

文章编号:1673-2049(2018)05-0217-08

氧化石墨烯对再生混凝土界面过渡区的影响

郭 凯,马浩辉,王 强

(沈阳建筑大学 土木工程学院,辽宁 沈阳 110168)

摘要:利用纳米压痕仪和扫描电镜等设备研究了氧化石墨烯再生混凝土界面过渡区的微观力学性能和微观结构特征。结果表明:加入氧化石墨烯再生混凝土新砂浆和骨料(XJ-G)界面过渡区弹性模量平均增加18.54%,通过纳米压痕理论计算的高密度水化硅酸钙(HD C-S-H)相体积平均增加17.8%,孔隙体积平均降低9.1%;加入氧化石墨烯再生混凝土新旧砂浆(XJ-JJ)界面过渡区弹性模量平均增加16.25%,HD C-S-H相体积平均增加16.25%,孔隙体积平均降低6.4%;利用扫描电镜观测了加入氧化石墨烯再生混凝土微观结构,其晶体呈片状,晶体排布更趋于无序化,削弱了氢氧化钙(CH)晶体的取向性,微观结构更加密实;根据弹性模量变化定义了界面过渡区的宽度,氧化石墨烯能使XJ-G界面过渡区宽度减少25%,XJ-JJ界面过渡区宽度减少37.5%;氧化石墨烯使界面过渡区弹性模量分布更加稳定,其弹性模量均值基本趋于一致;由再生混凝土微观力学性能与宏观力学性能的联系,得到氧化石墨烯可以增强和改善再生混凝土新旧界面过渡区的力学性能和微观结构,进而提高和改善再生混凝土的宏观力学性能。

关键词:氧化石墨烯;再生混凝土;界面过渡区;微观结构

中图分类号:TU528.572

文献标志码:A

Effect of Graphene Oxide on Interfacial Transition Zone of Recycled Concrete

GUO Kai, MA Hao-hui, WANG Qiang

(School of Civil Engineering, Shenyang Jianzhu University, Shenyang 110168, Liaoning, China)

Abstract: The micro-mechanical properties and microstructure characteristics of the interfacial transition zone of graphene oxide recycled concrete were studied by means of nanoindenter and scanning electron microscope. The results show that the elastic modulus of new mortar and aggregate (XJ-G) interfacial transition zone increases by 18.54%, and the average volume of high density calcium silicate hydrate (HD C-S-H) phase increases by 17.8%, and the pore volume decreases by 9.1% using nanoindentation theory. The addition of graphene oxide makes the elastic modulus of the transition zone of recycled concrete new and old mortar (XJ-JJ) increases by 16.25% on average, the volume of HD C-S-H phase increases by 16.25% on average, and the pore volume decreases by 6.4% on average. The microstructure of the graphene-recycled concrete is observed by scanning electron microscopy. The crystals are in the form of flakes, and the crystal arrangement becomes more disordered. The orientation of calcium hydroxide (CH) crystal is weakened and the microstructure is more compact. The interface is defined according to the change of elastic modulus. The width of the transition zone is found to reduce the width of the

收稿日期:2018-07-08

基金项目:国家自然科学基金项目(51608334);辽宁省自然科学基金项目(20170540772);辽宁省教育厅科学研究项目(LJZ2016026)

作者简介:郭 凯(1981-),男,辽宁沈阳人,副教授,工学博士,E-mail:43404844@qq.com。

transition zone of XJ-G interface by 25% and the width of the transition zone of XJ-JJ interface by 37.5%. Graphene oxide makes the elastic modulus distribution in the interfacial transition zone more stable, and the mean value of the elastic modulus tends to be uniform. From the relationship between the micromechanical properties and macroscopic mechanical properties of recycled concrete, it can be obtained that graphene oxide can enhance and improve the mechanical properties and microstructure of the transition zone between new and old interfaces of recycled concrete, and can improve the macroscopic mechanical properties of recycled concrete.

Key words: graphene oxide; recycled concrete; interface transition zone; microstructure

0 引言

再生混凝土通常认为由再生骨料、水泥净浆和它们之间形成的界面过渡区 3 个基本相组成,相较于普通混凝土(RC),再生混凝土的界面过渡区更加复杂^[1-4],对混凝土力学性能影响更大。Otsuki 等^[5]利用扫描电镜发现年代久远的旧砂浆与骨料之间孔隙率较大,两者之间形成一个界面过渡区;界面过渡区虽然体积占比不大,却是较高水灰比的多孔区域,是混凝土典型的薄弱区域,对再生混凝土的力学性能影响较大。Poon 等^[6]通过扫描电镜发现普通再生混凝土旧界面过渡区主要由一些松散的水化产物构成;李文贵等^[7]发现通过对再生混凝土二次搅拌可以提高其界面过渡区的性能。吕生华等^[8-10]研究发现含氧量(质量分数)为 25.43%的氧化石墨烯(GO)可以调控水泥水化产物形成规则的花状体或者多面体,对水泥基材料有增强增韧作用。

