中国科学: 技术科学 2026 年 第 56 卷 第 6 期: 1599 ~ 1613
SCIENTIA SINICA Technologica techcn.scichina.com
《中国科学》杂志社 SCIENCE CHINA PRESS
论 文

水泥基材料微观力学徐变性能的测试方法与比较

魏亚[1*], 郭为强[1], 梁思明[2]

1. 清华大学土木工程系, 土木工程安全与耐久教育部重点实验室, 北京 100084
2. 中山大学土木工程学院, 广州 519082
* E-mail: yawei@tsinghua.edu.cn

收稿日期: 2025-11-11; 接受日期: 2026-01-06; 网络版发表日期: 2026-03-17
国家自然科学基金重点项目(批准号: 52438008)资助

摘要 水泥基材料微观徐变性能的准确表征是构建跨尺度预测模型的关键. 针对目前主流的纳米压痕方法存在应力集中、无法直接获得强度等局限, 本文新提出一种基于微柱压缩试验的测试方法, 可实现在均匀压缩应力条件下测试水泥基材料的弹性模量、徐变度、抗压强度. 本文详细介绍了纳米压痕和微柱试验的测试原理、加载制度以及分析方法, 并讨论了采用两种方法所得结果的差异. 结果表明, 实测微观徐变性能明显受到测试方法的影响, 微柱试验获得的徐变度函数在0.15~0.70的应力-抗压强度比范围内呈线性徐变特点, 并符合幂函数演变, 因此适用于表征短期徐变行为及参数; 纳米压痕试验获得的接触徐变函数则符合对数函数发展, 适用于表征长期徐变模量. 此外, 基于C-S-H微柱试验分析了样品的尺寸效应: 抗压强度随微柱尺寸减小而显著增大, 而弹性模量的尺寸效应并不明显. 微柱压缩方法为水泥基材料微观力学性能测试提供了新手段, 并与纳米压痕方法形成互补.

关键词 微柱压缩试验, 水化硅酸钙(C-S-H), 纳米压痕, 徐变, 微观抗压强度, 尺寸效应

1 引言

混凝土作为世界范围内应用最广泛的工程材料, 其长期性能对结构安全和耐久性具有重要意义. 徐变是混凝土最重要的时变力学行为之一. 大量研究表明混凝土徐变的根源在于其主要水化产物, 即水化硅酸钙(calcium-silicate-hydrate, C-S-H)凝胶的黏弹性. 研究C-S-H的微观徐变特征, 并建立由微观到宏观的跨尺度预测模型, 是混凝土材料科学的重要前沿问题.

目前, 纳米和微米压痕测试是研究硬化水泥浆体和C-S-H凝胶微观徐变的主要手段(图1). 该技术可在短时间内获取单一物相或复合物相的接触徐变模量, 并通过多尺度计算理论预测混凝土的长期徐变模量. 多尺度计算方法主要包括数值方法(如有限元建模、离散元建模、快速傅里叶变换等)和解析方法(如Mori-Tanaka法、自洽法等). 同时, 物相之间的界面效应[1], 特别是骨料界面过渡区(ITZ)的影响, 也需在多尺度模型中考虑.

混凝土的宏观徐变可分为短期和长期两个阶段, 典型测试曲线如图2所示. 在持载初期, 混凝土经历短期徐变, 此阶段的徐变曲线遵循幂函数发展; 随后进入长期徐变阶段. 在对数时间坐标系中, 长期徐变呈现直

引用格式: 魏亚, 郭为强, 梁思明. 水泥基材料微观力学徐变性能的测试方法与比较. 中国科学: 技术科学, 2026, 56: 1599–1613
Wei Y, Guo W Q, Liang S M. Micro-scale testing methods and comparative analysis of mechanical and creep properties in cement-based materials (in Chinese). Sci Sin Tech, 2026, 56: 1599–1613, doi: 10.1360/SST-2025-0335

© 2026 《中国科学》杂志社

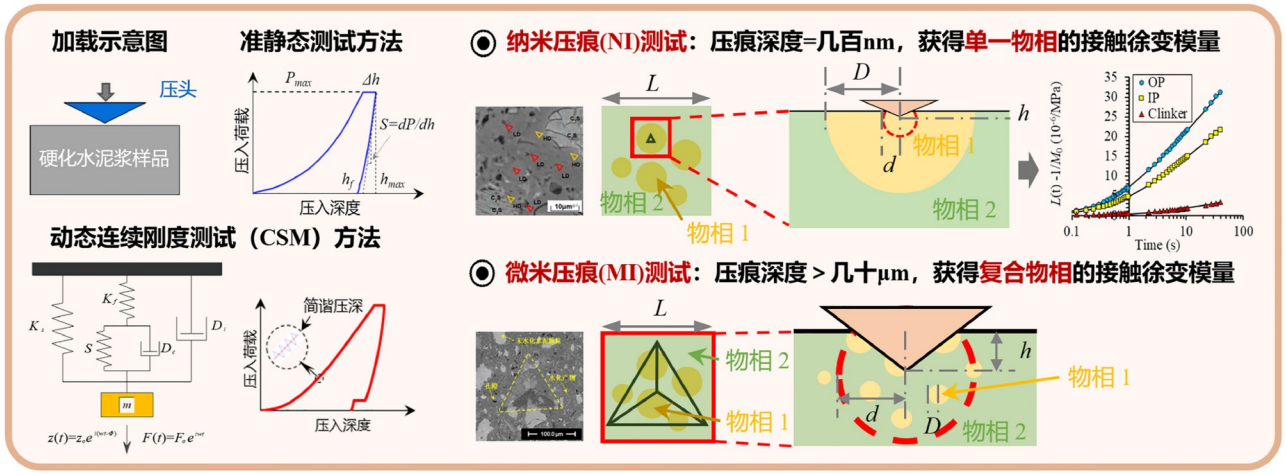


图 1 (网络版彩图)压痕试验方法用于水泥基材料微观徐变性能研究

Figure 1 (Color online) Indentation methods for investigating the microscale creep properties of cement-based materials.

线发展, 直线的斜率即长期徐变模量. 特征时间(τ)则反映从短期徐变过渡到长期徐变的快慢. 研究表明, 基于压痕试验能够有效预测混凝土的长期徐变模量[2,3]. 值得注意的是, 通过宏观混凝土单轴试验, 达到对数型徐变阶段所需的特征时间至少为几天; 而通过压痕试验, 测试时间仅需几秒即可达到该阶段.

尽管压痕测试方法能够快速表征长期徐变模量, 但也存在一定局限. 其一, 是压头下方产生应力集中, 在这一测试条件下虽然能短时间获得长期徐变模量, 但是不能获得短期徐变特征. Vandamme[4]认为, 压痕徐变测试中观测到的C-S-H对数型徐变可由纳米级颗粒自由体积动力学解释, 涉及极限堆积密度下的滑移与重排列. 其二, 压痕测试不能获得被测材料的极限强度、施加的应力场不均匀, 因此, 获得的徐变模量无法与强度、应力水平参数建立直接联系.

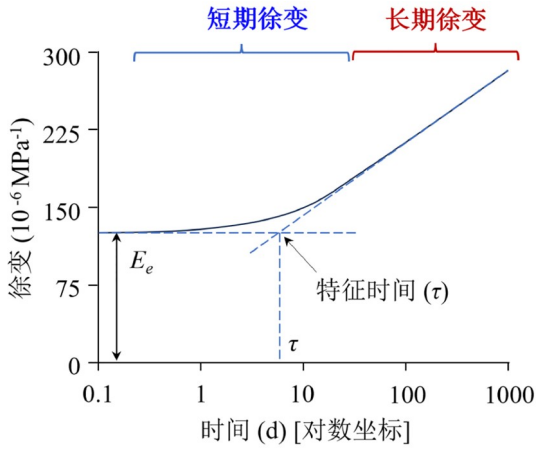


图 2 (网络版彩图)混凝土宏观压缩徐变试验的典型测试结果

Figure 2 (Color online) Typical results of a macroscopic compressive creep test for concrete.

为了探索水泥浆在微观尺度上的短期徐变行为, 近年来有学者提出了基于微悬臂梁的徐变测试方法. 微梁的制作主要包括聚焦离子束(FIB)刻蚀[5]和微切割[6]两种不同技术, 这两种技术适用于不同尺寸的样品. FIB刻蚀技术可以制作小至1 μm以下尺寸的样品, 但其成本要高于微切割技术; 微切割技术更适用于制作亚毫米级尺寸的样品. Gan等人[6]采用微切割技术制作了硬化水泥浆的微悬臂梁样品(梁长1.65 mm), 测试了在等效弯拉应力为10~30 MPa条件下硬化水泥浆体的徐变度, 持载时长设定为900 s. 结果表明, 微梁徐变度曲线符合幂函数发展规律. 因此, 基于微梁的徐变测试方法在一定程度上弥补了压痕测试不能表征短期徐变的不足.

上述研究表明, 微观试验施加的应力和边界条件对测试结果有直接影响: 压痕测试施加三轴约束应力条件, 等效应力高达1 GPa的量级; 微梁测试则施加弯拉应力, 等效应力为几十MPa[6]. 为更进一步研究施加的应力条件对水泥基材料微观徐变行为的影响, 本文提出基于C-S-H微柱压缩徐变测试的新方法. 该方法通过施加均匀压缩应力(可从几十MPa至1 GPa以上), 既能直接测定样品的弹性模量和抗压强度, 又能够在期望的应力-抗压强度比条件下测得徐变度. 采用该方

法有望克服纳米压痕方法在测量短期徐变方面的局限性.

