

混凝土和水泥浆的屈服应力测试

——塌落度实验

Jan Philip Plog, Thermo Fisher Scientific, Material Characterization, Karlsruhe, Germany

关键词

流变学, 屈服应力, 混凝土和水泥浆, 塌落度实验

简介

混凝土是世界上应用最多的人造材料。这类材料最重要的一个性能被称为“可使用性”，其概念是指新鲜的（塑性）混凝土可以通过适当的方法（比如振动）填充到模具中而不降低其质量的能力。可使用性取决于很多条件，比如其他物质在水中的浓度，聚集情况（形状和尺寸分布），水泥的含量及水化时间，并且可以通过化学添加剂进行调控，比如使用高效增塑剂或者增加水含量。然而，过多的水会出现很多问题，比如表面出现水纹，强度下降或者砂石分离等，导致质量下降 [1]。其使用性可以通过混凝土塌落度实验来进行测试，这是一种非常简单的测试新鲜混凝土塑化能力的方法，符合 ASTM C 143 [2] 或者 EN12350-2 [3] 测试标准。这个实验的通常将新鲜混凝土放入喇叭状的塌落度桶里来进行评价。首先将桶的大口朝下放在一个平整的，非吸附性表面，分三次填充新鲜混凝土，每次填充后用捣锤捣实后，抹平。然后拔起桶，混凝土因自重而产生塌落。然而，近年来的工作表明通过流变的方法测试新鲜混凝土的屈服应力是最快最简单与其塌落度相关联的方法 [4]。这类样品很难通过旋转流变仪用常规平行板或者同轴圆筒夹具来测量，因为在测量过程中很有可能出现壁滑以及在细小测量间隙的加样过程中出现过多样品破坏。因此，对于此类流变测试，通常推荐使用赛默飞™ 哈克™ Viscotest iQ 智能流变仪配合浆叶式夹具。

当浆叶式夹具完全浸没在样品中后，样品的屈服应力可以通过 Boger[5] 下面公式计算：

$$\tau_0 = \frac{M_{\max}}{K} \quad [a]$$



图 1：赛默飞™ 哈克™ Viscotest iQ 智能流变仪

其中 T 为扭矩，K 是浆叶夹具的参数，由其高度 (H) 及直径 (D) 决定：

$$K = \frac{\pi \cdot D^3}{2} \left[\frac{H}{D} + \frac{1}{3} \right] \quad [b]$$

实验结果与讨论

图 1 是赛默飞™ 哈克™ Viscotest iQ 智能流变仪配备浆叶式夹具配置图。在本次实验中使用典型浓度比例将一种波特兰水泥与水进行混合，然后加入三种不同质量分数的细砂石，表 1 中给出了详细的样

Sample	Portland Cement/g	Water/g	Fine Gravel/g
1	275	75	0
2	275	75	125
3	275	75	75

