

运用响应面法的无机聚合物混凝土性能分析

吴永根, 张泽堃[✉], 刘庆涛, 李文哲

(空军工程大学机场建筑工程系, 西安, 710038)

摘要 利用矿粉与固体激发剂, 制备了适用于机场道面的快硬早强无机聚合物混凝土。基于响应面分析法, 使用 Design Expert 软件对试验结果进行模型拟合, 研究水胶比、胶凝材料用量、砂率各自变量及其交互作用对无机聚合物混凝土坍落度、初凝时间、7d 抗折强度影响的显著程度。分析结果表明: 坍落度影响方面, 胶凝材料用量 > 水胶比 > 砂率; 初凝时间方面, 水胶比 > 胶凝材料用量 > 砂率; 7d 抗折强度影响方面, 水胶比 > 砂率 > 胶凝材料用量; 双因素交互作用的显著程度也各不相同, 其中水胶比和胶凝材料用量对坍落度的交互作用最显著, 胶凝材料用量和砂率对 7d 抗折强度的交互作用最显著, 三因素两两之间对初凝时间的交互作用不显著。

关键词 无机聚合物混凝土; 坍落度; 初凝时间; 抗折强度; 响应面法

DOI 10.3969/j.issn.1009-3516.2017.03.016

中图分类号 U414 **文献标志码** A **文章编号** 1009-3516(2017)03-0092-07

Study on Performance of Inorganic Polymer Concrete Based on Response Surface Methodology

WU Yonggen, ZHANG Zeyao, LIU Qingtao, LI Wenzhe

(Department of Airfield Architecture Engineering, Air Force Engineering University, Xi'an 710038, China)

Abstract: This paper utilizes a kind of mineral powder and solid activator for preparing a quick setting and early high strength inorganic polymer concrete suitable for airport pavement. Based on the response surface analysis method, the experimental results are modeled by using the Design Expert statistical analysis software. The paper researches the notability degree of variables water-binder ratio, cementitious materials consumption, sand ratio and the intermingled influence between them towards inorganic polymer concrete slump, initial setting time and 7d rupture strength. The results show that the notability degree effects of water-binder ratio, cementitious materials consumption and sand ratio on inorganic polymer concrete slump, initial setting time and 7d rupture strength are different, and the order of notability degree is cementitious materials consumption > water-binder ratio > sand ratio, water-binder ratio > cementitious materials consumption > sand ratio, water-binder ratio > sand ratio > cementitious materials consumption; In addition, the notability degree of the interaction between any two factors are different. The interaction between water-binder ratio and cementitious materials consumption has the most significant effect on slump, and the interaction between cementitious materials consumption and sand ratio has the most significant effect on the 7d rupture strength. The interaction between any two factors among the three has no significant effect on initial setting time.

收稿日期: 2016-10-17

作者简介: 吴永根(1969—), 男, 上海人, 教授, 主要从事机场施工与材料研究. E-mail: wuyonggen1@163.com

通讯作者: 张泽堃(1993—), 男, 山西晋城人, 硕士生, 主要从事机场施工与材料研究. E-mail: zhangzeyao0@163.com

引用格式: 吴永根, 张泽堃, 刘庆涛, 等. 运用响应面法的无机聚合物混凝土性能分析[J]. 空军工程大学学报(自然科学版), 2017, 18(3): 92-98. WU Yonggen, ZHANG Zeyao, LIU Qingtao, et al. Study on Performance of Inorganic Polymer Concrete Based on Response Surface Methodology[J]. Journal of Air Force Engineering University (Natural Science Edition), 2017, 18(3): 92-98.

Key words: inorganic polymer concrete; slump; initial setting time; rupture strength; response surface methodology

无机聚合物混凝土(Inorganic Polymer Concrete, IPC)是近年来国际上备受关注的新型绿色高性能材料,是由无机聚合物胶凝材料,粗细骨料、水和适量的外掺材料按适当的比例构成的工程复合材料^[1]。IPC具有快凝、早高强、耐腐蚀、耐高温、抗冻性好等特点^[2-3],且合成能耗低,与水泥混凝土相比具有较好的经济性与环保性^[4-6],符合国家节能环保和使用绿色建筑材料的要求,具有良好的开发前景。从20世纪50年代苏联科学家 Glukhovsky^[5]对无机聚合物胶凝材料进行的开创性研究到现今,许多科研人员都对 IPC 进行了探索研究^[7-10]。国外已有 IPC 在机场道面抢修、抢建领域应用的实例,而国内 IPC 鲜有应用于机场道面的抢建领域^[11]。

