

# 基于 DOE 的锆合金包壳管冷轧质量分析及改善

张海芹, 王旭峰, 刘海明, 周 军, 杨 锋, 张 伟

(西安西部新锆科技股份有限公司, 陕西 西安 710299)

**摘要:** 为了提高锆合金包壳管的冷轧质量, 通过统计过程控制技术和工序能力分析研究了锆合金包壳管冷轧后的壁厚偏差问题, 并基于试验设计(design of experiment, DOE)技术对皮尔格冷轧工艺进行了优化。包壳管冷轧质量分析和工艺优化试验的结果表明, 轧制前管材的壁厚偏差和送进量对轧制后的管材壁厚偏差有显著影响; 当轧制前管材壁厚偏差 < 0.3 mm、壁厚变形量为 65%、送进量为 1.0 mm/次时, 轧制后的管材壁厚偏差最小; 通过轧制工艺优化后, 反映壁厚偏差离散性的极差平均值由 0.036 减小到 0.018, 极差波动也明显减小, 轧制质量显著提高; 当轧制管材壁厚变形量一定时, 对轧制前壁厚偏差较大的管材, 采用小送进量轧制, 可减小轧制后管材的壁厚偏差, 达到提高锆合金包壳管质量的目的。

**关键词:** 锆合金; 包壳管; 皮尔格冷轧; 壁厚偏差; 试验设计

中图分类号: TG335.71

文献标识码: A

文章编号: 1009-9964(2023)02-035-05

DOI:10.13567/j.cnki.issn1009-9964.2023.02.005

## Analysis and Improvement of Cold Rolling Quality for Zirconium Alloy Cladding Tube Based on Design of Experiment

Zhang Haiqin, Wang Xufeng, Liu Haiming, Zhou Jun, Yang Feng, Zhang Wei

(Xi'an Western Energy Material Technologies Co., Ltd., Xi'an 710299, China)

**Abstract:** To improve the quality of cold rolling zirconium alloy cladding tube, the wall-thickness vibration of cold rolling zirconium alloy cladding tube was studied by statistic process technology and process capability analysis, and the cold pilgering process was optimized based on design of experiment(DOE). The analysis of cold rolling quality for zirconium alloy cladding tube and results of optimization experiments show that the wall-thickness vibration of mother tube and feed rate have significant effect on the wall-thickness vibration of finished tube. When the wall-thickness vibration of mother tube little than 0.3 mm, the reduction of wall-thickness equal to 65% and the feed rate equal to 1.0 mm per time, the finished tube has minimum wall-thickness vibration. By optimizing the cold rolling process, the average range value reflecting the dispersion of wall-thickness deviation is reduced from 0.036 to 0.018, and the vibration of range significantly reduced. For the mother tube with lager wall-thickness vibration, little feed rate of cold rolling is benefit to reduce wall-thickness vibration of finished tube.

**Key words:** zirconium alloy; cladding tube; cold pilgering; vibration of wall-thickness; DOE

锆及锆合金因其热中子吸收截面小、导热率高、机械性能好, 又具有良好的加工性能, 对高温水、高温水蒸气也具有有良好的抗蚀性能和足够的热强性,

成为核电站的重要应用材料, 被广泛用做水冷动力堆的包壳材料和堆芯结构材料<sup>[1-2]</sup>。核用锆合金包壳管是核燃料的包覆材料, 是核反应堆中的首道安全防线, 起着防止核燃料泄漏的作用, 要求在整个服役过程中不能发生破损。锆合金包壳管的性能直接影响核电站的安全可靠性, 因此, 对核级锆合金包壳管的尺寸精度和表面质量提出非常严格的要求。皮尔格两辊冷轧工艺因制备的管材尺寸精度高、表

收稿日期: 2022-12-25

基金项目: 陕西省技术创新引导计划项目(2022CGKC-03); 陕西省秦创原“科学家+工程师”队伍建设项目(2022KXJ-145)

通信作者: 张海芹(1985—), 男, 工程师。

面质量好等优点,成为国际上锆合金包壳管制备的通用方法<sup>[3-4]</sup>。

包壳管在核反应堆中所处的工况环境非常恶劣,它不仅承受着高温、高压和强烈的中子辐照,还要耐高硼水腐蚀、应力腐蚀和反应产物碘蒸气腐蚀等<sup>[5-8]</sup>。为了提高锆合金包壳管的使用寿命,防止因管件加工缺陷而造成局部腐蚀加剧从而导致其防护性能失效,在保证锆合金包壳管内外径尺寸的基础上对其壁厚均匀性提出了严格的要求。除此之外,锆合金包壳管尺寸的微小波动也会引起涡流探伤检测的阻抗变化从而导致检测噪声偏高<sup>[9]</sup>,严重影响包壳管涡流探伤检测的可靠性。因此,加强锆合金包壳管各道次轧制尺寸,尤其是壁厚偏差的控制对提高成品包壳管的质量和服役性能具有重要意义。

