

doi:10.3969/j.issn.1001-3539.2026.09.015

FDM 4D 打印工艺参数对 PETG 形状记忆性能的影响

刘泽鹏, 刘少岗, 陈柏

(天津科技大学机械工程学院轻工与食品工程机械装备集成设计与在线监控重点实验室, 天津 300457)

摘要: 为揭示熔融沉积成型(FDM)工艺参数对聚对苯二甲酸乙二醇酯-1,4-环己烷二甲酯(PETG)4D 打印形状记忆性能的调控规律,系统考察了打印方向、水浴温度、试样厚度、墙层数、填充率及模具压制角度6个工艺参数对PETG 试样恢复时间与恢复率的影响。通过单因素实验对各参数的影响进行初步研究,筛选出试样厚度、墙层数和填充率三个影响较大关键因素。在此基础上,采用 Box-Behnken 响应曲面法建立关键因素与性能指标间的二阶回归模型。结果表明,三个关键因素的增大均导致恢复时间延长、恢复率下降,对恢复时间的影响程度由高到低依次为厚度、填充率、墙层数,对恢复率的影响程度由高到低依次为厚度、墙层数、填充率;厚度与填充率的交互作用对恢复时间影响极显著(p -value<0.01)。通过模型求解与实验验证,获得最佳参数组合为试样厚度6 mm、墙层数8、填充率15%。该参数下 PETG 试样实测恢复时间为 (16.854 ± 0.072) s、恢复率为 $98.384\%\pm0.105\%$,实测值与预测值相对误差<5%。本研究可为 PETG 基 4D 打印工艺优化提供定量依据。

关键词: 4D 打印; PETG; 熔融沉积建模; 形状记忆材料; 响应曲面法

中图分类号: TQ322.3 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-3539(2026)09-0135-13

Effects of FDM 4D printing process parameters on shape memory properties of PETG

LIU Zepeng, LIU Shaogang, CHEN Bai

(Key Laboratory of Integrated Design and Online Monitoring for Light Industry and Food Engineering Machinery Equipment, College of Mechanical Engineering, Tianjin University of Science and Technology, Tianjin 300457, China)

Abstract: To reveal the regulatory patterns of fused deposition modeling (FDM) process parameters on the 4D printing shape memory performance of poly(ethylene terephthalate-co-1,4-cyclohexanedimethylene terephthalate)(PETG), the effects of six process parameters-printing direction, water bath temperature, thickness, number of layers, filling rate, and mold pressing angle-on the recovery time and recovery ratio of PETG specimens were systematically investigated. Through single-factor experiments, the influence of each parameter was preliminarily studied, and three key factors with relatively large effects-thickness, number of layers, and filling rate-were screened out. On this basis, the Box-Behnken response surface methodology was used to establish a second-order regression model between the key factors and performance indicators. The results show that increasing all three key factors led to longer recovery time and lower recovery ratio; in descending order, the effects on recovery time were thickness, filling rate, and number of layers, while the effects on recovery ratio are thickness, number of layers, and filling rate. The interaction between thickness and filling rate has an extremely significant effect on recovery time (p -value less than 0.01). Through model solving and experimental validation, the optimal parameter combination is obtained: thickness of 6 mm, 8 wall layers, and filling rate of 15%. Under these parameters, the measured recovery time of the PETG specimen is (16.854 ± 0.072) s, and the recovery ratio is $98.384\%\pm0.105\%$; the relative error between the measured and predicted values is less than 5%. This study can provide a quantitative basis for optimizing PETG-based 4D printing processes.

Keywords: 4D printing; PETG; fused deposition modeling; shape memory material; response surface methodology

通信作者: 刘少岗, 博士, 副教授, 硕士生导师, 研究方向为 3D 打印、公差优化设计等

收稿日期: 2026-07-23

引用格式: 刘泽鹏, 刘少岗, 陈柏. FDM 4D 打印工艺参数对 PETG 形状记忆性能的影响[J]. 工程塑料应用, 2026, 54(9): 135-147.

LIU Zepeng, LIU Shaogang, CHEN Bai. Effects of FDM 4D printing process parameters on shape memory properties of PETG[J]. Engineering Plastics Application, 2026, 54(9): 135-147.

4D打印技术基于3D打印引入时间维度,使物体在预设刺激下发生形状、属性或功能变化,已被ISO/ASTM 52900:2021标准明确定义^[1-3]。凭借这种动态自重构能力,该技术在航空航天、生物医疗、柔性电子及先进防护等领域展现出巨大应用潜力^[4-7]。在多种4D打印工艺中,熔融沉积成型(FDM)因材料体系开放、成本低且易于多材料兼容,成为实现可逆4D打印的主流路径之一^[8-10]。

聚对苯二甲酸乙二醇酯-1,4-环己烷二甲酯(PETG)是一种适用于FDM的高分子材料,兼具良好的透明性、生物相容性、加工性及环保特性,备受关注^[11-13]。前人针对PETG基4D打印已开展了一系列研究:邱杨等^[14]制备了PETG/碳基铁粉复合材料,实现了导热与电磁吸收功能的可调性;Khorooty等^[15]研究了碳纳米管与炭黑对PETG/TPU(热塑性聚氨酯)共混物形状记忆性能的影响,得出质量分数6%炭黑配方可兼顾强度、打印性及快速热致恢复;邓壮壮等^[16]基于PETG形状记忆聚合物(SMPs)设计了三周期极小曲面晶格结构,获得了高吸能、良好循环稳定性和形状可恢复性;顾翔远等^[17]将碳纤维增强与负泊松比蜂窝结构相结合,系统考察了其对PETG力学性能和形状记忆效应的影响。这些工作为PETG基4D打印的多功能化与结构设计提供了良好基础。

然而,现有研究多集中于PETG的有机/无机填料改性及智能结构特性,对如何通过工艺参数控制提高其打印精度及形状恢复性能的关注尚不充分。选用PETG这一新型非晶高分子材料,系统建立了其FDM 4D打印工艺参数(厚度、墙层数、填充率)与形状记忆性能的定量响应模型,揭示了PETG特有的参数敏感性排序及其与半结晶性聚合物的差异机理,为PETG基4D打印工件的性能调控提供了新的数据支撑,并为PETG材料体系在软体机器人、航空航天、生物医疗等领域的工艺适配提供数据支撑。

1 实验部分

1.1 原材料

PETG丝材:PETG Basic,红色,直径 (1.75 ± 0.03) mm,密度 1.25 g/cm^3 ,玻璃化转变温度(T_g)为 $(80 \pm 5)^\circ\text{C}$,中国深圳拓竹科技有限公司。

1.2 仪器与设备

3D打印机:Bambu Lab P1S,中国深圳拓竹科技有限公司;

差示扫描量热(DSC)仪:Flash DSC 1,梅特勒托

利多科技(中国)有限公司;

扫描电子显微镜(SEM):FEI450,赛默飞世尔科技(中国)有限公司;

机械秒表:JM-803,中国上海手表厂;

高精度不锈钢万能量角器:中国得力集团有限公司。

1.3 打印参数

根据PETG材料的性质,对FDM 3D打印机的参数进行相应的调整并始终固定,具体参数见表1。

表1 试件打印工艺参数

Parameter	Value
Nozzle temperature/ $^\circ\text{C}$	245
Texture PEI print board temperature/ $^\circ\text{C}$	70
Nozzle diameter/mm	0.4
Layer height/mm	0.2
Line width/mm	0.42
Printing speed/ $(\text{mm} \cdot \text{s}^{-1})$	50
Infill pattern	Grid

1.4 工件的制备

使用SolidWorks 2020软件,绘制宽为10 mm,长为100 mm的长方形平面,通过拉伸凸台功能设置其厚度为 h ,完成三维建模,再将模型保存为STL格式,转入Bambu Studio软件进行切片并完成最终的成品打印,工件模型如图1所示。