响应面法已在农业、食品、生物、化学、制造等领域广泛应用,但在混凝土中的应用较少^[12-17]。本文基于集数学与统计学为一体响应面法,利用 Design Expert 软件对试验结果进行建模和分析,研究水胶比、胶凝材料用量和砂率各自变量及其交互作用对 IPC 坍落度、初凝时间和 7d 抗折强度影响的显著程度,从而为配制适用于不同条件下的机场道面无机聚合物混凝土提供理论基础。

1 试验原材料

1)高炉矿渣微粉:江西萍乡联达高新建材厂生产的冶金高炉矿渣微粉,比表面积 410 m²/kg,密度 2.82 g/cm³;

2)激发剂:碱性固体激发剂;

3)砂子:陕西灞河中砂,级配合格,密度为 2.63 g/cm³,堆积密度 1 503 kg/m³,含泥量 1.64%;

4)石子:泾阳石灰岩碎石,采用 5~20 mm 和 20~40 mm 二级碎石,按 4:6 的比例配制,级配合格,密度 2.77 g/cm³,堆积密度 1 500 kg/m³。

2 响应面法设计方案

以水胶比(A)、胶凝材料用量(B)、砂率(C)3个关键配制参数为响应因子,设计三因素三水平试验^[18],以坍落度(mm)、初凝时间(min)、7d抗折强度(MPa)为响应,利用 Design Expert 软件进行响应面分析设计。试验因素与水平的取值见表1,试验设计与试验结果见表2。编号1~12是析因试验,13~17是中心试验,前12个试验点是析因点,

是响应因子取值在 A、B、C 所构成的三维定点,后5个重复试验点为零点,是设计区域的中心点,是为了估计试验误差^[19]。

表1 试验因素编码及水平

Tab. 1 Experimental factor and levels of coding

因素	水平		
	-1	0	1
水胶比(A)	0.31	0.34	0.37
胶凝材料用量(B)/(kg·cm ⁻³)	400	450	500
砂率(C)	0.32	0.36	0.40

表2 响应面分析法设计方案与试验结果

Tab. 2 Design and test result by response surface methodology

序号	试验设计			试验结果		
	A	B/ (kg·cm ⁻³)	C	坍落度 /mm	初凝 时间 /min	7d抗折强 度/MPa
1	0.31	400	0.36	60	55	4.8
2	0.37	400	0.36	165	80	3.8
3	0.31	500	0.36	200	30	4.5
4	0.37	500	0.36	240	70	3.8
5	0.31	450	0.32	140	30	4.1
6	0.37	450	0.32	190	70	3.4
7	0.31	450	0.40	155	30	4.5
8	0.37	450	0.40	250	70	3.9
9	0.34	400	0.32	90	38	4.3
10	0.34	500	0.32	210	70	4.1
11	0.34	400	0.40	160	40	5.1
12	0.34	500	0.40	230	70	4.5
13	0.34	450	0.36	180	55	4.7
14	0.34	450	0.36	180	53	4.8
15	0.34	450	0.36	185	55	4.7
16	0.34	450	0.36	175	51	4.8
17	0.34	450	0.36	190	57	4.9

3 试验结果分析

3.1 三因素对坍落度的影响及其交互作用

利用 Design Expert 软件对表2中的坍落度数据进行回归拟合分析,得到坍落度编码值表示的二次项多元回归模型:

$$\text{坍落度} = 182 + 36.25A + 50.63B + 20.63C - 16.25AB + 11.25AC - 12.5BC - 2.25A^2 - 13.5B^2 + 4C^2$$