在再生混凝土中,界面过渡区有 3 个,分别位于旧砂浆和骨料之间、新拌砂浆和骨料之间以及新旧砂浆之间;旧砂浆和骨料之间的界面过渡区水化龄期很长,水化产物已稳定,故可认为此界面力学性质不受氧化石墨烯的影响,本文重点研究了氧化石墨烯对新砂浆和骨料(XJ-G)之间形成的界面过渡区以及新旧砂浆(XJ-JJ)之间形成的界面过渡区力学性能和微观结构的影响。

通过纳米压痕和扫描电镜对氧化石墨烯再生混凝土界面过渡区的力学性能和微观结构进行系统研究,可以为再生混凝土力学改性和应用研究提供参考。

1 试验概况

1.1 试验材料

本试验所用的氧化石墨烯基本参数见表 1。采用 P.O42.5 普通硅酸盐水泥,再生骨料由沈阳建筑大学结构实验室废弃构件经人工破碎筛分得到,粒

表 1 氧化石墨烯基本参数
Tab. 1 Basic Parameters of Graphene Oxide

厚度/nm	1	氧含量/%	35
单层片径/ μm	0.2~10.0	碳含量/%	56
可剥离率/%	>95	硫含量/%	<1.5

注:含量为质量分数。

径范围为 5~18 mm,由于再生骨料吸水率较大,在搅拌前使再生骨料处于饱和面干状态,满足再生混凝土的有效水灰比要求;水为普通自来水,减水剂为高性能聚羧酸减水剂,砂子为该学校实验室的中砂。再生骨料基本参数见表 2,再生混凝土配合比见表 3。

表 2 再生骨料基本参数
Tab. 2 Basic Parameters Recycled Aggregate

粒径范围/mm	表观密度/($\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$)	吸水率/%
5~20	2 392	13.7

表 3 混凝土配合比
Tab. 3 Mixture Proportion of Concrete

试件编号	水灰比	氧化石墨烯 质量分数/%	材料用量/($\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$)			
			水泥	水	砂	再生骨料
RC-0	0.42		432	180	698	1 242
RC-GO	0.42	0.09	432	180	698	1 242

注:再生骨料保持饱和面干状态。

1.2 样品制备

根据 Kim 等^[11-12]的研究发现样品表面越平整,数据离散性越小,所得到的数据越能反映材料的实际性能,为了使试验结果具有准确性以及可重复性,本次试验保证平整的样品表面使其能够满足纳米压痕试验的要求。将养护好的试件切割成 15 mm×15 mm×15 mm 的样品,用无水乙醇浸泡 24 h 以终止水化,然后用环氧树脂将其包埋固定,选择一个相对平整的面依次用 250 目、400 目、1500 目和 2500 目砂纸打磨样品表面。选用 0.6,0.3,0.1 μm 的油基金刚石颗粒悬浮抛光液进行抛光,每次结束都用超声波清洗机清洗 4 min,清洁表面。最后用 AFM 原子力显微镜进行平整度测试,表面粗糙度的描述

方法有多种,在混凝土相关研究中,一般用均方根粗糙度 R_q 表示,即

$$R_q = \sqrt{\frac{1}{AB} \sum_{i=1}^A \sum_{j=1}^B Z_{ij}^2} \quad (1)$$

式中: A, B 分别为纵向和横向测试点个数; Z_{ij} 为测试点轮廓高度。

Miller 等^[13-14]系统研究了水泥浆体样品表面粗糙度和抛光时间对纳米压痕力学性能的影响,得出当抛光时间 2 h,样品表面粗糙度达到 100 nm 时,随着抛光时间的延长,粗糙度会继续下降,但纳米力学值趋于稳定,进而给出了符合纳米压痕试验的粗糙度标准为:用 AFM 在样品表面选取 200 倍凝胶相平均压痕深度的正方形区域测到的 R_q 小于凝胶相平均深度值的 1/5。

1.3 试验设备及加载方式

纳米压痕是一种能够用于测试混凝土微观力学性能的测试技术,相较于传统硬度测试技术,纳米压痕可以精确地测得纳米尺度上混凝土的力学性能(弹性模量和硬度等)^[2]。纳米压痕仪 HYSITRON Triboindenter TI 950 的力和位移传感器精度为 1 nm,采用锥度为 60° 的锥形探针(NS05071201, HYSITRON),半径为 5 nm。在测试前,用标准石英试件对装置进行标定,保证压头完好。采用纳米压痕理论对试验数据进行数理统计分析,得到微观力学性能和各相体积分数。

在纳米压痕试验中,加载方式设置为前 20 s 以恒定速率 $100 \text{ nm} \cdot \text{s}^{-1}$ 加载至 2 000 nm,保持 10 s 以消除压头对混凝土徐变影响^[15],然后以同样的速率卸载,完成 1 次加卸载。Ulm 等^[16-17]研究了压痕时压头相互影响区域范围,对于水泥基材料而言,相互作用的线性区域为 $1 \sim 3 \mu\text{m}$,为避免相邻压点之间的相互影响,一般取 2 个压点之间的间距为 $10 \mu\text{m}$ 及以上^[18-21]。