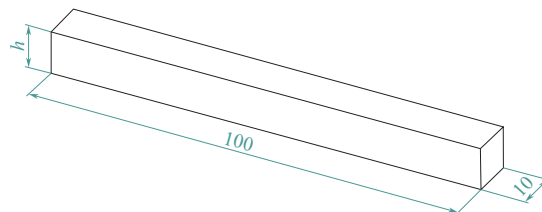


图1 工件模型

Fig. 1 Workpiece model

1.5 测试与表征

SEM表征:采用SEM观察PETG打印样品微观形貌,样品进行喷金处理,测试加速电压5 kV。

DSC分析:采用DSC仪测定样品 T_g ,测试在氮气保护下进行,升温速率 10°C/min ,温度范围 $25 \sim 250^\circ\text{C}$ 。

1.6 实验原理及过程

SMPs是一类具有可编程暂时形状和固定永久形状的智能材料,而热致型SMPs的4D打印响应行为,本质上建立在聚合物玻璃化转变(非晶态)或熔融转变(结晶态)的热力学基础之上,即利用材料在 T_g 附近发生熵弹性与玻璃态之间可逆切换的物理机制^[18]。

SMPs由多种材料制成,包括热塑性聚合物、弹性体和复合材料,典型的热塑性SMP经历“编程-固定-恢复”三阶段过程:在 T_g 以上,材料处于高弹态,可施加外力变形为临时形状;冷却至 T_g 以下后,分子链段冻结,临时形状被固定;再次加热至 T_g 以上时,分子链段解冻,熵弹性驱动材料恢复初始形状^[19]。

基于热塑性SMPs的响应机理,具体实验过程主要由以下四步组成:首先,使用3D打印机制备工件;其次,将工件完全浸没于温度高于 T_g 的水浴中,保持90 s;然后,快速取出工件,置于如图2所示的压制角度为 θ 的模具中进行弯曲定型,在室温下固定至少60 s以得到临时形状,之后放入20℃的冷却水中充分冷却,使该临时形状固化;最后,将弯曲后的工件再次完全浸没于和加热阶段时温度一致的水浴中,热响应驱动作用将使其逐渐恢复至初始形态,并在浸入时记录下其恢复时间。

本研究中,FDM 3D打印技术仅用于制造工件的永久形状。4D打印功能是通过打印后的热力学编程过程实现的,该过程包括:将打印工件加热至其 T_g 以上,然后快速取出工件,置于模具中弯曲变形,冷却固定该临时形状,最后重新加热触发形状恢复。永久形状的增材制造与随后的热力学编程(变形-固定-恢复)共同构成了本研究中PETG工件的完整4D打印周期。

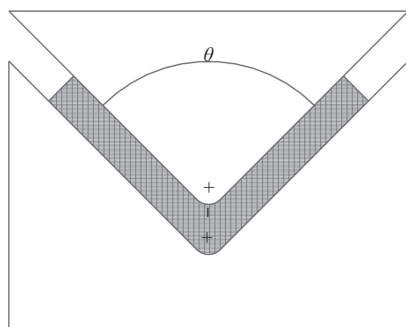


图2 压制示意图

Fig. 2 Schematic diagram of the compress

在预实验中发现,形状恢复主要发生在水浴浸没的早期和中期,最终角度趋于稳定。因此,由最终残余角计算得到的恢复率能够有效表征工件的整体恢复能力。实验结束后,使用高精度量角器测量恢复后工件的残余角度 β ,通过多次实验取平均值,据此计算工件的形状恢复率 R ,具体计算方法见式(1)。

$$R = \frac{180 - \beta}{180} \times 100\% \quad (1)$$

2 结果分析与讨论

2.1 PETG材料微观结构与热性能

对由PETG制成的印刷样品进行了SEM表征和DSC分析,结果如图3和图4所示。由图3可见,PETG试样断面/表面整体较均匀、致密,未观察到明显的球晶、颗粒状结晶域或相分离结构。而在微观层面上^[20],PETG为完全非晶聚合物,分子链呈无规则排列,没有明显的结晶区,而非晶区在 T_g 附近具有大量的自由体积,链段因此具备更强的活性,熵弹性响应更显著,更容易在外界(热)刺激下重新排列,从而拥有快速且较高的恢复率;另外PETG链中含有环己烷二甲醇单元,增加了链的柔顺性,链间还存在物理纠缠网络,柔顺性使链段易于在加热时迅速解缠并恢复原状,物理纠缠则提供了恢复的导向性,使恢复过程更加可控和完整。

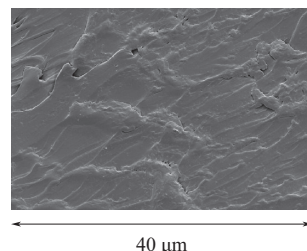


图3 PETG的SEM照片(×5 000)

Fig. 3 SEM photo of PETG (×5 000)

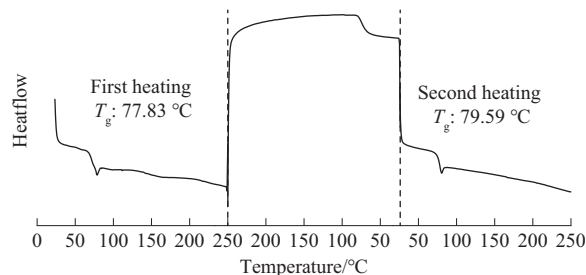


图4 PETG的DSC曲线

Fig. 4 DSC curve of PETG

从图4可以看出,在一次升温 and 二次升温中,DSC曲线均在79℃附近会呈现明显的台阶状基线偏移,可认为PETG的 T_g 为79℃,与制造商所提供的 (80 ± 5) ℃一致。PETG的 T_g 远高于室温,这赋予材料良好的形状固定性-在室温下分子链段处于冻结的玻璃态,外力撤除后临时形状不易松弛。当加热至 T_g 以上时,聚合物进入高弹态,分子链段的热运动加剧,体系熵弹性急剧增大,产生强大的恢复驱动力^[21]。

2.2 打印方向对工件形状记忆性能的影响

在实验过程中,首先会对工件形状记忆性能造

成影响的一个重要因素,就是打印方向。图5为两种打印方向工件的示意图。

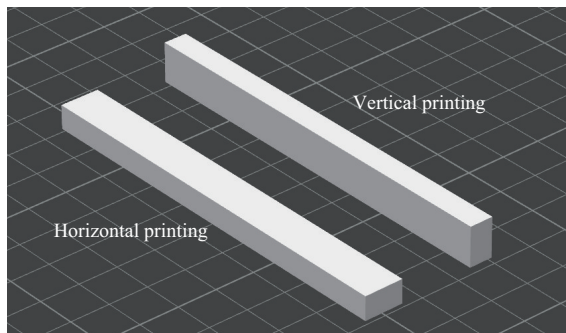


图5 打印方向示意图

Fig. 5 Printing direction diagram

为测试打印方向对工件形状记忆性能的影响,现固定厚度 h 为8 mm,墙层数为2,填充率为15%,水浴温度为85 °C,模具压制角度 θ 为120°,分别对横打印和竖打印的工件进行测试,记录其恢复时间并根据式(1)计算其形状恢复率,在制备5个独立试样分别进行测试后,计算平均值和标准差。具体结果图6和图7所示。

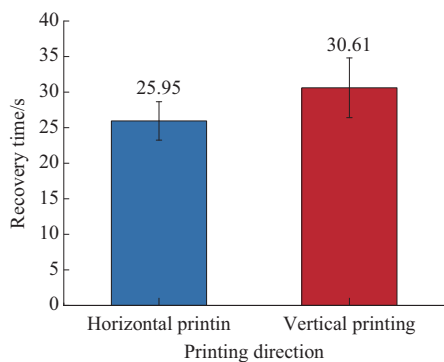


图6 打印方向对工件恢复时间的影响[误差棒表示标准差(SD), $n=5$]

Fig. 6 Influence of printing direction on recovery time of workpieces [Error bar represents the standard deviation (SD), $n=5$]

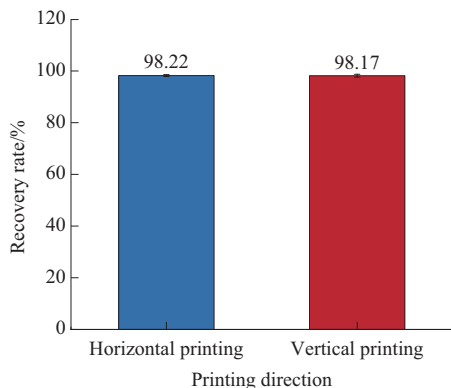


图7 打印方向对工件恢复率的影响(误差棒表示SD, $n=5$)