纳米压痕与微柱试验虽然代表两种不同的微观力学测试范式, 但都基于外力作用下材料的变形来推算其弹性和徐变性能, 可为水泥基材料的多尺度分析提供关键输入. 本文面向C-S-H凝胶的时变力学表征需求, 阐明纳米压痕徐变与微柱压缩徐变的测试与分析流程, 结合加载制度设计与分析方法获取徐变参数. 通过两类试验结果的对比, 揭示不同测试方法对C-S-H徐变表征差异的来源与影响机制.

2 纳米压痕徐变测试

2.1 测试原理

纳米压痕徐变试验将被测试样视为半无限空间体, 通过分析持载阶段的压入深度变化以表征材料的徐变行为. 如图3所示, 压头的影响区域为半球体区域, 其半径约为4倍的最大压入深度($4h_{max}$)[7]. 该影响区域以外的材料起到约束作用, 使得在半球体影响区域以内的材料处于复杂三轴受力状态.

2.2 压痕测试加载制度

纳米压痕徐变性能测试采用“加载-持载-卸载”的准静态加载模式[2,7,8], 如图4(a)所示. 在加载阶段, 压头荷载以恒定速率增至最大试验荷载. 进入持载阶段后, 压头荷载维持于最大值, 此时由于材料的徐变, 压入深度随时间逐渐增加. 最后进行卸载. 上述过程得到的压入荷载-压入深度曲线如图4(b)所示.

纳米压痕试验通常假设被测试样为均质材料且表面光滑、平整. 然而, 水泥基材料的实际组成具有多相复合特征, 因此, 尽管被测试样经过研磨与抛光处理, 其表面仍具有一定的粗糙性. 表面粗糙度过大时, 会违背纳米压痕试验的基本假设条件, 引入测试误差. 已有研究[9,10]针对试样表面粗糙度在纳米压痕测试中的影响进行了探讨. 总体而言, 当纳米压痕试验的最大接触深度与试样表面粗糙度的比值介于1.7~2.8[9,10], 表面粗糙度对测试结果的影响较有限.

本研究采用的纳米压痕徐变试验的加载制度: 被测物相为C-S-H, 加载时间为10 s, 持载时间为180 s, 最大压入荷载2 mN, 卸载时间为10 s. 试验中最大压入荷载为2 mN, 实测压痕深度一般在200~300 nm. 由于

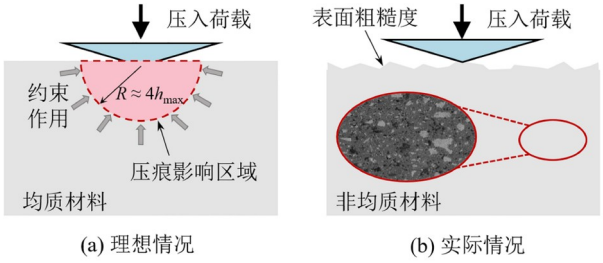


图 3　(网络版彩图)纳米压痕测试示意图

Figure 3　(Color online) Schematic of nanoindentation test.

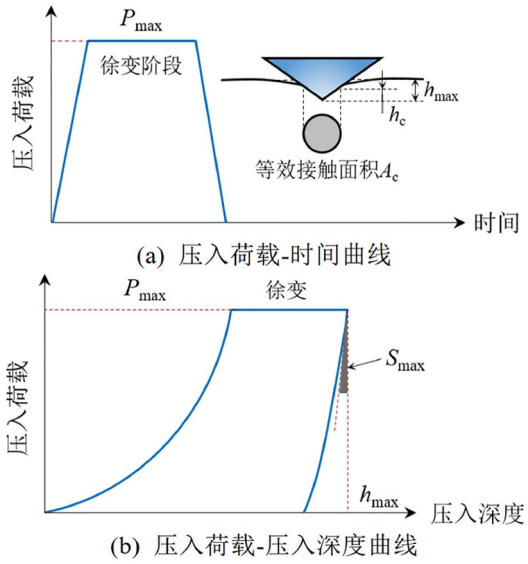


图 4　(网络版彩图)纳米压痕徐变试验加载制度

Figure 4　(Color online) Loading protocol for nanoindentation creep test.

C-S-H相的特征尺寸最小为3 μm[7], 因此, 该特征尺寸至少是最大压深的10倍, 即C-S-H相的特征尺寸>$10h_{max}$>受压痕影响半球体的直径. 满足上述关系, 可确保纳米压痕测试反映的是单一物相(LD C-S-H、HD C-S-H等)的力学和徐变性能.

2.3 压痕测试分析方法

2.3.1 弹性模量与压痕硬度

将纳米压痕试验视为压头与弹性半空间体的接触问题, 根据Oliver-Pharr方法[11], 得到被测材料的压痕模量计算式如下:

$$M = \frac{\sqrt{\pi}}{2\beta}\frac{S_{max}}{\sqrt{A_c}}, \tag{1}$$

式中, M为被测材料的压痕模量; β为与压头形状有关的修正系数, 锥形压头的β=1.034; S_{max}为卸载阶段的接触刚度; A_c为压头与被测试样的接触面的投影面积, A_c=24.49h_c^2, 其中, h_c为压头的接触深度.

如图4(a)所示, 压头的接触深度与最大压入深度之间满足如下的关系:

$$h_c = h_{max} - \varepsilon\frac{P_{max}}{S_{max}}, \tag{2}$$

式中, P_{max}和h_{max}分别为压痕试验中的最大压入荷载和最大压入深度; ε为与压头形状相关的修正参数, 锥形压头取ε=0.72.

综合式(1)和(2)确定被测材料的压痕模量后, 被测材料的弹性模量可由下式计算得到[11]:

$$\frac{1}{M} = \frac{1-\nu^2}{E} + \frac{1-\nu_i^2}{E_i}. \tag{3}$$

式中, E和E_i分别为被测材料和压头的弹性模量; ν和ν_i分别为被测材料和压头的泊松比; 对于金刚石压头, E_i=1141 GPa, ν_i=0.07.

被测材料的压痕硬度定义为压头下方单位接触面承受的平均压应力, 具体可按下式计算:

$$H = P_{max}/A_c. \tag{4}$$

2.3.2 接触徐变函数

微观徐变性能可以采用接触徐变函数来表征, 其与混凝土宏观徐变度函数的物理含义类似, 表示微观尺度上由单位应力产生的徐变应变. Vandamme等人[12]基于以下3个假设: (1) 被测材料的泊松比不随时间发生变化; (2) 被测材料的塑性变形主要发生在加载阶段, 徐变阶段的塑性变形可忽略不计; (3) 材料的徐变应变与外部应力成正比, 推导得到被测材料的接触徐变函数对时间的一阶导数如下:

$$\dot{L}(t) = 2a(t)\dot{h}(t)/P_{max}, \tag{5}$$

式中, $\dot{L}(t)$为被测材料的接触徐变函数对时间的一阶导数; $a(t)$为保载阶段t时刻的接触面积等效半径; $\dot{h}(t)$为压入深度对时间的一阶导数.

当徐变阶段的压入深度随时间增长变化不明显时, 可假设$a(t)$为常数, 通过对式(5)积分得到被测材料的接触徐变函数表达如下式[12]:

$$L(t) - L(0) = 2a_c\Delta h(t)/P_{max}, \tag{6}$$

式中, a_c为保载阶段结束时刻的接触面积等效半径, $a_c = \sqrt{A_c/\pi}$; $\Delta h(t)$为徐变阶段的压入深度增量.

通过压痕测试法获得的接触徐变函数$L(t)$–$L(0)$通常符合对数函数[1,2,4], 即可采用式(7)拟合确定接触徐变模量:

$$L(t) - L(0) = \frac{1}{C}\ln\left(1+\frac{t}{\tau}\right). \tag{7}$$

式中, C为接触徐变模量; τ为特征时间.

3 微柱徐变测试

3.1 测试原理

本研究采用FIB刻蚀技术制作C-S-H微柱, 再使用平压头施加荷载, 形成轴向压缩测试条件. 由于FIB刻蚀角度的原因, 实际成型的微柱并不是理想的圆柱体, 而是圆台(锥角大约为3°). 另外, 由于水泥基材料相对较“软”(FIB刻蚀多用于金属材料制样), 故提前在水泥浆表面喷涂一层钨帽, 以保护微柱顶面不被高速离子溅射造成损伤.

图5为微柱测试示意图, 可见微柱尺寸参数包括顶面直径D_{top}、底面直径D_{bottom}、高度H_0、锥角θ.

本研究中, 全部微柱的D_{top}:H_0设计为1:2, 锥角θ均视为3°. 根据尺寸的不同, 微柱分为2组: (1) 第1组为顶面直径D_{top}=0.5 μm, 高度H_0=1 μm; (2) 第2组为顶面直径D_{top}=5 μm, 高度H_0=10 μm.

确定第一组尺寸的原因如下: 根据有限元计算, 微柱受压后, 基层受影响区域为椭球体区域, 基层受影响

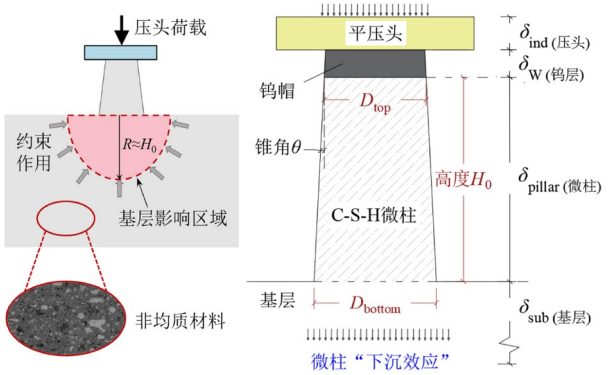


图 5 (网络版彩图)微柱压缩测试示意图

Figure 5 (Color online) Schematic of micropillar compression test.