2 界面过渡区微观力学性能

混凝土界面过渡区通常包含的物相有孔隙、氢氧化钙(CH)晶体、水化产物(主要为水化硅酸钙 C-S-H)和未熟化的水泥颗粒等。过渡区力学性质不仅与水泥灰比有关,还与水化浆体固相性质和孔隙的类型、数量和位置有关。固相的力学性质主要来自于范德华力,两固相之间的连接力也属于范德华力,根据 Powers-Brunauer 模型可知,C-S-H 比表面积在 $100 \sim 700 \text{ m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$ 之间,其范德华力相对较大,有聚集倾向,是浆体长期强度和耐久性的主要来源,

C-S-H 在纳米尺度大约为直径 5 nm 的小球,这种小球通过不同的堆积方式形成了 2 种水化产物,低密度水化硅酸钙(LD C-S-H)和高密度水化硅酸钙(HD C-S-H),堆积密度分别为 $0.64 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$ 和 $0.74 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$,其中高密度水化硅酸钙(HD C-S-H)性质稳定,堆积紧密,不易受温度、龄期和相对湿度等外界环境影响;低密度水化硅酸钙凝胶堆积方式复杂,容易受外界环境影响而发生结构重组和改变^[22]。有学者发现混凝土的徐变和体积稳定性均与 C-S-H 凝胶在恒定荷载和外界环境下其结构响应有关系^[23]。堆积密度越高其弹性模量和硬度也随之提高。与 C-S-H 相比,氢氧化钙晶体族比表面积很小,范德华力弱,加之在水化过程中晶体排布有一定的取向性,所以对力学性能贡献有限。Van-damme 等^[21]系统研究了不同水灰比以及养护方式对混凝土水化物微观结构的影响,发现一种微观结构非常接近水化硅酸钙 C-S-H 的新物相,其在高水灰比下含量较少,在水灰比较低情况下大量存在,说明并非 CH 相,但其力学性能又较好,接近于 CH 相,故将其定义为 UHD 相。孔隙包括 C-S-H 层间孔、毛细孔以及气孔,孔隙越大力学性能越低,故可以通过测定水化产物中孔隙、氢氧化钙晶体族以及各种不同水化硅酸钙体积比变化来表征界面过渡区微观力学性能。

2.1 XJ-G 界面过渡区

2.1.1 普通再生混凝土 XJ-G 界面过渡区

普通再生混凝土(RC)中,在距离骨料 $3 \mu\text{m}$ 的位置随机选择 5 个压痕区域,纵横(X 向、Y 向)布置压点将区域划分为网格状。RC XJ-G 界面过渡区的弹性模量云图和分布如图 1,2 所示。结果表明,随着与骨料距离的增大,弹性模量逐渐下降,大约在 $40 \mu\text{m}$ 处到达最低值,约为 10 GPa,后逐渐缓慢上升,稳定于 22 GPa 附近。由归一化的物相材料概率分布特征可知 C-S-H 凝胶是界面中水化产物主要成分,其体积分数约为 69.9%。

2.1.2 氧化石墨烯再生混凝土 XJ-G 界面过渡区

在加入氧化石墨烯的再生混凝土(RC-GO)XJ-G 界面过渡区随机选择 5 个位置进行纳米压痕试验研究。界面过渡区弹性模量云图如图 3 所示,对弹性模量进行统计分析计算,得到分布特征如图 4 所示。

相较于未加 GO 再生混凝土,加入 GO 再生混凝土弹性模量变化趋势基本一致,其最低点弹性模量为 21.08 GPa,界面过渡区弹性模量均值提高了

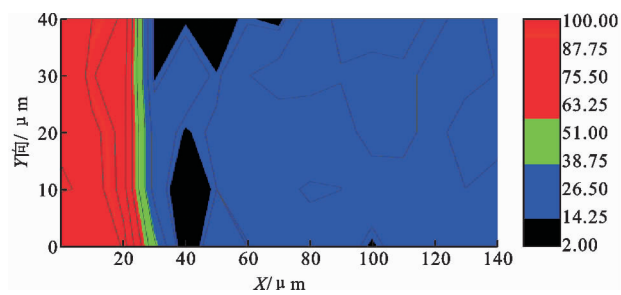


图 1 RC XJ-G 界面过渡区弹性模量云图 (单位:GPa)
Fig. 1 Elastic Modulus Cloud in Interfacial Transition
Zone of RC XJ-G (Unit:GPa)

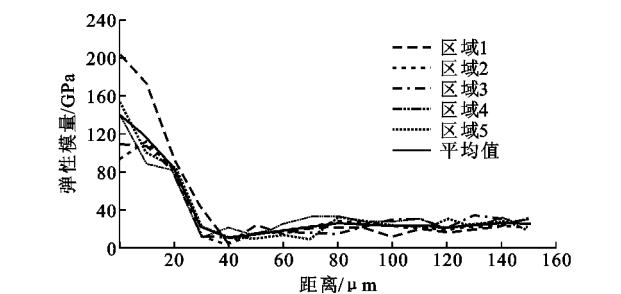


图 2 RC XJ-G 界面过渡区弹性模量分布
Fig. 2 Distribution of Elastic Modulus in Interfacial
Transition Zone of RC XJ-G