Fig. 7 Influence of printing direction on recovery rate of workpieces (Error bar represents SD, $n=5$)

由图6和图7可以看出,工件的打印方向为横打印时,其恢复率和恢复时间均优于竖打印,而且横打印工件的恢复时间和恢复率也均比竖打印工件具备更好的稳定性。

造成这种现象的原因是,横打印使材料的分子链方向与弯曲受力方向对齐,因此能量传递效率高、恢复驱动力强,表现更好;竖打印则让材料的层间界面成为受力主体,导致能量耗散和结构损伤,因此恢复率和恢复时间都相对较差^[22]。

2.3 水浴温度对工件形状记忆性能的影响

工件的形状记忆效应依赖于其分子链的运动,当环境温度达到并超过材料的 T_g 时,冻结的分子链段被激活,材料从玻璃态转变为高弹态,此时之前被固定的临时形状得以释放,并向原始形状回复,而水浴加热是实现该过程的有效方式。

已测得,本论文所用PETG材料的 T_g 为79 °C,为测试水浴温度对工件形状记忆性能的影响,现固定打印方向为横打印,厚度 h 为8 mm,墙层数为2,填充率为15%,模具压制角度 θ 为120°,分别在80、85、90、95 °C的水浴温度下对工件进行测试,记录其恢复时间并根据式(1)计算其形状恢复率,在制备5个独立试样分别进行测试后,计算平均值和标准差。具体结果图8所示。

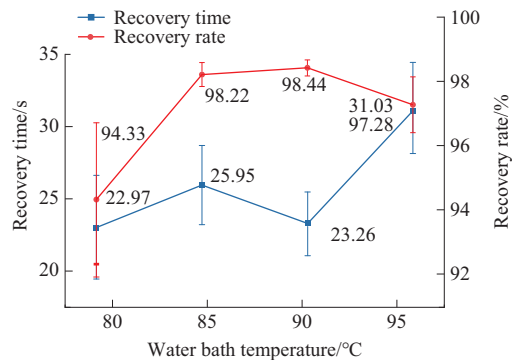


图8 水浴温度对工件恢复时间和恢复率的影响(误差棒表示SD, $n=5$)

Fig. 8 Influence of water bath temperature on the recovery time and recovery rate of workpieces (Error bar represents SD, $n=5$)

从图8可以看出,从85 °C到90 °C,工件的恢复时间随水浴温度的升高而降低,恢复率随水浴温度的升高而升高;但是在80 °C时,工件的恢复时间较85 °C降低,在95 °C时,工件的恢复时间较90 °C升高,恢复率较90 °C降低。

造成这两种异常现象的原因是,在80 °C时,虽然恢复动力充足,但在相对较低温度,即 T_g 附近,低

温编程无法让所有分子链都均匀地参与到记忆网络中,导致部分形变无法被有效记住和恢复,最终表现为恢复时间虽短,但恢复率却最低。在95℃时,因为PETG的分子链中含有酯键($-\text{COO}-$),而在高温水环境中,水分子会攻击并打断这些酯键,引发分子链的断裂,所以这部分断裂的分子链无法再提供恢复力,导致它们所对应的形变无法被恢复,最终使得工件恢复率降低^[23]。

2.4 厚度对工件形状记忆性能的影响

工件的厚度是影响工件形状记忆性能的重要因素,为测试厚度 h 对工件形状记忆性能的影响,现固定打印方向为横打印,墙层数为2,填充率为15%,水浴温度为85℃,模具压制角度 θ 为120°,通过对厚度分别为6、7、8、9、10 mm的工件进行测试,记录其恢复时间并根据式(1)计算其形状恢复率,在制备5个独立试样分别进行测试后,计算平均值和标准差。具体结果图9所示。

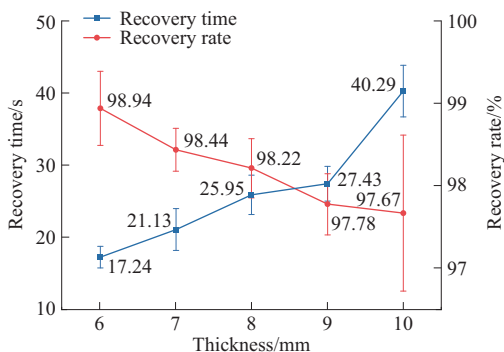


图9 厚度对工件恢复时间和恢复率的影响(误差棒表示SD, $n=5$)。

Fig. 9 Influence of thickness on the recovery time and recovery rate of workpieces (Error bar represents SD, $n=5$)

从图9中可以看出,工件的恢复时间随厚度的增加而增加,恢复率随厚度的增加而降低,变化趋势稳定。当厚度为6 mm时,工件的恢复时间最短,为 (17.24 ± 1.51) s,恢复率最大,为 $98.94\% \pm 0.45\%$;当厚度为10 mm时,工件的恢复时间最长,为 (40.29 ± 3.63) s,恢复率最低,为 $(97.67 \pm 0.94)\%$ 。

造成这种现象的原因是,厚度增加导致弯曲变形时产生更大的应变和潜在的微观损伤,且分子链的物理缠结网络约束更强,运动阻力更大^[24],最终使得工件厚度越大,形状记忆性能越差。

2.5 墙层数对工件形状记忆性能的影响

FDM 3D打印制造出的物体本质上是许多细丝逐层堆叠而成,所以打印时每一层的墙层数也会影响工件的形状记忆性能。

为测试墙层数对工件形状记忆性能的影响,现固定打印方向为横打印,厚度 h 为8 mm,填充率为15%,水浴温度为85℃,模具压制角度 θ 为120°,通过对墙层数分别为2、4、6、8的工件进行测试,记录其恢复时间并根据式(1)计算其形状恢复率,在制备5个独立试样分别进行测试后,计算平均值和标准差。具体结果图10所示。

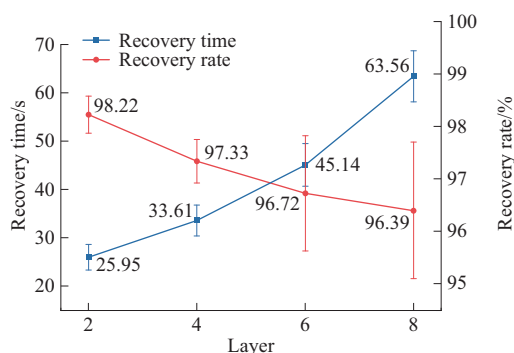


图10 墙层数对工件恢复时间和恢复率的影响(误差棒表示SD, $n=5$)

Fig. 10 Influence of layers on the recovery time and recovery rate of workpieces (Error bar represents SD, $n=5$)

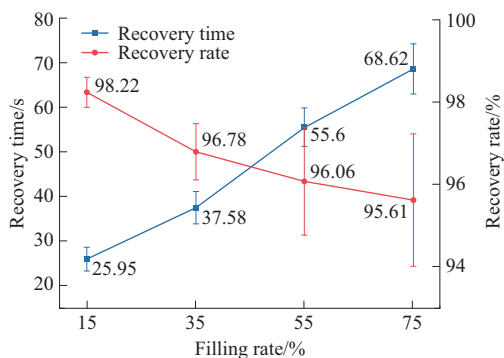
从图10中可以看出,工件的恢复时间随墙层数的增加而增加,恢复率随墙层数的增加而降低,变化趋势稳定。当墙层数为2时,工件的恢复时间最短,为 (25.95 ± 2.71) s,恢复率最大,为 $98.22\% \pm 0.36\%$;当墙层数为8时,工件的恢复时间最长,为 (63.56 ± 5.33) s,恢复率最低,为 $96.39\% \pm 1.30\%$ 。

