

DOI: 10.16285/j.rsm.2022.0886

基于不同后处理方法的砂型 3D 打印类 岩石试样力学性能研究

田 威, 王肖辉, 云 伟, 程 续

(长安大学 建筑工程学院, 陕西 西安 710061)

摘 要: 3D 打印技术作为一种快速成型技术在岩石室内试验中有着极大的应用潜力, 但 3D 打印试样的低强度、低刚度一直是亟待解决的关键问题之一。为了能够找到提高 3D 打印类岩石试样强度、刚度的方法, 选用 GS19 砂和呋喃树脂为打印材料, 以砂型 3D 打印类岩石试样为研究对象, 在此基础上采用 3 种后处理方法(真空渗入、低温处理以及渗入低温相结合)分别对试样进行后处理, 对经后处理的砂型 3D 打印类岩石试样开展单轴压缩试验以研究其力学性能, 并结合扫描电镜从微观层面分析了力学性能变化的原因。研究表明: 不同后处理方法会改变试样的力学性能, 其中渗入、低温相结合的方法对试样的强度和刚度提高最为显著, 这与试样内部胶结状态发生变化相关。研究结果可为今后 3D 打印技术在岩石试验中的应用提供新的研究思路。

关 键 词: 岩石力学; 3D 打印; 后处理方法; 力学性能; 微观形貌

中图分类号: TU 452

文献标识码: A

文章编号: 1000-7598 (2023) 05-1330-12

Mechanical properties of sand 3D printed rock-like samples based on different post-processing methods

TIAN Wei, WANG Xiao-hui, YUN Wei, CHENG Xu

(School of Civil Engineering, Chang'an University, Xi'an, Shaanxi 710061, China)

Abstract: 3D printing, a rapid prototyping technology, has great potential for applications in laboratory rock tests, but the low strength and stiffness of 3D printed samples have been one of the key problems that need to be addressed. In order to find a way to enhance the strength and stiffness of 3D printed rock-like samples, GS19 sand and furan resin were selected as printing materials, and sand 3D printed rock-like samples were used as research objects. Based on this, the samples were post-processed using three different methods: vacuum infiltration, low-temperature treatment, and combination of infiltration and low-temperature. Uniaxial compression tests were carried out on these post-processed sand 3D printed rock-like samples to study their mechanical properties, and the reasons for changes in mechanical properties were analyzed at a microscopic level by scanning electron microscopy. The results indicated that different post-processing methods can change the mechanical properties of the samples, and the combination of infiltration and low temperature can significantly enhance the strength and stiffness of samples, which is related to change in the internal cementation state of samples. The findings of the study can provide new research ideas for future application of 3D printing technology in rock testing.

Keywords: rock mechanics; 3D printing; post-processing method; mechanical properties; microstructure

1 引 言

岩石室内试验需要多组数据以抵消试验误差, 然而受长期复杂地质构造作用的影响, 天然岩体开

采的岩芯无法保证内部结构的高度一致, 从而无法保证试验数据的准确度。同时, 开展预制裂隙相关研究需要对天然岩石进行预制裂隙切割, 传统的预制裂隙切割方法(雕刻机切割、水射流切割等)不

收稿日期: 2022-06-13

录用日期: 2022-07-15

基金项目: 陕西高校青年创新团队(复杂岩土环境地下工程致灾机制及安全控制)。

This work was supported by the Youth Innovation Team of Shaanxi Universities (Disaster Mechanism and Safety Control of Underground Engineering in Complex Geotechnical Environment).

第一作者简介: 田威, 男, 1981 年生, 博士, 教授, 博士生导师, 主要从事岩土工程数值仿真、岩土材料细观力学分析方面的研究工作。

E-mail: tianwei@chd.edu.cn

通讯作者: 王肖辉, 男, 1998 年生, 硕士, 主要从事 3D 打印技术在岩土工程中应用的研究。E-mail: 1278876874@qq.com

仅难以进行复杂预制裂隙的切割,而且在切割过程中产生的微裂纹会影响试验结果的可靠度。

为避免天然岩石开采以及预制缺陷切割的困难问题,采用岩石相似材料进行类岩石模型制作成为目前岩石室内试验的主要方法之一。但是传统方法对类岩石模型进行制作也存在一定的局限性,例如人工调配的材料不均匀、复杂缺陷难以制作、人工操作无法保证裂隙的精准度等。因此,如何大量获取高度一致的复杂结构岩石试样一直是岩石室内试验需要解决的关键问题之一。

3D 打印技术可以对复杂结构试样实现高精度、短周期、定制化的有效制备,该技术在岩石力学领域也引起了众多学者广泛的关注和应用^[1-5]。目前,3D 打印技术用于类岩石试样制作的材料主要有液体光敏树脂材料以及石膏、砂等粉末类材料。液体光敏树脂材料采用立体光固化成型技术,通过紫外线激光束照射快速固化,打印试样具有透明度高的特点,有助于岩石的内部应力演化和裂纹扩展可视化研究^[6-8]。粉末类材料通过胶结剂胶结成型,其中砂型 3D 打印选材接近于天然岩石内部的矿物颗粒和胶结成分,该种打印方法主要是通过将呋喃树脂和砂粉末以一定配比作为打印原料制备试样,所得的试样在结构上也与天然岩石类似,均通过胶结物质将颗粒连接为整体。这种通过树脂与砂粉末逐层胶结形成三维实体的方法,被认为是一种较为合理的类岩石试样制作方法。Kong 等^[9]使用背散射扫描电子显微镜(back-scattered scanning electron microscope,简称 BS-SEM)和能量色散光谱(energy dispersive spectrum,简称 EDS)识别砂型 3D 打印类岩石试样的颗粒、填充方式和胶结物质,并确定了试样的微观结构,他们指出:在孔隙结构方面,砂型 3D 打印类岩石试样代替天然岩石进行岩石物理模型的试验验证是可行的,但仍需要提高试样的孔隙结构和力学性能之间的相似性。Gomez 等^[10]通过固结排水三轴试验研究了不同围压下砂型 3D 打印类岩石试样的力学行为和渗入性演变,试验结果表明,砂型 3D 打印技术可以制备出与天然储层岩石力学行为接近的类岩石试样,但仍然存在差异。齐飞飞等^[11]采用数字图像相关(digital image correlation,简称 DIC)方法对含有不同节理密度的砂型 3D 打印类岩石试样进行了非接触式变形测量,研究了加载过程中应变场与应变局部带的演化规律以及新生裂纹的演化过程。

本课题组也开展了大量研究,使用 CT 扫描与 3D 打印技术相结合的方法,实现了与天然岩石内部

结构相近似的砂型 3D 打印类岩石试样制备;同时为了实现 3D 打印技术在岩石力学领域的应用,针对实际工程中常遇到的高温和动力扰动问题,分别进行了砂型 3D 打印类岩石试样高温作用后的力学性能、裂纹扩展研究以及冲击荷载作用后的动态力学性能、能量耗散规律研究^[12-14]。

