

# 金属熔丝成型17-4PH制品尺寸收缩 理论与实验研究

姜世杰<sup>1,2</sup>, 王菲<sup>1</sup>, 李曙光<sup>1</sup>, 许子沼<sup>1</sup>

(1. 东北大学 机械工程与自动化学院, 辽宁 沈阳 110819;

2. 辽宁省机械装备动力学可靠性重点实验室, 辽宁 沈阳 110819)

**摘要:** 金属熔丝成型(metal fused filament fabrication, MFFF)样件尺寸在脱脂/烧结过程中会明显收缩,影响成型精度和实际应用.为明确收缩机理以提出有效的解决措施,首先建立了烧结样件尺寸收缩率的理论模型,完成尺寸变化过程的理论解析;然后,成型17-4PH不锈钢烧结样件并使用扫描电子显微镜确定其截面的微观结构;对比分析理论与实验结果,验证模型的正确性;最后,分析模型的敏感性,讨论了烧结升温速率、最高温度保持时间、生坯样件表观密度对MFFF样件尺寸收缩率的影响规律.结果表明,样件的尺寸收缩率呈各向异性特点(竖直方向略大于水平方向);生坯样件表观密度对烧结样件尺寸收缩率的影响最为显著,其次是烧结升温速率和最高温度保持时间.

**关键词:** 金属熔丝成型;尺寸收缩率;17-4PH不锈钢;理论解析;实验研究

中图分类号: TH 164 文献标志码: A 文章编号: 1005-3026(2025)10-0104-09

## Theoretical and Experimental Research on Dimensional Shrinkage of MFFF 17-4PH Products

JIANG Shi-jie<sup>1,2</sup>, WANG Fei<sup>1</sup>, LI Shu-guang<sup>1</sup>, XU Zi-zhao<sup>1</sup>

(1. School of Mechanical Engineering & Automation, Northeastern University, Shenyang 110819, China;

2. Key Laboratory of Dynamics Reliability of Mechanical Equipment, Liaoning Province, Shenyang 110819, China. Corresponding author: LI Shu-guang, E-mail: lishuguang334@163.com)

**Abstract:** The dimensional shrinkage of the green sample treated by metal fused filament fabrication (MFFF) occurs during debinding/sintering process, affecting the forming accuracy and practical application. In order to clarify the shrinkage mechanism and put forward effective solutions, a theoretical model of the dimensional shrinkage rate of sintered samples was first established, and the dimensional changing process was theoretically analyzed. Then, a sintered sample of 17-4PH stainless steel was formed, and the microstructure of its cross-section was determined using scanning electron microscope (SEM). Through the comparison between the theoretical and experimental results, the correctness of the proposed model was verified. Finally, the sensitivity of the model was analyzed, and the influence of the sintering temperature rise rate, maximum temperature holding time, and apparent density of the green sample on the dimensional shrinkage rate of MFFF samples was discussed. The results show that the dimensional shrinkage rate of the samples is anisotropic (the one in the vertical direction is slightly larger than that in the horizontal direction). The apparent density of the green sample has the most significant effect on the dimensional shrinkage rate of the sintered samples, followed by the sintering temperature rise rate and maximum temperature holding time.

**Key words:** metal fused filament fabrication (MFFF); dimensional shrinkage rate; 17-4PH stainless steel; theoretical analysis; experimental research

金属熔丝成型 (metal fused filament fabrication, MFFF) 是一种通过生坯成型—脱脂—烧结 (shaping—debinding—sintering, S—D—S) 工艺获得致密化纯金属零部件的低成本增材制造技术, 具有材料利用率高、成本低廉等优势, 近几年成为国内外增材制造领域的研究热点之一<sup>[1-2]</sup>. 该技术使用金属粉末/聚合物复合材料丝为原料, 利用传统的熔丝成型 (fused filament fabrication, FFF) 技术完成生坯实体的成型; 再通过脱脂工艺 (热脱脂、溶剂脱脂或催化脱脂等) 去除生坯中的聚合物黏结剂主要成分, 形成脱脂体; 最后通过高温烧结工艺消除脱脂体中金属粉末颗粒之间的孔隙, 逐渐致密化得到最终所需的纯金属成品. 在高温烧结过程中, 金属颗粒在烧结驱动力及外力的作用下逐渐靠近并发生体积传质过程, 金属颗粒逐步结合, 在宏观上表现为烧结样件的收缩, 并形成致密化金属样件<sup>[3]</sup>. 烧结样件的尺寸精度对该技术的适用性至关重要, 准确预测 MFFF 烧结样件的尺寸变化率有利于该技术的进一步发展.

Camirero 等<sup>[4]</sup>测量了 MFFF 316L 烧结样件的收缩率, 认为在  $z$  方向由于 FFF 制造技术的分层结构和重力效应导致收缩增加, 总体呈各向异性. Abe 等<sup>[5]</sup>测量了 MFFF 17-4PH 烧结样件的收缩率, 得出了相似的结论: 所有烧结样件的收缩行为都是各向异性的, 且在  $z$  方向上的收缩行为总是高于其他方向. Quarto 等<sup>[6]</sup>通过打印复杂零件, 并使用三维扫描分析其尺寸收缩, 测量所有样品的多向收缩行为, 应用线性回归模型建立收缩可预测性函数. 而 Singh 等<sup>[2]</sup>研究了烧结温度对 3DEP 制造的 17-4PH 样件收缩率的影响, 在 1 200~1 360 °C 内, 烧结温度越高, 收缩率越大, 在最高温度下的最大收缩率为 14.2%, 并认为收缩本质上为各向同性. 同样, Liu 等<sup>[7]</sup>测量了 MFFF 316L 样件在脱脂/烧结过程的尺寸变化, 在脱脂后无明显尺寸变化, 在烧结后每个方向上收缩约 17%. 均匀收缩表明, 生坯是各向同性的, 生坯中的成分是均匀的.