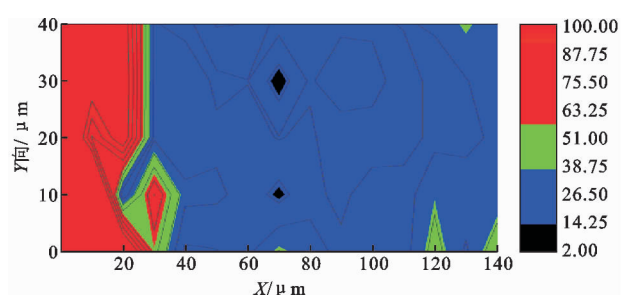


图 3 RC-GO XJ-G 界面过渡区弹性模量云图 (单位:GPa)
Fig. 3 Elastic Modulus Cloud in Interfacial Transition
Zone of RC-GO XJ-G (Unit:GPa)

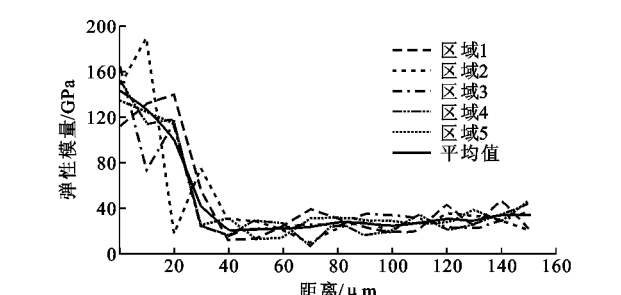


图 4 RC-GO XJ-G 界面过渡区弹性模量分布
Fig. 4 Distribution of Elastic Modulus in Interfacial
Transition Zone of RC-GO XJ-G

18.54%,界面过渡区各物相体积分数和概率分布如图 5,6 所示,加入 GO 再生混凝土界面过渡区 HD C-S-H 相提高 17.8%,C-S-H 凝胶相总体积变化不

大,说明 GO 纳米片层巨大的比表面积为水化产物提供了附着点;GO 并没有参与水化反应,只是在物相分布过程中有一定凝结效应,使得 C-S-H 凝胶接触点更多,堆积密度提高;在纳米压痕统计理论中弹性模量在 10 GPa 以下均视为孔隙,从概率分布图中可以看出,加入 GO 混凝土孔隙也降低 9.1%,界面过渡区各物相排列更加致密;CH 相体积分数有一定的增多,这是因为 GO 比表面积大,范德华力较大,水化过程中起到了凝聚 CH 和增强增韧界面过渡区性能的作用。

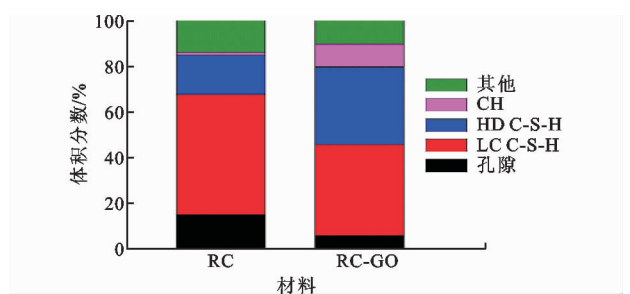


图 5 XJ-G 界面过渡区各相材料体积分数
Fig. 5 Volume Fraction of Different Phases in
Interfacial Transition Zone of XJ-G

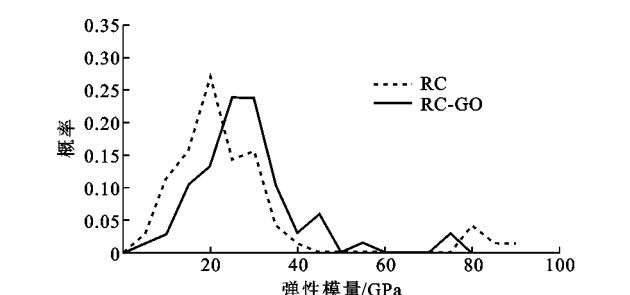


图 6 XJ-G 界面过渡区各相概率分布
Fig. 6 Probability Distribution of Different Phases in
Interfacial Transition Zone of XJ-G

对弹性模量概率分布图按照力学性质定义了界面过渡区的宽度,如图 7 所示。XJ-G 界面过渡区宽度大约为 40 μm ,加入氧化石墨烯界面过渡区宽度约为 30 μm ,界面过渡区宽度减少 25%,提高了界面过渡区的力学性能。