对回归方程进行方差分析,见表3。

表3 坍落度模型方差分析

Tab.3 Slump model analysis of variance

来源	平方和	自由度	均方差	F	P 值
模型	37 451.99	9	4 161.33	123.30	<0.000 1
A	10 512.13	1	10 512.50	311.48	<0.000 1
B	20 503.13	1	20 503.13	607.50	<0.000 1
C	3 403.13	1	3 403.13	100.83	<0.000 1
AB	0.002 5	1	1 056.25	31.30	0.000 8
AC	1 056.25	1	506.25	15.00	0.006 1
BC	625.00	1	625.00	18.52	0.003 6
A ²	21.32	1	21.32	0.63	0.452 9
B ²	767.37	1	767.37	22.74	0.002 0
C ²	67.37	1	67.37	2.00	0.200 6
残差	236.25	7	33.75		
失拟项	106.25	3	35.42	1.09	0.449 5
绝对误差	130.00	4	32.50		
总离差	37 688.24	16			

表3中模型的 $P < 0.000 1$, 可认为此模型极为显著; 失拟项表征模型与试验的差异程度, 本模型中失拟项 $P = 0.449 5 > 0.05$, 说明模型与试验数据相关的情况显著; 模型的校正决定系数 $Adj R-Squared = 0.993 7$, 说明此模型可解释 99.37% 的响应值变化; 复相关系数 $R-Squared = 0.985 7$, 说明模型拟合程度良好; 此外变异系数 $C.V = 3.29\%$, 数值较小说明试验可靠性高。综上, 此回归模型的可靠性高, 用回归方程对试验结果进行的分析可信度高。

三因素及坍落度的三维响应曲面图和等高线图见图 1~3。

由图 1 可知, 在 A(B) 因素一定时, 坍落度随因素 B(A) 取值的增加而增加, 体现为此时曲面陡峭以及等高线密集, 这说明因素 A、B 对坍落度的影响较为显著; 从三维曲面的走势看出因素 B 对坍落度影响的显著性高于因素 A。

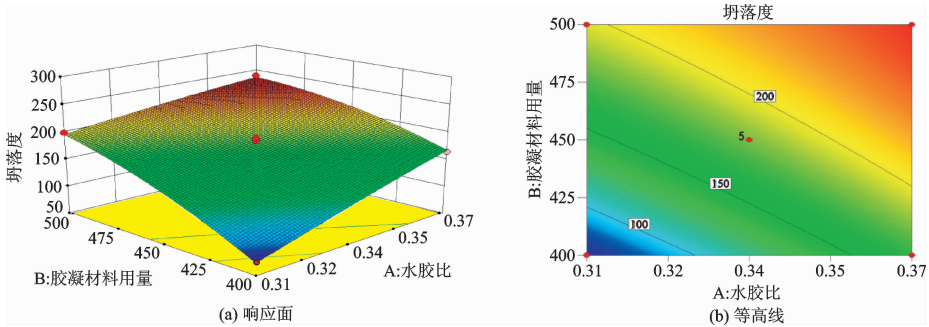


图1 水胶比 A、胶凝材料用量 B 对坍落度的影响

Fig.1 Effect of water-binder ratio and cementitious materials consumption on slump

