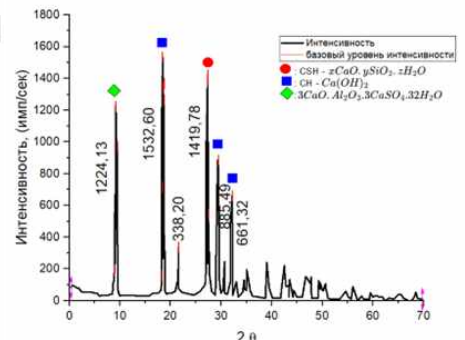


б (b)



в (c)

а (a)



г (d)

Сравнительный анализ полученных результатов показывает начало пиков при углах ($2\theta \approx 9,1^\circ$) для эттрингита и ($2\theta \approx 9,9^\circ$) для моносульфата [22], что для состава № 1 (рисунок 5 а) наблюдаются значительно меньшая по сравнению с другими образцами интенсивность пиков ($2\theta \approx 29^\circ$ [22]), характерных для CSH. При этом пики, идентифицирующие наличие портландита ($2\theta \approx 18^\circ$ [22]) имеют максимальную интенсивность. Это указывает на относительно высокое содержание свободного гидроксида кальция в цементном камне без активных добавок или с их минимальным содержанием. Для состава № 2 (рисунок 5 б) фиксируется снижение интенсивности пиков портландита при одновременном возрастании интенсивности рефлексов, соответствующих CSH-фазам, что свидетельствует о начале активного связывания извести в гидросиликаты кальция благодаря введению метакеолина. На рисунке 5 в (состав № 3) отмечено дальнейшее снижение интенсивности пиков портландита. Пики CSH становятся доминирующими, что подтверждает высокую степень пуццолановой реакции и эффективное потребление свободной извести за счет взаимодействия с метакеолоном и золой-унос. На рисунке 5 г (состав № 4 с повышенным содержанием активных добавок) интенсивность рефлексов портландита минимальна в характерных областях. При этом гидросиликаты кальция являются основной фазой гидратных новообразований. Однако наблюдается некоторое снижение интенсивности пиков CSH по сравнению с составом №4, что может быть связано с соотношением компонентов в четырехкомпонентном вяжущем.

Таким образом, данные рентгенофазового анализа, демонстрируют закономерное снижение содержания портландита и увеличение доли CSH-фаз при введении механоактивированных минеральных добавок, что коррелирует с изменением углов 2θ и интенсивности дифракционных максимумов. Наиболее выраженный эффект зафиксирован для состава №4, где наблюдается максимальная интенсивность пиков CSH и минимальная для CH.

Полученные данные позволяют заключить, что использованные тонкодисперсные активные добавки, такие как метакеолин и механоактивированные кислые золы-уноса и финиковых косточек, благоприятно влияют на снижение содержания свободного гидроксида кальция (портландита) в цементном камне составов №2, 3 и 4 за счет связывания в низкоосновные гидросиликаты кальция [23-26], что будет способствовать увеличению плотности, прочности бетонов на многокомпонентных вяжущих и их устойчивости к коррозии. В возрасте твердения 28 суток максимальная интенсивность пиков CSH и минимальная пиков CH фиксируется у цементного камня состава №4 четырехкомпонентного вяжущего, состоящего из 90% мас. портландцемента, 6% мас. метакеолина и механоактивированных 1% мас. золы-уноса и 3% мас. золы финиковых косточек, что можно объяснить высокой пуццоланической активностью использованных тонкодисперсных активных добавок.