上述研究普遍通过实验测量烧结前后样件的尺寸变化或利用实验数据建立收缩率回归模型, 缺乏相应的机理研究, 具有明显局限性. 本文首先将脱脂样件视为多孔线性黏性连续体, 结合热黏塑性本构模型, 同时考虑烧结过程中样件重力的影响, 建立了用于解释尺寸变化各向异性的理论解析模型; 然后, 成型烧结样件, 对比分析理

论与实验结果, 验证模型的正确性; 最后, 对模型的敏感性进行分析, 讨论了烧结升温速率、最高温度保持时间、生坯样件表观密度 3 个工艺参数对模型的影响规律. 本文为预测烧结样件尺寸变化率、提高成型精度提供了参考.

## 1 尺寸收缩模型

对 MFFF 17-4PH 样件的烧结过程 (如图 1 所示) 作出以下假设: 1) 生坯件成分均匀, 无缺陷 (气孔、杂质等), 完全脱脂后其尺寸不变, 孔隙分布均匀; 2) 脱脂后 17-4PH 颗粒仍为完美球形, 平均直径为 35  $\mu\text{m}$ ; 3) 烧结过程中, 样件视为连续体, 具有线性黏性流变行为; 4) 样件的收缩由扩散过程控制, 可看作蠕变变形; 5) 烧结过程中, 考虑样件自身的重力对收缩的影响.

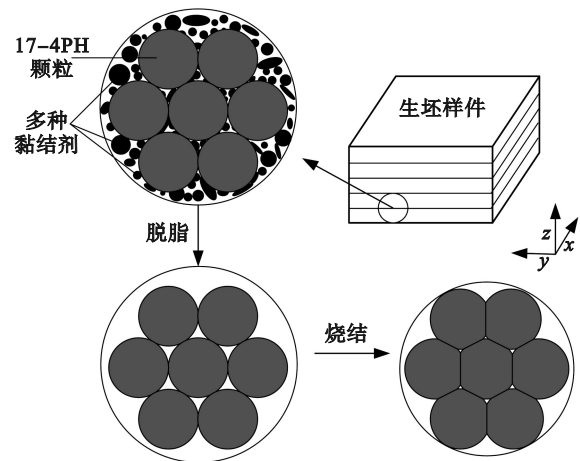


图 1 样件脱脂/烧结过程示意图

Fig. 1 Schematic diagram of sample debinding/sintering process

基于以上假设, 可以用连续介质力学和流变学的黏塑性本构模型来描述多孔线性黏性连续体在高温烧结下的蠕变变形<sup>[8]</sup>. 同时, 样件在高温下存在热膨胀行为, 需考虑温度变化导致的热应变. 使用热黏塑性本构关系描述烧结过程, 总应变速率  $\dot{\epsilon}$  由热应变速率  $\dot{\epsilon}_{th}$  和黏塑性应变速率  $\dot{\epsilon}_{vp}$  两部分组成:

$$\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_{th} + \dot{\epsilon}_{vp} \quad (1)$$

烧结过程中样件的热应变主要是由热膨胀引起的, 其热应变速率可以表示为

$$\dot{\epsilon}_{th} = \alpha \Delta \dot{T} \mathbf{I} \quad (2)$$

式中:  $\alpha$  为 17-4PH 材料的热膨胀系数 ( $1.37 \times 10^{-5}/\text{K}$ );  $\Delta \dot{T}$  为烧结过程的升温速率;  $\mathbf{I}$  为二阶恒等张量.

黏塑性模型广泛用于描述烧结阶段样件的变形收缩<sup>[9]</sup>,应力张量可表示为

$$\boldsymbol{\sigma} = 2G_p \dot{\boldsymbol{\epsilon}}_{vp}' + (K_p \dot{\epsilon}_{vp} + \sigma_s) \mathbf{I}. \quad (3)$$

式中: $\boldsymbol{\sigma}$ 为柯西应力张量; $G_p$ 为多孔材料的剪切模量; $K_p$ 为多孔材料的体积模量; $\dot{\boldsymbol{\epsilon}}_{vp}'$ 为偏黏塑性应变速率; $\dot{\epsilon}_{vp}$ 为黏塑性应变引起的体积应变速率,即黏塑性应变速率 $\dot{\boldsymbol{\epsilon}}_{vp}$ 的迹, $\dot{\epsilon}_{vp} = \text{tr}(\dot{\boldsymbol{\epsilon}}_{vp})$ ;  $\sigma_s$ 为有效烧结应力。

对式(3)进行改写,表示为黏塑性应变速率的表达式:

$$\dot{\boldsymbol{\epsilon}}_{vp} = \frac{\boldsymbol{\sigma}'}{2G_p} + \frac{\sigma_m - \sigma_s}{3K_p} \mathbf{I}. \quad (4)$$

式中: $\boldsymbol{\sigma}'$ 为偏应力张量; $\sigma_m = \text{tr}(\boldsymbol{\sigma})/3$ ,为平均应力。

采用弹性-黏性类比的方式,根据广义胡克定律确定多孔材料的剪切模量和体积模量为

$$G_p = \frac{\eta_p}{2(1 + \nu_p)}, \quad (5)$$

$$K_p = \frac{\eta_p}{3(1 - 2\nu_p)}. \quad (6)$$

式中: $\eta_p$ 为多孔材料的单轴黏度; $\nu_p$ 为泊松比。

针对全致密金属材料的有效黏度模型作出假设<sup>[10]</sup>,多孔材料的单轴黏度可表示为

$$\eta_p = \eta \rho^2. \quad (7)$$

式中: $\eta$ 为全密度材料的有效黏度; $\rho = \rho_{ap}/\rho_0 = 1 - \theta$ ,为脱脂样件的相对密度(0.354); $\rho_{ap} = 0.8\rho_s$ ,为脱脂样件的表观密度(2.76 g/cm<sup>3</sup>); $\rho_s$ 为生坯样件的表观密度(3.45 g/cm<sup>3</sup>); $\rho_0$ 为17-4PH材料的理论密度(7.80 g/cm<sup>3</sup>); $\theta$ 为脱脂样件的孔隙率(0.646)。