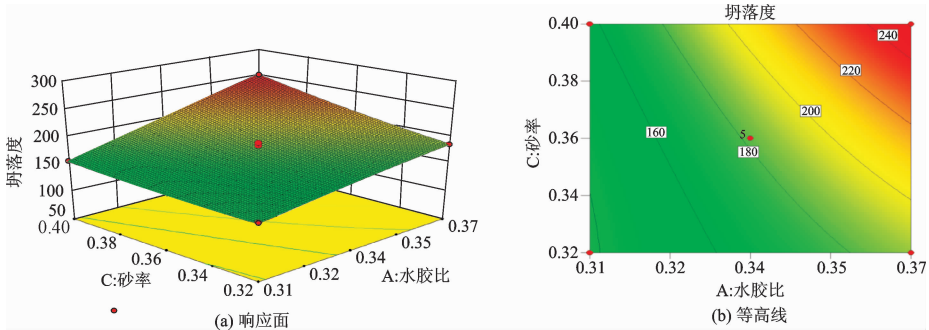


图2 水胶比 A、砂率 C 对坍落度的影响

Fig.2 Effect of water-binder ratio and sand ratio on slump

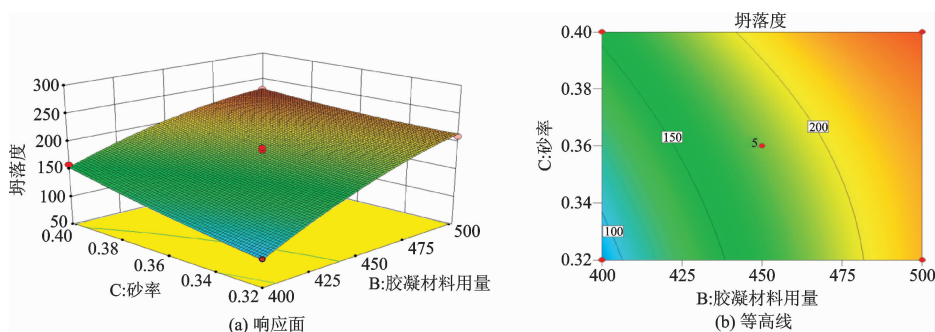


图3 胶凝材料用量 B、砂率 C 对坍落度的影响

Fig.3 Effect of cementitious materials consumption and sand ratio on the slump

由图 2 可知,横坐标上等高线分布的密集程度较其在纵坐标上要大,说明因素 A 对坍落度影响的显著程度大于因素 C;三维响应曲面扭曲不明显,这说明因素 A、C 的交互作用不显著。

由图 3 可知,三维响应曲面基本无扭曲,说明因素 B、C 间的交互作用不显著;横坐标上等高线的分布多于纵坐标,说明因素 B 对坍落度影响的显著性大于因素 C。

综上所述,可得:

1)三因素对 IPC 的坍落度影响显著程度依次为胶凝材料用量 $B >$ 水胶比 $A >$ 砂率 C,在三维响应面上表现为曲线陡峭程度依次减弱渐趋平缓,从试验过程看也是如此,坍落度模型回归方程中 A、B、C 系数

绝对值大小排序 $B > A > C$ 也印证了这一结论。

2)等高线的形状可反映出交互效应的强弱,椭圆形表示两因素交互作用显著,而圆形则与之相反^[20]。图 1~3 等高线对比无法明显比较出因素间交互作用显著程度的大小,借助比较坍落度模型中各项的估计参数,即坍落度模型回归方程各项系数绝对值的大小 $AB > BC > AC$,得出因素间交互作用的显著程度排序 $AB > BC > AC$ 。

3.2 三因素对初凝时间的影响及其交互作用

三因素与初凝时间的模型显著性不高,因此只做出三维响应曲面图和等高线图分析显著性影响,见图 4~6。

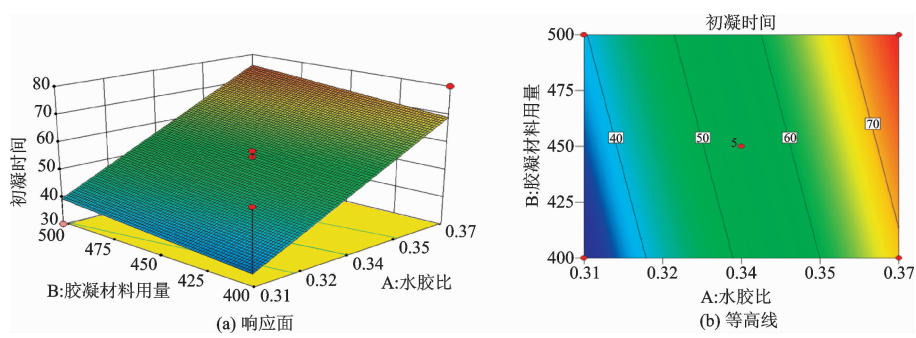


图 4 水胶比 A、胶凝材料用量 B 对初凝时间的影响

Fig. 4 Effect of water-binder ratio and cementitious materials consumption on initial setting time