Заключение

Исследования состава цементного камня, проведенные методами ТГА и РФА, показали, что замена части портландцемента в составе вяжущего тонкодисперсными активными добавками в виде метакеолина и механоактивированных кислых золы-уноса и золы, полученной путем

A comparative analysis of the obtained results shows the onset of peaks at angles ($2\theta \approx 9.1^\circ$ for ettringite and $2\theta \approx 9.9^\circ$ for monosulfate [22]. For composition No. 1 (Figure 5 a), a significantly lower intensity of peaks ($2\theta \approx 29^\circ$ [22]) characteristic of CSH is observed compared to other samples. In this case, the peaks identifying the presence of portlandite ($2\theta \approx 18^\circ$ [22]) have the maximum intensity. This indicates a relatively high content of free calcium hydroxide in cement stone without active additives or with a minimal content of them. For composition No. 2 (Figure 5 b), a decrease in the intensity of the portlandite peaks is recorded with a simultaneous increase in the intensity of the reflections corresponding to the CSH phases. This indicates the beginning of active binding of lime into calcium hydrosilicates due to the introduction of metakaolin. Figure 5c (composition No. 3) shows a further decrease in the intensity of the portlandite peaks. The C-S-H peaks become dominant, confirming a high degree of pozzolanic reaction and effective binding of free lime through interaction with metakaolin and fly ash. In Figure 5g (composition No. 4 with a higher content of active additives), the intensity of portlandite reflections is minimal in characteristic areas. Calcium hydrosilicates are the main phase of the newly formed hydrates. However, there is some decrease in the intensity of the CSH peaks compared to composition No. 4, which may be due to the ratio of components in the four-component binder.

Thus, the X-ray phase analysis data demonstrate a consistent decrease in the content of portlandite and an increase in the proportion of CSH phases with the introduction of mechanically activated mineral additives. This correlates with changes in 2θ angles and the intensity of diffraction maxima. The most pronounced effect was observed for composition No. 4, where the maximum intensity of the C-S-H peaks and the minimum for CH are observed.

The obtained data allow us to conclude that the used finely dispersed active additives, such as metakaolin and mechanically activated acidic fly ash and date pits, have a beneficial effect on reducing the content of free calcium hydroxide (portlandite). Due to the binding of calcium hydroxide into low-basic calcium hydrosilicates [23-26] in cement stone compositions No. 2, 3 and 4 on multi-component binders, an increase in the density, strength of concrete and its resistance to corrosion is predicted. At the age of hardening of 28 days, the maximum intensity of CSH peaks and the minimum intensity of CH peaks are recorded in cement stone of composition No. 4 of the four-component binder. This binder consists of 90% by weight of Portland cement, 6% by weight of metakaolin and mechanically activated 1% by weight of fly ash and 3% by weight of date kernel ash. The high parameters of composition 4 can be explained by the high pozzolanic activity of the finely dispersed active additives used.

Conclusion

Studies of the composition of cement stone, carried out using TGA and X-ray fluorescence methods, showed that replacing part of the Portland cement in the composition of the binder with finely dispersed active additives in the form of metakaolin and mechanically activated acidic fly ash and ash obtained by burning date pits, effectively

сжигания финиковых косточек, эффективно изменяет фазовый состав цементного камня, снижая содержание в нем свободного гидроксида кальция (портландита) на 7-16% мас. Дегидратация в модифицированных составах цементного камня происходит при высоких температурах, что указывает на образование устойчивых гидратных фаз. Аддитивный эффект использования указанных тонкодисперсных активных добавок в составе четырехкомпонентного вяжущего обеспечивает наибольшее связывание свободного $\text{Ca}(\text{OH})_2$ и формирование низкоосновных гидросиликатов кальция в составе цементного камня, что способствует улучшению его структуры и окажет положительное влияние на повышение плотности, прочности и эксплуатационных показателей бетонов на основе разработанного вяжущего.

Литература:

1. Zhambulovich A. A., et. al. Studying the Mineral Additives Effect on a Composition and Properties of a Composite Binding Agent// Oriental Journal of Chemistry, 2018, Vol. 34, No. 4, pp. 1945-1955. <http://dx.doi.org/10.13005/ojc/3404031> EDN: YBLQSD
2. Shubin V.I., Yudovich B.E., Dmitriyev A.M., Zubekhin S.A. New and perspective kinds of cements for the building complex // Cement and its application., 2001, No. 6, pp. 135-140.
3. Иссак С., Пол А. Обзор литературы по влиянию метаксаолина и золы-уноса на прочностные характеристики бетона // International Journal of Advance Research and Innovative Ideas in Education. 2018. Т. 4, № 2. С. 6-11.
4. Барбуйя С., Чоу П. Микроструктура, гидратация и наномеханические свойства бетона, содержащего метаксаолин // Construction and Building Materials. 2015. Т. 95. С. 696-702. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2015.07.116>
5. Теджа Киран Ч., Прудви К. Упрочнение бетона путем частичной замены цемента смесью золы-уноса и метаксаолина // International Journal of Advanced Technology and Innovative Research. 2016. Т. 8, № 3. С. 459-463.
6. Прасетийо Х., и др. Влияние кристаллических добавок на долговечность нерастрескавшегося бетона в хлоридных средах // Construction and Building Materials. – 2026. – Т. 514, № 145505. – С. 1-16. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2026.145505>
7. Дашко Л.В., Синюк В.Д., Плотникова Г.В. Экспертное исследование цементного камня после высокотемпературного воздействия// Пожаровзрывобезопасность/Fire and Explosion Safety. 2015. Том 24, № 12. С. 22-32. <https://doi.org/10.18322/PVB.2015.24.12.22-32>
8. Дашко Л.В., Ключников В.Ю., Плотникова Г.В. Использование методов синхронного термического анализа для исследования углей при производстве пожарно-технических экспертиз // Пожаровзрывобезопасность /Fire and Explosion Safety. 2013. Т. 22, № 9. С. 13-18. EDN: RDRBNN
9. Дашко Л.В., Ключников В.Ю., Плотникова Г.В. Применение методов термического анализа при исследовании влияния температуры на фрикционную основу тормозных колодок автомобиля // Пожаровзрывобезопасность/Fire and Explosion Safety. 2013. Т. 22, № 6. С. 68-73. EDN: RDLTEP
10. Alexander V. Soin, et. al. A combined QXRD/TG method to quantify the phase composition of hydrated Portland cements// Cement and Concrete Research, 2013, V. 48, pp. 17-24. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2013.02.007>
11. Лам Танг Ван, и др. Влияние комплексной органоминеральной добавки на деформацию гидротехнических бетонов// Строительство уникальных зданий и сооружений, 2019. №1 (79), С. 7-19. <https://doi.org/10.18720/CUBS.79.1>

changes the phase composition of the cement stone, reducing the content of free calcium hydroxide (portlandite) in it by 7-16% by weight. Dehydration in modified cement stone compositions occurs at high temperatures, which indicates the formation of stable hydrate phases. The additive effect of using the specified finely dispersed active additives in the composition of a four-component binder ensures the greatest binding of free $\text{Ca}(\text{OH})_2$ and the formation of low-basic calcium hydrosilicates in the composition of cement stone. This will contribute to the improvement of its structure and will have a positive effect on increasing the density, strength and performance of concrete based on the developed binder.

References:

1. Zhambulovich A. A., et. al. Studying the Mineral Additives Effect on a Composition and Properties of a Composite Binding Agent// Oriental Journal of Chemistry, 2018, Vol. 34, No. 4, pp. 1945-1955. <http://dx.doi.org/10.13005/ojc/3404031> EDN: YBLQSD
2. Shubin V.I., Yudovich B.E., Dmitriyev A.M., Zubekhin S.A. New and perspective kinds of cements for the building complex // Cement and its application, 2001, No. 6, pp. 135-140.
3. Stephen Issac, Anju Paul. A literature review on the effect of metakaolin and fly ash on strength characteristics of concrete// International Journal of Advance Research and Innovative Ideas in Education. 2018. Vol-4, Issue-2, pp. 6-11.
4. Barbhuiya S, Chow P. Microstructure, hydration and nanomechanical properties of concrete containing metakaolin// Construction and Building Materials. 2015. - Vol 95, Pp 696-702. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2015.07.116>
5. Teja Kiran CH, Prudvi K. Strengthening of Concrete by Partial Replacement of Cement with Fly ash and Metakaolin Mix, International Journal of advanced Technology and Innovative Research ,2016.- Vol 8, Issue 03, Pp 0459-0463.
6. Hansen Prasetyo et. al. Influence of crystalline admixtures on the durability of uncracked concrete in chloride environments// Construction and Building Materials. 2026. – V. 514, 145505, pp. 1-16. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2026.145505>
7. Dashko L.V., Sinyuk V.D., Plotnikova G.V. Expert examination of cement stone after high-temperature exposure// Scientific and technical journal Pozharovzryvobezopasnost/Fire and Explosion Safety, 2015, V. 24, No. 12, pp. 22-32. <https://doi.org/10.18322/PVB.2015.24.12.22-32>
8. Dashko L.V., Klyuchnikov V.Yu., Plyutnikova G.V. Using methods of synchronous thermal analysis for studying coals in the production of fire-technical examinations // Scientific and technical journal Pozharovzryvobezopasnost/Fire and Explosion Safety, 2013. Vol. 22, No. 9, pp. 13-18. EDN: RDRBNN
9. Dashko L.V., Klyuchnikov V.Yu., Plyutnikova G.V. Application of thermal analysis methods in studying the influence of temperature on the friction base of car brake pads // scientific and technical journal Pozharovzryvobezopasnost/Fire and Explosion Safety, 2013, Vol. 22, No. 6, pp. 68-73. EDN: RDLTEP
10. Alexander V. Soin, et. al. A combined QXRD/TG method to quantify the phase composition of hydrated Portland