但是以上研究都面临一个共同问题:砂型 3D 打印材料的低强度、低刚度限制了其对于天然岩石的真实复制,现阶段的砂型 3D 打印类岩石试样适用于模拟成岩程度低、颗粒胶结差、结构强度小的软弱岩石,无法开展更大范围的研究^[4,15]。因此,为了满足复制天然岩石的需求,砂型 3D 打印材料的强度和刚度仍需要大幅度提高。

由于岩石材料的细观结构特征决定着其宏观物理力学特性,其中的孔隙结构和胶结物质对其力学特性有重要影响^[16-19]。基于此,本文使用呋喃树脂和砂粉末材料制备出砂型 3D 打印类岩石试样,通过 3 种后处理方法:真空渗入、低温处理、渗入低温相结合对试样进行后处理,对处理前后的标准试样进行了力学测试,并结合扫描电镜试验在微观尺度对其细微结构变化进行分析。研究可以为砂型 3D 打印类岩石试样的低强度和低刚度提供解决方法及思路。

2 试样制备

2.1 砂型 3D 打印类岩石试样制备

试验采用 3DP 工艺打印出初始试样。打印机器为 VX1000 3D 打印机,打印最小厚度为 0.20~0.30 mm,打印粉末和打印胶结剂分别选用打印机器适用的 GS19 砂和呋喃树脂胶。GS19 砂主要矿物成分为石英,粒径均匀分布在 0.20~0.35 mm 之间;呋喃树脂作为一种常用的热固性树脂胶,与其他树脂具有较好的混溶性,多被用于铸造工艺中。打印机与打印材料如图 1 所示。

3D 打印类岩石试样尺寸参照国际岩石力学学会(International Society of Rock Mechanics,简称 ISRM)建议方法制作,通过计算机辅助设计软件 Rhino 建立尺寸为 $\phi 50 \text{ mm} \times 100 \text{ mm}$ 的圆柱形模型。将模型导出为适用于 3D 打印机识别的立体光刻技术(stereo lithography,简称 STL)格式,该格式中包含试样的几何信息。打印机识别三维结构数字模型后,按照设计好的打印层厚(0.4 mm)依次铺展砂粉,并按照粉末-胶-粉末-胶的形式逐层实现实体打印。因为打印方向对试样的力学特性有所影响,本次试验中规定 Z 方向为打印正方向。试样打印成型后,对试样表面的残余粉末进行清洁。制样方法与课题组以往

制样方法一致,在此不再赘述,具体打印流程如图 2 所示。



图 1 砂型 3D 打印机与打印材料

Fig.1 Machine and material of sand 3D printed specimens

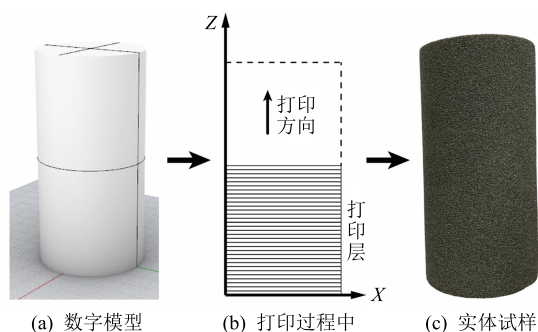


图 2 打印流程

Fig.2 Printing process

2.2 后处理方法

参考 Wu^[20]、Mostafaei^[21]等研究建议的后处理方法,通过综合比选,聚醚胺环氧树脂胶(图 3 所示,以下简称环氧树脂胶)的流动性、初固时间以及保存时间等指标可以满足需求,故选为本次试验的渗入剂,对试样进行真空渗入处理。该种环氧树脂胶由 A、B 两种组分构成,A 组分为环氧树脂本体,白色,较黏稠;B 组分为聚醚胺类固化剂,淡黄色,流动性好。A、B 组分分别按照供应商提供比例 2:1 均匀混合后即可开始固化,固化时间受温度影响,室温下(25℃)初固时间为 2 h。同时,由于树脂类有机物是温度依赖性材料,其力学性能受温度影响^[22]。为增强 3D 打印类岩石试样的脆性,参考 Zhou 等^[23]使用的方法,采用干冰对试样进行低温处理。

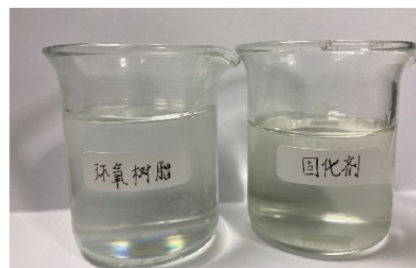


图 3 聚醚胺环氧树脂胶

Fig.3 Polyether amine epoxy resin adhesive

为研究不同后处理方法对砂型 3D 打印类岩石试样力学性能的影响,将经过不同后处理方法下的打印试样分为 4 个试验组,即 BC 组、PI 组、PT 组和 PIT 组,每组 5 个试样。BC 表示空白对照,P 表示后处理,I 表示真空渗入,T 表示低温处理。各组的详细处理方法如下:

(1) BC 组(空白对照组):打印完成后的试样使用恒温干燥箱干燥后室温下储存,无需进一步处理。

(2) PI 组(真空渗入组):该组用于研究常温下渗入处理对试样力学性能的影响。由于环氧树脂胶具有黏性且固化时间有限,直接通过连接管引流会导致连接管堵塞。为使环氧树脂胶均匀地渗入到试样内部,采用如图 4 所示方法进行渗入。①将盛有 3D 打印类岩石试样和配置完成的环氧树脂胶的内胆放置在与真空泵相连的封闭圆桶中,使环氧树脂胶淹没试样(图 4(a))。②关闭其他阀门,打开真空泵和对应连接阀 10 min,抽取桶内空气,并在压力计稳定后保持桶内处于真空环境 10 min,通过试样内外压力差和毛细作用进行初步渗入(图 4(b))。③关闭阀门和真空泵,打开与外界大气相连的阀门,通过反向大气压力使环氧树脂胶渗入到样品的深层

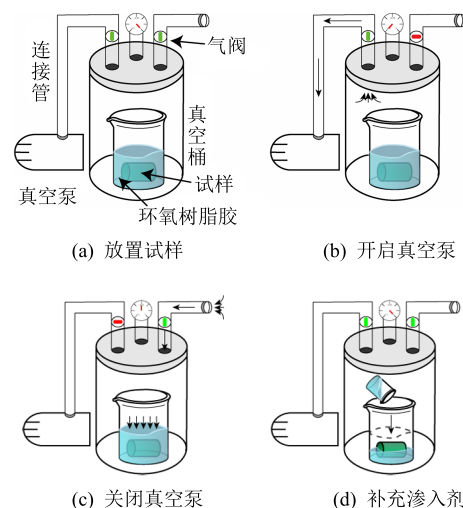


图 4 真空渗入流程

Fig.4 Vacuum infiltration process

孔隙中(图 4(c))。④取出内胆,再次添加环氧树脂胶,直至淹没试样,之后将内胆放入桶内(图 4(d)),重复进行②~④步骤,直至试样质量无明显变化,最后擦去试样表面的多余环氧树脂胶,放入恒温干燥箱中直到试样完全固化。