造成这一现象的原因是,层与层之间的界面是物理上的薄弱环节,墙层数越多,意味着内部的层间界面越多。这些界面可能存在微观空隙或结合不完美,在弯曲变形时成为应力集中点,在加热恢复阶段时,这些界面缺陷会阻碍内部PETG分子链段的运动与滑移,使得需要恢复的形变无法充分释放^[22],最终导致墙层数越多,工件的形状记忆性能越差。

2.6 填充率对工件形状记忆性能的影响

填充率,即工件内部被打印材料填充的体积百分比,它从根本上改变了样件的内部结构,进而影响了工件的形状记忆性能。

为测试填充率对工件形状记忆性能的影响,现固定打印方向为横打印,厚度 h 为8 mm,墙层数为2,水浴温度为85℃,模具压制角度 θ 为120°,通过对填充率分别为15%、35%、55%、75%的工件进行测试,记录其恢复时间并根据式(1)计算其形状恢复率,在制备5个独立试样分别进行测试后,计算平均值和标准差。具体结果如图11所示。

图11 填充率对工件恢复时间和恢复率的影响(误差棒表示SD, $n=5$)Fig. 11 Influence of filling rate on the recovery time and recovery rate of workpiece (Error bar represents SD, $n=5$)

从图11中可以看出,工件的恢复时间随填充率的增加而增加,恢复率随填充率的增加而降低,变化趋势稳定。当填充率为15%时,工件的恢复时间最短,为 (25.95 ± 2.71) s,恢复率最大,为 $98.22\% \pm 0.36\%$;当填充率为75%时,工件的恢复时间最长,为 (68.62 ± 5.61) s,恢复率最低,为 $95.61\% \pm 1.62\%$ 。

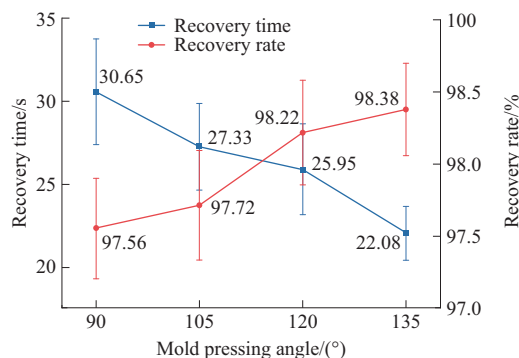
造成这种现象的原因是,在微观结构上,高填充率工件内部材料致密,对PETG分子链的运动产生了更强的物理约束和空间位阻,而低填充率工件内部存在更多空隙,为分子链的运动提供了更大的自由空间;在宏观结构上,高填充率样件的刚度和强度更高,在恢复过程中,材料需要克服更大的内阻力,而低填充率工件的刚度和强度较低,内部阻力较小,分子链运动更自由^[25]。因此随着填充率的增加,工件的形状记忆性能呈现下降趋势。

2.7 模具压制角度对工件形状记忆性能的影响

模具压制角度是影响工件形状记忆性能最直观的表现,也是检验工件安全性和功能性的重要指标。

为测试模具压制角度对工件形状记忆性能的影响,现固定打印方向为横打印,厚度 h 为8 mm,墙层数为2,填充率为15%,水浴温度为85 °C,通过对模具压制角度 θ 分别为90°、105°、120°、130°的工件进行测试,记录其恢复时间并根据式(1)计算其形状恢复率,在制备5个独立试样分别进行测试后,计算平均值和标准差。具体结果如图12所示。

从图12中可以看出,工件的恢复时间随模具压制角度的增加而降低,恢复率随模具压制角度的增加而增加,变化趋势稳定,且随角度的增加而逐渐趋于平缓。当模具压制角度为135°时,工件的恢复时间最短,为 (22.08 ± 1.61) s,恢复率最大,为 $98.38\% \pm 0.32\%$;

图12 模具压制角度对工件恢复时间和恢复率的影响(误差棒表示SD, $n=5$)Fig. 12 Influence of the mold pressing angle on the recovery time and recovery rate of the workpieces (Error bar represents SD, $n=5$)

当模具压制角度为90°时,工件的恢复时间最长,为 (30.65 ± 3.23) s,恢复率最低,为 $97.56\% \pm 0.35\%$ 。

造成这种现象的原因是,弯曲变形较大时,分子链段高度取向,部分分子链段会因应力过大而发生不可逆的相对滑移,这部分变形消耗的能量以内耗的形式耗散,并未转化为可供恢复的熵弹性能,同时过度的变形可能导致部分物理缠结被不可逆地破坏^[24],导致工件恢复性能的下降。

3 响应曲面实验

降低工件的恢复时间,提高工件的恢复率,一直是4D打印的重要研究方向。在上一节中,研究了打印方向、厚度、墙层数、填充率、水浴温度和模具压制角度六项参数对工件恢复时间和恢复率的影响,其中厚度、墙层数、填充率三项参数对工件恢复时间和恢复率的影响要显著高于其余三项参数,为了更好地建立厚度、墙层数、填充率与响应变量之间的关系,并找到更优的参数组合,基于响应曲面法(RSM)中Box-Behnken设计(BBD)方法的二阶回归模型^[26],对采用BBD方法^[27]所设计参数组合打印的实验样品进行了形状记忆性能优化,以获得设计变量与目标函数之间的关系^[28],进而优化设计变量,得到最优参数组合。

根据不同处理条件对恢复时间、恢复率的影响,依据BBD实验设计原则,选取对恢复时间、恢复率影响较大的3个因素:厚度、墙层数、填充率,各取三个水平标记为-1、0、1,采用响应面软件Design Expert 10.0.3进行因素水平设计,进而得到最佳恢复时间、恢复率的条件,因素水平表见表2。

表2 3因素3水平响应曲面分析实验设计表

Tab. 2 Surface analysis experimental design table with three factors and three horizontal responses

Factors	Levels		
	-1	0	1
Thickness(<i>A</i>)/mm	6	8	10
Layer(<i>B</i>)	2	5	8
Filling rate(<i>C</i>)/%	15	45	75

通过 Design Expert 10.0.3 数据处理软件,将各因素数据输入 BBD 数据分析软件中,得到响应面实验设计表,按照设计表的因素水平进行试验,试验设计及结果见表3。

3.1 恢复时间、恢复率模型建立与分析

运用 Design expert 10.0.3 数据分析软件对表3试验数据进行多元回归拟合,设厚度、墙层数和填充率分别为 *A*、*B*、*C*,以恢复时间(Y_1)、恢复率(Y_2)为响应值进行多元回归拟合,回归模型系数及显著性检验结果见表4,得到二次多项回归模型式(2)、式(3)。

$$Y_1 = 80.47 + 32.1A + 6.35B + 12.8C + 6.37AB + 15.35AC - 2.78BC - 21.48A^2 - 5.38B^2 - 10.29C^2 \quad (2)$$

$$Y_2 = 97.26 - 1.39A - 0.54B - 0.38C - 0.32AB + 0.08AC - 0.34BC - 0.44A^2 - 0.042B^2 - 0.2C^2 \quad (3)$$

方差分析结果见表4,其中 *F* 值越大则影响越显著,当模型的显著性检验概率 p -value<0.05 时可

表3 响应曲面优化恢复时间、恢复率实验设计与结果

Tab. 3 Experimental design and results of response surface optimization recovery time and recovery rate

Number	<i>A</i> /mm	<i>B</i>	<i>C</i> /%	Recovery time(Y_1)/s	Recovery rate(Y_2)/%
1	6	2	45	17.52	98.37
2	10	2	45	75.85	96.04
3	6	8	45	18.63	98.15
4	10	8	45	102.45	94.56
5	6	5	15	20.52	98.32
6	10	5	15	47.13	95.55
7	6	5	75	19.58	97.54
8	10	5	75	107.59	95.09
9	8	2	15	45.52	97.79
10	8	8	15	62.65	97.15
11	8	2	75	72.52	97.58
12	8	8	75	78.52	95.56
13	8	5	45	85.36	97.36
14	8	5	45	80.52	97.47
15	8	5	45	82.45	97.16
16	8	5	45	78.53	97.29
17	8	5	45	75.51	97.01