12. Мчедлов-Петросян О.П., Ушеров-Маршак А.В., Урженко А.М. Тепловыделение при твердении вяжущих веществ и бетона. - М.: Стройиздат. 1984. 224 с.
13. Бутт Ю.М., Тимашев В.В. Практикум по химической технологии вяжущих материалов. - М.: Высшая Школа. 1973, 504 с.
14. Gholizadeh-Vayghan A., et. al. Thermal Reactivation of Hydrated Cement Paste: Properties and Impact on Cement Hydration// *Materials*, 2024, V. 17, No. 2659, pp. 1-23. <https://doi.org/10.3390/ma17112659>
15. Галкин Ю.Ю., Удодов С.А. Фазовый анализ структуры цементного камня, изолированного при его раннем нагружении // Интернет-журнал «Транспортные сооружения», 2018. Т. 5, №1, С. 1-13. <https://doi.org/10.15862/21SAT5118>
16. Paul E. Stutzman, Pan Feng, and Jeffrey W. Bullard. Phase Analysis of Portland Cement by Combined Quantitative X-Ray Powder Diffraction and Scanning Electron Microscopy// *Journal of Research of the National Institute of Standards and Technology*, 2016, V. 121, pp. 1-61. <http://dx.doi.org/10.6028/jres.121.004>
17. James Osborne. Development of Chemistry-Informed Machine Learning Tools for the Analysis of Powder X-Ray Diffraction Data// Thesis submitted in accordance with the requirements of The University of Liverpool for the degree of Doctor of Philosophy, 2025, pp. 1-202.
18. Нго Суан Хунг, Танг Ван Лам, Булгаков Б.И., Александрова О.В., Ларсен О.А. Влияние органоминеральных добавок на физико-механические свойства и коррозионную стойкость цементно-песчаных растворов // *Строительство: наука и образование*. 2020. Т. 10. Вып. 1(35). С. 1-23.
19. Saida Boualleg. The Study of Slag Cement's Microstructural Properties// *Annales de Chimie - Science des Matériaux- International Information and Engineering Technology Association (IIETA)*, 2021, V. 45, No. 2, pp. 121-133. DOI: <https://doi.org/10.18280/acsm.450204>
20. Губайдуллина А.М., и др. Исследование процессов гидратации и твердения портландцемента методами термического анализа // *Вестник технологического университета*. 2012. Т. 15. № 21. С. 15–17.
21. Miguel A.G. Aranda, Ángeles G. De la Torre, Laura León-Reina. Rietveld Quantitative Phase Analysis of OPC Clinkers, Cements and Hydration Products// *Journal of Reviews in Mineralogy and Geochemistry*, 2012, V. 74, No. 1, pp. 169–209. <https://doi.org/10.2138/rmg.2012.74.5>
22. Владимирович В. В. Самоуплотняющиеся мелкозернистые бетоны с модификаторами на основе термоактивированных глинистых и карбонатных пород // Диссертация на соискание ученой степени кандидата технических наук. Национальный исследовательский Мордовский государственный университет им. Н.П. Огарёва. 2023. С. 127-140.
23. Akmalaiuly K., et. al. The effect of mechanical activation of fly ash on cement-based materials hydration and hardened state properties// *Materials*, 2023, V. 16, No. 2959, pp. 1-22. <https://doi.org/10.3390/ma16082959>
24. Sideris K., Justnes H., Soutsos M., and Sui T. Fly Ash. In *Properties of Fresh and Hardened Concrete Containing Supplementary Cementitious Materials// State-of-the-Art Report of the RILEM Technical Committee 238-SCM, Working Group 4; De Belie N., Soutsos M., Gruyaert E., Eds.; Springer International Publishing: Cham, Switzerland, 2018, pp. 55–98, ISBN 978-3-319-70606-1.*
25. Hsu S., Chi M., Huang R. Effect of Fineness and Replacement Ratio of Ground Fly Ash on Properties of Blended Cement Mortar// *Construction and Building Materials*, 2018, V. 176, pp. 250–258. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.05.060>