全密度材料的有效黏度 $\eta$ 可表示为<sup>[10]</sup>

$$\eta = \frac{kTD^m}{\Omega D_d \exp\left(\frac{-Q_d}{RT}\right)}. \quad (8)$$

式中: $k$ 为玻尔兹曼常数(1.380 649×10<sup>-23</sup> J/K); $T$ 为烧结热力学温度; $D$ 为晶粒尺寸; $\Omega$ 为原子体积(1.21×10<sup>-29</sup> m<sup>3</sup>); $D_d$ 为扩散系数; $Q_d$ 为晶界扩散活化能; $R$ 为气体常数(8.314 J·mol<sup>-1</sup>·K<sup>-1</sup>).对于晶界扩散(Cobel蠕变), $m=3$ ;对于体积扩散(Nabarro-Herring蠕变), $m=2$ 。

在烧结过程中,存在两种不同类型的机制,即表面传质和体积传质.表面传质过程中,物质被重新定位在孔表面以降低表面积并减小曲率梯度;体积传质过程中,物质从固体中迁移并沉积在孔隙上.只有体积传质过程才能导致收缩.

而在体积传质中,晶体材料颗粒随机接触导致晶粒取向不一定相同,因此在颗粒之间的烧结颈处会形成晶界.晶界的缺陷允许物质沿着该界面流动,促进烧结致密化并收缩,晶界扩散主导着大多数金属及许多化合物的烧结<sup>[8,11]</sup>.本文假设晶界扩散主导整个烧结过程。

采用Cobel蠕变模型来描述烧结过程晶界扩散主导时的全密度材料单轴黏度,并结合式(8)得到脱脂后多孔样件的单轴黏度:

$$\eta_p = \frac{kTD^3 \rho^2}{\Omega D_d \exp\left(\frac{-Q_d}{RT}\right)}. \quad (9)$$

对于黏塑性泊松比,Scherer<sup>[12]</sup>根据微观结构模型推导出多孔材料的泊松比,其与样件的相对密度存在着如下近似关系:

$$\nu_p \approx \frac{1}{2} \sqrt{\frac{\rho}{3-2\rho}}. \quad (10)$$

联合式(5),(6),(9),(10),得到多孔材料的剪切模量和体积模量为

$$G_p = \frac{kTD^3 \rho^2}{\Omega D_d \exp\left(\frac{-Q_d}{RT}\right) \left(2 + \sqrt{\frac{\rho}{3-2\rho}}\right)}, \quad (11)$$

$$K_p = \frac{kTD^3 \rho^2}{3\Omega D_d \exp\left(\frac{-Q_d}{RT}\right) \left(1 - \sqrt{\frac{\rho}{3-2\rho}}\right)}. \quad (12)$$

有效烧结应力是多孔材料中局部毛细管应力共同作用的结果<sup>[13]</sup>,Olevsky<sup>[8]</sup>推导出烧结应力与相对密度的平方、表面张力成正比,与晶粒尺寸成反比,有效烧结应力可表示为

$$\sigma_s = \frac{6\gamma_s(1-\theta)^2}{D}. \quad (13)$$

式中, $\gamma_s$ 为表面张力.而晶粒尺寸在烧结过程中会长大,较大的晶粒尺寸将阻碍收缩,且烧结应力将随着晶粒尺寸的增大而减小.分别选择以下经验模型来描述烧结过程中晶粒尺寸的变化<sup>[14]</sup>和与温度相关的表面张力<sup>[15]</sup>:

$$\frac{dD}{dt} = \frac{A \exp\left(\frac{-Q_G}{RT}\right)}{D}, \quad (14)$$

$$\gamma_s = -0.14T + 1450. \quad (15)$$

式中: $A$ 为晶粒长大系数; $Q_G$ 为晶粒生长的活化能。

将式(14),(15)代入式(13)中,得到烧结应力的表达式:

$$\sigma_s = \frac{6(-0.14T + 1450)(1-\theta)^2}{D}. \quad (16)$$

样件在烧结过程中每个时间单位的动量变化与作用在材料上的总力(表面力和体力)相等,由柯西动量方程可得

$$\frac{d\mathbf{v}}{dt} = \frac{1}{\rho_{ap}} \nabla \cdot \boldsymbol{\sigma} + \mathbf{f}. \quad (17)$$

式中:  $\mathbf{v}$  为取决于时间和空间的速度场;  $\nabla \cdot \boldsymbol{\sigma}$  为柯西应力张量的散度;  $\mathbf{f}$  为单位质量物体所受力,  $\mathbf{f} =$

$$\begin{bmatrix} 0 \\ 0 \\ g \end{bmatrix}, g \text{ 为沿 } z \text{ 方向的重力加速度.}$$

$\frac{d\mathbf{v}}{dt}$  的动量变化在烧结过程中可以忽略不计,因此式(17)可化简为

$$\frac{1}{\rho_{ap}} \nabla \cdot \boldsymbol{\sigma} + \mathbf{f} = \mathbf{0}. \quad (18)$$