(3) PT 组(低温处理组):在单轴压缩试验开始前,将未经处理的试样埋入装满干冰的保温箱中,如图 5 所示。冷冻期间每 2 h 进行一次温度测量,使试样所处环境温度恒定为 -70°C ,在开展单轴压缩试验时将试样取出,冷冻时间不低于 24 h。

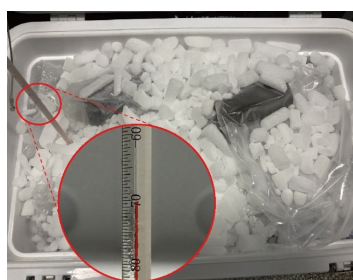


图 5 低温处理

Fig.5 Low-temperature treatment

(4) PIT 组(渗入低温组):为对比温度对环氧树脂胶的影响,对试样采用渗入低温结合的方法进行处理,渗入和低温的方法与 PI 组和 PT 组相同,即先对试样进行渗入操作,之后将固化的试样埋入装满干冰的保温箱中进行低温处理。

图 6 为不同试验组的 3D 打印类岩石试样。

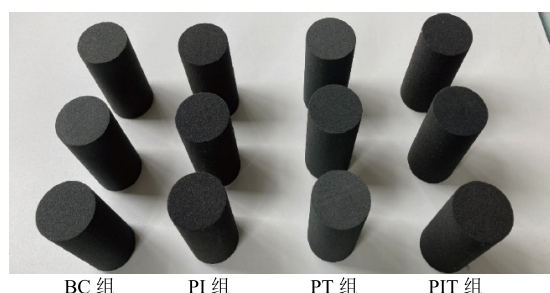


图 6 3D 打印类岩石试样

Fig.6 3D printed rock-like samples

2.3 试验方案

对不同试验组的试样开展单轴压缩试验和扫描电镜试验。通过力学试验评价不同后处理方法对砂型 3D 打印类岩石试样力学性能的影响,同时对试样进行微观结构研究,以对其力学性能的变化进行机制分析。

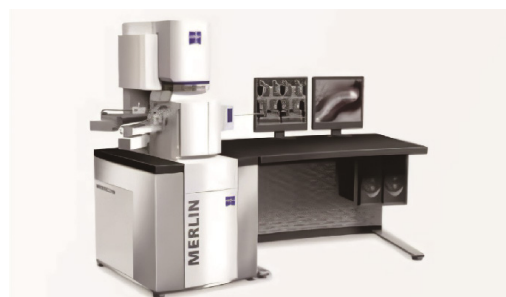
单轴压缩试验所用的仪器为 WAW31000 微机伺服万能试验机,加载方式采用位移控制,加载速

率为 0.05 mm/s ,由试验机的内置传感器记录轴向变形。加载前在试样两端和仪器承压板之间放置聚四氟乙烯板以减小摩擦,同时在试验过程中需使用挡板保护。

扫描电镜试验采用 Zeiss Merlin Compact 电镜扫描仪,放大倍率设置为 $50\sim 1\,000$ 倍,扫描电压设置为 $1.0\sim 2.0\text{ kV}$ 。试验设备如图 7 所示。



(a) WAW31000 微机伺服万能试验机



(b) Zeiss Merlin Compact 电镜扫描仪

图 7 试验设备

Fig.7 Experimental equipment

3 结果和分析

3.1 表观与质量变化特征

经过不同后处理,砂型 3D 打印类岩石试样的表观发生了不同变化,如图 8 所示。从图中可以看出,BC 组的试样表观颜色为黑褐色,试样表面会有轻微的砂颗粒剥落现象。渗入处理后,PI 组试样表观颜色变为灰黑色,试样表面的颗粒剥落现象消失。经过低温处理的试样外层附着有一层白色薄霜,同时颗粒剥落现象有所改善。

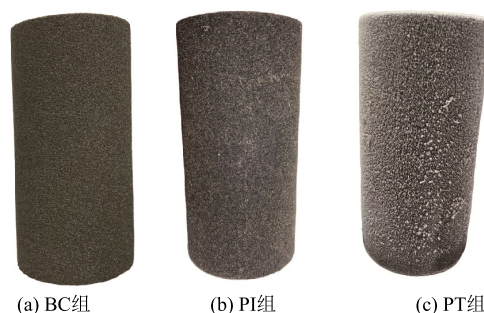


图 8 表观对比

Fig.8 Appearance contrast

各组砂型 3D 打印类岩石试样的质量变化如表 1 所示。经过渗入处理的试样质量增加明显, 试样密度增大, 增加的质量来源于渗入进入试样内部的环氧树脂胶。低温处理的试样质量有微小增加, 分析原因是空气中的水分接触到试样之后附着在试样表面。从表 1 中还可以发现, 未经处理的砂型 3D 打印类岩石试样质量非常接近, 经过后处理的试样质量变化也基本一致。这表明通过 3D 打印技术制备的类岩石试样不仅在表观上相同, 而且也说明通过相同数字模型制作的砂型 3D 打印类岩石试样其内部结构具有高度一致性。

表 1 3D 打印类岩石试样经不同后处理质量变化
Table1 Mass changes of 3D printed rock-like samples after different post-processing

后处理 方法	处理前平均质量 /g	处理后平均质量 /g	质量变化 /g	平均密度 /(g·cm ⁻³)
BC 组	281.632	281.632	—	1.434
PI 组	281.156	373.057	91.901	1.900
PT 组	281.375	283.796	2.421	1.445
PIT 组	281.782	375.297	93.515	1.911

3.2 后处理方法对力学性能及破坏模式的影响

3.2.1 应力-应变曲线关系

分别对各组圆柱体试样开展单轴压缩试验, 得到各组试样的峰值强度和弹性模量变化规律。表 2 所示为各组试样的单轴压缩试验结果以及平均值。

表 2 单轴压缩试验结果
Table 2 Results of uniaxial compression tests

试样 类型	编号	屈服应变 /10 ⁻³	峰值应变 /10 ⁻³	屈服强度 /MPa	峰值强度 /MPa	弹性模量 /GPa
BC 组	BC-1	6.74	7.55	5.41	5.80	0.96
	BC-2	4.81	8.00	4.66	6.67	1.30
	BC-3	5.07	7.58	4.74	6.04	0.98
	BC-4	6.03	8.12	5.52	6.58	0.82
	BC-5	4.10	7.30	4.52	5.76	0.89
	平均值	5.35	7.71	4.97	6.17	0.99
PI 组	PI-1	11.73	20.77	9.38	11.05	0.88
	PI-2	13.78	23.02	9.80	12.57	0.95
	PI-3	12.30	21.62	9.44	12.00	0.94
	PI-4	12.11	21.14	9.57	11.88	0.90
	PI-5	12.63	22.20	9.69	12.45	0.93
	平均值	12.51	21.75	9.58	11.99	0.92
PT 组	PT-1	6.41	6.56	13.59	13.92	3.70
	PT-2	6.11	6.55	11.90	13.54	4.88
	PT-3	6.33	6.81	11.92	13.60	4.39
	PT-4	6.90	7.41	12.11	14.19	4.56
	PT-5	5.85	6.52	10.53	13.00	4.12
	平均值	6.32	6.77	12.01	13.65	4.33
PIT 组	PIT-1	12.39	12.94	185.37	195.43	30.78
	PIT-2	12.24	13.11	180.29	190.51	25.77
	PIT-3	11.84	13.02	180.11	192.95	25.51
	PIT-4	11.95	13.25	188.06	196.15	25.33
	PIT-5	11.58	12.88	185.47	194.16	23.16
	平均值	12.00	13.04	183.86	193.84	26.11