深度≈H_0. 因此, 在压头力作用下, D_{top}=0.5 μm、H_0=1 μm微柱的力学响应范围约为2 μm(2H_0), 这与纳米压痕压入荷载设定为2 mN时的力学响应范围(为半球体区域, 直径≈8h_{max}≈2 μm)相当. 此时, 微柱和纳米压痕试验的被测物具有相近的力学响应体积, 并且被测区域都有非常大概率为单一物相(LD或HD C-S-H). 因此, 第1组微柱的测试结果可与纳米压痕测试结果直接进行比较.

第2组微柱的高度和直径是第一组微柱的10倍. 第2组微柱的尺寸更大, 可能存在LD和HD C-S-H的混合相, 及C-S-H和CH纳米晶体的混合相, 主要反映复合相的力学响应. 由于第2组微柱的主要物相也是C-S-H, 故将所有微柱都称为C-S-H微柱.

还需要说明, 微柱在受压后, 其下部的基层也将产生变形, 称为"下沉效应". 因此, 测试系统记录的压头位移实际上是"体系变形", 包括压头变形(δ_{ind})、钨层变形(δ_W)、微柱变形(δ_{pillar})、基层变形(δ_{sub})四个部分. 其中, 压头和钨层变形很小, 因此要从总变形中分离出微柱的真实轴向变形, 关键是准确量化"下沉效应". 在第3.4节将介绍具体分析过程.

3.2　微柱样品制备

本试验使用普通硅酸盐水泥制备硬化水泥浆体, 水灰比为0.3. 在刻蚀微柱前需要对样品进行切割、打磨并精细抛光, 对样品表面粗糙度要求与常规纳米压痕样品的粗糙度要求一致. 使用背散射电子显微镜(BSE)检查其表面粗糙度, 符合要求的样品用于FIB刻蚀. 由于水泥浆导电性较差, 样品表面需喷碳处理, 确保通过BSE清楚地观察其微观结构. 在BSE图像中, 未水化熟料为最亮的颗粒, CH为白灰色区域, 富含C-S-H凝胶的区域为浅灰或深灰色. HD C-S-H具有致密微观结构和微小孔隙; 相比之下, LD C-S-H呈现较不均匀的形态, 并且可见一些孔隙. 但是, 仅通过BSE图像并不能严格区分两种密度的C-S-H相, 因此在纳米压痕研究中常采用点阵测试并使用高斯拟合进行去卷积. 但是, 点阵测试法并不适用于微柱研究, 原因是微柱的制备复杂性和成本较高, 样品的数量相对有限. 因此, 在后文中不判定微柱样品属于HD还是LD C-S-H, 而是综合每个微柱的弹性模量、徐变、抗压强度进行数据分析.

样品制备过程如下: 选择富含C-S-H凝胶区域, 采用环形刻蚀模式制作微柱. 该模式通过逐步地降低FIB电流, 可尽量减少电流对微柱表层的溅射损伤. 以制作1个顶面直径D_{top}为5 μm的微柱为例: 首先, 选择拟制样位置, 在该处喷一层钨. 然后, 采用四道环切工序, 依次使用7、4、1、0.4 nA的FIB电流, 刻蚀出内径为9、6、5.6、5 μm的沟槽, 电压保持为30 keV不变, 刻蚀深度保持为10 μm不变. 本研究中, FIB设备使用Xe离子作为离子源, 制作一个精细的微柱样品需耗时1~2 h.

本研究共制作了15个D_{top}=0.5 μm微柱(第1组)和22个D_{top}=5 μm微柱(第2组). 如前所示, 可将第1组微柱的测试结果与纳米压痕的测试结果直接对比(力学影响区域相当). 第2组微柱样品进一步用于尺寸效应的分析.

图6为1个典型的D_{top}=5 μm微柱样品刻蚀过程.

3.3　微柱测试加载制度

设计微柱测试加载制度的难点, 在于微柱的抗压强度具有较大的离散性和不可预见性, 这使得在徐变测试中不能采用一个统一的应力-抗压强度比. 为此, 设计逐级加载的测试制度, 确保大多数样品在期望的应力-抗压强度比区间(0.3~0.7)内获得徐变数据. 设计思路为: 首先, 在较小荷载区间进行多级测试, 获得微柱的弹性模量和徐变度; 然后, 施加较大的荷载直至样品破坏, 获得抗压强度. 根据已有研究, 反复加载并不

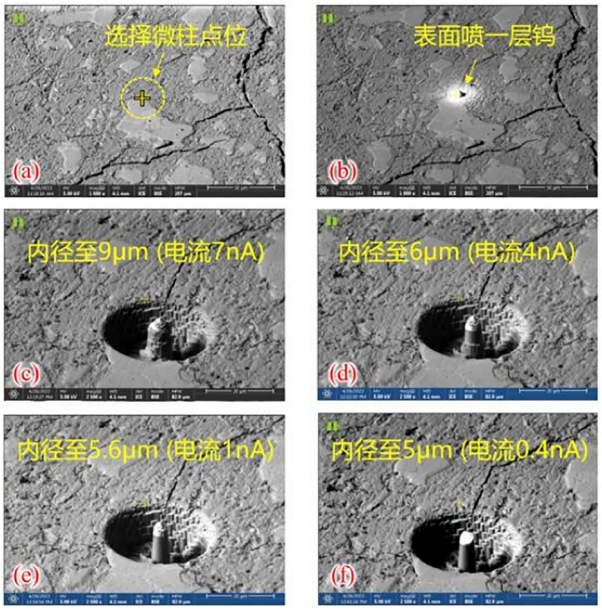


图 6　(网络版彩图) D_{top}=5 μm微柱刻蚀过程(BSE图)

Figure 6　(Color online) Fabrication of a micropillar with D_{top}=5 μm (BSE images).

会削弱微型的硬化水泥浆样品的力学性能[13,14]. 例如, Gan等人[14]对硬化水泥浆制成的微梁进行了准静态和疲劳试验, 发现微梁在0.5~0.7的应力-抗压强度比区间经过1000次加载后, 并没有发生有明显损伤, 比如微开裂.

为了设计C-S-H微柱徐变测试的荷载大小, 需了解微柱极限破坏荷载的大致范围. 为此, 先对6个D_{top}=5 μm的微柱进行了单调加载至破坏的强度试验, 加载速率为0.2 mN/s. 样品编号为S1~S6(D-5μm), 实测破坏载荷为5.03~7.53 mN. 对5个D_{top}=0.5 μm的微柱进行了加载速率为5 μN/s的强度试验, 样品编号为S1~S5(D-0.5μm), 破坏载荷为0.15~0.23 mN.

针对D_{top}=5 μm的C-S-H微柱, 设计了3种不同的测试制度, 如图7(a)~(c)所示.

在测试制度-1中, 施加的压头荷载呈指数增长: 0.25、0.5、1、2、4、8 mN…, 依此类推. 在测试制度-2中, 施加的压头荷载呈线性增长: 1、2、3 mN…, 依此类推. 每一级测试都包括10 s加载、180 s持载、10 s卸载三个阶段. 随荷载不断提高, 样品最终在某一级加载过程中发生破坏. 实测表明绝大多数D_{top}=5 μm微柱的破坏荷载为4~8 mN, 这与S1~S6(D-5μm)微柱的强度测试结果(5.03~7.53 mN)接近.

测试制度-3与测试制度-1的主要区别在于, 测试制度-3的第一次持载时间仅为5 s, 随即卸载. 第一次持载的目的是测定微柱的(卸载段)弹性模量.

针对D_{top}=0.5 μm微柱, 设计测试制度-4(图7(d)): 压头荷载依次为0.06、0.09、0.15、0.3 mN. 其中, 第一次施加荷载为0.06 mN, 持载时间仅为5 s, 用于测定(卸载段的)弹性模量. 最后一次施加荷载为0.3 mN, 用于测定抗压强度. 实测表明: 大多数D_{top}=0.5 μm的C-S-H微柱的破坏荷载在0.15~0.3 mN.

全部C-S-H微柱样品的编号、采用的测试制度及研究的性能如表1所示.

3.4 微柱测试分析方法

3.4.1 基于荷载-位移曲线计算微柱应力-应变关系

本节介绍如何基于实测的压头荷载-位移曲线来准确计算微柱应力-应变关系, 这是准确分析微柱的弹性模量和徐变度的基础.

(1) 解析法

如图5所示, 测试系统记录的压头位移可分解为4个部分: 压头变形δ_{ind}、钨层变形δ_{W}、微柱变形δ_{pillar}和基层变形δ_{sub}. 由于钨的弹性模量高达410 GPa, 因此可忽略其变形, 以简化后续推导步骤.