表 1: 混凝土样品的组成

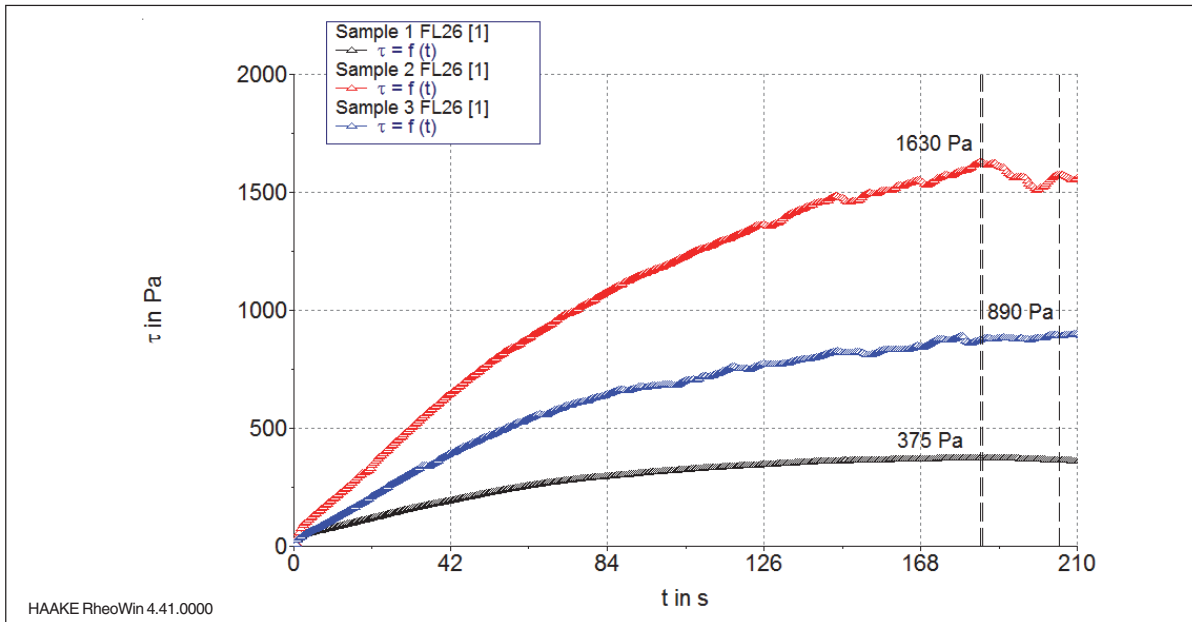


图 2: 25°C下, 三种样品的剪切应力随时间的变化

品组成。当样品完全混合后, 等待 5 分钟后进行测试。整个测试过程如下: 当桨叶转子完全浸没到样品中后, 仪器开始施加一个恒定的 0.05rpm 的转速, 然后观察剪切应力随着时间的变化。当观察到一个明显的弹性响应区后, 样品的结构开始破坏, 剪切应力开始下降。因此, 剪切应力曲线上的最大值就对应了样品的屈服应力。所得结果如图 2 所示。可以看到, 在 25°C 测试条件下, 纯的水泥浆体系的屈服应力为 375Pa, 而含有 75 克和 125 克增塑剂的样品的屈服应力分别为 890Pa 和 1630Pa。然后这些样品的屈服应力就可以通过经验公式转变为混凝土塌落实验标准数 [6]:

$$s = 300 - 347 \frac{(\tau_0 - 212)}{\rho} \quad [c]$$

其中 s 表示塌落度, 以 mm 表示, with s being the slump in mm, τ_0 为屈服应力, ρ 是样品密度。

结论

赛默飞™ 哈克™ Viscotest iQ 智能流变仪提供的桨叶式测量方式向用户提供了一种快速, 简单, 准确的方法来评估混凝土和水泥浆的屈服应力, 并将其与标准塌落实验数据相关联。

参考文献

1. See Wikipedia, Concrete, <http://en.wikipedia/wiki/Concrete> (as of Jan. 13, 2014, 16:50 CET)
2. ASTM C 143 - Standard Test Method for Slump of Hydraulic-Cement Concrete
3. EN 12350-2 - Testing fresh concrete. Slump test
4. N. Roussel, Correlation between Yield Stress and Slump: Comparison between Numerical Simulations and Concrete Rheometers Results, Materials and Structures, May 2006, Volume 39, Issue 4, pp 501-509
5. Dzuy NQ, Boger DV. 1985. Direct yield stress measurement with the vane method. J Rheol 29:335-47
6. Chong Hu, François De Larrard, Odd E. Gjovr, Rheological testing and modelling of fresh high performance concrete, Materials and Structures, January/February 1995, Volume 28, Issue 1, pp 1-7

Thermo Scientific HAAKE Viscotester iQ流变仪配备 桨叶式转子测量果酱、巧克力酱及花生酱的屈服应力

Francesca De Vito, Fabian Meyer and Fritz Soergel, Thermo Fisher Scientific, Material Characterization, Karlsruhe, Germany