从表 2 中可以发现, 与对照组相比, 经过后处理的试样其力学性能有了显著变化。其中, PI 组的平均峰值强度达到了 11.99 MPa, 比对照组高出 94.3%, 平均弹性模量有所降低, 由 0.99 GPa 降低至 0.92 GPa, 这表明通过渗入处理在一定程度上可以提高 3D 打印类岩石试样的强度, 但渗入液固化后表现出的韧性导致试样的刚度有小幅降低, 试样更易发生变形。而 PT 组的平均峰值强度和平均弹性模量分别提高至 13.65 MPa 和 4.33 GPa, 提高幅度分别为 121.2%和 337.4%, 这表明低温处理显著增强了试样的脆性。PIT 组的变化最为明显, 该组的平均峰值强度与平均弹性模量分别提高至 193.84 MPa 和 26.11 GPa, 试样的峰值强度提高 3 041.7%, 弹性模量提高 2 537.4%, 这表明渗入与低温的共同处理对试样的强度和刚度有显著影响。

图 9 为不同后处理方法典型试样的单轴压缩试验应力-应变曲线。从图中可以发现, 砂型 3D 打印类岩石试样经过不同处理后, 其力学性能出现了明显差异。BC 组、PT 组和 PIT 组试样的应力-应变曲线在峰前阶段表现较为一致: 在加载初期, 曲线均出现上凹的压密段(分别对应 OA_1 段、 OA_3 段和 OA_4 段), 这是因为试样内部的微裂隙被压密闭合, 其中 OA_1 段与另两段相比较短, 这说明低温处理会增加试样内部的微裂隙数量; 在上凹段后, 应力-应变曲线进入线弹性段(A_1B_1 段、 A_3B_3 段和 A_4B_4 段), 直至曲线到达屈服点; 屈服点后的曲线在峰值强度前出现下凹的塑性段(B_1C_1 段、 B_3C_3 段和 B_4C_4 段), B_3C_3 段曲线与 B_1C_1 段相比, 应力的增长幅度更大, 应变的增长幅度更小, 再次说明了低温对试样脆性的增强。3 组试样的破坏均为脆性破坏。但对应的曲线峰后阶段有所不同, 低温处理的 PT 组与渗入低温结合处理的 PIT 组在经过峰值点后曲线急剧下降, 试样的承载能力迅速降低直至无法承载,

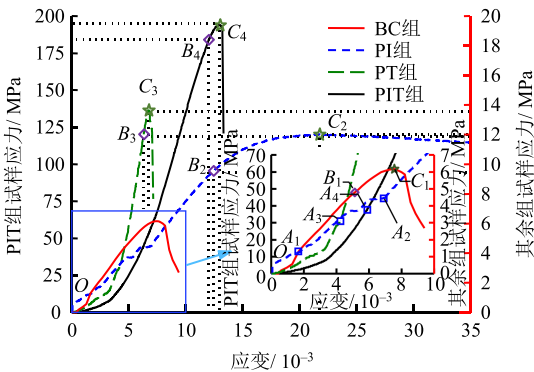


图 9 不同后处理 3D 打印类岩石试样应力-应变曲线
Fig.9 Stress-strain curves of 3D printed rock-like samples after different post-processing

而 BC 组的峰后曲线呈现为折线段, 试样在经过峰值强度后仍具有一定的承载能力。

渗入处理的 PI 组试样的应力-应变曲线明显区别于其他 3 组, 在 OA_2 段, PI 组曲线由多段折线组成, 未出现明显的上凹段, 这表明该阶段试样内部孔隙被环氧树脂胶充填; OA_2 段后, 曲线进入线弹性阶段 (A_2B_2 段), 该阶段曲线基本呈直线; 随后曲线进入呈下凹状的塑性段 B_2C_2 段, 该阶段的应变范围明显大于其他 3 组的塑性段应变范围, 同时峰值点后的曲线未出现明显下降, 试样呈现出塑性破坏, 这与天然岩石的脆性破坏有所区别。分析原因是环氧树脂胶的渗入会将试样的力学性能由脆性转变为塑性。

3.2.2 破坏模式

经过不同后处理方法的 3D 打印类岩石试样破坏模式如图 10 所示, 从图中可以看出: 试样的破坏模式表现为张拉破坏和剪切破坏。在单轴压缩下, BC 组试样端部首先生成平行于加载方向的细小裂纹, 随着裂纹的不断扩展试样形成轴向劈裂破坏, 且伴随有粉末掉落。渗入处理的 PI 组试样在单轴压缩过程中产生明显的侧向膨胀变形, 表面出现倾斜剪切裂纹, 同时颜色逐渐转变为褐色, 端面变为白色, 这是由于试样内部的环氧树脂胶在压力作用下

被挤出。低温处理的 PT 组试样的破坏模式也为轴向劈裂破坏。与 BC 组相比, 试样的张拉裂纹更为明显。渗入低温结合处理的 PIT 组试样以轴向劈裂破坏为主, 局部剪切破坏为辅, 在破坏时伴随有巨大声响, 试样由整体变为碎块, 外表也出现与 PI 组试样类似的变化, 碎块的部分断口处呈现为白色。

3.2.3 后处理影响分析

不同后处理方法的 3D 打印类岩石试样力学性能和变形性能产生了明显的变化, 分析其主要原因是: 砂型 3D 打印类岩石试样的颗粒间胶结方式、胶结物质成分和温度对试样的强度和变形有影响。BC 组试样使用的打印方法多用于砂型模具铸造, 为减少呋喃树脂的发气量以保证铸件的质量, 在砂型生产过程中呋喃树脂的使用量有所限制。这一因素导致常规试样的颗粒间胶结较弱, 在宏观上表现为低强度。通过渗入处理, 环氧树脂渗入剂对试样的孔隙进行填充, 颗粒间胶结物质由环氧树脂占据主导, 砂型 3D 打印类岩石试样强度得到提高。但以聚醚胺作为固化剂的环氧树脂固化后韧性增强, 试样在受压后表现出明显的塑性特征。低温处理后, 胶结物质的运动能力降低, 颗粒间的相对位移受到限制, 需要更多的外力作用进行破坏, 因此, PT 组和 PIT 组试样的强度有所提高, 脆性特征明显。