关于微柱基层变形的解析, Sneddon[15]设想一个刚性圆柱体(微柱)压入弹性的半空间体(基层), 推导了基层变形的解析式如下:

$$\delta_{sub} = C_{Sneddon_sub}F, \tag{8}$$

$$C_{Sneddon_sub} = \frac{\left(1-\nu_{sub}^2\right)\sqrt{\pi}}{2E_{sub}\sqrt{A_{bottom}}} = \frac{\left(1-\nu_{sub}^2\right)}{E_{sub}D_{bottom}}, \tag{9}$$

式中, $C_{Sneddon_sub}$为基层变形的柔度; F为微柱承受的外力; A_{bottom}为微柱与基层之间接触的面积; E_{sub}和ν_{sub}为基层的杨氏模量和泊松比.

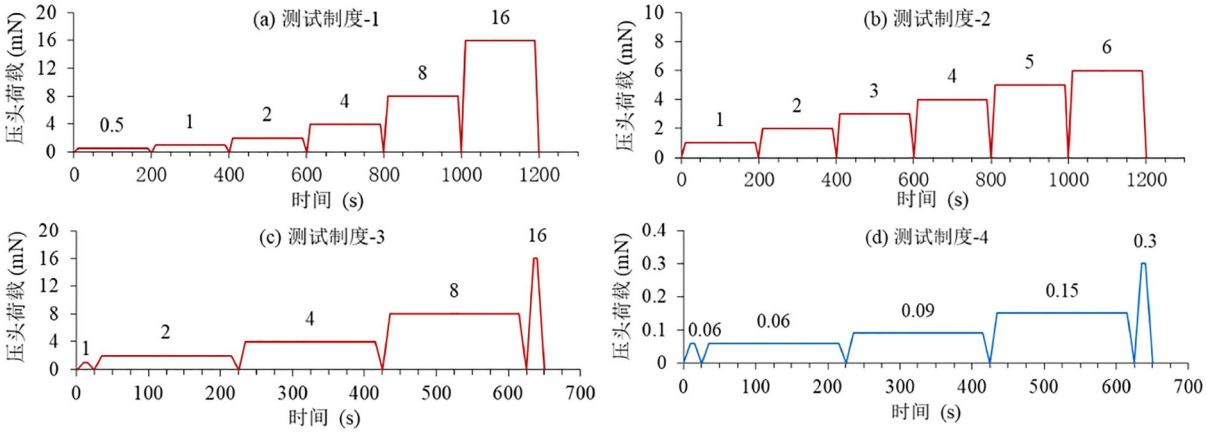


图 7 (网络版彩图) C-S-H微柱徐变试验加载制度

Figure 7 (Color online) Loading protocols for C-S-H micropillar creep tests.

表 1　两种尺寸C-S-H微柱的编号、采用的测试制度及研究的性能

Table 1　IDs, testing protocols, and investigated properties of C-S-H micropillars with two sizes

微柱编号	微柱尺寸	微柱数量	采用的测试制度	研究的性能
S1~S6 (D-5μm)	直径D_{top}=5 μm 高度H_0=10 μm	22	以0.2 mN/s的速度加载直至微柱破坏	抗压强度
C1~C5 (D-5μm)			测试制度-1(图7(a))	徐变性能、抗压强度
C6~C10 (D-5μm)			测试制度-2(图7(b))	徐变性能、抗压强度
C11~C16 (D-5μm)			测试制度-3(图7(c))	弹性模量、徐变性能、抗压强度
S1~S5 (D-0.5μm)	直径D_{top}=0.5 μm 高度H_0=1 μm	15	以5 μN/s的速度加载 直至微柱破坏	抗压强度
C1~C10 (D-0.5μm)			测试制度-4(图7(d))	弹性模量、徐变性能、抗压强度

类似地, 压头变形δ_{ind}也通过Sneddon公式计算:

$$\delta_{ind}=C_{Sneddon_ind}F, \tag{10}$$

$$C_{Sneddon_ind}=\frac{\left(1-\nu_{ind}^2\right)\sqrt{\pi}}{2E_{ind}\sqrt{A_{top}}}=\frac{\left(1-\nu_{ind}^2\right)}{E_{ind}D_{top}}, \tag{11}$$

式中, $C_{Sneddon_ind}$为压头变形的柔度; F为压头施加的外力; A_{top}为压头与微柱接触的面积, 也就是微柱顶面的面积; E_{ind}和ν_{ind}为压头的杨氏模量和泊松比.

微柱自身变形包括弹性和徐变部分, 计算式为

$$\delta_{pillar}=J_{pillar}FH_0/A_p, \tag{12}$$

式中, J_{pillar}=1/E_{pillar}+$C_{pillar}(t)$为单位应力引起的柔量; $C_{pillar}(t)$为微柱的徐变度函数; A_p=(π$D_{top}D_{bottom}$)/4为微柱横截面的近似面积, 考虑了锥角引起的横截面面积变化和不均匀分布应力场. 通过该近似面积计算代表性的平均应力, 有利于推导出更简洁的解析式(13).

至此, 推导了各个变形分量的解析式, 可以量化微柱自身变形占总变形的比值, 即, 定义系数$\Psi(t)$=δ_{pillar}/δ_{total}. 但是注意到Sneddon公式是分析弹性体的力学响应, 因此, 式(8)和(9)严格适用于纯弹性材料. 但当仅考虑微柱和基层的弹性变形及两者的比值, 式(12)中的J_{pillar}简化为1/E_{pillar}, 因此$\Psi(t)$计算式为

$$\begin{aligned}\Psi(t)&=\delta_{pillar}/\delta_{total}\\&=\frac{FH_0}{FH_0+E_{pillar}A_pC_{Sneddon_sub}F+E_{pillar}A_pC_{Sneddon_ind}F}\\&=\frac{H_0}{H_0+E_{pillar}A_pC_{Sneddon_sub}+E_{pillar}A_pC_{Sneddon_ind}}\\&=\frac{1}{1+\frac{\pi D_{top}E_{pillar}}{4H_0E_{sub}}\left(1-\nu_{sub}^2\right)+\frac{\pi D_{bottom}E_{pillar}}{4H_0E_{ind}}\left(1-\nu_{ind}^2\right)}.\end{aligned} \tag{13}$$

在上式代入D_{top}=5 μm, D_{bottom}=6 μm, H_0=10 μm, E_{pillar}=E_{sub}=30 GPa, ν_{sub}=0.24, E_{ind}=1141 GPa, ν_{ind}=0.07, 可以计算得到$\Psi(t)$=72.35%; 如果代入D_{top}=0.5 μm, D_{bottom}=0.6 μm, H_0=1 μm, E_{pillar}=E_{sub}=30 GPa, ν_{sub}=0.24, E_{ind}=1141 GPa, ν_{ind}=0.07, 同样计算得$\Psi(t)$=72.35%.

由于C-S-H微柱具有黏弹性, 将式(13)用于持载阶段的微柱、基层变形占比的量化, 存在一定误差. 因此, 也可以采用有限元方法更加准确地分析C-S-H微柱的自身变形和下沉效应.

(2) 有限元方法

使用ABAQUS的力学分析模块完成微柱的压缩试验模拟. 为节省计算资源, 采用轴对称模型. 以D_{top}=5 μm, H_0=10 μm微柱为例, 它的有限元模型尺寸与网格划分如图8所示. 压头为弹性材料, 杨氏模量和泊松比分别取1141 GPa和0.07. 微柱与压头之间的摩擦系数为0.2, 对基层底部施加固定位移约束. 微柱和基层为黏弹性材料且具有相同的性质, 假设其徐变度函数C_{pillar}符合幂函数的形式(见3.4.4节, 式(18)), 材料的泊松比取0.24, 杨氏模量的取值为20、30、40 GPa, α的取值为5、10、15 MPa^{-1}, β的范围为0.4、0.5、0.6.

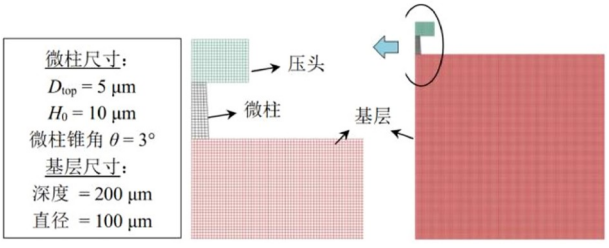


图 8　(网络版彩图)微柱的有限元模型尺寸与网格划分

Figure 8　(Color online) Dimensions and mesh of the finite element model.

以微柱和基层材料杨氏模量取30 GPa、泊松比取0.24、α取15 MPa^{-1}、β取0.6时的有限元计算为例, 图9为微柱在不同尺寸和锥角条件下的Von Mises应力等高线. 在不同微柱尺寸和锥角条件下, 微柱与基层连接处、与压头边界处的等效Von Mises应力稍大于微柱截面上的应力均值, 但应力集中程度不明显, 这表明微柱整体受力比较均匀.

图10对比了采用有限元方法得到的微柱、基层、压头变形各占总变形的百分比和采用解析法(式(13))计算的微柱变形占总变形的百分比. 可以看到:

(1) 有限元计算表明, 当微柱为黏弹性材料时, 微柱、基层、压头变形各占总变形的比例不再是常数, 而是会随着持载时间发生微小变化. 对于D_{top}=5 μm, θ=3°的C-S-H微柱, $\Psi(t)$的数值在180 s的持载阶段从70.57%变化至70.82%; 对于D_{top}=0.5 μm, θ=3°的微柱, $\Psi(t)$的数值在180 s的持载阶段从69.92%变化至70.17%.