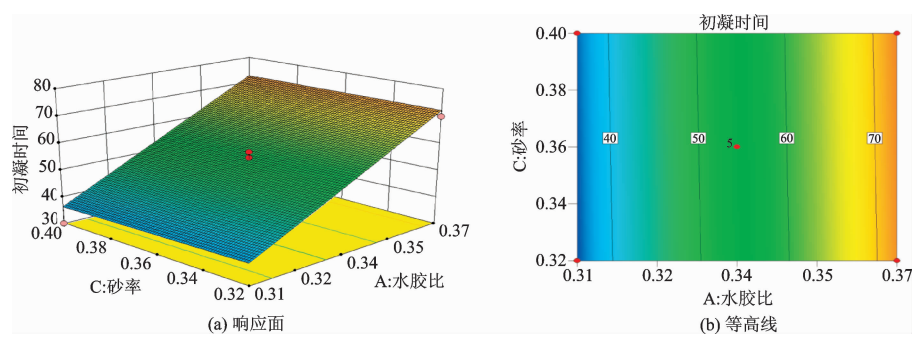


图 5 水胶比 A、砂率 C 对初凝时间的影响

Fig. 5 Effect of water-binder ratio sand ratio on initial setting time

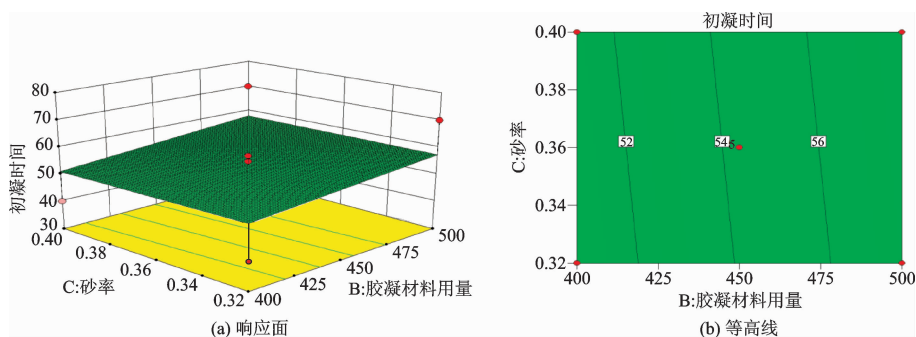


图 6 胶凝材料用量 B、砂率 C 对初凝时间的影响

Fig. 6 Effect of cementitious materials consumption and sand ratio on initial setting time

图4~6的相似度很高,三维响应曲面都没有扭曲,几乎成1个平面,等高线都是近似平行的等距直线,这说明三因素两两之间对初凝时间的交互作用不显著。从3个三维响应曲面的走势对比中得出,三因素对IPC混凝土的初凝时间影响显著程度依次为水胶比 $A >$ 胶凝材料用量 $B >$ 砂率 C ,其中水胶比对初凝时间影响的显著程度要远大于其他两个因素,占据了主导地位。

3.3 三因素对7d抗折强度的影响及其交互作用

利用Design Expert软件对表2中的7d抗折强度数据进行回归拟合分析,得到7d抗折强度编码值表示的二次项多元回归模型:

$$7d \text{ 抗折强度} = 4.78 - 0.37A - 0.14B + 0.26C + 0.075AB + 0.025AC - 0.1BC - 0.54A^2 + 0.015B^2 - 0.26C^2$$

对回归方程进行方差分析,见表4。

表4中模型的 $P < 0.0001$,失拟项的 $P = 0.1597 > 0.05$,说明模型显著。7d抗折强度模型的校正决定系数 $\text{Adj } R\text{-Squared} = 0.9424$,复相关系数 $R\text{-Squared} = 0.9748$,变异系数 $C.V = 2.59\%$,进一步说明试验可靠性高,模型拟合程度良

好。综上,此回归模型的可靠性高,用回归方程对试验结果进行的分析可信度高。

表4 7d抗折强度模型方差分析

来源	平方和	自由度	均方差	F	P值
模型	3.50	9	0.39	30.07	<0.0001
A	1.13	1	1.13	87.02	<0.0001
B	0.15	1	0.15	11.70	0.0111
C	0.55	1	0.55	42.64	0.0003
AB	0.022	1	0.0022	1.74	0.2286
AC	0.0025	1	0.0025	0.19	0.6734
BC	0.04	1	0.040	3.09	0.1220
A^2	1.23	1	1.23	94.97	<0.0001
B^2	0.00947	1	0.00947	0.073	0.7944
C^2	0.30	1	0.30	22.87	0.0020
残差	0.091	7	0.013		
失拟项	0.063	3	0.021	2.98	0.1597
绝对误差	0.028	4	0.007		
总离差	3.59	16			