认为具有统计学意义。厚度、填充率对恢复时间影响极显著(p -value<0.01),墙层数影响显著(p -value<0.05),影响大小顺序为厚度>填充率>墙层数。二次交互项 *AC* 极显著(p -value<0.01),*AB* 显著(p -value<0.05),*BC* 不显著,交互作用影响程度为 $AC > AB > BC$ 。

表4 恢复时间模型及回归系数的回归分析结果

Tab. 4 Regression analysis results of recovery time model and regression coefficients

Source	Sum of squares	Degrees of freedom	Mean square	<i>F</i> -statistic	<i>p</i> -value	Level of significance
Model	13 720.39	9	1 524.49	56.70	< 0.000 1	**
<i>A</i>	8 241.35	1	8 241.35	306.51	< 0.000 1	**
<i>B</i>	323.09	1	323.09	12.02	0.010 5	*
<i>C</i>	1 310.46	1	1 310.46	48.74	0.000 2	**
<i>AB</i>	162.44	1	162.44	6.04	0.043 6	*
<i>AC</i>	942.49	1	942.49	35.05	0.000 6	**
<i>BC</i>	30.97	1	30.97	1.15	0.318 8	
<i>A</i> ²	1 942.61	1	1 942.61	72.25	< 0.000 1	**
<i>B</i> ²	121.96	1	121.96	4.54	0.070 7	
<i>C</i> ²	445.78	1	445.78	16.58	0.004 7	**
Residual	188.21	7	26.89			
Lack of fit	132.01	3	44.00	3.13	0.149 5	ns
Pure error	56.20	4	14.05			
Corrected total	13 908.60	16				

Notes: p -value<0.01 is extremely significant, expressed as **; p -value<0.05 is significant, expressed as *; p -value>0.05 is not significant, expressed as ns.

模型评价指标见表5,决定系数(R^2)为0.986 5,校正决定系数(Adj- R^2)为0.969 1,可解释96.91%的响应值变异,且与预测决定系数(Pre- R^2)值(0.841 8)接近,模型显著性好。图13为残差正态概率图,从中可看出分布呈一条直线,说明正态性良好;图14

为残差与方程预测值的关系图,图中17组数据残差均在±3以内;图15为实际值和预测值关系图,图中显示实际值分布在预测值对角线附近。以上均表明模型拟合良好,该回归方程可较好地描述各因素与恢复时间的关系,可用于分析预测,可靠性较高。

表5 恢复时间回归模型误差统计分析结果

Tab. 5 Results of error statistical analysis of recovery time regression model

Project	Value	Project	Value
Standard deviation	5.19	Coefficient of determination(R^2)	0.986 5
Mean value	62.99	Correction of determination(R^2_{Adj})	0.969 1
Coefficient of variation/%	8.23	Prediction correction of determination(R^2_{Pre})	0.841 8
Sum of squares of predicted errors	2 200.01	Relative accuracy degree	23.861

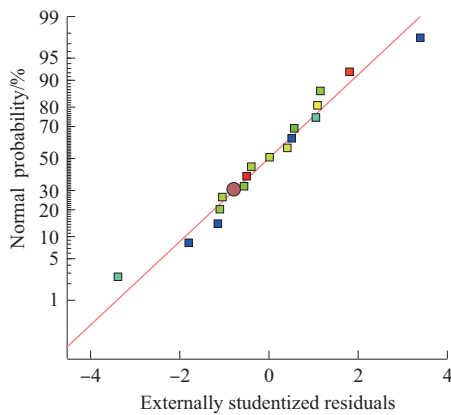


图13 残差的正态分布图(恢复时间)

Fig. 13 Normal distribution diagram of residuals(recovery time)

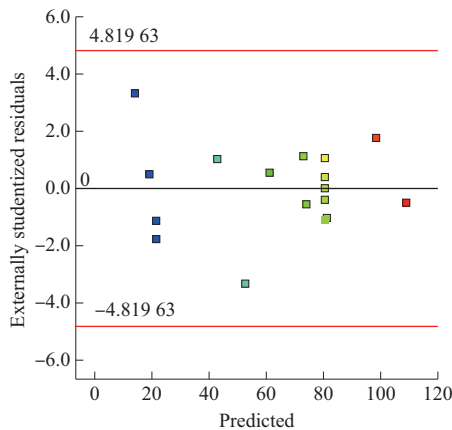


图14 残差与方程预测值的关系图(恢复时间)

Fig. 14 Relationship diagram between residuals and equation predictions(recovery time)

回归分析结果见表6,模型 p -value<0.000 1(极显著),失拟项 p -value=0.224 1>0.05(不显著),说明模型拟合良好,可预测响应值。表7显示模型 $R^2=0.983\ 9$, $Adj-R^2=0.963\ 2$,可解释96.32%的数据变异,方程可靠性较高。残差正态概率图(图16)、残差与预测值关系图(图17)以及恢复率预测值与实际值对比图(图18)均符合要求,表明数据拟合较好。该模型可较好地描述各因素与恢复率的关系,可用于

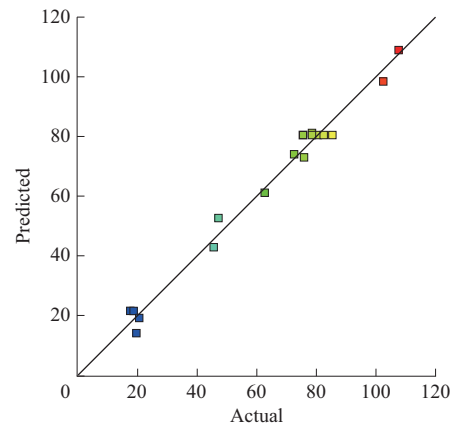


图15 实际值和预测值关系图(恢复时间)

Fig. 15 Relationship between actual and predicted values(recovery time)

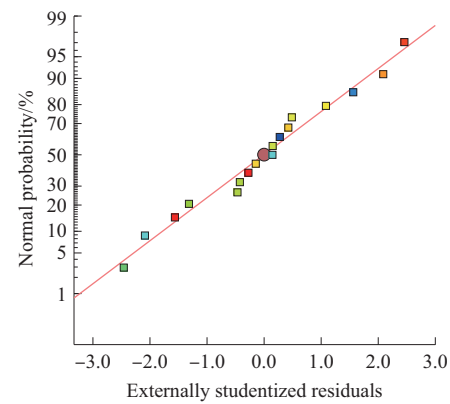


图16 残差的正态分布图(恢复率)

Fig. 16 Normal distribution of residuals(recovery rate)

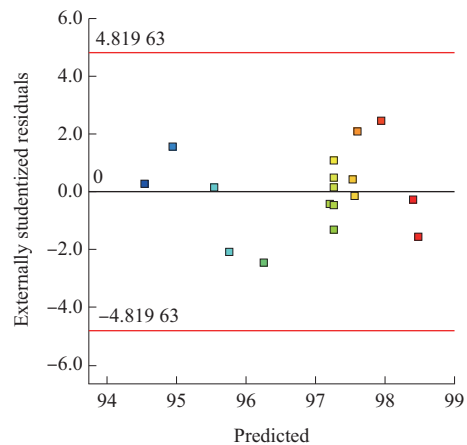


图17 残差与方程预测值的关系图(恢复率)

Fig. 17 Relationship between residuals and equation predictions(recovery rate)

分析预测。

F 值越大,变量对响应值的贡献越高, p -value<0.05表明影响显著。一次项厚度、墙层数、填充率对恢复率影响均极显著(p -value<0.01),主效应顺序为

表6 恢复率模型及回归系数的回归分析结果

Tab. 6 Regression analysis results of recovery rate model and regression coefficients

Source	Sum of squares	Degrees of freedom	Mean square	F-statistic	p-value	Level of significance
Model	20.97	9	2.33	47.54	< 0.000 1	**
A	15.51	1	15.51	316.46	< 0.000 1	**
B	2.38	1	2.38	48.48	0.000 2	**
C	1.16	1	1.16	23.57	0.001 8	**
AB	0.40	1	0.40	8.10	0.024 8	*
AC	0.026	1	0.026	0.52	0.493 3	
BC	0.48	1	0.48	9.71	0.016 9	*
A ²	0.80	1	0.80	16.37	0.004 9	*
B ²	0.007 252	1	0.007 252	0.15	0.711 9	
C ²	0.16	1	0.16	3.32	0.111 4	
Residual	0.34	7	0.049			
Lack of fit	0.22	3	0.072	2.26	0.224 1	ns
Pure error	0.13	4	0.032			
Cor total	21.32	16				

表7 恢复率回归模型误差统计分析结果

Tab. 7 Results of error statistical analysis of recovery rate regression model.