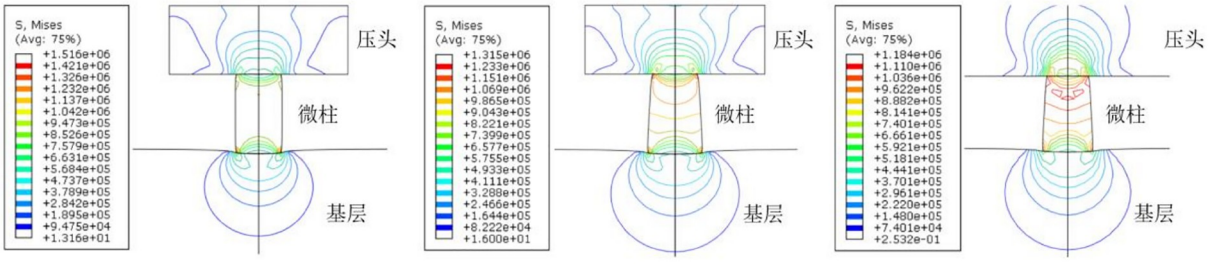
(2) 有限元计算表明, 尽管$\Psi(t)$不是一个定值, 但是随持载时间发生的波动却很小, 基本上维持在70%~71%. 相比之下, 基层变形约占总变形的29%, 而压头变形占总变形的比例始终小于1%.

(3) 尽管基于Sneddon公式推导的解析公式(式(13))严格来说只适用于微柱和基层均为弹性材料的情况, 但将其用于估算黏弹性微柱的$\Psi(t)$值时, 式(13)的误差仍然可以接受.

进一步, 在表2列举的微柱和基层的黏弹性参数范围内系统地计算和对比了有限元法和解析法得到的$\Psi(t)$值. 结论如下: 解析法略微低估了基层的下沉变形, 但是与有限元方法得到的结果相比, 最大偏差始终小于3%. 为了简化后续分析, 可以将总变形的70%直接视为发生在C-S-H微柱的变形.

3.4.2 微柱弹性模量

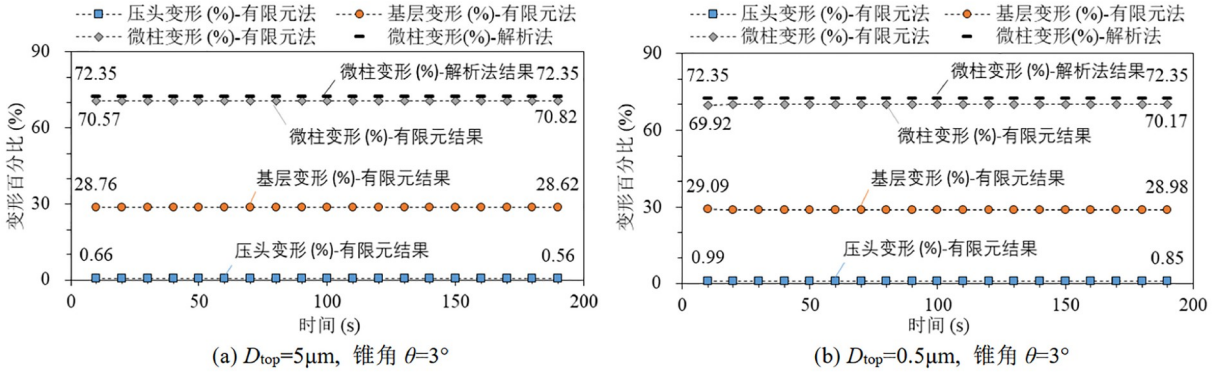
微柱的弹性模量(E)一般是根据应力-应变曲线的加载或卸载段进行计算. 有研究表明[16], 通过加载段曲线确定的弹性模量值明显偏低, 原因可能是加载初期压头与微柱顶部之间的接触不充分. 因此, 本研究



(a) D_{top}=5μm, 锥角 θ=0° (b) D_{top}=5μm, 锥角 θ=3° (c) D_{top}=0.5μm, 锥角 θ=3°

图 9 (网络版彩图)微柱在不同尺寸和锥角条件下的Von Mises应力等高线

Figure 9 (Color online) Von Mises stress contours of micropillars with different sizes and taper angles.



(a) D_{top}=5μm, 锥角 θ=3° (b) D_{top}=0.5μm, 锥角 θ=3°

图 10 (网络版彩图)微柱、基层、压头变形占总变形的百分比

Figure 10 (Color online) Percentage contributions of micropillar, substrate, and indenter deformations to the total deformation.

表 2　微柱试验测得的力学和徐变性能参数一览表

Table 2　Summary of mechanical and creep parameters obtained from micropillar tests

微柱编号	测试制度	弹性模量E (GPa)	采用幂函数(式(18))的拟合结果			采用对数函数(式(19))的拟合结果			抗压强度f_c (MPa)
			α (MPa^{-1})	β	R^2均值	C_p (GPa)	τ (s)	R^2均值	
C1-5μm	测试制度-1 (图7(a))	–	2.70	0.50	0.9979	80.48	15.52	0.4913	324
C2-5μm			11.51	0.37	0.9963	40.05	19.50	0.9181	239
C3-5μm			5.16	0.35	0.9805	90.11	10.24	0.6855	294
C4-5μm			2.14	0.50	0.9979	104.11	6.20	0.4974	315
C5-5μm			1.48	0.52	0.9998	187.40	3.33	0.5060	437
C6-5μm	测试制度-2 (图7(b))		5.54	0.53	0.9998	27.06	21.56	0.4232	273
C7-5μm			2.58	0.49	0.9993	119.90	5.85	0.4897	317
C8-5μm			2.95	0.43	0.9996	114.10	10.01	0.5690	384
C9-5μm			4.12	0.39	0.9986	179.10	3.07	0.8461	375
C10-5μm			3.62	0.39	0.9997	177.71	4.52	0.6462	456
C11-5μm	测试制度-3 (图7(c))	16.53	6.35	0.43	0.9965	65.40	9.38	0.5254	238
C12-5μm		24.95	3.17	0.46	0.9855	95.15	8.35	0.5432	265
C13-5μm		17.43	7.02	0.54	0.9984	69.60	7.40	0.5091	277
C14-5μm		25.65	2.51	0.40	0.9984	107.57	6.44	0.5091	302
C15-5μm		27.23	3.17	0.46	0.9984	158.40	3.66	0.5091	407
C16-5μm		25.45	3.02	0.44	0.9996	152.74	4.14	0.5510	396
C1-0.5μm	测试制度-4 (图7(d))	28.09	3.63	0.36	0.9882	182.53	4.74	0.6641	938
C2-0.5μm		15.96	3.35	0.49	0.9944	60.43	16.42	0.5992	936
C3-0.5μm		19.18	4.04	0.39	0.9884	146.78	4.22	0.7159	785
C4-0.5μm		30.65	2.02	0.40	0.9878	223.03	6.05	0.5522	722
C5-0.5μm		16.35	3.45	0.43	0.9866	122.35	5.34	0.7774	1135
C6-0.5μm		42.50	2.17	0.47	0.9954	335.55	2.04	0.5757	1336
C7-0.5μm		28.45	1.46	0.50	0.9944	157.80	11.74	0.5765	1000
C8-0.5μm		30.21	1.65	0.53	0.9980	214.45	4.98	0.5747	1277
C9-0.5μm		36.38	1.58	0.48	0.9990	234.58	2.99	0.5977	1307
C10-0.5μm		35.54	1.55	0.47	0.9977	247.58	2.55	0.5951	1156

的微柱弹性模量都是基于应力-应变曲线的卸载段来确定, 计算式如下:

$$E_{\text{pillar}}=\frac{\mathrm{d}\sigma_{\text{u}}}{\mathrm{d}\varepsilon_{\text{u}}}. \tag{14}$$

式中, σ_{u}为微柱轴向应力; ε_{u}为微柱轴向应变.

3.4.3　微柱抗压强度

微柱的抗压强度(f_c)采用式(15)计算. 由于微柱有大约3°的锥角, 受压时微柱上部承受更大应力、下部承受较小应力. 式(15)将微柱顶面视为破坏面:

$$f_c=\frac{4F_{\max}}{\pi D_{\text{top}}^2}. \tag{15}$$

式中, $F_{\max}$为微柱破坏时的压头力; D_{top}为顶面直径.

3.4.4　微柱徐变度函数

微柱的压缩徐变采用徐变度函数$C(t)$表征:

$$C(t)=\frac{\varepsilon_{\text{u}}(t)-\varepsilon_{\text{u}}(0)}{\sigma_{\text{u}}}. \tag{16}$$

式中, $\varepsilon_{\text{u}}(t)$为随时间变化的微柱的轴向应变; $\varepsilon_{\text{u}}(0)$为微柱在受荷后立即产生的轴向弹性应变. σ_{u}为式(17)计算

得到的微柱平均轴向应力:

$$\sigma_{\mathrm{u}}=\frac{2F}{\pi}\left(\frac{1}{D_{\mathrm{top}}^{2}}+\frac{1}{D_{\mathrm{bottom}}^{2}}\right). \tag{17}$$

基于大量实验结果，Bažant和Prasannan[17]提出采用幂指数-对数函数描述非老化混凝土和硬化水泥浆的徐变度函数. 该函数在短期趋向于幂函数演变, 在长期则趋向于对数函数演变，已被广泛用于混凝土宏观徐变结果的数学表达[18,19]，也常用于描述C-S-H凝胶的纳米/微米压痕徐变性能[20,21].