由于重力仅施加在负  $z$  方向,式(18)可在  $z$  方向投影为

$$\frac{\partial \sigma_z}{\partial z} = -\rho_{ap} g. \quad (19)$$

假设样件顶部无重力引起的应力,而底部具有最大质量作用的重力,可对式(19)进行积分得到  $\sigma_z$  的表达式:

$$\sigma_z = -\rho_{ap} g(z - z_1), \quad (20)$$

$$\sigma_{z_0} = -\rho_{ap} gh. \quad (21)$$

式中:  $h$  为顶面与底面之间的距离;  $z, z_0, z_1$  为直角坐标系下  $z$  轴的坐标,其中  $z_1$  表示顶面中的点,  $z_0$  表示底面中的点.可以看出  $\sigma_z$  随  $z$  轴坐标线性变化,定义  $z$  方向上平均重力诱导应力  $\bar{\sigma}_z$  为

$$\bar{\sigma}_z = \frac{1}{2} \sigma_{z_0} = -\frac{1}{2} \rho_{ap} gh. \quad (22)$$

进而得到平均应力

$$\sigma_m = \frac{1}{3} \bar{\sigma}_z. \quad (23)$$

联合式(4), (11), (12)及(16),得到黏塑性应变速率:

$$\dot{\varepsilon}_{vp} = \frac{\Omega D_d \exp\left(\frac{-Q_d}{RT}\right) \left(2 + \sqrt{\frac{\rho}{3-2\rho}}\right)}{2kTD^3 \rho^2} \times \begin{bmatrix} -\sigma_m & 0 & 0 \\ 0 & -\sigma_m & 0 \\ 0 & 0 & \bar{\sigma}_z - \sigma_m \end{bmatrix} + \frac{\Omega D_d \exp\left(\frac{-Q_d}{RT}\right) \left(1 - \sqrt{\frac{\rho}{3-2\rho}}\right)}{kTD^3 \rho^2} \times \left[ \sigma_m - \frac{6(-0.14T + 1450)(1-\theta)^2}{D} \right] \mathbf{I}. \quad (24)$$

可以看出,样件在  $x, y$  方向具有相同的黏塑性应变速率,  $z$  方向上由于重力作用具有与  $x$  和  $y$  方向不同的黏塑性应变速率,联合式(22), (23), 可将式(24)在不同方向上分解为

$$\dot{\varepsilon}_{vp-x} = \dot{\varepsilon}_{vp-y} = \frac{\rho_{ap} gh \Omega D_d \exp\left(\frac{-Q_d}{RT}\right) \left(2 + \sqrt{\frac{\rho}{3-2\rho}}\right)}{12kTD^3 \rho^2} + \frac{\Omega D_d \exp\left(\frac{-Q_d}{RT}\right) \left(1 - \sqrt{\frac{\rho}{3-2\rho}}\right)}{kTD^3 \rho^2} \times \left[ -\frac{1}{6} \rho_{ap} gh - \frac{6(-0.14T + 1450)(1-\theta)^2}{D} \right], \quad (25)$$

$$\dot{\varepsilon}_{vp-z} = \frac{-\rho_{ap} gh \Omega D_d \exp\left(\frac{-Q_d}{RT}\right) \left(2 + \sqrt{\frac{\rho}{3-2\rho}}\right)}{6kTD^3 \rho^2} + \frac{\Omega D_d \exp\left(\frac{-Q_d}{RT}\right) \left(1 - \sqrt{\frac{\rho}{3-2\rho}}\right)}{kTD^3 \rho^2} \times \left[ -\frac{1}{6} \rho_{ap} gh - \frac{6(-0.14T + 1450)(1-\theta)^2}{D} \right]. \quad (26)$$

样件应变速率由热应变速率  $\dot{\varepsilon}_{th}$ , 黏塑性(蠕变)应变速率  $\dot{\varepsilon}_{vp}$  两部分组成,联合式(1), (2), (25)及(26)可以得到3个方向的总应变速率:

$$\dot{\varepsilon}_x = \dot{\varepsilon}_y = \alpha \Delta \dot{T} + \dot{\varepsilon}_{vp-x}, \quad (27)$$

$$\dot{\varepsilon}_z = \alpha \Delta \dot{T} + \dot{\varepsilon}_{vp-z}. \quad (28)$$

由于本文中烧结工艺温度为 500~1300 °C, 在该温度的时间范围内对总应变速率进行积分,得到总应变:

$$\varepsilon_x = \varepsilon_y = \int_0^t (\alpha \Delta \dot{T} + \dot{\varepsilon}_{vp-x}) dt, \quad (29)$$

$$\varepsilon_z = \int_0^t (\alpha \Delta \dot{T} + \dot{\varepsilon}_{vp-z}) dt. \quad (30)$$

## 2 实验研究

### 2.1 样件制备

本文使用 BASF 公司生产的 17-4PH 丝材作为原料,其化学成分见表 1. 利用 FFF 成型设备 (FLSUN-QQ) 制备了如图 2 所示尺寸为 15 mm × 15 mm × 4 mm 的生坯样件,主要过程参数如表 2 所示. 生坯样件在硝酸气体中进行催化脱脂,全程在 D200-E 催化脱脂炉中进行,其过程参数设置如表 3 所示. 在 S200-C 真空烧结炉中进行热脱脂和烧结,其参数设置如表 4 所示.