做出三因素及7d抗折强度的三维响应曲面图和等高线图,见图7~9。

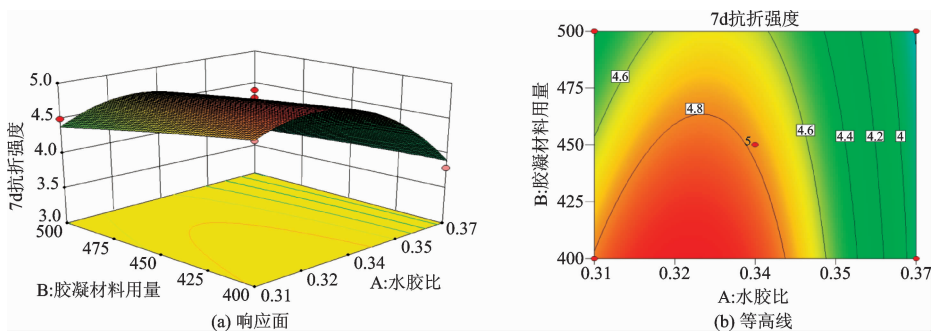


图7 水胶比A、胶凝材料用量B对7d抗折强度的影响

Fig. 7 Effect of water-binder ratio and cementitious materials consumption on 7d rupture strength

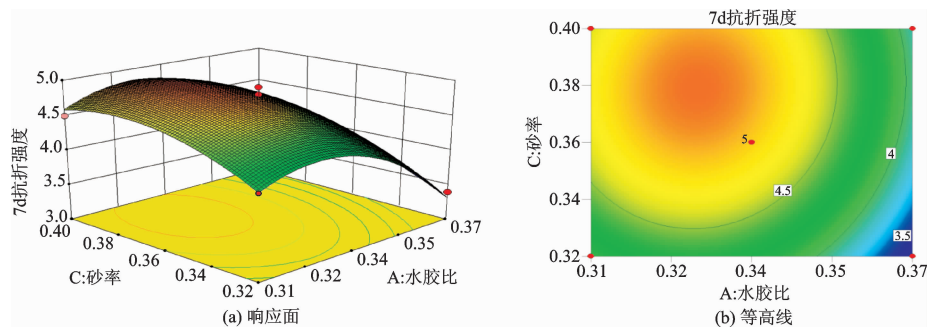


图8 水胶比A、砂率C对7d抗折强度的影响

Fig. 8 Effect of water-binder ratio and sand ratio on 7d rupture strength

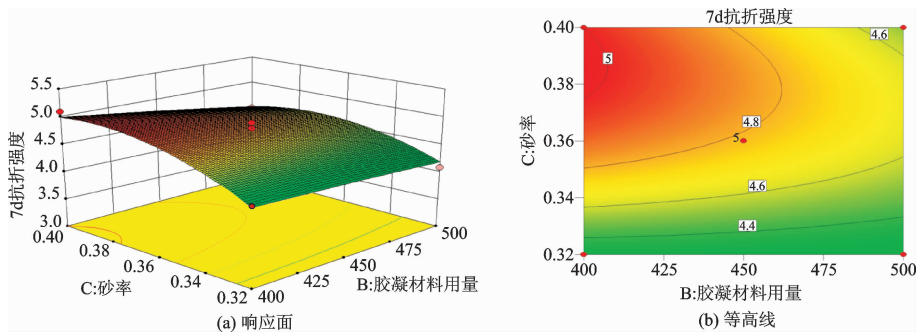


图9 胶凝材料用量 B、砂率 C 对 7d 抗折强度的影响

Fig. 9 Effect of cementitious materials consumption and sand ratio on 7d rupture strength

由图 7 知,等高线分布密集且在横坐标上分布多于纵坐标,这说明因素 A 影响 7d 抗折强度的显著程度大于因素 B;虽然三维响应曲面无明显的扭曲情况,但等高线的曲率很大,因此因素 A、B 仍存在一定的交互作用。

由图 8 知,三维响应曲面开口向下,伴随着因素 A 或因素 C 值的增加,7d 抗折强度增大,当 7d 抗折强度达到极大值后,随着因素水平的增加而减小,说明因素 A、C 对 7d 抗折强度有较为显著影响;图中的等高线近似围成了一个圆,无法辨别 A、C 影响的显著程度高低,只能说明 A、C 的交互作用较弱。