Project	Value	Project	Value
Standard deviation	0.22	Coefficient of determination(R^2)	0.983 9
Mean value	96.94	Correction of determination(R^2_{Adj})	0.963 2
Coefficient of variation/%	0.23	Prediction correction of determination(R^2_{Pre})	0.828 8
Sum of squares of predicted errors	3.65	Relative accuracy degree	23.262

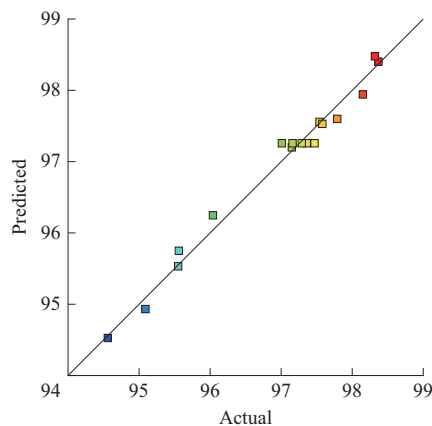


图18 实际值和预测值关系图(恢复率)

Fig. 18 Relationship between actual and predicted values(recovery rate)

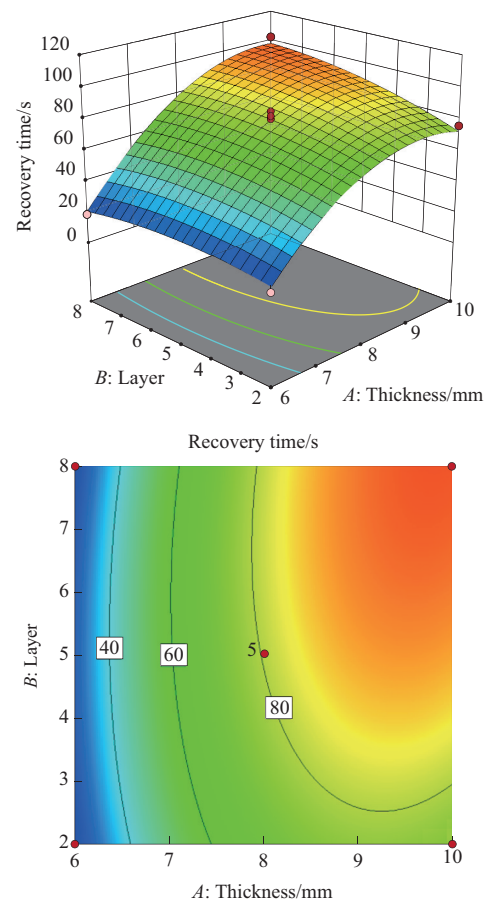
厚度>墙层数>填充率($A>B>C$)。交互项 AB 、 BC 影响显著(p -value<0.05), AC 影响不显著(p -value>0.05)。

3.2 各因素的交互作用

响应面的陡峭程度和等高线图的椭圆形状可直观反映两因素交互作用的强弱。响应面越陡、等高线越密,表明该因素对响应值的影响越大;因此,通过考察响应曲面图的坡度即可判断两因素对响应值的影响程度。

3.2.1 对恢复时间的影响

图19为 AB 对恢复时间的响应曲面图和等高线图,如图19所示,当填充率处于中心水平时,厚度与墙层数的交互作用响应面呈凸形。恢复时间随厚度(6~10 mm)增加先缓慢上升后趋于平缓;厚度较小时,恢复时间随墙层数(2~8层)增加变化平缓,

图19 AB 对恢复时间的响应曲面图和等高线图Fig. 19 Response surface and contour plot of AB to recovery time

厚度较大时则缓慢增加,表明二者交互作用显著。厚度方向的曲面纵向跨度和等高线梯度变化更大,说明厚度对恢复时间的影响大于墙层数。厚度6~8 mm、墙层数2~4层组合可显著缩短恢复时间。

图20为AC对恢复时间的响应曲面图和等高线图,如图20所示,当墙层数处于中心水平时,厚度与填充率的交互作用表现为:厚度较小时,恢复时间随填充率(15%~75%)增加先升后降;厚度较大时,则呈逐渐增加趋势。填充率较小时,恢复时间随厚度增加先缓慢增加后下降;填充率较大时,则呈逐渐增加趋势。二者交互作用显著,优化工艺区间集中于厚度6~8 mm、填充率15%~35%。厚度方向的曲面跨度和等高线梯度变化更大,表明厚度影响强于填充率。

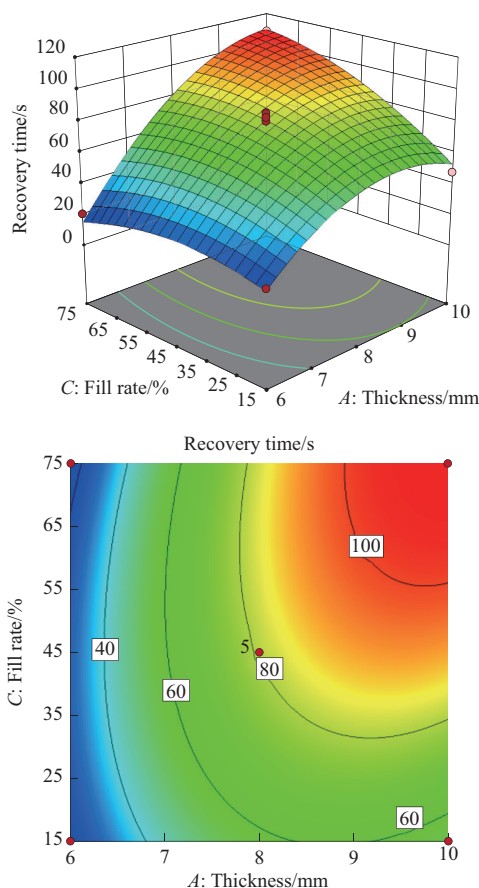


图20 AC对恢复时间的响应曲面图和等高线图

Fig. 20 Response surface and contour plot of AC to recovery time.

图21为BC对恢复时间的响应曲面图和等高线图,如图21所示,当厚度处于中心水平时,恢复时间随墙层数增加逐渐上升,随填充率增加先升后趋于平缓,墙层数2~4层、填充率15%~35%为交互作用

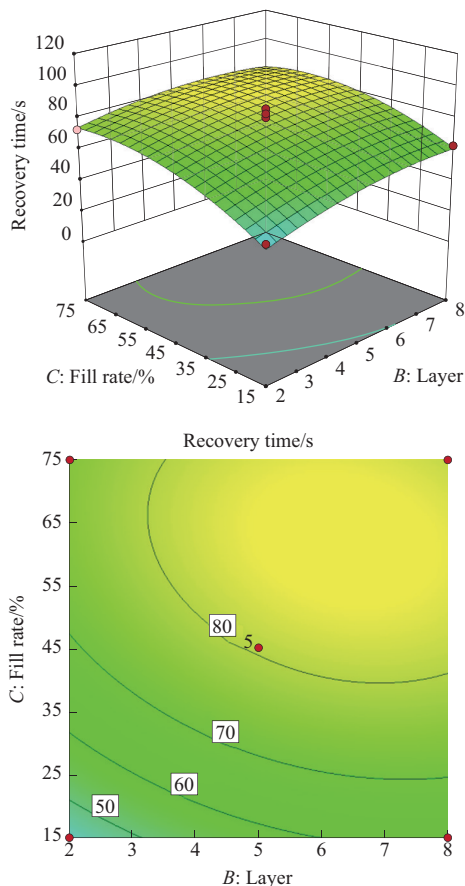


图21 BC对恢复时间的响应曲面图和等高线图

Fig. 21 Response surface and contour map of BC to recovery time.