关键词

果酱、巧克力酱，花生酱，屈服应力，桨叶转子，数据评估与记录

摘要

果酱，巧克力酱和花生酱这类产品的标准质控方法之一是在其原始容器中测量产品的屈服应力。为了完成这类测试，需要使用桨叶式转子，并将其垂直放入到盛放样品的原始容器中，以免破坏其原始结构。为了精确高效的完成此类质控实验，需要使用一台具有简单灵活升降控制功能的流变仪配备通用样品夹持器，以便适应各种形状的容器，还要求该仪器的软件可以自动进行测试，数据评估以及质控结果记录。另外还可以选择加载一只与转子平行的温度传感器以便记录样品的真实温度。食品产品的屈服应力是表征其性能比如产品的稳定性，口感，流动性，分散性及加工性能的重要参数，而且会受到食品成分及配方的影响[1-3]。

简介

为了研究不同配方及成分对屈服应力的影响以及重复性，本文选取3种典型的食品进行测试分析。桨叶式转子的优势在于其可以用来测试含有较大尺寸颗粒的样品，但是桨叶转子的叶片尺寸也需要几倍于样品的最大颗粒尺寸（比如山莓酱的种子）。从流变的角度看，固体颗粒属于被动填料，不会对样品的弹性网络产生贡献，一般来说样品的弹性网络是由分子或大的聚集体直接的相互作用产生的。在样品屈服之前，样品会随着剪切应力或应变表现出线性响应；接近屈服



图1: Thermo Scientific HAAKE Viscotester iQ流变仪，通用夹持器及桨叶转子FL26-2叶片（左）；具有三个叶片转子的万向支架；4叶片转子FL16和FL22以及FL26-2叶片（右）

时，所施加的应力变得足够大，可以改变材料的微结构并导致样品的非线性粘弹响应；样品屈服以后则会表现出液体的性质。而样品的屈服应力的确定则很大程度上依赖于所选用的实验方法和参数设置[1-3]。

巧克力酱则会因为糖分，脂肪，可可及蛋白质含量以及乳化剂的不同而表现出不一样的性质。而这些因素都会对其屈服应力产生不同的影响。本文选取了两种市售的巧克力酱作为样品进行了测试。而花生酱的屈服应力要比巧克力酱还要高[4]。本文也选择了一种奶油花生酱进行实验，并考察桨叶式转子的测试重复性。

屈服应力的定义是使得样品流动所需要的最小的剪切应力。屈服应力可以用来考察产品的流动性，分散性等，也可以用来评估其稳定性[2-5]。屈服应力的计算一方面取决于产品的成分，另一方面还受到测试方法及参数的影响。而且，样品的预处理过程起着重要作用，直接决定所测试的是原始结构还是破坏后的结构[2,3,5]。

关于屈服应力的测试方法，最准确也是最推荐的是用平行板夹具进行直接控制应力实验。这要求细致的样品准备，处理及加样，以保持样品的原始结构[6]。搅拌或者挤压都会导致屈服应力发生动态变化[1-3]。将样品加载到平行板，锥平板或者同轴圆筒内进行实验，通常需要很长的样品恢复时间，从10到20分钟不等，也许更长。但是对于质控过程来说，这种方法太费时间，因此经常采用相对桨叶式这种相对测试夹具来进行原位的实验评估[2, 3, 5]。选择正确的实验参数是此种实验最基础的要素，详见文献[7]，并且推荐用控制速率模式进行测试，转速不超过1 rmp[2]。