- cements// *Cement and Concrete Research*, 2013, V. 48, pp. 17-24. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2013.02.007>
11. Lam Tang, et. al. Effect of complex organo-mineral additive on the deformation of hydrotechnical concrete// *Construction of unique buildings and structures*, 2019. No. 1 (79), pp. 7-19. <https://doi.org/10.18720/CUBS.79.1>
12. Мчедлов-Петросян О.П., Ушеров-Маршак А.В., Урженко А.М. Тепловыделение при твердении вяжущих веществ и бетона. - М.: Стройиздат. 1984. 224 с.
13. Бутт Ю.М., Тимашев В.В. Практикум по химической технологии вяжущих материалов. - М.: Высшая Школа. 1973, 504 с.
14. Gholizadeh-Vayghan A., et. al. Thermal Reactivation of Hydrated Cement Paste: Properties and Impact on Cement Hydration// *Materials*, 2024, V.17, No. 2659, pp. 1-23. <https://doi.org/10.3390/ma17112659>
15. 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*. 2018. V. 5, №1, pp. 1-13. <https://doi.org/10.15862/21SAT5118>
16. Paul E. Stutzman, Pan Feng, and Jeffrey W. Bullard. Phase Analysis of Portland Cement by Combined Quantitative X-Ray Powder Diffraction and Scanning Electron Microscopy// *Journal of Research of the National Institute of Standards and Technology*, 2016, V. 121, pp. 1-61. <http://dx.doi.org/10.6028/jres.121.004>
17. James Osborne. Development of Chemistry-Informed Machine Learning Tools for the Analysis of Powder X-Ray Diffraction Data// Thesis submitted in accordance with the requirements of The University of Liverpool for the degree of Doctor of Philosophy, 2025, pp. 1-202.
18. Нго Суан Хунг, Танг Ван Лам, Булгаков Б.И., Александрова О.В., Ларсен О.А. Влияние органоминеральных добавок на физико-механические свойства и коррозионную стойкость цементно-песчаных растворов // *Строительство: наука и образование*. 2020. Т. 10. Вып. 1(35). С. 1-23.
19. Saida Boualleg. The Study of Slag Cement's Microstructural Properties// *Annales de Chimie - Science des Matériaux- International Information and Engineering Technology Association (IIETA)*, 2021, V. 45, No. 2, pp. 121-133. DOI: <https://doi.org/10.18280/acsm.450204>
20. Gubaidullina A.M., et. al. Investigation of hydration and hardening processes of portland cement by thermal analysis methods. *Vestnik Kazanskogo Tekhnologicheskogo Universiteta*, 2012, V. 15, Issue 1, pp. 15–18.
21. Miguel A.G. Aranda, Ángeles G. De la Torre, Laura León-Reina. Rietveld Quantitative Phase Analysis of OPC Clinkers, Cements and Hydration Products// *Journal of Reviews in Mineralogy and Geochemistry*, 2012, V. 74, No. 1, pp. 169–209. <https://doi.org/10.2138/rmg.2012.74.5>
22. Vladimirovich, V. V. Self-compacting fine-grained concretes with modifiers based on thermally activated clay and carbonate rocks (Doctoral dissertation). *National Research Mordovia State University named after N.P. Ogarev*. 2023. pp. 127–140.
23. Akmalaiuly K., et. al. The effect of mechanical activation of fly ash on cement-based materials hydration and hardened state properties// *Materials*, 2023, V. 16, No. 2959, pp. 1-22. <https://doi.org/10.3390/ma16082959>
24. Sideris K., Justnes H., Soutsos M., and Sui T. Fly Ash. In *Properties of Fresh and Hardened Concrete Containing Supplementary Cementitious Materials// State-of-the-Art Report of the RILEM Technical Committee 238-SCM, Working Group 4; De Belie N., Soutsos M., Gruyaert E., Eds.; Springer*