下的优化参数区域。填充率方向的曲面纵向跨度和等高线梯度变化更大,表明填充率对恢复时间的影响大于墙层数。

综上所述,在工件恢复时间的影响上:厚度>填充率>墙层数。

3.2.2 对恢复率的影响

图22为AB对恢复率的响应曲面图和等高线图。如图22所示,厚度与墙层数交互作用中,恢复率随厚度增加总体降低,且降低幅度因墙层数不同而异;恢复率随墙层数增加亦缓慢降低,变化幅度随厚度变化而不同,表明二者交互作用显著。厚度方向曲面纵向跨度和等高线梯度更大,说明厚度对恢复率的影响强于墙层数。在该交互作用下,厚度6~8 mm、墙层数2~4层时恢复率最高。

图23为AC对恢复率的响应曲面图和等高线图,如图23所示,厚度与填充率交互作用中,恢复率随厚度增加而下降,随填充率增加缓慢下降。厚度方向响应波动更大,表明厚度影响大于填充率。优

化区间为厚度6~8 mm、填充率15%~35%,此时恢复率达最大值。

图24为BC对恢复率的响应曲面图和等高线图,如图24所示,墙层数与填充率交互作用中,墙层数较低时,恢复率随填充率增加先升后缓降;墙层数较高时,恢复率随填充率增加缓慢下降;恢复率

总体随墙层数增加而缓降,且变化幅度受填充率水平影响,交互作用显著。墙层数方向波动更大,表明墙层数对恢复率的影响强于填充率。最优区间为墙层数2~4层、填充率15%~35%,此时恢复率取得最大值。综上所述,在工件恢复率的影响上:厚度>墙层数>填充率。

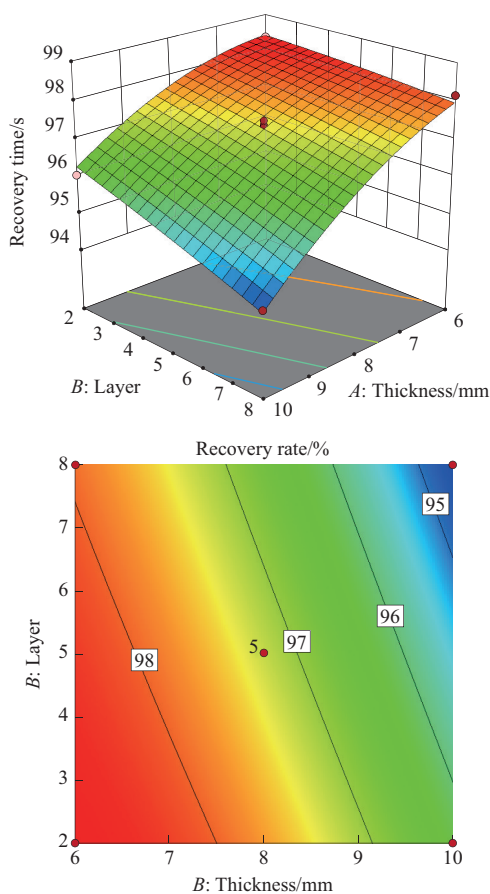


图22 AB对恢复率的响应曲面图和等高线图

Fig. 22 Response surface and contour plot of AB to recovery rate.

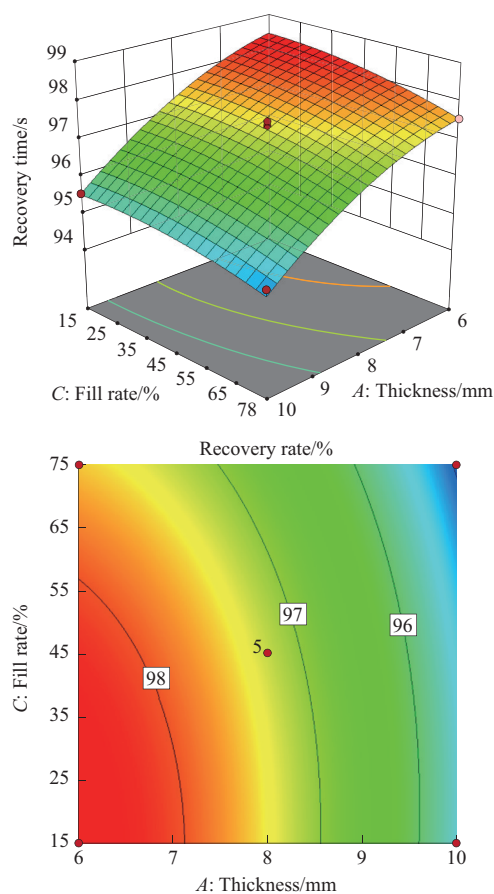


图23 AC对恢复率的响应曲面图和等高线图

Fig. 23 Response surface and contour plot of AC to recovery rate.

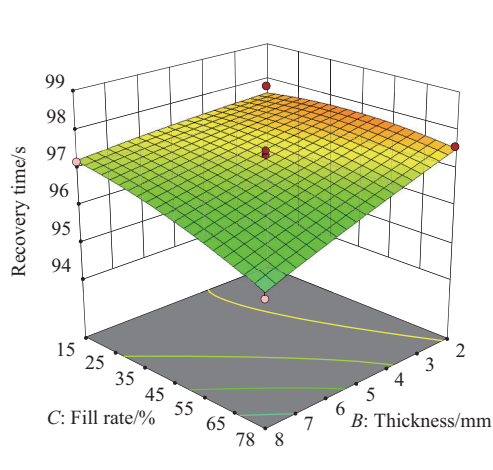


图24 BC对恢复率的响应曲面图和等高线图

Fig. 24 Response surface and contour plot of BC to recovery rate.

3.3 验证试验结果

以恢复时间最小和恢复率最大为优化目标,基于回归模型预测的最优工艺条件为:厚度 6.0 mm,墙层数 8.0,填充率 15.001%。依据实际条件调整后,在厚度 6.0 mm、墙层数 8.0、填充率 15% 下进行 3 次平行实验,所得恢复时间为 (16.854 ± 0.072) s,恢复率为 $98.384\% \pm 0.105\%$ 。该结果与预测值(恢复时间 16.543 s,恢复率 98.551%)的偏差在 5% 以内,说明预测值与实测值吻合良好,证实采用响应面法优化得到的最佳工艺参数合理可靠。

4 结论与展望

(1)在六项参数中,厚度、墙层数、填充率对 PETG 工件形状记忆性能的影响显著高于打印方向、水浴温度和模具压制角度。在实验范围内(厚度 6~10 mm、墙层数 2~8、填充率 15%~75%),较小的厚度、墙层数和填充率有利于获得更短的恢复时间和更高的恢复率。

(2)响应面分析表明,各因素对恢复时间的影响主次顺序为:厚度>填充率>墙层数;对恢复率的影响主次顺序为:厚度>墙层数>填充率。

(3)经响应面法优化及实验验证,获得最优工艺参数组合为:厚度 6 mm、墙层数 8、填充率 15%,该条件下实测恢复时间为 16.85 ± 0.07 s,恢复率为 $98.38 \pm 0.11\%$,与模型预测值(16.54 s、98.55%)的相对误差均小于 5%,模型可靠。

通过单因素实验与响应曲面法,系统厘清了 FDM 关键工艺参数对 PETG 形状记忆性能的主次影响顺序及交互作用机制,验证了通过调控厚度、墙层数与填充率实现恢复性能优化的可行性,为 PETG 基 4D 打印件的工艺快速选型提供了可靠的数据模型。然而,本研究目前仅基于单一弯曲变形模式及单次热响应循环,未来工作将拓展至复杂压缩/扭曲变形模式下的多循环疲劳性能评估,并结合有限元仿真建立“工艺参数-内部缺陷演化-宏观恢复响应”的全链条预测模型,以进一步推动 PETG 4D 打印技术在实际工作中的应用。