表 1 BASF 17-4PH 化学成分(质量分数)  
Table 1 Chemical composition of BASF 17-4PH  
(mass fraction) %

C	O	Cr	Fe	Ni	Cu
31.39	7.48	11.41	45.47	2.28	1.97

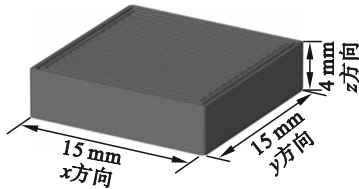


图 2 样品示意图

Fig. 2 Schematic diagram of sample

表 2 主要过程参数设置  
Table 2 Main process parameters setting

参数	数值
喷嘴直径/mm	0.4
挤出宽度/mm	0.48
喷嘴温度/°C	240
成型速度/(mm·s <sup>-1</sup> )	15
层高/mm	0.12
重叠/%	15
填充率/%	100
床温/°C	90

表 3 催化脱脂参数设置

Table 3 Catalytic debinding parameters setting

过程	腔体温度 °C	进酸温度 °C	尾气温度 °C	用气流量 cm <sup>3</sup> ·min <sup>-1</sup>	风扇转速 r·min <sup>-1</sup>	进酸量 mL·min <sup>-1</sup>	时间 min
加热	105	150	145	3 000	1 000	0	45
前冲洗	105	150	145	3 000	1 000	0	30
脱脂	105	150	145	3 000	1 000	0.5	600
后冲洗	120	150	145	3 000	1 000	0	90

表 4 热脱脂和烧结参数设置

Table 4 Thermal debinding and sintering parameters setting

编号	温度 °C	时间 min	工艺类型	进气量 cm <sup>3</sup> ·min <sup>-1</sup>	气体
1	600	300	负压脱脂	2 000	Ar
2	600	60	负压脱脂	2 000	Ar
3	1 100	200	真空内烧	0	Ar
4	1 100	60	真空内烧	0	Ar
5	1 300	120	分压烧结	2 500	Ar
6	80	300	冷却	500	Ar

## 2.2 尺寸变化率测试

为确定 MFFF 17-4PH 烧结样件的尺寸变化率,使用游标卡尺对生坯样件的 3 个方向( $x, y, z$ )尺寸进行测量,单个样件在每个方向上测量 5 次,5 个生坯样件( $S1-i \sim S5-i, i=1, 2, \dots, 5$ )共获得 75 组数据.然后针对生坯样件进行脱脂/烧结处理,以完成烧结样件的制备,并进行烧结样件的三维尺寸测量.对比分析生坯与烧结样件的三维尺寸,从而确定三维方向的尺寸收缩率.为进一步保证实验结果的准确性,以每个样件同方向数据的均值作为样件该方向的最终分析结果.用式(31)计算出烧结样件在 3 个方向的尺寸收缩率  $L_x, L_y$  及  $L_z$ .

$$L = \frac{L_0 - L_1}{L_0} \times 100\% \quad (31)$$

其中: $L_0$ 为生坯样件测量尺寸; $L_1$ 为烧结样件测量尺寸.

## 2.3 扫描电镜微观测试

为进一步分析生坯/烧结样件的微观结构,首先利用电子显微镜(JT-H360-4K)选出成型效果良好的样件(无明显裂纹、缺陷),并利用线切割工艺垂直于材料丝方向对样件进行切割;然后使用场发射扫描电子显微镜(JSM-7800F)对生坯/烧结样件的截面进行扫描电镜测试,分析烧结前后微观形貌及显微结构变化情况.

## 3 结果分析

### 3.1 $x, y$ 方向

图 3 为理论模型在  $x, y$  方向上的尺寸收缩率预测结果.样件升温至 500~1 100 °C 时,热应变占据主导地位,尺寸变化很小(小于 0.6% 的增幅);在升温至 1 100~1 300 °C 时,尺寸明显收缩,这是因为在高温下黏塑性应变远大于热应变,晶界扩散占据主导地位,在每个颗粒的烧结颈处会形成晶界,且晶界具有允许物质沿该界面流动的特性,物质从晶界处迁移并沉积在颈部表面,从而

使得颗粒间中心距减小,即在宏观上表现为收缩现象.样件在最高温度 1 300 °C 保温 2 h,尺寸收缩速率明显减缓.

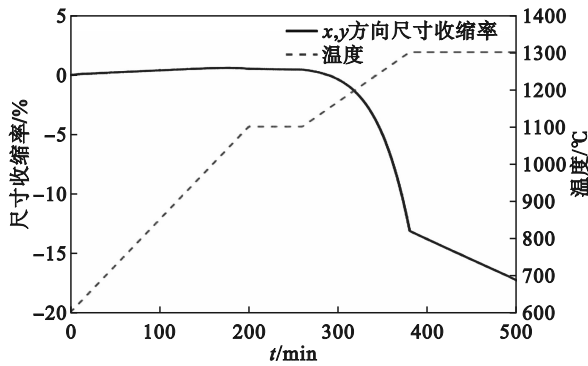


图 3 x,y 方向尺寸收缩率的理论结果

Fig. 3 Theoretical results of dimensional shrinkage rate in x,y directions

表 5 对比了样件在 x,y 方向上尺寸收缩率的

表 5 x,y 方向尺寸收缩率的理论和实验结果

Table 5 Theoretical and experimental results of dimensional shrinkage rate in x, y directions

样件	生坯样件尺寸/mm		烧结样件尺寸/mm		实验收缩率/%		理论收缩率/%	误差/%	
	x 方向	y 方向	x 方向	y 方向	x 方向	y 方向		x 方向	y 方向
S1-i	15.02	15.12	12.52	12.37	16.64	18.19		3.51	5.44
S2-i	15.03	15.05	12.62	12.31	16.03	18.21		7.05	5.54
S3-i	15.08	15.07	12.54	12.44	16.84	17.45	17.25	2.36	1.17
S4-i	15.03	15.13	12.56	12.32	16.43	18.57		4.73	7.67
S5-i	15.04	15.08	12.7	12.36	15.56	18.04		9.81	4.56