3.2.4 力学性能与破坏模式的比较

根据文献[24-28]的试验结果, 比较了低温处理试样与弱胶结粗粒砂岩、渗入低温相结合处理试样与花岗岩的单轴压缩试验应力-应变曲线及破坏模式。

3.2.4.1 力学性能比较

从图 11(a)可以看出, 低温处理的 PT 组试样与弱胶结粗粒砂岩在单轴压缩条件下的应力-应变曲线基本相似, 峰值应力、峰值应变以及弹性模量较为接近, 这说明低温处理试样与弱胶结粗粒砂岩有较高相似性。对比表 3 中的力学性能可知, 渗入低温结合处理的 PIT 组试样单轴抗压强度、弹性模量均处于花岗岩各项力学性能的区间范围之内, 进一步对比图 11(b)中 PIT 组试样和文献[26-28]的花岗岩应力-应变曲线可以发现, 曲线整体趋势相似且经历的阶段相同, 峰值应变也介于天然花岗岩峰值应变之间。由此可见, 此类后处理试样在力学性能方面与花岗岩具有一定的相似性。

3.2.4.2 破坏模式比较

图 12 对比了经过后处理的试样与天然岩石在单轴压缩条件下的破坏模式。通过图 12(a)和图 12(b)的对比发现, 低温处理的 PT 组试样与弱胶结粗粒

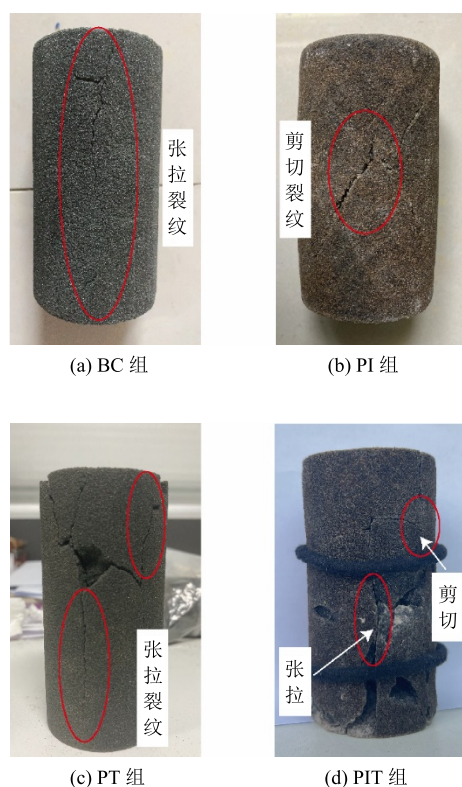


图 10 不同后处理 3D 打印类岩石试样破坏模式

Fig.10 Failure modes of 3D printed rock-like samples after different post-processing

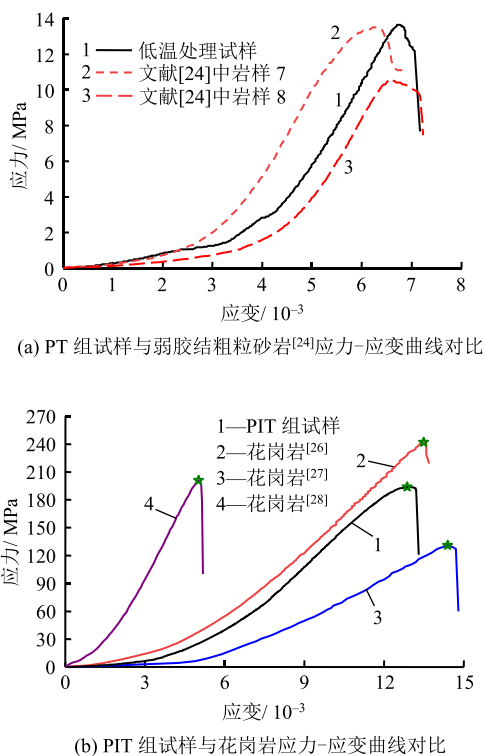


图 11 不同后处理 3D 打印类岩石试样与天然岩石应力-应变曲线对比

Fig.11 Comparison of stress-strain curves between 3D printed rock-like samples after different post-processing and natural rocks

表 3 渗入低温结合处理试样与花岗岩的力学性能对比
Table 3 Comparison of mechanical properties between samples processed by combined infiltration and low-temperature and granite

试样种类	单轴抗压强度 / MPa	弹性模量 / GPa
渗入低温结合处理的 PIT 试样	193.84	26.11
花岗岩 ^[26]	242.81	20.20
花岗岩 ^[27]	132.15	14.79
花岗岩 ^[28]	206.58	53.28

砂岩的破坏模式相近, 试样的宏观主裂纹都为张拉裂纹, 且在加载过程中伴随有次生裂纹的产生。图 12(c)和图 12(d)分别为渗入低温结合处理的 PIT 组试样和花岗岩的破坏模式, 从图中可以看出, 渗入低温结合处理试样与花岗岩都为拉剪复合破坏, 试样在破坏后呈现为块状。

通过对应力-应变曲线以及破坏模式的对比, 可以看出, 经过后处理的砂型 3D 打印类岩石试样在力学性能及破坏模式方面仍与天然岩石接近。不过需要说明的是, 3D 打印类岩石试样因打印工艺通常会沿打印方向表现出成层的现象, 这也是目前 3D 打印试样与真实岩体试样结构存在差异的主要问题。在此次研究中设置了单一打印方向, 当加载方

向与此打印方向平行时, 未经后处理的试样力学特征更接近于天然岩体。同时, 在研究中发现, 渗入低温相结合的后处理方法可以提高试样的致密性, 并且试样的力学特性和破坏模式与花岗岩类似, 不过由于本次试验只设置了一种打印方向, 经过后处理的试样的力学性能和破坏模式是否仍受到因打印方向产生的层状体系影响需要进一步研究, 本课题组将继续探寻通过后处理方法消除层状体系对试样力学性能影响的可行性。



图 12 不同后处理 3D 打印类岩石试样与天然岩石破坏模式对比

Fig.12 Comparison of failure modes between 3D printed rock-like samples after different post-processing and natural rocks

3.3 微观机制分析

将不同后处理方法的 3D 打印类岩石试样取样后进行扫描电镜试验, 放大倍率设置为 50~500 倍, 以观察经过不同后处理的 3D 打印类岩石试样断裂面整体形貌以及断裂面内部的颗粒形状、胶结物质形态和颗粒间胶结情况, 如图 13 所示。

BC 组试样在不同放大倍率下的扫描电镜图像如图 13(a)、13(b)所示。观察试样断裂面的整体形貌, 可以发现试样的颗粒清晰可见, 颗粒间孔隙明显。从图 13(b)中可以看到, 在未经处理的 BC 组试样中, 砂颗粒表面附着一层呋喃树脂胶膜, 颗粒之间相互嵌合, 在嵌合的突出部位有呋喃树脂胶结, 胶结方式属于“点-点”式接触, 这与宏观下低强