在本研究中，将同时使用幂指数函数和对数函数拟合微柱试验测得的徐变度函数$C(t)$. 若徐变度函数$C(t)$符合幂函数，反映该徐变行为是短期徐变；若$C(t)$符合对数函数, 反映该徐变行为是长期徐变.

幂指数函数的拟合式如下:

$$C(t)=\alpha\left(\frac{t}{t_1}\right)^{\beta}. \tag{18}$$

式中, t为持载时间; t_1为时间单位(1 s); 拟合参数α对应于持载1 s时的徐变度, β是拟合的幂指数.

对数函数的拟合式如下:

$$C(t)=\frac{1}{C_p}\ln\left(1+\frac{t}{\tau}\right). \tag{19}$$

式中, C_p为徐变模量; τ为特征时间.

4 试验结果

4.1 纳米压痕试验结果分析

本文采用原位纳米压痕测试方法. LD C-S-H、HD C-S-H和水泥颗粒相的有效压痕点数分别为86、46和20. 单一物相的测试结果不需进行分相处理，取其平均值作为该物相的测试结果.

原位纳米压入测试得到LD C-S-H、HD C-S-H和水泥颗粒的微观弹性模量和压痕硬度结果分别如图11(a)和(b)所示. LD C-S-H、HD C-S-H和水泥颗粒的微观弹性模量和压痕硬度依次增大，与文献中已有的微观弹模和压痕硬度试验结果的规律一致[22,23]. 虽然LD与HD C-S-H的基本组成物相相同, 但LD C-S-H的孔隙率大于HD C-S-H, 这是LD C-S-H弹性模量和硬度小于HD C-S-H的主要原因[24].

由于未水化水泥颗粒在纳米压入测试保载阶段的压入深度几乎没有变化，即其微观徐变性质可忽略不计. 因此仅讨论LD C-S-H和HD C-S-H的微观徐变性质，二者的接触徐变函数测试结果如图11(c)所示. 可以看到, LD C-S-H的接触徐变函数值大于HD C-S-H, 说明LD C-S-H的徐变现象更加显著. 采用式(7)对图11(c)的接触徐变函数测试结果进行拟合，可以得到LD C-S-H和HD C-S-H的徐变模量分别为(133.1±15.8)和(174.5±35.6) GPa，特征时间分别为(0.59±0.08)和(0.91±0.12) s，这说明LD C-S-H的长期徐变速率大于HD C-S-H，且LD C-S-H更早进入长期徐变发展阶段.

4.2 微柱试验结果分析

4.2.1 典型样品的结果分析

按照3种不同测试制度(见图7(a)~(c))对D_{top}=5 μm微柱进行了试验，下面将依次分析采用不同测试制度得到的典型结果.

采用“C1-5μm微柱”和“测试制度-1”测得的压头荷载-位移曲线, 及对应徐变度函数如图12(a)所示. “测试制度-1”中施加的压头荷载按指数增长, 即从0.5 mN增至1、2、4、8 mN…. 在第5次加载过程中, 该微柱未能达到预先设定的8 mN的荷载，破坏时荷载为6.35 mN，采用式(15)计算的抗压强度为324 MPa. 从图12(a)可见，第1次徐变试验(持载=0.5 mN)得到的徐变度明显高于后续几次徐变试验得到的徐变度，原因可能是第1次徐变试验施加的荷载较小，压头和微柱之间的接触尚不充分. 因此这种不准确的结果予以剔除.

采用“C6-5μm微柱”和“测试制度-2”测得的试验结果如图12(b)所示. “测试制度-2”中压头荷载按线性增长, 从1 mN至6 mN. 该微柱的破坏荷载为5.36 mN, 抗压强度为273 MPa. 通过前4次徐变试验(持载=1~4 mN)测得的徐变度呈现一致结果. 当持续荷载增至5 mN (应力-抗压强度比=0.93)，测得的徐变度显著增长，此时很可能发生了非线性徐变.

采用“C11-5μm微柱”和“测试制度-3”测得的试验结果如图12(c)所示. 第1次测试中施加的最大荷载为1 mN，持续时间为5 s，测得的卸载弹性模量为16.53 GPa. 随后，徐变测试的荷载从2 mN增至4 mN, 再增至8 mN. 该微柱的破坏荷载为4.67 mN, 抗压强度为238 MPa. 从图12(c)可见, 持载=4 mN时测得的徐变

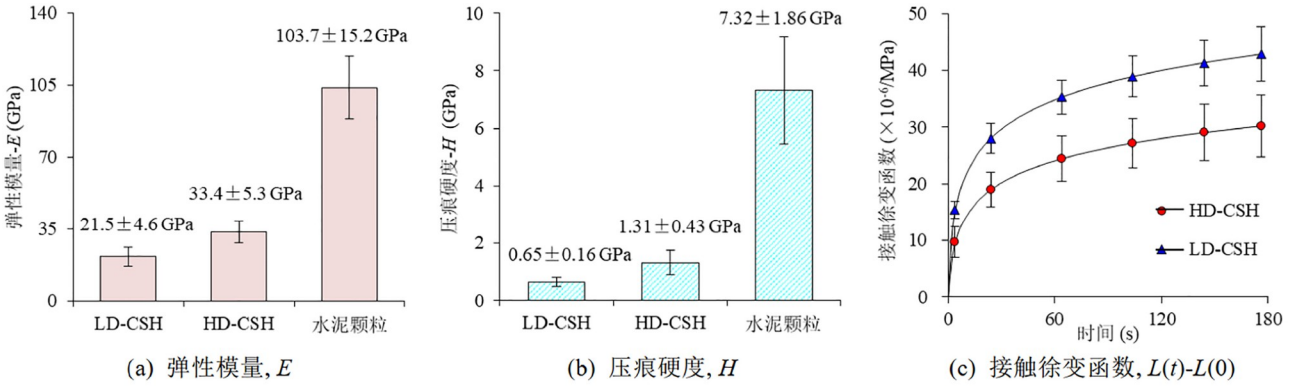


图 11　(网络版彩图)纳米压痕试验结果.

Figure 11　(Color online) Nanoindentation test results.

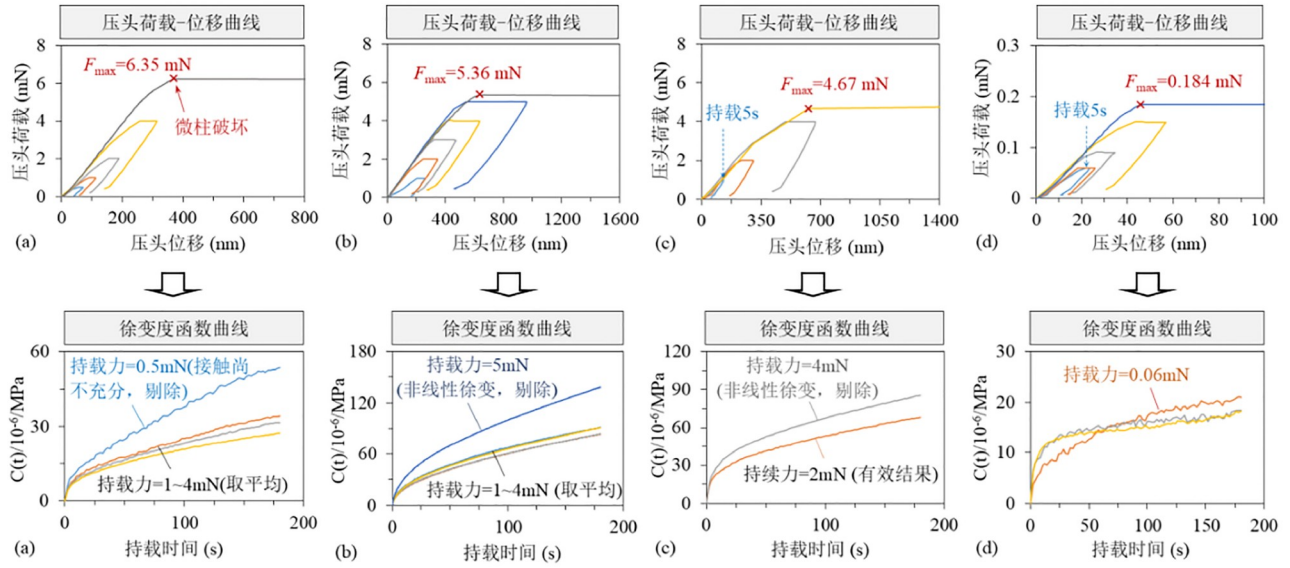


图 12　(网络版彩图)微柱试验测得的压头荷载-位移曲线以及徐变度函数结果

Figure 12　(Color online) Indenter load-displacement curves and specific creep functions obtained from micropillar tests.

度明显大于持载=2 mN时的结果. 这可以解释为当荷载提高至4 mN(应力-抗压强度比=0.86)时发生了非线性徐变. 因此, 只有在持续荷载为2 mN(应力-抗压强度比=0.43)时测得的徐变度可代表该微柱的线性徐变.

所有D_{top}=0.5μm微柱样品均采用图7(d)所示的"测试制度-4"进行试验. 其中, 典型样品C1-0.5μm的测试结果如图12(d)所示. 可以看到, 3次徐变试验得到的徐变度结果总体上比较接近. 该微柱的破坏荷载为0.184 mN, 抗压强度为938 MPa.