2.2 XJ-JJ 界面过渡区

2.2.1 普通再生混凝土 XJ-JJ 界面过渡区

在普通再生混凝土 XJ-JJ 界面过渡区随机选择 5 个位置进行纳米压痕试验研究。XJ-JJ 界面过渡区弹性模量云图和分布如图 8,9 所示。相对旧砂浆,新拌砂浆由于龄期相对较短,弹性模量波动性较大。从图 8 能明显看出界面效应,随着与旧砂浆表面距离的增加,在大约 50 μm 处进入界面过渡区范

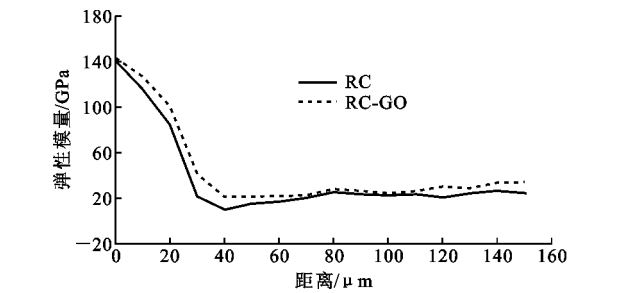


图 7 XJ-G 界面过渡区界面宽度

Fig. 7 Interface Width of Interfacial Transition Zone of XJ-G

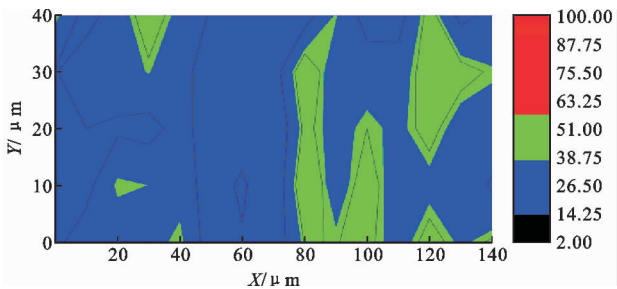


图 8 RC XJ-JJ 界面过渡区弹性模量云图(单位:GPa)

Fig. 8 Elastic Modulus Cloud in Interfacial Transition Zone of RC XJ-JJ (Unit:GPa)

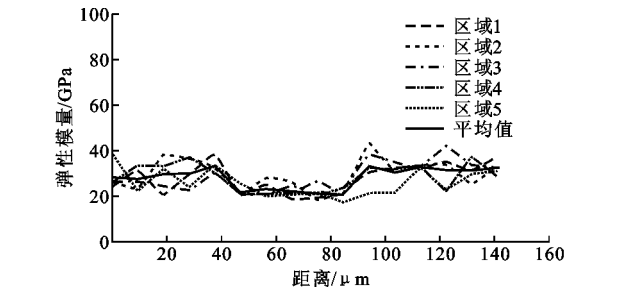


图 9 RC XJ-JJ 界面过渡区弹性模量分布

Fig. 9 Distribution of Elastic Modulus in Interfacial Transition Zone of RC XJ-JJ

围,界面过渡区弹性模量均值为 21.84 GPa。

2.2.2 氧化石墨烯再生混凝土 XJ-JJ 界面过渡区

在加入 GO 普通再生混凝土 XJ-JJ 界面过渡区随机选择 5 个位置进行纳米压痕试验研究。XJ-JJ 界面过渡区弹性模量云图和分布如图 10,11 所示。加入 GO 后,弹性模量变化趋势发生明显变化,界面过渡区弹性模量提高 32.03%,压痕区域弹性模量体积分数和概率分布如图 12,13 所示。加入氧化石墨烯 XJ-JJ 界面过渡区 HD C-S-H 相增加 16.25%,水化产物 C-S-H 总量几乎没有变化;孔隙体积分降低 6.4%,未熟化的水泥颗粒体积减少 0.3%,说明 GO 并没有促进混凝土水化过程;纳米压痕试验测得的是各物相的本质力学性能,并按照力学性能

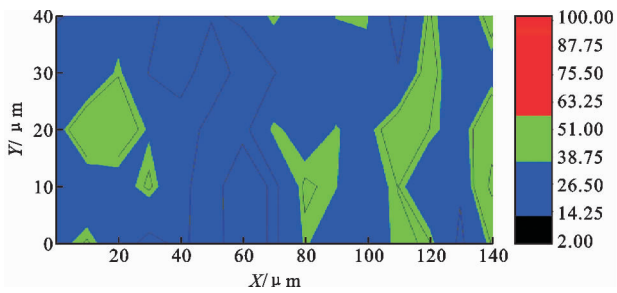


图 10 RC-GO XJ-JJ 界面过渡区弹性模量云图(单位:GPa)

Fig. 10 Elastic Modulus Cloud in Interfacial Transition Zone of RC-GO XJ-JJ (Unit:GPa)