本研究通过锆合金包壳管轧制统计过程控制技术和工序能力分析研究了轧制后管材壁厚偏差问题,并基于试验设计(design of experiment, DOE)技术对冷轧工艺进行优化,以期提高冷轧锆合金包壳管的质量。

## 1 锆合金管材冷轧工艺分析

### 1.1 锆合金包壳管生产工艺

锆合金包壳管生产工艺过程包括:挤压锭坯(经制取原子能级金属锆、真空熔炼制锭、锻造获得)、热挤压制备管坯、热处理、多道次冷轧加工与中间退火等,通常从管坯到成品尺寸的包壳管需经过3~4道次的皮尔格冷轧,具体生产工艺流程见图1。

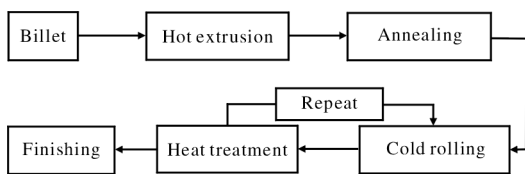


图1 锆合金包壳管生产工艺流程图

Fig. 1 Process flow diagram of zirconium alloy cladding tube

采用皮尔格两辊冷轧机轧制锆合金包壳管的过程中,管坯的每个断面在纵向固定的曲线芯棒和变断面孔型构成的环形间隙内间歇地进行管径和壁厚压下<sup>[3]</sup>。轧制过程中的锆合金管材外径和内径尺寸分别由孔型和芯棒控制,通过调整上下孔型的间隙值和芯棒位置实现管材外径和壁厚的精确调整。

### 1.2 锆合金包壳管冷轧质量分析

#### 1.2.1 冷轧统计过程控制分析

锆合金包壳管生产过程中,各道次轧制均采用“工艺监测”的方法监测轧制状态。对50批次的 $\phi 63\text{ mm} \rightarrow \phi 32\text{ mm}$ 锆合金包壳管轧制道次工艺监测数据进行统计分析,每个批次抽取2支管材进行壁厚尺寸监测,记录每个尺寸样品的壁厚偏差值。

从制造过程质量控制的角度考虑,为了确保轧制质量好、可靠性高,不但要求工序能力指数高,而且要求管材尺寸处于统计受控状态。图2为冷轧后管材壁厚偏差的均值-极差控制图。从图2可知,管材的平均壁厚偏差为0.0782,标准偏差为0.0364。锆合金管材的壁厚偏差虽然满足制造规范要求,但是壁厚偏差分布的离散性较大,影响后续道次轧制,尤其是成品管材的直线度和壁厚偏差。因此,该锆合金包壳管冷轧工艺参数有待进一步优化。

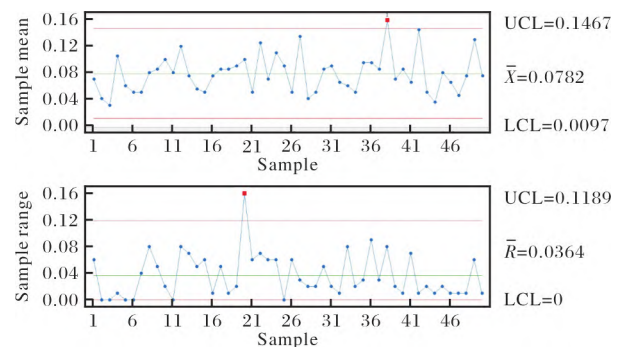


图2 冷轧后管材壁厚偏差的均值-极差控制图

Fig. 2 Mean-range control chart of wall-thickness vibration of cold rolling tubes

#### 1.2.2 工序能力分析

冷轧后管材壁厚偏差的监测数据为非正态分布,故利用Box变换方法将其转化为正态分布。采用MINITAB软件分析转换后的壁厚偏差数据,得到管材壁厚偏差的均值为0.2713,标准偏差为0.06804。