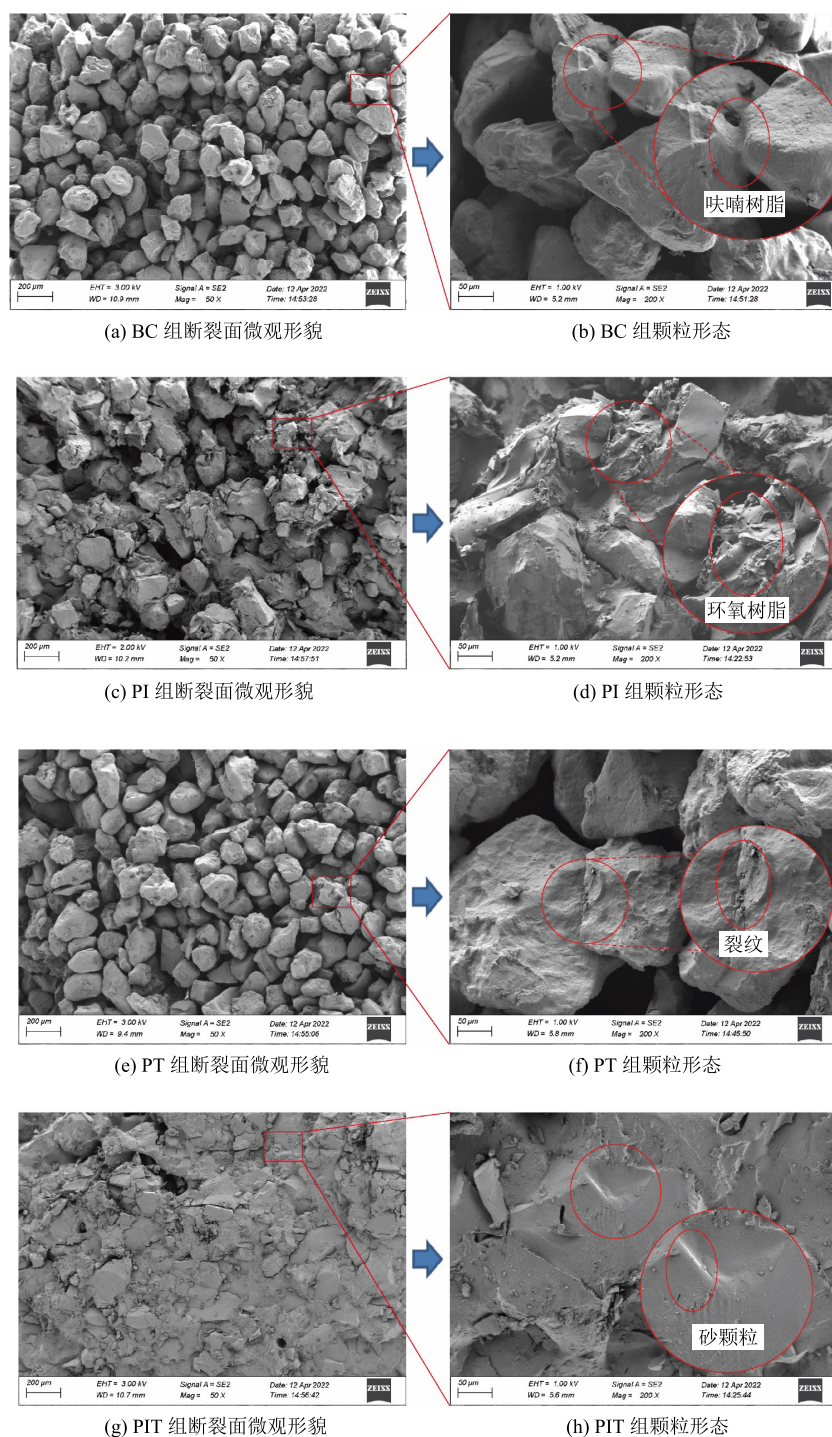


图 13 不同后处理 3D 打印类岩石试样电镜扫描图像

Fig.13 Electron microscopic scanning images of 3D printed rock-like samples after different post-processing

度的原因分析一致。

PI 组试样的扫描电镜图像如图 13(c)、13(d)所示。从图 13(c)中可以发现颗粒不易被直观分辨,环氧树脂断裂并与砂颗粒脱离,而在材料内部形成孔洞。从图 13(d)的高放大倍率下可以观察到部分颗粒连接处呈“树枝状”向外伸出的环氧树脂以及没有被完全包裹的颗粒,说明通过真空渗入处理的 PI 组试样其颗粒之间不再是“点-点”式的呋喃树脂

胶结,而是转变为由环氧树脂填充颗粒间孔隙形成的整体。

低温处理后 PT 组试样扫描电镜图像如图 13(e)、13(f)所示。从图 13(e)所示在低放大倍率下,PT 组试样颗粒间的整体形貌与 BC 组类似,可以清晰观察到颗粒与孔隙。而在更高倍率下可以发现颗粒表面的呋喃树脂出现较多褶皱,变得粗糙,同时在颗粒表面的部分区域出现裂纹。

渗入和低温共同作用后的 PIT 组试样扫描电镜图像如图 13(g)、13(h)所示。从图中可以发现其微观形貌与其他组存在较大区别。图 13(g)中,与常温渗入的 PI 组试样相比,颗粒间整体更密实,颗粒在环氧树脂的包裹下无法直观分辨,因树脂与颗粒脱离形成的孔洞明显减少。图 13(h)中观察颗粒形态,砂颗粒完全被环氧树脂包裹,与常温状态不同,颗粒连接处断口平整,环氧树脂发生剪切破坏。

图 14 为通过扫描电镜结果绘制出的不同组试样颗粒连接及破坏示意图。如图 14(a)所示,在 BC 组中,当试样受到外力作用时,首先由呋喃树脂承担外部荷载,当连接处呋喃树脂遭到破坏后,颗粒间发生相对位移,外力逐渐由颗粒间的机械咬合力与摩擦力承担。随着外力的进一步增加,试样内部萌生微裂纹并不断扩展贯通,最终造成试样破坏。在整个压缩过程中,颗粒间的胶结物质含量对试样的力学性能有着重要影响,薄弱的“点-点”式接触导致了砂型 3D 打印类岩石试样的强度低于其他组试样。

图 14(b)所示为 PI 组试样的颗粒连接与破坏。外界施加的外力由颗粒间的环氧树脂承担,而颗粒间出现相对位移后环氧树脂发生变形,最后在拉力作用下树脂内部发生断裂。同时,部分断裂发生在颗粒表面的薄弱胶结处,导致环氧树脂与砂颗粒脱离,继而出现孔洞。环氧树脂具有高于呋喃树脂的抗拉强度,同时在聚醚胺的作用下有了一定的韧性,即使颗粒间的位置发生很大变化,其连接难以被破坏,所以试样的单轴压缩强度得到提高,同时表现出明显塑性,图 9 中的应力-应变曲线也印证了这一点。