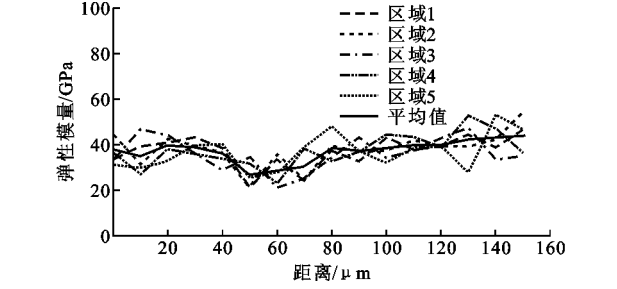


图 11 RC-GO XJ-JJ 界面过渡区弹性模量分布

Fig. 11 Distribution of Elastic Modulus in Interfacial Transition Zone of RC-GO XJ-JJ

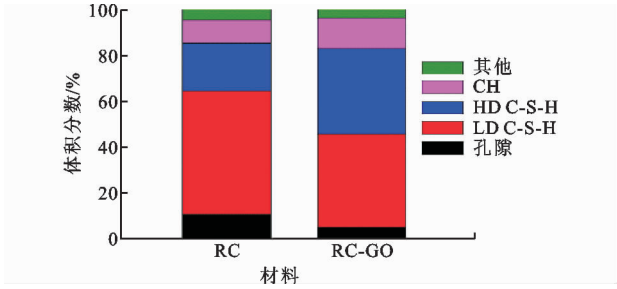


图 12 XJ-JJ 界面过渡区各材料相体积分

Fig. 12 Volume Fraction of Different Phases in Interfacial Transition Zone of XJ-JJ

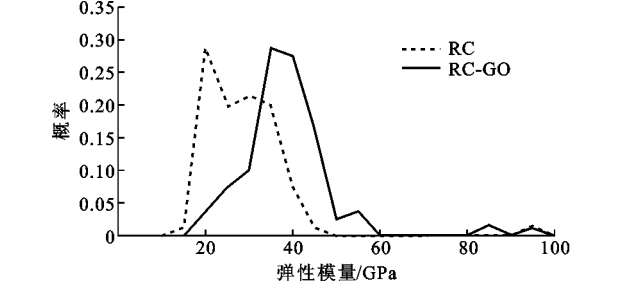


图 13 XJ-JJ 界面过渡区各相概率分布

Fig. 13 Probability Distribution of Different Phases in Interfacial Transition Zone of XJ-JJ

划分物相,进而统计分析出各物相的体积分。由于 UHD 相力学性能接近于 CH,纳米压痕试验无法区分这 2 种物相,故有一部分 UHD 相归在 CH

相中,通过对压痕数据统计分析得到,加入氧化石墨烯混凝土界面过渡区 CH 晶体族体积分数平均增加 3%。XJ-JJ 界面过渡区宽度如图 14 所示,普通再生混凝土 XJ-JJ 界面过渡区宽度大约为 40 μm ,加入氧化石墨烯再生混凝土界面过渡区宽度大约为 25 μm ,减少 37.5%。

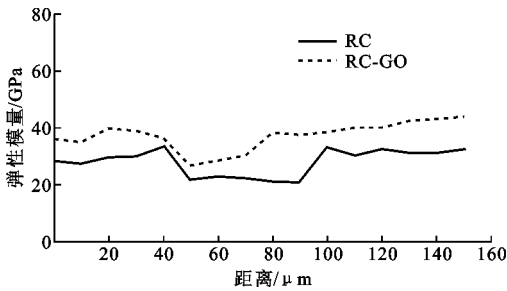
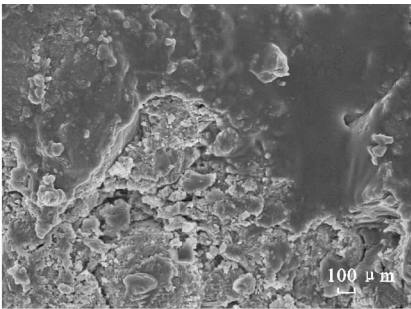


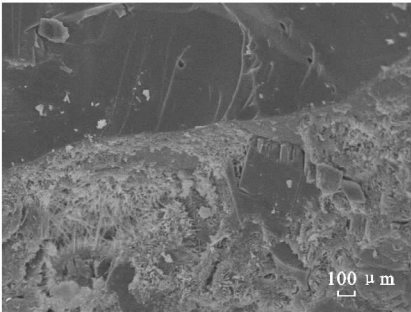
图 14 XJ-JJ 界面过渡区界面宽度
Fig. 14 Interface Width of Interfacial Transition Zone of XJ-JJ