实验材料和方法

本文使用Thermo Scientific™ HAAKE™ Viscotester™ iQ流变仪配合两种4叶片的桨叶式转子（FL16和FL22）在通用夹持器上通过控制速率模式进行实验，转子叶片直径分别为16和22毫米，高度分别为8.8和16毫米（图1），仪器转速设置为0.05 rpm。5种市售酱类产品分别使用不同的转子，采用相同的实验参数进行测试。将产品容器盖子打开，直接放置在通用夹持器上面。利用手动控制升降功能和Thermo Scientific™ HAAKE™ RheoWin™软件设置（图2）以保证转子保持静止，然后垂直的将转子插入到具有高度重复性的测量位置。实际经验表明，较硬的产品在生产线上以较高的速度罐装时，产品在容器内的不同区域可能表现出不一样的性质。因此每次实验都必须保证桨叶转子在产品容器中的位置是相同的，以确保测试结果的重复性和可靠性。当样品经过短暂的平衡和恢复后，测试时间被重置为0。然后设置一个非常低转速（0.05 rpm），旋转的时间以及在此时间段内所需要的数据点的数量。最后可以加入数据自动评估的设置以及生成实验报告。实验报告可以保存为多种格式（比如pdf, jpeg, tiff等）或者直接由打印机输出。对于每一类样品，都需要进行简单的预实验来确定最合适的转子型号。比如较小尺寸的转子适合测试具备较高屈服应力的样品，比如花生酱；而尺寸大的转子则适用于测试低粘度、低屈服应力的样品，例如巧克力酱，果酱或者蛋黄酱[7]。为了确定合适的转速，则需要进行多种转速的实验。转速太高则会在曲线上形成

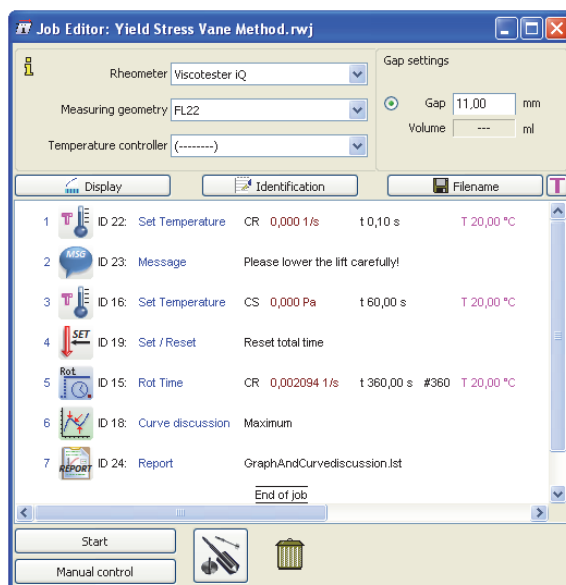


图2 HAAKE RheoWin软件设置

一个难以计算的尖峰（图3中红色三角形），转速太低则会产生渐进型的曲线（图3绿色圆圈）。而我们的目的是选择一个合适的转速，使得实验曲线具有一个可以评估的最大值（图3蓝色长方形）。前期实验证明，0.05 rpm的转速是最适合这些样品的。