低温处理过后的 PT 试样力学性能变化来源于两点:呋喃树脂强度提高以及颗粒表面呋喃树脂发生不均匀收缩。从图 14(c)中可以发现,低温处理导致呋喃树脂内部收缩并产生内应力,一旦内应力超过呋喃树脂本身的强度,就会导致树脂的破坏,出现裂纹。但树脂类材料的强度随温度降低而增加,在低温作用下呋喃树脂内部的高分子链段运动能力降低,破坏呋喃树脂需要更多的外界能量。同时,当呋喃树脂被破坏后,颗粒的粗糙表面会增大颗粒间的摩擦,使试样的强度进一步提高。

渗入和低温共同作用后的 PIT 组颗粒形态以及破坏如图 14(d)所示。从微观层面分析 PIT 组试样强度提升的原因,主要是低温提升了砂颗粒和环氧树脂复合体系的整体性。低温引起环氧树脂收缩,增强了颗粒与树脂之间的胶结,同时高分子链段在低

温下的运动受到限制,分子之间距离缩短,分子间作用力增加,对树脂与颗粒胶结界面、树脂内部以及颗粒本体的破坏需要更多的能量。PIT 组试样破坏主要是树脂与颗粒脱离、颗粒间树脂剪切破坏以及颗粒自身断裂的共同结果。

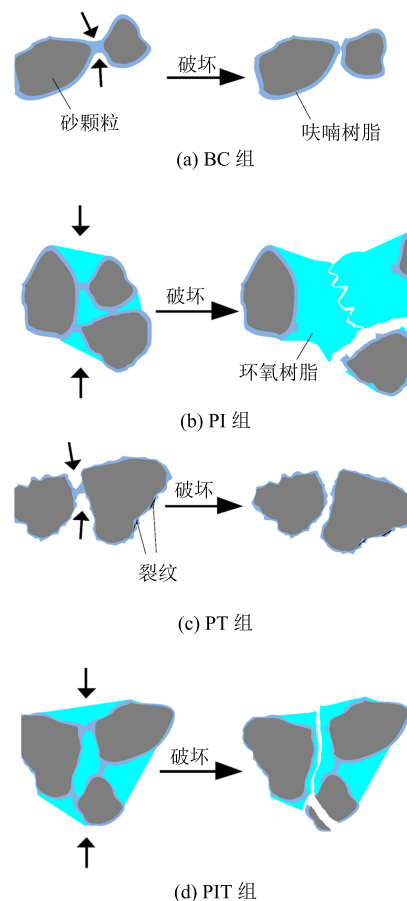


图 14 不同后处理 3D 打印类岩石试样颗粒连接及破坏示意图

Fig.14 Diagrams of particle connection and failure of 3D printed rock sample after different post-processing

4 结 论

采用真空渗入、低温处理以及渗入低温相结合 3 种后处理方法对砂型 3D 打印类岩石试样进行后处理,并开展单轴压缩试验和扫描电镜试验。试验结果表明:

(1) 砂型 3D 打印类岩石试样经过不同方法后处理均能提高强度,其中渗入低温相结合的后处理方法提升幅度最明显。

(2) 后处理可以改变 3D 打印类岩石试样的应力-应变关系和破坏模式。真空渗入组试样在压缩过程中表现出明显的塑性变形,这是由环氧树脂本身的变形性能导致。低温处理试样的力学性能与弱胶结粗粒砂岩相似,渗入低温结合处理试样的力学性

能与花岗岩类似。

(3) 处理前后试样的微观形貌发生了显著变化。未处理试样颗粒明显, 颗粒间含有大量孔隙。渗入后环氧树脂充填颗粒间孔隙, 颗粒间胶结面积增大; 低温处理后, 树脂运动能力降低, 未渗入试样颗粒间摩擦力提高, 渗入试样颗粒与环氧树脂的整体性提升, 所以试样强度提高。

5 展 望

通过多种后处理方法, 可以在一定程度上突破砂型 3D 打印类岩石试样低强度和低刚度的限制, 实现更大范围的天然岩石复制, 有助于 3D 打印技术在岩石室内试验中的应用。但是目前的研究仍然存在一些局限性, 包括以下几个方面:

(1) 3D 打印类岩石试样通常会沿打印方向表现出成层的现象, 继而对试样的力学性能和破坏模式产生较大的影响^[29]。本课题组将通过制备不同打印方向的后处理试样, 以研究经过后处理的试样是否仍受层状体系的影响。

(2) 低温处理可以提升砂型 3D 打印类岩石试样的脆性, 但天然岩石通常无法达到极低的环境温度。开发新型渗入剂, 使通过真空渗入处理的试样在常温环境下提升强度和刚度是下一步研究的目标。

(3) 天然岩石受地质作用产生的节理、裂隙等缺陷增加了岩石在复杂应力条件下受力变形及应力分布的复杂性。借助 3D 打印技术对复杂结构的高度还原及快速复制的优势, 今后本课题组研究的重点是对经过后处理的预制裂隙试样开展裂纹扩展及损伤演化研究。

参 考 文 献

- [1] 刘泉声, 何璠, 邓鹏海, 等. 3D打印技术在岩石物理力学试验中的应用[J]. 岩土力学, 2019, 40(9): 3397-3404.
LIU Quan-sheng, HE Fan, DENG Peng-hai, et al. Application of 3D printing technology in physical modelling in rock mechanics[J]. **Rock and Soil Mechanics**, 2019, 40(9): 3397-3404.
- [2] 田威, 余宸, 张丽. 3D打印技术在岩石力学中的应用[J]. 力学与实践, 2021, 43(2): 181-189.
TIAN Wei, YU Chen, ZHANG Li. Application of 3D printing technology in rock mechanics[J]. **Mechanics in Engineering**, 2021, 43(2): 181-189.
- [3] 汪冲浪, 祁生文. 3D打印技术在岩石试验中的应用现状与展望[J]. 地球物理学进展, 2018, 33(2): 842-849.
WANG Chong-lang, QI Sheng-wen. Application and prospect of 3D printing for rock mechanics[J]. **Progress in Geophysics**, 2018, 33(2): 842-849.
- [4] GAO Y T, WU T H, ZHOU Y. Application and prospective of 3D printing in rock mechanics: a review[J]. **International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials**, 2020, 28(1): 1-17.
- [5] 黄娜, 蒋宇静, 程远方, 等. 基于3D打印技术的复杂三维粗糙裂隙网络渗流特性试验及数值模拟研究[J]. 岩土力学, 2021, 42(6): 1659-1668, 1680.
HUANG Na, JIANG Yu-jing, CHENG Yuan-fang, et al. Experimental and numerical study of hydraulic properties of three-dimensional rough fracture networks based on 3D printing technology[J]. **Rock and Soil Mechanics**, 2021, 42(6): 1659-1668, 1680.
- [6] 谢和平, 高峰, 鞠杨. 深部岩体力学研究探索[J]. 岩石力学与工程学报, 2015, 34(11): 2161-2178.
XIE He-ping, GAO Feng, JU Yang. Research and development of rock mechanics in deep ground engineering[J]. **Chinese Journal of Rock Mechanics and Engineering**, 2015, 34(11): 2161-2178.
- [7] JU Y, REN Z Y, ZHENG J T, et al. Quantitative visualization methods for continuous evolution of three-dimensional discontinuous structures and stress field in subsurface rock mass induced by excavation and construction—an overview[J]. **Engineering Geology**, 2020, 265: 105443.
- [8] ZHOU T, ZHU J B, XIE H P. Mechanical and volumetric fracturing behaviour of three-dimensional printing rock-like samples under dynamic loading[J]. **Rock Mechanics and Rock Engineering**, 2020, 53(6): 2855-2864.
- [9] KONG L Y, OSTADHASSAN M, HOU X D, et al. Microstructure characteristics and fractal analysis of 3D printed sandstone using micro-CT and SEM-EDS[J]. **Journal of Petroleum Science and Engineering**, 2019, 175: 1039-1048.
- [10] GOMEZ J S, CHALATURNYK R J, ZAMBRANO-NARVAEZ G. Experimental investigation of the mechanical behavior and permeability of 3D printed sandstone analogues under triaxial conditions[J]. **Transport in Porous Media**, 2019, 129(2): 541-557.
- [11] 齐飞飞, 张科, 谢建斌. 基于DIC技术的含不同节理密度类岩石试件破裂机制研究[J]. 岩土力学, 2021, 42(6): 1669-1680.
QI Fei-fei, ZHANG Ke, XIE Jian-bin. Fracturing mechanism of rock-like specimens with different joint