3 力学性能与微观结构

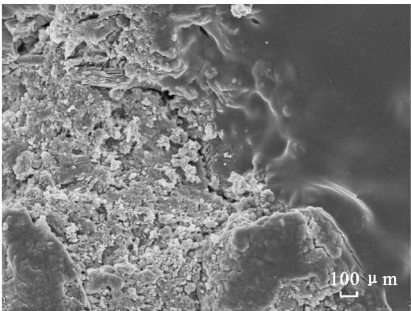
从水泥浆体微观结构模型和各物相体积分数能看出,水化物相的分布不是均匀的,尺寸大小和形状也不一样。在固相中,微观结构的不均匀性会对再生混凝土的强度和其他力学性能造成严重的损害,决定这些性能的是微观结构的最薄弱位置而不是其平均情况。因此,除了要知道界面过渡区弹性模量分布和水化产物体积分数外,还需要对界面过渡区微观结构进行观察。由于在混凝土浇筑过程中,骨料周围会形成薄薄的水膜,造成局部水灰比过大,会在界面过渡区形成大量孔隙和微裂缝,成为混凝土的薄弱位置。再生混凝土 XJ-G 界面微观结构如图 15(a),(b)所示,可以看出,加入氧化石墨烯的界面相对密实,孔隙减少,增加了砂浆与骨料之间的黏结性,且在普通再生混凝土界面过渡区有明显的裂缝。加入氧化石墨烯混凝土界面裂缝较少,XJ-JJ 界面过渡区微观结构如图 15(c),(d)所示,界面过渡区周围有明显的大量 CH 晶体族和水化硅酸钙晶体生成,填充了微裂缝,使界面密实度提高,改善了界面性质,提高了混凝土界面过渡区的力学性能。由于 CH 晶体族有一定取向性,会对混凝土结构造成不良影响,用扫描电镜观察了 CH 晶体族的排布形态,如图 15(e)所示,可以看出:加入氧化石墨烯后,水化硅酸钙晶体分布更加均匀密实,大片的 C-S-H 晶体更加明显;CH 晶体族排布更趋于无序化,削弱了其取向性,这是因为大比表面积的 GO 纳米层范德



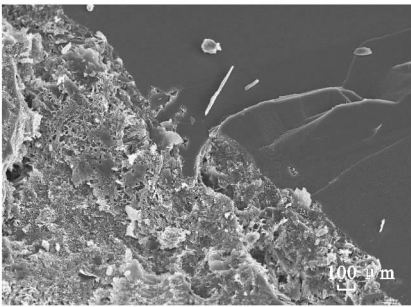
(a) 再生混凝土 XJ-G 界面过渡区



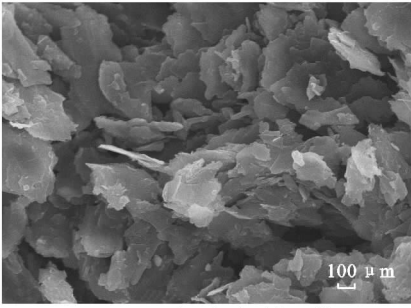
(b) GO 再生混凝土 XJ-G 界面过渡区



(c) 再生混凝土 XJ-JJ 界面过渡区



(d) GO 再生混凝土 XJ-JJ 界面过渡区



(e) GO 再生混凝土晶体形貌

图 15 再生混凝土界面过渡区微观结构
Fig. 15 Microstructure of RC Interfacial Zone

华力克服了CH晶体单一方向形成的共价键,使其整体族群力学性能更加稳定。

4 结 语

(1)加入氧化石墨烯能增强再生混凝土界面过渡区弹性模量,且对XJ-JJ界面过渡区的增强效果更佳。

(2)加入氧化石墨烯使水化硅酸钙中HD C-S-H相体积分数变多,但整体C-S-H体积几乎不变。

(3)利用扫描电镜观察了界面过渡区微观结构,加入氧化石墨烯界面过渡区微裂缝减少,密实度增加,各物相分布更趋于无序和紧密。

(4)再生混凝土加入氧化石墨烯能明显改善界面过渡区微观力学性能和微观结构。

参考文献:

References:

- [1] CRUMBIE A K. Characterisation of the Microstructure of Concrete[D]. London: University of London, 1994.
- [2] NAGATAKI S, GOKCE A, SAEKI T, et al. Assessment of Recycling Process Induced Damage Sensitivity of Recycled Concrete Aggregates[J]. Cement and Concrete Research, 2004, 34(6): 965-971.
- [3] 郭 鹏, 韦万峰, 杨 帆, 等. 再生集料及再生混凝土界面过渡区研究进展[J]. 硅酸盐通报, 2017, 36(7): 2280-2286, 2292.
GUO Peng, WEI Wan-feng, YANG Fan, et al. Progress on Recycled Concrete Aggregate and Interfacial Transition Zone of Recycled Concrete[J]. Bulletin of the Chinese Ceramic Society, 2017, 36(7): 2280-2286, 2292.
- [4] JEONG H G. Processing and Properties of Recycled Aggregate Concrete[D]. Urbana: University of Illinois at Urbana-Champaign, 2011.
- [5] OTSUKI N, MIYAZATO S, YODSUDJAI W. Influence of Recycled Aggregate on Interfacial Transition Zone, Strength, Chloride Penetration and Carbonation of Concrete[J]. Journal of Materials in Civil Engineering, 2003, 15(5): 443-451.
- [6] POON C S, SHUI Z H, LAM L. Effect of Microstructure of ITZ on Compressive Strength of Concrete Prepared with Recycled Aggregates[J]. Construction and Building Materials, 2004, 18(6): 461-468.
- [7] 李文贵, 肖建庄, 黄 靓, 等. 再生混凝土界面过渡区纳观力学性能试验研究[J]. 湖南大学学报: 自然科学版, 2014, 41(12): 31-39.