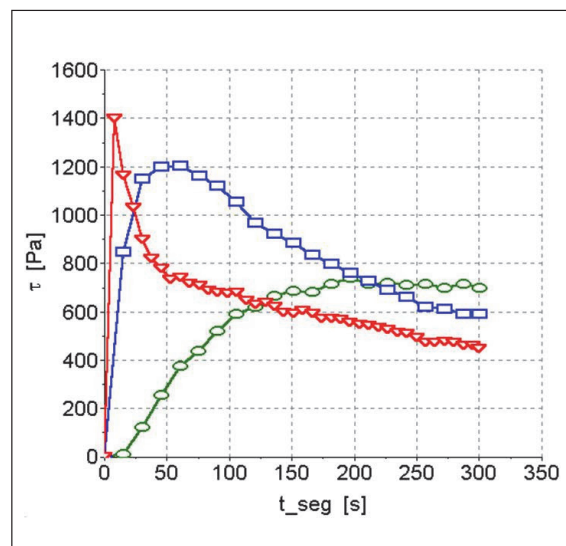


图3 同一样品不同转速下，桨叶片转子屈服应力测量的图比较。有较高的转速（红色三角形），中等旋转速度（蓝色矩形）及和较低的旋转速度（绿色圆圈）

结果与讨论

果酱的流变特性很大程度上取决于水果的种类及果酱配方[8]。图4给出了两种山莓酱的实验结果，一种是含有种子的，另一种是过筛的。跟预期的一样，过了筛的样品的屈服应力远大于含有种子的样品。这是因为其种子表现为坚硬的球体，并不会对样品弹性结构起到任何贡献。但是两种样品产生屈服的时间轴是基本一致的，如表1所示。其中表1的数据还包含了过筛样品的两次实验数

据，用以考察结果重复性。当转子转过大约85-90度时，此时转子再也感知不到任何样品的原始结构信息，因此在大约300秒后，曲线会略有下降。

图5和表2的数据是两种巧克力酱产品A和B的实验结果。其中A样品中含有更多的可可、蛋白质和糖分，但是其脂肪含量要小于B样品。另外，两种产品所使用的乳化剂也不一样，A用的是大豆提取物，而B则是提取自向日葵。结果表面B样品的屈服应力几乎超过A的两倍以上。浆叶转子重复性实验使用的是FL16型号

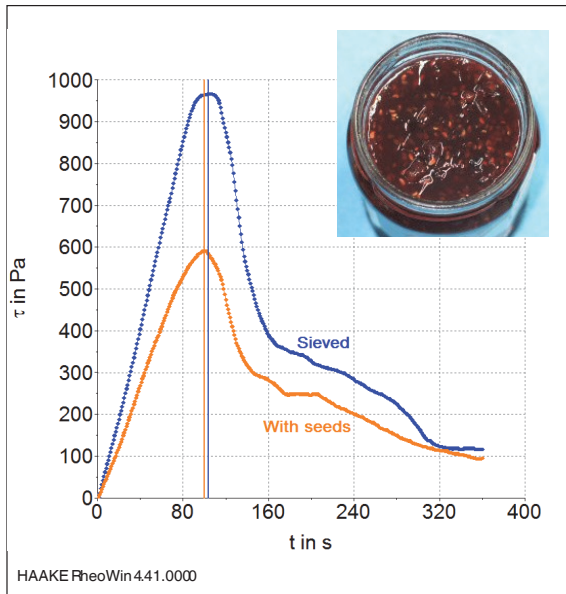


图4 两种山莓酱的屈服应力测试结果

Raspberry jam	τ_0 in Pa	t in s
With seeds	590	100
Sieved	967	104
Sieved (measurement 2)	977	104

表1 山莓酱样品的实验数据汇总及对比

转子，样品是牛奶花生酱。图6和表3的结果表明，在三次独立的实验结果中，数据重复性非常好，并且屈服应力数据与平均值之间的误差只有1.5%，其发生屈服的时间也基本一致。