4.2.2　微柱徐变度函数拟合结果分析

图13为采用测试制度-1~4的典型微柱样品在逐级加载过程中测得的徐变度随应力-抗压强度比比的变化图. 可见当微柱被测试的应力-抗压强度比比处于0.15~0.7区间, 测得的徐变度总体接近, 说明在此应力-抗压强度比比区间能够测得线性徐变. 而当徐变测试的应力-抗压强度比比高于0.7以后, 微柱则可能发

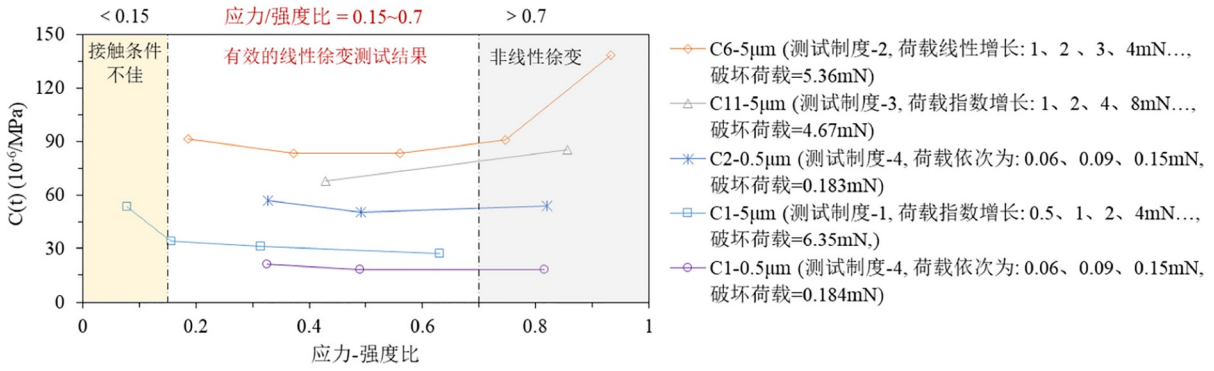


图 13 (网络版彩图)通过逐级加载获得的微柱徐变度随应力水平变化

Figure 13 (Color online) Variation of micropillar specific creep with stress level obtained from stepwise loading.

生非线性徐变.

众所周知, 对于宏观混凝土试块, 通常只在0.4及以下的应力-抗压强度比条件测得线性徐变. 因此相比宏观混凝土, 微柱的线性徐变与非线性徐变临界应力水平更高. 原因可能是由于尺寸效应, 微柱起裂阈值更高, 因而线性徐变可维持到更高的应力-抗压强度比.

为确保线性徐变数据分析的有效性, 将应力-抗压强度比低于0.15和高于0.7的徐变测试结果剔除, 即只取每个微柱在0.15~0.7应力-抗压强度比区间内测得的徐变度作为有效结果.

如第3.4.4节所述, 需要分析微柱徐变度函数$C(t)$是符合幂函数(式(18))还是对数函数(式(19)), 以判定微柱徐变测试是表征短期徐变还是长期徐变. 为此, 对每个微柱的有效(线性)徐变度曲线分别进行了幂函数和对数函数拟合, 拟合参数及相关系数R^2列于表2. 此外, 微柱的弹性模量和抗压强度数据也列于表2中. 结果表明, 当采用式(18)拟合微柱的徐变度函数$C(t)$, 拟合系数R^2全部大于0.98. 这说明C-S-H微柱的徐变度函数$C(t)$符合幂函数发展. 然而, 当采用式(19)拟合微柱的徐变度函数$C(t)$时, 全部26个微柱的R^2均值仅为0.589, 拟合效果不佳. 这说明对数函数不能反映微柱$C(t)$的发展趋势.

综上, C-S-H微柱的徐变度函数$C(t)$遵从幂函数发展, 不遵从对数函数. 这表明采用微柱测试方法得到的$C(t)$反映的是C-S-H的短期徐变行为.

4.3 微柱与纳米压痕试验结果的比较

4.3.1 弹性模量对比

微柱和压痕试验的E值均为卸载段的弹性模量. 微柱试验的E值按式(14)计算; 压痕试验则先由式(1)得到压痕模量, 再按式(3)换算为弹性模量. 两种试验测得的E值(均值和标准差)汇总于图14.

另外, 文献[25]采用与本研究类似方法对C-S-H微柱(直径D_{top}=0.5~2.5 μm, D_{top}:H_0=1:2)也进行了弹性模量测试, 数据亦绘制于图14中. 由图14可见:

(1) 本研究通过D_{top}=0.5 μm微柱测得的E值为(27.7±8.84) GPa; 文献[25]通过D_{top}=0.5 μm微柱测得的E值为(26.3±6.63) GPa; 本研究通过压痕测得LD C-S-H的E值为(21.5±4.6) GPa, HD C-S-H的E值为(33.4±5.3) GPa. 可以发现, D_{top}=0.5 μm微柱弹性模量E的均值处于纳米压痕测试LD C-S-H和HD C-S-H的E的均值之间, 但微柱测得E的标准差更大. 原因是本研究纳米压痕测试为原位试验, 已对LD C-S-H和HD C-S-H分类; 而微柱测试样品数量有限, 未再根据物相分类. 总体来看, 本研究两种测试方法测得的C-S-H弹

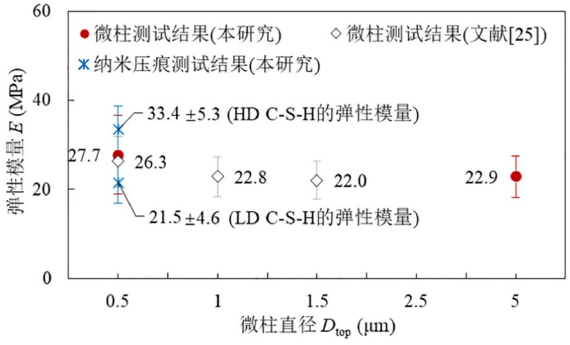


图 14 (网络版彩图)微柱与纳米压痕试验测得的弹性模量数据

Figure 14 (Color online) Elastic modulus data measured by micropillar and nanoindentation tests.

性模量具有一致性.

(2) 联合本研究和文献[25]的实测数据, 表明在D_{top}=0.5~5 μm尺寸范围内, 由微柱测得的E的均值随尺寸的增大略有下降, 原因可能是随着微柱的尺寸增大, 微缺陷占比有所增长. 此外, D_{top}=0.5 μm微柱E的标准差最大, 对此的解释是D_{top}=0.5 μm微柱主要反映的是C-S-H单相的力学响应; 而当微柱尺寸增大, 则更多地反映混合相的力学响应, 故大尺寸微柱不会出现很低或很高的E值.

4.3.2 抗压强度

微柱测试可直接获得材料的抗压强度, 这是纳米压痕不具备的特点.

微柱抗压强度(f_c)的均值和标准差汇总于图15, 具体数据列于表2. 可以看到: D_{top}=0.5 μm微柱的f_c为(1041±214) MPa, D_{top}=5 μm微柱的f_c为(331±69) MPa. C-S-H微柱的抗压强度具有显著的尺寸效应, 可解释为大尺寸微柱的内部有更多的微观孔隙或缺陷.

相较于微柱抗压强度呈现出的非常显著的尺寸效应, 其弹性模量的尺寸效应相对不明显. 原因可能是C-S-H凝胶的强度和弹性模量由不同机制控制: 一方面, 微观缺陷对强度的影响机制是, 裂缝总是从最薄弱处发展直至贯通, 单个或局部不利缺陷便能影响强度, 因此, 强度的尺寸效应源于缺陷的极值统计; 另一方面, 微观缺陷对弹性模量的贡献遵循均匀化理论, 由于缺陷的体积分数比较低, 其对弹性模量的影响较小.

4.3.3 徐变性能对比

在第4.2.2节已分析, 180 s时长的微柱徐变测试可表征C-S-H的短期徐变(徐变度为幂函数型), 但不能测定出长期徐变性能(徐变度为对数型). 而众所周知, 180 s时长的纳米压痕徐变测试可表征长期徐变(图11(c)), 但不能测定出短期徐变性能. 因此, 这两种测试方法可形成互补: 若将微柱和纳米压痕测试结合使用, 能够更全面地掌握水泥基材料的微观徐变性质和参数.

4.3.4 压头下的力学影响范围对比

“力学影响范围”指的是压头下方与周边被有效探测力学性质的体积尺度, 其大小主要由压头几何、最大压入深度h_{max}决定. 对于采用Berkovich压头的压痕试验, 其影响半径约为4h_{max}(根据有限元计算的Von Mises应力场[7]界定). 因此, 在最常用的压入载荷2 mN(对应h_{max}≈200~300 nm)条件下, Berkovich压痕的半球体影响域的半径约2 μm.

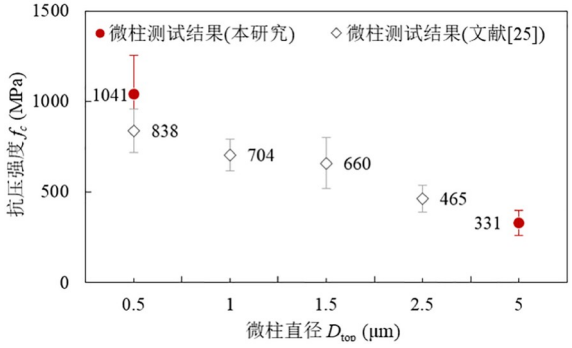


图 15 (网络版彩图)微柱试验测得的强度数据

Figure 15 (Color online) Strength data measured by micropillar tests.