- LI Wen-gui, XIAO Jian-zhuang, HUANG Liang, et al. Experimental Study on Mechanical Properties of Interfacial Transition Zones in Recycled Aggregate Concrete[J]. Journal of Hunan University: Natural Sciences, 2014, 41(12): 31-39.
- [8] 吕生华, 马宇娟, 邱超超, 等. 氧化石墨烯对水泥水化晶体形貌的调控作用及对力学性能的影响[J]. 功能材料, 2013, 44(10): 1487-1492.
LU Sheng-hua, MA Yu-juan, QIU Chao-chao, et al. The Regulation of Graphene Oxide on Micromorphology of Cement Hydrate Crystals and Its Impact on Mechanical Properties[J]. Journal of Functional Materials, 2013, 44(10): 1487-1492.
- [9] 吕生华, 孙 婷, 刘晶晶, 等. 氧化石墨烯纳米片层对水泥基复合材料的增韧效果及作用机制[J]. 复合材料学报, 2014, 31(3): 644-652.
LU Sheng-hua, SUN Ting, LIU Jing-jing, et al. Toughening Effect and Mechanism of Graphene Oxide Nanosheets on Cement Matrix Composites[J]. Acta Materiae Compositae Sinica, 2014, 31(3): 644-652.
- [10] 王 琴, 王 健, 吕春祥, 等. 氧化石墨烯对水泥基复合材料微观结构和力学性能的影响[J]. 新型炭材料, 2015, 30(4): 349-356.
WANG Qin, WANG Jian, LU Chun-xiang, et al. Influence of Graphene Oxide Additions on the Microstructure and Mechanical Strength of Cement [J]. New Carbon Materials, 2015, 30(4): 349-356.
- [11] KIM J Y, LEE J J, LEE Y H, et al. Surface Roughness Effect in Instrumented Indentation: A Simple Contact Depth Model and Its Verification[J]. Journal of Materials Research, 2006, 21(12): 2975-2978.
- [12] BOBJI M S, BISWAS S K. Deconvolution of Hardness from Data Obtained from Nanoindentation of Rough Surfaces[J]. Journal of Materials Research, 1999, 14(6): 2259-2268.
- [13] MILLER M, BOBK O C, VANDAMME M, et al. Surface Roughness Criteria for Cement Paste Nanoindentation[J]. Cement and Concrete Research, 2008, 38(4): 467-476.
- [14] MENCIK J, LI H H, NEMECEK J. Characterization of Viscoelastic-plastic Properties of Solid Polymers by Instrumented Indentation[J]. Polymer Testing, 2011, 30(1): 101-109.
- [15] SAKULICH A R, LI V C. Nanoscale Characterization of Engineered Cementitious Composites (ECC)[J]. Cement and Concrete Research, 2011, 41(2): 169-175.

- [16] ULM F J, VANDAMME M, JENNINGS H M, et al. Does Microstructure Matter for Statistical Nanoindentation Techniques? [J]. Cement and Concrete Composites, 2010, 32(1): 92-99.
- [17] TRTIK P, MUNCH B, LURA P. A Critical Examination of Statistical Nanoindentation on Model Materials and Hardened Cement Pastes Based on Virtual Experiments[J]. Cement and Concrete Composites, 2009, 31(10): 705-714.
- [18] WANG X H, JACOBSEN S, HE J Y, et al. Application of Nanoindentation Testing to Study of the Interfacial Transition Zone in Steel Fiber Reinforced Mortar[J]. Cement and Concrete Research, 2009, 39(8): 701-715.
- [19] NEMECEK J, SMILAUER V, KOPECKY L. Characterization of Alkali-activated Fly-ash by Nanoindentation[M]. Heidelberg: Springer, 2009.
- [20] CHEN J J, SORELLI L, VANDAMME M, et al. A Coupled Nanoindentation/SEM-EDS Study on Low Water/Cement Ratio Portland Cement Paste: Evidence for C-S-H/Ca(OH)₂ Nanocomposites[J]. Journal of the American Ceramic Society, 2010, 93(5): 1484-1493.
- [21] VANDAMME M, ULM F J, FONOLLOSA P. Nanogranular Packing of C-S-H at Substoichiometric Conditions[J]. Cement and Concrete Research, 2010, 40(1): 14-26.
- [22] THOMAS J J, JENNINGS H M. A Colloidal Interpretation of Chemical Aging of the C-S-H Gel and Its Effects on the Properties of Cement Paste[J]. Cement and Concrete Research, 2006, 36(1): 30-38.
- [23] 姚武, 何莉. 水化硅酸钙纳米结构研究进展[J]. 硅酸盐学报, 2010, 38(4): 754-761.
- YAO Wu, HE Li. Research Progress on Nanostructure of Calcium Silicate Hydrate[J]. Journal of the Chinese Ceramic Society, 2010, 38(4): 754-761.