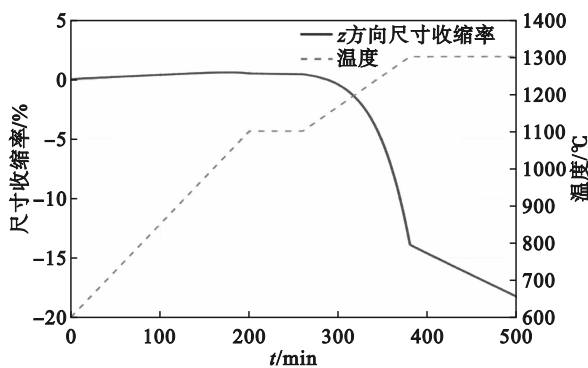


图 4 z 方向尺寸收缩率的理论结果

Fig. 4 Theoretical results of dimensional shrinkage rate in z direction

表 6 对比了样件在 z 方向上尺寸收缩率的理论和实验结果,平均尺寸收缩率测试结果为 19.46%~20.39%,与理论收缩率(18.28%)的误差为 9.14%~11.53%.误差在允许范围内,进一步说

理论和实验结果.5 个样件在 x 方向的平均收缩率为 15.56%~16.84%,与理论收缩率(17.25%)的误差为 2.36%~9.81%.5 个样件在 y 方向的平均收缩率为 17.45%~18.57%,与理论收缩率(17.25%)的误差为 1.17%~7.67%.误差在允许范围内,可见本文的模型能够较为准确地预测 MFFF 17-4PH 烧结样件的收缩率.

### 3.2 z 方向

z 方向尺寸收缩率与 x,y 方向相似,样件升温至 500~1 100 °C 尺寸变化很小(小于 0.6% 的增幅),在升温至 1 100~1 300 °C 时样件尺寸明显收缩,在最高温度保持时间内收缩的趋势变缓.如图 4 所示,由于 z 方向考虑了烧结过程中样件自身的重力作用,其尺寸收缩率总体趋势与 x,y 方向相似,收缩量略大于 x,y 方向.

明本文的模型能够较为准确地预测 MFFF 17-4PH 烧结样件的收缩率.

### 3.3 微观结构

MFFF 生坯及其对应的烧结样件如图 5a 和 5b 所示,烧结样件尺寸减小,明显收缩.分析其截面形貌分别如图 5c 和 5d 所示,丝材在烧结工艺中的高温作用下进一步融合,材料丝之间的结合更为紧密,截面空隙显著减小,致密性更好.图 5e 为 MFFF 生坯样件在扫描电镜下的微观结构,可以看出成型的生坯样件成分均匀,17-4PH 的颗粒呈圆球状,多种黏结剂均匀分散在 17-4PH 颗粒周围.图 5f 为烧结样件在扫描电镜下的微观结构,可以看出生坯中大部分黏结剂经过高温脱脂烧结后被去除,不锈钢粉末靠近并融合形成烧结颈,烧结后样件空隙减少,致密性提高.部分不锈钢粉末发生了明显的晶粒长大现象,粒径超过 50 μm.

表 6 z 方向尺寸收缩率的理论和实验结果

Table 6 Theoretical and experimental results of dimensional shrinkage rate in z direction

样件 ( $i=5$ )	生坯样件 z 方向尺寸/mm	烧结样件 z 方向尺寸/mm	实验 收缩率/%	理论 收缩率/%	误差/%
S1-i	4.06	3.25	19.95		9.14
S2-i	4.12	3.28	20.39		11.53
S3-i	4.05	3.23	20.25	18.28	10.76
S4-i	4.11	3.31	19.46		6.48
S5-i	4.09	3.29	19.56		7.00

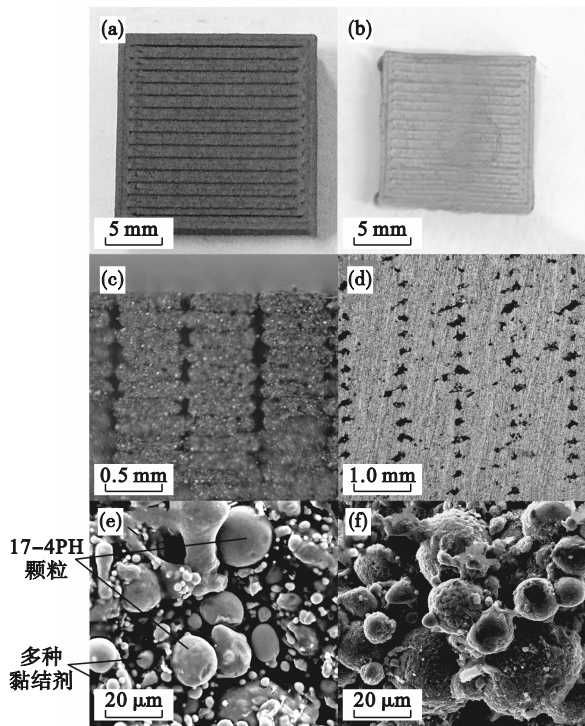


图 5 MFFF 样件外观、截面及显微结构

Fig. 5 Appearance, cross-section, and microstructure of MFFF samples

- (a) 生坯样件外观; (b) 烧结样件外观;
- (c) 生坯样件截面; (d) 烧结样件截面;
- (e) 生坯样件显微结构; (f) 烧结样件显微结构.

### 3.4 敏感性分析

为明确本文所提出模型的敏感性,选择 3 个参数(烧结升温速率、最高温度保持时间、生坯样件表观密度)进行了分析,具体数值设置如表 7 所示.每次分析只改变 1 个参数,其他参数保持为默认值,分析模型的敏感性.

表 7 敏感性测试参数设置  
Table 7 Sensitivity test parameters setting

参数	最小值 $X_1$	默认值	最大值 $X_2$
烧结升温速率/( $^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ )	1	2	4
最高温度保持时间/h	1	2	3
生坯样件表观密度/( $\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$ )	2.9	3.9	4.9

#### 3.4.1 烧结升温速率影响

升温速率实际上是时间和温度组合得到的参数,图 6 为不同烧结升温速率(1, 2 和 4  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ )对  $x, y$  和  $z$  方向尺寸收缩率预测值的影响.当烧结升温速率由 1 提高至 4  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$  时,对应的  $x$  和  $y$  方向尺寸收缩率由 27.69% 降至 11.53%, 对应的  $z$  方向尺寸收缩率由 29.24% 降至 12.19%. 可见在试验范围内,提高烧结升温速率会使样件尺寸收缩率减小.