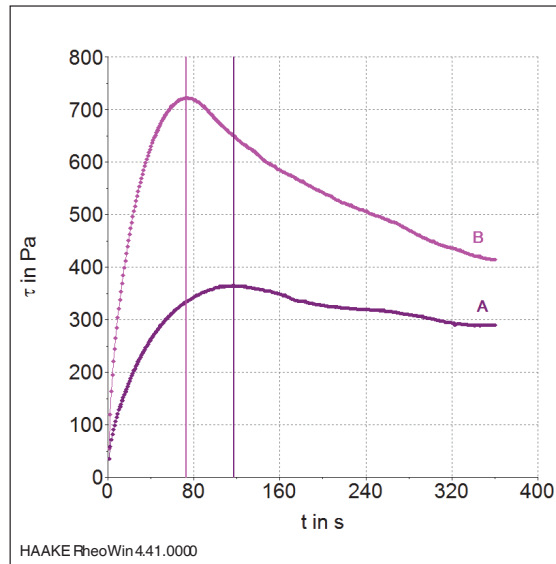


图5 巧克力酱的屈服应力测试结果

Chocolate spread	τ_0 in Pa	t in s
A	364	117
B	722	73

表2 巧克力酱样品的实验结果汇总及对比

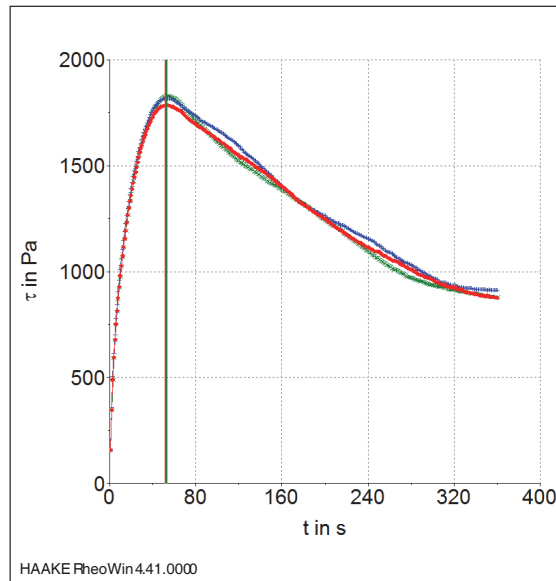


图6 牛奶花生酱的三次独立测试实验结果

Peanut butter	τ_0 in Pa	t in s
Measurement 1 (blue)	1818	52.1
Measurement 2 (red)	1785	52.1
Measurement 3 (green)	1829	53.2

表3 牛奶花生酱的三次独立实验结果汇总及对比

结论

使用HAAKE Viscotester iQ流变仪配合通用夹持具及桨叶式转子可以快速、高效的完成果酱类样品的质控工作，并且可以对样品进行原位的性能表征及评估。该仪器具备智能升降功能，可以保证便捷、快速的操作。配合通用夹持器，可以让用户在特定的容器中进行样品测试，并保证桨叶转子测试位置的高重复性，这也是得到高重复性数据的保证。HAAKE Viscotester iQ流变仪既可以通过内置程序单独工作，也可以通过具备强大功能的哈克THAAKE RheoWin软件来完成更加复杂的测试和数据评估。

参考文献

1. Sun A., Gunasekaran S. "Yield stress in foods-measurements and applications" *Intl. J. Food Prop.* 12(2009) 70-101
2. Steffe J. F. "Rheological methods in food process engineering". 2nd Ed.; Freeman Press, East Lansing(1996)
3. Rao M. A. "Rheology of fluid and semisolid foods – Principles and applications". 2nd Ed., Springer, New York (2007)
4. Oldörp K. "Applied food rheology – Using fast speed control and axial measurements". Thermo Scientific Application Note V238 (2009)
5. Schramm G. "A practical approach to rheology and rheometry". Thermo Scientific, Karlsruhe (2004)
6. DIN Report 143 "Modern rheological test methods – Part 1: Determination of the yield point – Fundamentals and comparative testing methods". (2005)
7. De Vito F., Meyer F., Soergel F. "Investigation of the effect of fatcontent on the yield stress of mayonnaise measured with HAAKEViscotester iQ and vane rotor". Thermo Scientific Application NoteV271 (2014)
8. Javanmard M., Endan J. "A survey on rheological properties of fruit jams". *Int. J. Chem. Eng. Appl.* 1 (2010) 31-37
9. Fischer A. "Qualitätskontrolle mit Hilfe der HAAKE RheoWin Software". Thermo Scientific Application Note V223 (2007)

赛默飞世尔科技

热线电话：
800 810 5118
400 650 5118
sales.cad@thermofisher.com
www.thermofisher.com