对于采用平压头的微柱压缩试验, 力学影响区域呈现“微柱本体受压+基层下沉”特征, 基层受影响的深度约等于微柱高度H_0. 以D_{top}=0.5 μm, H_0=1 μm的微柱为例, 其整体力学影响高度近似为2H_0=2 μm, 与Berkovich压痕在2 mN条件下的影响范围相当.

显然, Berkovich压痕的力学影响范围主要取决于压头力的大小, 而微柱测试的影响范围主要取决于微柱样品尺寸的大小.

4.3.5 应力集中程度

压痕和微柱两种试验在“应力集中程度”上具有本质差异. Berkovich压头在材料内部形成近似半球的受力域, 并且力值沿径向呈强梯度衰减; 微柱受压则呈现“柱身轴向受压-基层下沉”的特点, 应力在柱身截面内分布较均匀.

从平均应力水平看, 二者具有可比性: 压痕试验中接触区的平均应力与材料的硬度一致, 即式(4)(C-S-H的硬度范围在0.5~1.5 GPa, 图11(b)); 而微柱试验的平均轴向应力由压头力直接决定, 应力亦可达1 GPa量级. 两者的关键差异在于“应力集中程度”而非“应力平均值”.

综上, 尽管两种试验的应力平均值具有可比性, 但压痕试验因其更强的应力集中与三轴约束条件, 可促使C-S-H发生更剧烈的微结构重排列, 从而显著缩短表征“长期徐变”所需的时间; 而微柱试验施加的应力

更均匀、约束度更低, 主要表征短期徐变行为.

5 结论

目前, 纳米压痕是研究水泥基材料微观徐变的主要方法, 但因其存在应力集中、应力场复杂等局限, 难以完整表征徐变全阶段行为. 为此, 本文提出了一种基于微柱压缩试验的互补性测试方法, 并系统对比了两种方法的测试原理、加载制度与结果分析方法. 主要结论如下:

(1) 在样品制备上, 纳米压痕侧重于表面抛光, 对粗糙度要求较高; 微柱试验则需在抛光基础上进行微柱的精细加工, 制样更为复杂, 但可实现更均匀、可控的单轴压缩应力条件. 在分析方法上, 微柱试验需准确考虑基层变形的“下沉效应”.

(2) 本文通过近40个微柱样品的测试与分析, 表明提出的微柱试验是一种可靠的测试手段, 可测得弹性模量、徐变度函数、抗压强度等性能. 在应力-抗压强度比=0.15~0.70范围内, 微柱试验呈现幂函数型徐变, 适用于表征短期徐变行为及参数提取.

(3) 试验结果表明, 纳米压痕在三轴强约束与应力集中条件下, 更易激发C-S-H的滑移与重排列, 在测试制度下表征对数函数型长期徐变; 微柱试验在近均匀应力场中, 表征幂函数型短期徐变. 两种试验方法在徐变阶段表征上具有明确互补性, 结合使用可为跨尺度徐变模型提供更全面的微观参数依据.

参考文献

1 Liang S, Wei Y. Imperfect interface effect on creep property of hardened-cement pastes: Investigations from nano to micro scales. J Mater Civ Eng, 2020, 32: 04020173
2 Vandamme M, Ulm F J. Nanogranular origin of concrete creep. Proc Natl Acad Sci USA, 2009, 106: 10552–10557
3 Liang S, Wei Y. Effects of water-to-cement ratio and curing age on microscopic creep and creep recovery of hardened cement pastes by microindentation. Cement Concrete Compos, 2020, 113: 103619
4 Vandamme M. Two models based on local microscopic relaxations to explain long-term basic creep of concrete. Proc R Soc A, 2018, 474: 20180477
5 Němeček J, Králík V, Šmilauer V, et al. Tensile strength of hydrated cement paste phases assessed by micro-bending tests and nanoindentation. Cement Concrete Compos, 2016, 73: 164–173
6 Gan Y, Vandamme M, Zhang H, et al. Micro-cantilever testing on the short-term creep behaviour of cement paste at micro-scale. Cement Concrete Res, 2020, 134: 106105
7 Ulm F J, Vandamme M, Jennings H M, et al. Does microstructure matter for statistical nanoindentation techniques? Cement Concrete Compos, 2010, 32: 92–99
8 Liang S, Wei Y. New insights into creep and creep recovery of hardened cement paste at micro scale. Construct Build Mater, 2020, 248: 118724
9 Donnelly E, Baker S P, Boskey A L, et al. Effects of surface roughness and maximum load on the mechanical properties of cancellous bone measured by nanoindentation. J Biomed Mater Res, 2006, 77A: 426–435
10 Miller M, Bobko C, Vandamme M, et al. Surface roughness criteria for cement paste nanoindentation. Cement Concrete Res, 2008, 38: 467–476
11 Oliver W C, Pharr G M. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. J Mater Res, 1992, 7: 1564–1583
12 Vandamme M, Tweedie C A, Constantinides G, et al. Quantifying plasticity-independent creep compliance and relaxation of viscoelastoplastic materials under contact loading. J Mater Res, 2012, 27: 302–312
13 Němeček J, Maňák J, Němeček J, et al. Effect of vacuum and Focused Ion Beam generated heat on fracture properties of hydrated cement paste. Cement Concrete Compos, 2019, 100: 139–149
14 Gan Y, Zhang H, Šavija B, et al. Static and fatigue tests on cementitious cantilever beams using nanoindenter. Micromachines, 2018, 9: 630
15 Sneddon I N. The relation between load and penetration in the axisymmetric boussinesq problem for a punch of arbitrary profile. Int J Eng Sci, 1965, 3: 47–57
16 Fei H, Abraham A, Chawla N, et al. Evaluation of micro-pillar compression tests for accurate determination of elastic-plastic constitutive relations. J Appl Mech, 2012, 79: 061011

17 Bažant Z P, Prasannan S. Solidification theory for concrete creep. I: Formulation. J Eng Mech, 1989, 115: 1691–1703
18 Wei Y, Guo W, Liang S. Microprestress-solidification theory-based tensile creep modeling of early-age concrete: Considering temperature and relative humidity effects. Construct Build Mater, 2016, 127: 618–626
19 Guo W Q, Wei Y. High-temperature tensile creep tests and simulations of early-age concrete based on microprestress-solidification theory (in Chinese). Eng Mech, 2017, 34: 197–203 [郭为强, 魏亚. 基于微预应力-固结理论的早龄期混凝土高温拉伸徐变试验与模拟. 工程力学, 2017, 34: 197–203]
20 Pichler C, Lackner R. Identification of logarithmic-type creep of calcium-silicate-hydrates by means of nanoindentation. Strain, 2009, 45: 17–25
21 Wei Y, Liang S M, Gao X. Effect of strain rate on micromechanical properties and creep behavior of hardened cement paste (in Chinese). J Chin Ceram Soc, 2017, 45: 1605–1612 [魏亚, 梁思明, 高翔. 应变率对硬化水泥净浆微观力学性能及徐变行为的影响. 硅酸盐学报, 2017, 45: 1605–1612]
22 Zhao S J, Sun W. Applications and research progress of nanoindentation in cement-based materials (in Chinese). J Chin Ceram Soc, 2011, 39: 164–176 [赵素晶, 孙伟. 纳米压痕在水泥基材料中的应用与研究进展. 硅酸盐学报, 2011, 39: 164–176]
23 Hu C, Li Z. Micromechanical investigation of Portland cement paste. Construct Build Mater, 2014, 71: 44–52
24 Jennings H M, Thomas J J, Gevrenov J S, et al. A multi-technique investigation of the nanoporosity of cement paste. Cement Concrete Res, 2007, 37: 329–336
25 Shahrin R, Bobko C P. Micropillar compression investigation of size effect on microscale strength and failure mechanism of Calcium-Silicate-Hydrates (C-S-H) in cement paste. Cement Concrete Res, 2019, 125: 105863

Micro-scale testing methods and comparative analysis of mechanical and creep properties in cement-based materials

WEI Ya[1], GUO WeiQiang[1] & LIANG SiMing[2]

[1] *Key Laboratory of Civil Engineering Safety and Durability, Ministry of Education, Department of Civil Engineering, Tsinghua University, Beijing 100084, China*
[2] *School of Civil Engineering, Sun Yat-sen University, Guangzhou 519082, China*

The accurate characterization of the micro-scale creep behavior of cement-based materials is key to developing multi-scale predictive models. To address the limitations of the current mainstream nanoindentation method, such as stress concentration and the inability to directly measure strength, this study introduces a complementary method based on micropillar compression, enabling measurement of elastic modulus, creep behavior, and compressive strength under (quasi-)uniform compressive stress. We detail the testing principles, loading protocols, and analysis procedures for both nanoindentation and micropillar tests, and compare the resulting material parameters. Results show that measured microscale creep is strongly method-dependent: the creep compliance obtained from micropillar tests exhibits linear creep characteristics and a power-law evolution within a stress-to-strength ratio of 0.15–0.70, making it suitable for short-term creep characterization and parameter identification; by contrast, the contact-scale creep function derived from nanoindentation follows a logarithmic law, which is advantageous for characterizing long-term creep response and modulus. Additionally, the size effect of C-S-H micropillar samples was analyzed: compressive strength increases significantly as the micropillar size decreases, while the size effect on elastic modulus is relatively weak. The micropillar compression method provides a new approach for testing the micro-mechanical properties of cement-based materials and complements the nanoindentation method.

micropillar compression test, calcium-silicate-hydrate (C-S-H), nanoindentation, creep, microscale compressive strength, size effect

doi: 10.1360/SST-2025-0335