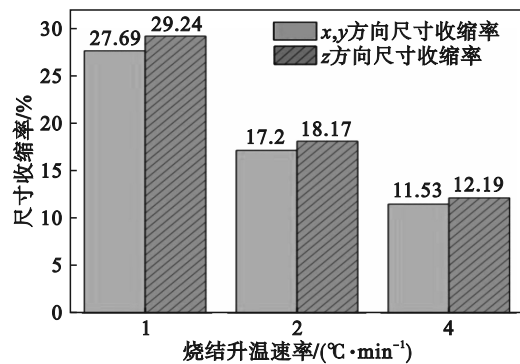


图 6 不同烧结升温速率对尺寸收缩率的影响

Fig. 6 Effect of different sintering temperature rise rates on dimensional shrinkage rate

原因可能是高温烧结中的各类物质传输机制对温度十分敏感,需要在一定的温度和时间条件下才能完成.当烧结升温速率过快时,物质迁移未完成,烧结颈也未完全形成,易导致烧结样件出现收缩不足、致密性差等缺陷,同时烧结升温速率过快还可能导致样件因不均匀传热而产生翘曲缺陷.但烧结升温速率也不能过慢,过慢时易发生晶粒过度生长、微观结构组织粗化等现象.

#### 3.4.2 最高温度保持时间影响

烧结保持时间是影响烧结的重要变量,图 7 为不同最高温度保持时间(1, 2 和 3 h)对  $x, y$  和  $z$  方向尺寸收缩率预测值的影响.当最高温度保持时间为 1, 2 及 3 h 时,对应的  $x, y$  方向尺寸收缩率预测结果分别为 15.29%, 17.2% 和 19.08%, 对应的

$z$ 方向结果分别为 16.15%, 18.17% 和 20.15%。可见在实验范围内, 增加最高温度保持时间会使样件收缩率增大。这是因为一定范围内, 延长最高温度保持时间可以使颗粒进一步融合, 提高样件致密性, 但时间过长同样会导致微观结构组织粗化, 影响烧结样件质量。

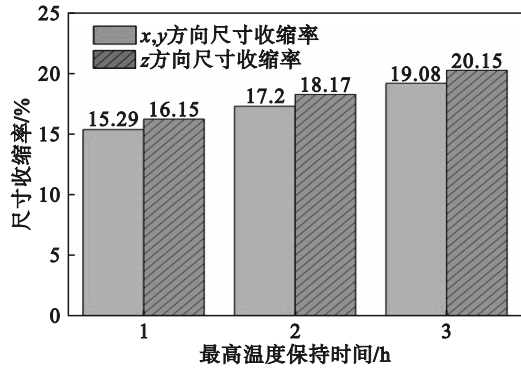


图 7 不同最高温度保持时间对尺寸收缩率的影响  
Fig. 7 Effect of different maximum temperature holding time on dimensional shrinkage rate

### 3. 4. 3 生坯样件表观密度影响

生坯样件表观密度直接影响到脱脂样件表观密度和后续烧结过程, 图 8 为不同生坯样件表观密度 (2.9, 3.9 和 4.9 g/cm<sup>3</sup>) 对  $x, y$  和  $z$  方向尺寸变化率预测值的影响。

当生坯样件表观密度为 2.9, 3.9 及 4.9 g/cm<sup>3</sup> 时, 对应的  $x, y$  方向尺寸收缩率预测值分别为 19.51%, 17.2% 和 14.86%, 对应的  $z$  方向尺寸收缩率预测值分别为 20.76%, 18.17% 和 15.66%。可见在实验范围内, 增加生坯样件表观密度会使样件

尺寸收缩率减小。因为生坯样件表观密度增大, 脱脂后样件相对密度也增大, 即脱脂样件中孔隙减少, 金属粉末所占比例增加, 收缩率减小; 同时金属颗粒之间更易发生接触和晶界扩散, 有利于烧结颈的形成和生长。

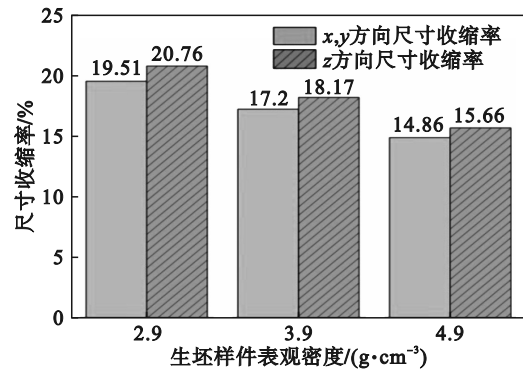


图 8 生坯样件表观密度对尺寸收缩率的影响  
Fig. 8 Effect of apparent density of green sample on dimensional shrinkage rate

通过分析 3 个参数 (烧结升温速率、最高温度保持时间、生坯样件表观密度) 对烧结样件三维方向收缩率的影响, 综合考虑了当参数变化时尺寸收缩率的相对变化率, 结果如表 8 所示。其中:  $Y_1, Y_2$  分别为参数最小值和最大值作用下的尺寸收缩率。可见: 解析模型对生坯样件表观密度的变化最为敏感, 其次是烧结升温速率和最高温度保持时间。因此在设计工艺流程时, 应将生坯样件表观密度控制在合理范围内, 然后适当减缓烧结升温速率, 延长最高温度保持时间, 以获得质量良好的烧结样件。