- densities based on DIC technology[J]. **Rock and Soil Mechanics**, 2021, 42(6): 1669-1680.
- [12] 田威, 余宸, 王肖辉, 等. 3D打印裂隙岩体动态力学性能及能量耗散规律初探[J]. 岩石力学与工程学报, 2022, 41(3): 446-456.
- TIAN Wei, YU Chen, WANG Xiao-hui, et al. A preliminary research on dynamic mechanical properties and energy dissipation rule of 3D printed fractured rock[J]. **Chinese Journal of Rock Mechanics and Engineering**, 2022, 41(3): 446-456.
- [13] 田威, 王震, 张丽, 等. 高温作用后3D打印岩体试样力学性能初探[J]. 岩土力学, 2020, 41(3): 961-969.
- TIAN Wei, WANG Zhen, ZHANG Li, et al. Mechanical properties of 3D printed rock samples subjected to high temperature treatment[J]. **Rock and Soil Mechanics**, 2021, 42(6): 961-969.
- [14] 田威, 裴志茹, 韩女. 基于CT扫描与3D打印技术的岩体三维重构及力学特性初探[J]. 岩土力学, 2017, 38(8): 2297-2305.
- TIAN Wei, PEI Zhi-ru, HAN Nü. A preliminary research on three-dimensional reconstruction and mechanical characteristics of rock mass based on CT scanning and 3D printing technology[J]. **Rock and Soil Mechanics**, 2017, 38(8): 2297-2305.
- [15] GELL E M, WALLEY S M, BRAITHWAITE C H. Review of the validity of the use of artificial specimens for characterizing the mechanical properties of rocks[J]. **Rock Mechanics and Rock Engineering**, 2019, 52(9): 2949-2961.
- [16] 杨永明, 鞠杨, 王会杰. 孔隙岩石的物理模型与破坏力学行为分析[J]. 岩土工程学报, 2010, 32(5): 736-744.
- YANG Yong-ming, JU Yang, WANG Hui-jie. Physical model and failure analysis of porous rock[J]. **Chinese Journal of Geotechnical Engineering**, 2010, 32(5): 736-744.
- [17] 李静, 孔祥超, 宋明水, 等. 储层岩石微观孔隙结构对岩石力学特性及裂缝扩展影响研究[J]. 岩土力学, 2019, 40(11): 4149-4156.
- LI Jing, KONG Xiang-chao, SONG Ming-shui, et al. Study on the influence of reservoir rock micro-pore structure on rock mechanical properties and crack propagation[J]. **Rock and Soil Mechanics**, 2019, 40(11): 4149-4156.
- [18] 程志林, 隋微波, 宁正福, 等. 数字岩芯微观结构特征及其对岩石力学性能的影响研究[J]. 岩石力学与工程学报, 2018, 37(2): 449-460.
- CHENG Zhi-lin, SUI Wei-bo, NING Zheng-fu, et al. Microstructure characteristics and its effects on mechanical properties of digital core[J]. **Chinese Journal of Rock Mechanics and Engineering**, 2018, 37(2): 449-460.
- [19] 蒋明镜, 张宁, 陈贺. 岩石化学风化时效效应的离散元模拟[J]. 岩土力学, 2014, 35(12): 3577-3584.
- JIANG Ming-jing, ZHANG Ning, CHEN He. Discrete element simulation of aging effect of chemical weathering on rock[J]. **Rock and Soil Mechanics**, 2014, 35(12): 3577-3584.
- [20] WU Z J, ZHANG B, WENG L, et al. A new way to replicate the highly stressed soft rock: 3D printing exploration[J]. **Rock Mechanics and Rock Engineering**, 2020, 53(1): 467-476.
- [21] MOSTAFAEI A, ELLIOTT A M, BARNES J E, et al. Binder jet 3D printing—process parameters, materials, properties, modeling, and challenges[J]. **Progress in Materials Science**, 2021, 119: 100707.
- [22] WU Y, MCGARRY F J, ZHU B, et al. Temperature effect on mechanical properties of toughened silicone resins[J]. **Polymer Engineering & Science**, 2005, 45(11): 1522-1531.
- [23] ZHOU T, ZHU J B. Identification of a suitable 3D printing material for mimicking brittle and hard rocks and its brittleness enhancements[J]. **Rock Mechanics and Rock Engineering**, 2018, 51(3): 765-777.
- [24] 宋朝阳, 纪洪广, 曾鹏, 等. 西部典型弱胶结粗粒砂岩单轴压缩破坏的类相变特征研究[J]. 采矿与安全工程学报, 2020, 37(5): 1027-1036.
- SONG Zhao-yang, JI Hong-guang, ZENG Peng, et al. Phase-like transition characteristics of uniaxial compression failure of weakly cemented coarse-grained sandstone in western china[J]. **Journal of Mining and Safety Engineering**, 2020, 37(5): 1027-1036.
- [25] 宋朝阳, 纪洪广, 张月征, 等. 不同粒度弱胶结砂岩声发射信号源与其临界破坏前兆信息判识[J]. 煤炭学报, 2020, 45(12): 4028-4036.
- SONG Zhao-yang, JI Hong-guang, ZHANG Yue-zheng, et al. Acoustic emission signal sources and critical failure precursors of weakly consolidated sandstone with different grain sizes[J]. **Journal of China Coal Society**, 2020, 45(12): 4028-4036.