由图 9 知,纵坐标上等高线的分布较其在横坐标上分布更为密集,说明因素 C 对 7d 抗折强度的影响显著性高于因素 B;等高线的曲率较大,因素 B、C 间存在一定的交互作用。

综上所述,可得:

1)由图 7~9 明显看出因素 A、C 影响 7d 抗折强度的显著程度高于因素 B。模型方差分析中,A、B、C 的 P 值均小于 0.05, $P(A) < P(C) < P(B)$,即显著程度依次为水胶比 $A >$ 砂率 $C >$ 胶凝材料用量 B。

(2)图 7~9 显示:因素 A、B 和因素 B、C 的交互作用显著,因素 A、C 的交互作用不显著。结合比较 7d 抗折强度模型回归方程中各项系数绝对值的大小 $BC > AB$,得出因素间交互作用的显著程度排序 $BC > AB > AC$ 。

4 结论

通过试验及数据分析可得:

1)单因素对 IPC 坍落度影响的显著程度依次为胶凝材料用量 $B >$ 水胶比 $A >$ 砂率 C ,因素间交互作用的显著程度排序 $AB > BC > AC$,因素 A、B、C 对 IPC 坍落度的影响均为正效应。

2)单因素对 IPC 初凝时间影响的显著程度依

次为水胶比 $A >$ 胶凝材料用量 $B >$ 砂率 C ,三因素两两之间对初凝时间的交互作用不显著。水胶比在对 IPC 初凝时间的影响中占据了主导地位,胶凝材料用量和砂率的影响几乎可以忽略。

3)单因素对 IPC 7d 抗折强度影响的显著程度依次为水胶比 $A >$ 砂率 $C >$ 胶凝材料用量 B,因素间交互作用的显著程度排序 $BC > AB > AC$,A、B 对 IPC 7d 抗折强度的影响为正效应,而 C 为负效应。

4)Design Expert 对试验结果建立的模型拟合程度良好,利用模型分析得出:水胶比对 IPC 性能的影响较敏感,砂率对 IPC 性能的影响较弱,设计 IPC 配合比时,需着重考虑水胶比的大小。

参考文献(References):

- [1] 曹定国,翁履谦,吴永根,等.快凝早强无机聚合物混凝土研究及应用[M].北京:科学出版社,2015. CAO D G, WENG L Q, WU Y G, et al. Study and Application of Quick Setting and Early Strength Inorganic Polymer Concrete [M]. Beijing: Science Press, 2015. (in Chinese)
- [2] BAKHAREV T, SANJAYAN J G, CHENG Y B. Sulfate Attack on Alkali-activated Slag Concrete [J]. Cement and Concrete Research, 2002, 32(2): 211-216.
- [3] PACHECO-TORGAL F, ABDOLLAHNEJAD Z, CAMOES A F, et al. Durability of Alkali-Activated Binders: A Clear Advantage over Portland Cement or an Unproven Issue? [J]. Construction & Building Materials, 2012, 30(5): 400-405.
- [4] POLOMO A, MAELAS A, M. BLANEO T, et al. Physical, Chemical And Mechanical Characterization of Geopolymers [C]//Proc 9th Int Cong Chemistry of Cement, New Delhi, 1992, (5): 505-511.
- [5] 吴永根,蔡良才,付亚伟.机场道面自密实碱激发混凝土性能研究[J].空军工程大学学报(自然科学版),2010,11(3): 1-5. WU Y G, CAI L C, FU Y W. Performance of Air-