表 8 模型对不同参数的敏感性  
Table 8 Sensitivity of model to different parameters

方向	参数	参数最小值 $X_1$	$Y_1$ /%	参数最大值 $X_2$	$Y_2$ /%	相对变化率
						$\left[ \frac{ Y_2 - Y_1 }{Y_1} / \frac{(X_2 - X_1)}{X_1} \right] \%$
$x, y$	烧结升温速率/( $^{\circ}\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$ )	1	27.69	4	11.53	19.45
	最高温度保持时间/h	1	15.29	3	19.08	12.39
	生坯样件表观密度/( $\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$ )	2.9	19.51	4.9	14.86	35.75
$z$	烧结升温速率/( $^{\circ}\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$ )	1	29.24	4	12.19	19.44
	最高温度保持时间/h	1	16.15	3	20.15	12.38
	生坯样件表观密度/( $\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$ )	2.9	20.76	4.9	15.66	36.85

## 4 结 论

1) 将脱脂样件视为多孔材料, 结合热黏塑性本构模型对烧结过程尺寸变化建立了理论模型,

同时考虑重力的影响, 解析研究了样件的三维方向尺寸收缩率, 并通过实验验证了模型的正确性。实验样件的尺寸收缩率表现出明显的各向异性特征, 其中  $x, y$  方向的收缩率为 15.56%~16.84%,  $z$  方向的收缩率为 19.46%~20.39%。

2) 当烧结温度为 500~1 100 °C 时,热应变占据主导地位,尺寸变化很小(小于 0.6% 的增幅);升温至 1 100~1 300 °C 时,高温下黏塑性应变远大于热应变,晶界扩散占据主导地位,样件尺寸变化呈显著收缩趋势;1 300 °C 保温 2 h,尺寸变化速率呈明显减小的趋势.样件尺寸收缩呈各向异性, $z$  方向尺寸变化趋势与  $x, y$  方向相似,由于  $z$  方向考虑了烧结过程中样件自身的重力作用,尺寸收缩率略大于  $x, y$  方向.

3) 生坯成分均匀,17-4PH 的颗粒呈圆球状,多种黏结剂均匀分散在 17-4PH 颗粒周围.生坯中大部分黏结剂经过高温脱脂烧结后被去除,不锈钢粉末靠近并逐渐融合形成烧结颈,空隙减少,部分不锈钢粉末发生了明显的晶粒长大现象,粒径超过 50  $\mu\text{m}$ .

4) 尺寸收缩率模型对生坯样件表观密度的变化最为敏感,其次是烧结升温速率和最高温度保持时间.在一定范围内,尺寸收缩率随烧结升温速率减小、最高温度保持时间增加、脱脂样件相对密度减小而增大.

#### 参考文献:

- [1] Singh P, Balla V K, Gokce A, et al. Additive manufacturing of Ti-6Al-4V alloy by metal fused filament fabrication (MF3): producing parts comparable to that of metal injection molding [J]. *Progress in Additive Manufacturing*, 2021, 6(4): 593-606.
- [2] Singh G, Missiaen J M, Bouvard D, et al. Additive manufacturing of 17-4 PH steel using metal injection molding feedstock: analysis of 3D extrusion printing, debinding and sintering [J]. *Additive Manufacturing*, 2021, 47: 102287.
- [3] German R M. Sintering: from empirical observations to scientific principles [M]. Oxford: Butterworth-Heinemann, 2014: 153-161.
- [4] Caminero M Á, Romero Gutiérrez A, Chacón J M, et al. Effects of fused filament fabrication parameters on the manufacturing of 316L stainless-steel components: geometric and mechanical properties [J]. *Rapid Prototyping Journal*, 2022, 28(10): 2004-2026.
- [5] Abe Y, Kurose T, Santos M V, et al. Effect of layer directions on internal structures and tensile properties of 17-4PH stainless steel parts fabricated by fused deposition of metals [J]. *Materials*, 2021, 14(2): 243-255.
- [6] Quarto M, Carminati M, D'Urso G. Density and shrinkage evaluation of AISI 316L parts printed via FDM process [J]. *Materials and Manufacturing Processes*, 2021, 36(13): 1535-1543.
- [7] Liu B, Wang Y X, Lin Z W, et al. Creating metal parts by fused deposition modeling and sintering [J]. *Materials Letters*, 2020, 263: 127252.
- [8] Olevsky E A. Theory of sintering: from discrete to continuum [J]. *Materials Science and Engineering: R: Reports*, 1998, 23(2): 41-100.
- [9] Braginsky M, Tikare V, Garino T J, et al. Three-dimensional simulation of sintering using a continuum modeling approach [R]. Albuquerque: Sandia National Laboratories, 2003.
- [10] Petersson A, Ågren J. Constitutive behaviour of WC-Co materials with different grain size sintered under load [J]. *Acta Materialia*, 2004, 52(7): 1847-1858.
- [11] Kuczynski G. The mechanism of densification during sintering of metallic particles [J]. *Acta Metallurgica*, 1956, 4(1): 58-61.
- [12] Scherer G W. Sintering inhomogeneous glasses: application to optical waveguides [J]. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 1979, 34(2): 239-256.
- [13] De Jonghe L C, Chu M Y, Lin M K F. Pore size distribution, grain growth, and the sintering stress [J]. *Journal of Materials Science*, 1989, 24: 4403-4408.
- [14] German R M. Coarsening in sintering: grain shape distribution, grain size distribution, and grain growth kinetics in solid-pore systems [J]. *Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences*, 2010, 35(4): 263-305.
- [15] Fukuyama H, Higashi H, Yamano H. Thermophysical properties of molten stainless steel containing 5% B4C [J]. *Nuclear Technology*, 2019, 205(9): 1154-1163.