参考文献

- [1] KUANG X, ROACH D J, WU J T, et al. Advances in 4D printing: Materials and applications[J]. *Advanced Functional Materials*, 2019, 29(2). DOI:10.1002/adfm.201805290.
- [2] FU P, LI H M, GONG J, et al. 4D printing of polymers: Techniques, materials, and prospects[J]. *Progress in Polymer Science*, 2022, 126. DOI:10.1016/j.progpolymsci.2022.101506.
- [3] LEI M, CHEN Z, LU H B, et al. Recent progress in shape memory polymer composites: Methods, properties, applications and prospects[J]. *Nanotechnology Reviews*, 2019, 8(1):327–351.
- [4] HUANG C, HUANG T, CHU Y. Negative Poisson's ratio material structure based on 3D printing and its application in medical field[J]. *Chinese Journal of Medical Instrumentation*, 2024, 48(3): 264–270.
- [5] XING Y, YANG J L. A design strategy of bio-inspired defensive structures with stiffness programmability for reusable impact-resistance protection[J]. *International Journal of Impact Engineering*, 2021, 157. DOI:10.1016/j.ijimpeng.2021.103944.
- [6] CARVALHO S S, REIS J R V, CALDEIRINHA R F S. A state-of-the-art review on 4D printed antennas and other adaptable designs[J]. *IEEE Access*, 2024, 12:62 861–62 881.
- [7] WANG T, LI Z, WANG L M, et al. Crashworthiness analysis and collaborative optimization design for a novel crash-box with re-entrant auxetic core[J]. *Structural and Multidisciplinary Optimization*, 2020, 62(4):2 167–2 179.
- [8] KAZEMI Y, RAMEZANI KAKROODI A, AMELI A, et al. Highly stretchable conductive thermoplastic vulcanizate/carbon nanotube nanocomposites with segregated structure, low percolation threshold and improved cyclic electromechanical performance[J]. *Journal of Materials Chemistry C*, 2018, 6(2):350–359.
- [9] WANG Y N, LI X. 4D printing reversible actuator with strain self-sensing function via structural design[J]. *Composites Part B: Engineering*, 2021, 211. DOI:10.1016/j.compositesb.2021.108644.
- [10] WANG Y N, LI X. 4D-printed bi-material composite laminate for manufacturing reversible shape-change structures[J]. *Composites Part B: Engineering*, 2021, 219. DOI: 10.1016/j.compositesb.2021.108918.
- [11] BOLANAKIS N, VIDAKIS N, PETOUSIS M, et al. Enhancing 3D printing materials with biochar: A literature review[C]//2024 5th International Conference in Electronic Engineering, Information Technology & Education (EEITE). Piscataway: IEEE, 2024: 1–8.
- [12] MANGALAMPALLI G, GUPTA S, INDALKAR A, et al. Advances in additive manufacturing of carbon fiber-reinforced PETG composites: Mechanical properties and industrial applications[J]. *Polymers for Advanced Technologies*, 2025, 36(6). DOI: 10.1002/pat.70201.
- [13] DOĞRU A. Experimental investigation on transparency properties of PETG material produced by MEX[J]. *Journal of Elastomers & Plastics*, 2025, 57(4):580–598.
- [14] 邱杨, 礼嵩明, 蒋诗才. 3D 打印用 PETG 功能复合材料的制备及性能[J/OL]. *航空制造技术*, 2026: 1–9[2026-09-11]. <https://doi.org/10.16080/j.issn1671-833x.25020363>.
QIU Yang, LI Songming, JIANG Shicai. Preparation and properties of PETG functional composites for 3D printing[J/OL]. *Aeronautical Manufacturing Technology*, 2026: 1–9[2026-09-11]. <https://doi.org/10.16080/j.issn1671-833x.25020363>.

- [15] KHOROOTY S, KHAJEPOUR M, YOUSEFI M A, et al. 4D printing of PETG/TPU shape memory nanocomposites reinforced with carbon nanotubes (CNTs) and carbon black (CB)[J]. *Journal of Materials Research and Technology*, 2026, 43:1 410–1 420.
- [16] 邓壮壮,包骥,刘世豪,等. 4D 打印 PETG 吸能结构的力学与可重复吸能性能[J]. *工程塑料应用*, 2026, 54(2):45–54.
- DENG Zhuangzhuang, BAO Ji, LIU Shihao, et al. Mechanical and repeatable energy absorption performances of 4D-printed energy-absorbing structures with PETG[J]. *Engineering Plastics Application*, 2026, 54(2):45–54.
- [17] 顾翔远,周泽钊,邱娜. 4D 打印碳纤维增强 PETG 负泊松比蜂窝结构的循环力学与形状记忆性能研究[J/OL]. *机械设计*, 2025:1–8[2026-09-11]. <https://doi.org/10.13841/j.cnki.jxsj.20251229.001>.
- GU Xiangyuan, ZHOU Zezhao, QIU Na. Cyclic mechanical and shape memory properties of 4D printed carbon fiber reinforced PETG auxetic honeycomb structures[J/OL]. *Journal of Mechanical Design*, 2025: 1 – 8[2026-09-11]. <https://doi.org/10.13841/j.cnki.jxsj.20251229.001>. DOI:10.13841/j.cnki.jxsj.20251229.001.
- [18] CUI C H, AN L, ZHANG Z L, et al. Reconfigurable 4D printing of reprocessable and mechanically strong polythiourethane covalent adaptable networks[J]. *Advanced Functional Materials*, 2022, 32(29). DOI:10.1002/adfm.202203021.
- [19] XU X N, FANG Z Z, JIN B J, et al. Regenerative living 4D printing via reversible growth of polymer networks[J]. *Advanced Materials*, 2023, 35(16). DOI:10.1002/adma.202209824.
- [20] KHOROOTY S, KHAJEPOUR M, BAYATI A, et al. Additive manufacturing of PETG-TPU blends for tunable shape memory effect and mechanical properties[J]. *Results in Engineering*, 2026, 30. DOI:10.1016/j.rineng.2026.110382.
- [21] FENG X Q, CHEN J W, ZHU L, et al. Composition-dependent deformation and shape-memory mechanisms of PETG/POE blends: An all-atom molecular dynamics study[J]. *Polymers*, 2026, 18(14). DOI:10.3390/polym18141734..
- [22] SOLEYMAN E, ABEROUMAND M, RAHMATABADI D, et al. Assessment of controllable shape transformation, potential applications, and tensile shape memory properties of 3D printed PETG[J]. *Journal of Materials Research and Technology*, 2022, 18:4 201–4 215.
- [23] BOUGUERMOUH K, HABIBI M, LAPERRIÈRE L, et al. Impact of hot water aging on the mechanical performance and shape memory behavior of 4D-printed flax fiber-reinforced PLA/PETG composites[J]. *Composites Part B: Engineering*, 2026, 315. DOI:10.1016/j.compositesb.2026.113477.
- [24] ABEROUMAND M, SOLTANMOHAMMADI K, SOLEYMAN E, et al. A comprehensive experimental investigation on 4D printing of PET-G under bending[J]. *Journal of Materials Research and Technology*, 2022, 18:2 552–2 569.
- [25] LIU Y, ZHANG F H, LENG J S, et al. Microstructural design of 4D printed angle-ply laminated strips with tunable shape memory properties[J]. *Materials Letters*, 2021, 285. DOI: 10.1016/j.matlet.2020.129197.
- [26] OLALERE O A, GAN C Y. Process optimisation of defatted wheat germ protein extraction in a novel alkaline-based deep eutectic solvent (DES) via Box – Behnken experimental design (BBD) [J]. *Food Chemistry*, 2023, 409. DOI: 10.1016/j.foodchem.2022.135224.
- [27] ERCIOGLU AKDOGAN N, ARIÖZ E, KOCKAR O M. Investigation of physico-mechanical properties and multi-objective optimization of industrial ceramic tiles using response surface method: Sintering temperature and time[J]. *Transactions of the Indian Ceramic Society*, 2023, 82(3):177–186.
- [28] AHMAD M N, ISHAK M R, MOHAMMAD TAHA M, et al. Application of taguchi method to optimize the parameter of fused deposition modeling (FDM) using oil palm fiber reinforced thermoplastic composites[J]. *Polymers*, 2022, 14(11). DOI: 10.3390/polym14112140.