- port Pavement Self-Compacting Alkali-Slag Activated Concrete [J]. Journal of Air Force Engineering University(Natureal Science Edition), 2010, 11(3): 1-5. (in Chinese)
- [6] GLUKHOVSKY V D. Soil Silicates [M]. Kiev: Budivelnik Publisher, 1959.
- [7] LI Q X, CAI L C, FU Y W. Fracture Properties and Response Surface Methodology Model of Alkali-Slag Concrete under Freeze-Thaw Cycles [J]. Construction & Building Materials, 2015, 93: 620-626.
- [8] 张景富, 丁虹, 代奎, 等. 矿渣-粉煤灰混合材料水化产物、微观结构和性能 [J]. 硅酸盐学报, 2007, 35(5): 633-637.
ZHANG J F, DING H, DAI K, et al. Microstructure and Properties of Hydration Perproducts of Slag-Fiy Ash Mixed Cementitious Materials [J]. Journal of the Chinese Ceramic Society, 2007, 35(5): 633-637. (in Chinese)
- [9] SHI C J, JIMENEZ A F, PALOMO A. New Cements for the 21st Century: the Pursuit of an Alternative to Portland Cement [J]. Cement and Concrete Research, 2011, 41(7): 750-763.
- [10] SONG X J, MAROSSZEKY M, BRUNGS M, et al. Durability of Fly Ash Based Geopolymer Concrete against Sulphuric Acid Attack [C]//10th International Conference on the Durability of Building Materials and Components. Lyon, France, 2005: 17-20.
- [11] 刘东. 无机聚合物道路足尺板基本特性及试验研究 [D]. 武汉: 武汉理工大学, 2012.
LIU D. Experimental Research on Basic Properties of Inorganic Polymer Concrete Full-Scale Slab [D]. Wuhan: Wuhan University of Technology, 2012. (in Chinese)
- [12] AMBATI P, AYYANNA C. Optimizing Medium Constituents and Fermentation Conditions for Citric Acid Production from Palmyra Jaggery Using Response Surface Method [J]. World Journal of Microbiology & Biotechnology, 2001, 17(4): 331-335.
- [13] AHUJA S K, FERREIRA G M, MOREIRA A R. Application of Plackett-Burman Design and Response Surface Methodology to Achieve Exponential Growth for Aggregated Shipworm Bacterium [J]. Biotechnology and Bioengineering, 2004, 85(6): 666-675.
- [14] 郑大为, 窦玉荣, 孙小斌, 等. 响应曲面法优化防冻混凝土配合比设计 [J]. 辽宁工程技术大学学报(自然科学版), 2015, 34(1): 32-36.
ZHENG D W, DOU Y R, SUN X B, et al. Anti-freeze Concrete Mix Design Optimization by Response Surface Methodology [J]. Journal of Liaoning Technical University(Natural Science), 2015, 34(1): 32-36. (in Chinese)
- [15] 任伟新, 陈华斌. 基于响应面的桥梁有限元模型修正 [J]. 土木工程学报, 2008, 41(12): 73-78.
REN W X, CHEN H B. Response Surface Based on Finite Element Model Updating of Bridge Structures [J]. China Civil Engineering Journal, 2008, 41(12): 73-78. (in Chinese)
- [16] 桂苗苗. 响应曲面法优化加气混凝土砂浆配方研究 [J]. 材料导报, 2010, 24(S1): 249-251.
GUI M M. Optimization Autoclaved Aerated Concrete Mortar Formula Using Response Surface Methodology [J]. Materials Review, 2010, 24(S1): 249-251. (in Chinese)
- [17] CAI L C, WANG H F, FU Y W. Freeze-thaw Resistance of Alkali-Slag Concrete Based on Response Surface Methodology [J]. Construction & Building Materials, 2013, 49(6): 70-76.
- [18] YETILMEZSOY K, DEMIREL S VANDERBEI R J. Response Surface Modeling of Pb(II) Removal from Aqueous Solution by Pistacia Vera L: Box-Behnken Experimental Design [J]. Journal of Hazardous Materials, 2009, 171(1-3): 551-562.
- [19] 石振武, 解飞. 基于响应面分析法的钢纤维混凝土耐磨性试验研究 [J]. 公路交通科技, 2015, 32(7): 23-25.
SHI Z W, XIE F. Experimental Research of Abrasion Resistance of Steel Fiber Reinforced Concrete Based on Response Surface Analysis Method [J]. Journal of Highway and Transportation Research and Development, 2015, 32(7): 23-25. (in Chinese)
- [20] 付亚伟, 蔡良才, 曹定国, 等. 碱矿粉无机聚合物混凝土的制备及性能研究 [J]. 建筑材料学报, 2010, 13(4): 524-528.
FU Y W, CAI L C, CAO D G, et al. Manufacturing Process And Properties of Alkali-Slag Mineral Polymer Concrete [J]. Journal of Building Materials, 2010, 13(4): 208-212. (in Chinese)

(编辑: 徐敏)