26. Dikmen S., Dikmen Z., Yılmaz G., Firat S. Mechanical Activation of Fly Ash: Physical, Mineralogical and Morphological Characterization of Ground Fly Ashes// Eskişehir technical university journal of science and technology a- applied sciences and engineering, 2019, V. 20, pp. 66–76. <https://doi.org/10.18038/estubtda.637927>

International Publishing: Cham, Switzerland, 2018., pp. 55–98, ISBN 978-3-319-70606-1.

25. Hsu S., Chi M., Huang R. Effect of Fineness and Replacement Ratio of Ground Fly Ash on Properties of Blended Cement Mortar// Construction and Building Materials, 2018, V. 176, pp. 250–258. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.05.060>

26. Dikmen S., Dikmen Z., Yılmaz G., Firat S. Mechanical Activation of Fly Ash: Physical, Mineralogical and Morphological Characterization of Ground Fly Ashes// Eskişehir technical university journal of science and technology applied sciences and engineering, 2019, V. 20, pp. 66–76. <https://doi.org/10.18038/estubtda.637927>

Фарах Алаа Абдуламир Альваши — аспирант кафедры «Строительное материаловедение» ФГБОУ ВО Национальный исследовательский Московский государственный строительный университет (НИУ МГСУ). *E-mail:* alwashfarah@gmail.com

Иноземцев Александр Сергеевич — доктор технических наук, доцент, доцент кафедры «Строительное материаловедение» ФГБОУ ВО Национальный исследовательский Московский государственный строительный университет (НИУ МГСУ). *E-mail:* InozemcevAS@mgsu.ru

Булгаков Борис Игоревич — кандидат технических наук, доцент, доцент кафедры «Строительное материаловедение» ФГБОУ ВО Национальный исследовательский Московский государственный строительный университет (НИУ МГСУ). *E-mail:* BulgakovBI@mgsu.ru

Ляпидевская Ольга Борисовна — кандидат технических наук, доцент, доцент кафедры «Строительное материаловедение» ФГБОУ ВО Национальный исследовательский Московский государственный строительный университет (НИУ МГСУ). *E-mail:* LyapidevskayaOB@mgsu.ru

Вклад авторов: все авторы сделали эквивалентный вклад в подготовку публикации. Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

Farah Alaa Abdulameer Alwash — Postgraduate student; National Research Moscow State University of Civil Engineering (MGSU); *E-mail:* alwashfarah@gmail.com (author for communication)

Inozemtcev Aleksandr Sergeevich — Doctor of Technical Sciences, Associate Professor, Associate Professor of the Department of Building Materials Science, National Research Moscow State University of Civil Engineering (MGSU). *E-mail:* InozemcevAS@mgsu.ru

Bulgakov Boris Igorevich — Candidate of Technical Sciences, Associate Professor, Associate Professor of the Department of Building Materials Science, National Research Moscow State University of Civil Engineering (MGSU). *E-mail:* BulgakovBI@mgsu.ru

Lyapidevskaya Olga Borisovna — Candidate of Technical Sciences, Associate Professor, Associate Professor of the Department of Building Materials Science, National Research Moscow State University of Civil Engineering (MGSU). *E-mail:* LyapidevskayaOB@mgsu.ru

Author Contributions: All authors contributed equally to the publication. The authors declare that there is no conflict of interest.