对生产工艺要求的上限规范值 $T_u$ 进行同样的变换,变换后的 $T_u=0.5$ ,按照公式(1)计算工序能力指数 $C_{PU}$ :

$$C_{PU} = \frac{T_u - \mu}{3\sigma} \quad (1)$$

式中: $\mu$ 为壁厚偏差的均值, $\sigma$ 为标准偏差。

代入数值,计算得到工序能力指数为:

$$C_{PU} = \frac{0.5 - 0.2713}{3 \times 0.06804} = 1.12$$

按照传统工艺生产对工序能力指数的要求,  $C_{PU}$  大于 1 说明工序能力尚可, 但与理想工艺过程要求 ( $C_{PU}$  大于 2) 存在较大差距。因此, 现有的锆合金包壳管轧制工艺水平有待进一步提高。

## 2 基于 DOE 的冷轧工艺优化

为了提高锆合金包壳管轧制壁厚偏差的工序能力指数, 进而达到  $6\sigma$  质量水平 (代表理想化的高质量水平), 关键要尽量提高工艺参数数据的一致性, 即减小其标准偏差。基于 MINITAB 软件, 采用 DOE 技术对锆合金包壳管轧制工艺参数进行优化, 以减小壁厚偏差的离散性, 进一步提高该工序的工序能力指数, 从而提高冷轧锆合金包壳管的质量。

### 2.1 工艺因素和因子的选择以及优化目标的确定

冷轧送进量 (记为变量  $x_1$ )、轧制壁厚变形量 (记为变量  $x_2$ ) 和轧制前管材壁厚偏差 (记为变量  $x_3$ ) 是影响轧制后管材壁厚偏差的主要因素, 因此将这 3 个关键因素作为试验“因子”。 $x_1$  和  $x_2$  是连续型变量, 而轧制前壁厚偏差  $x_3$  为离散变量 (按照轧制前管材壁厚偏差值大小, 划分为 A 组和 B 组), 送进量因子选取两个“水平”, 其中  $x_1$  选取低水平 1.0 mm/次和高水平 2.0 mm/次; 轧制壁厚变形量选取两个“水平”, 其中  $x_2$  选取低水平 46% 和高水平 65%; 轧制前管材壁厚偏差  $\Delta \geq 0.3$  mm 的管材记为低水平 A 组, 轧制前管材壁厚偏差  $\Delta < 0.3$  mm 的管材记为高水平 B 组, 并采用“全因子试验设计”, 建立三因素两水平试验方案, 见表 1。优化目标是降低试验结果与“目标值”的偏离。

表 1 锆合金包壳管冷轧试验方案

Table 1 Experiment schemes of cold rolling for zirconium alloy cladding tubes

No.	Feed rate/mm · time <sup>-1</sup>	DOW/%	WVBP
1	1.0	65	B
2	2.0	46	A
3	1.0	65	A
4	1.0	46	B
5	2.0	65	B
6	2.0	65	A
7	1.0	46	A
8	2.0	46	B

DOW: deformation of wall-thickness;

WVBP: wall-thickness vibration before cold rolling.

### 2.2 冷轧工艺试验结果

按照表 1 工艺条件开展 8 组锆合金包壳管冷轧试验, 每组试验轧制 5 支管材, 轧制后的管材外径为  $\phi 18$  mm, 壁厚分别为 2.0 mm 和 2.7 mm, 相应的壁厚变形量分别为 65% 和 46%。从轧制后的管材上取样, 测量壁厚偏差, 以每组 5 支管材壁厚偏差的平均值作为试验结果, 见表 2。

表 2 锆合金包壳管冷轧试验结果

Table 2 Test results of cold rolling experiments of zirconium alloy cladding tubes

Feed rate /mm · time <sup>-1</sup>	DOW /%	WVBP	WVAP/ $\mu\text{m}$					Average / $\mu\text{m}$
			1	2	3	4	5	
1.0	65	B	70	10	60	50	90	56
2.0	46	A	160	160	200	140	110	154
1.0	65	A	120	100	130	50	100	100
1.0	46	B	80	10	100	90	30	65
2.0	65	B	90	110	40	30	140	82
2.0	65	A	40	110	120	90	210	114
1.0	46	A	150	100	180	120	110	132
2.0	46	B	190	170	160	200	180	180

WVAP: wall-thickness vibration after cold rolling.

### 2.3 冷轧工艺回归模型建立

#### 2.3.1 拟合选定模型

将上述试验结果输入 MINITAB 软件, 在软件中选定“全模型”, 采用“回归建模”的方法建立“工艺统计模型”, 以描述因子对响应的影响程度。拟合后, 以未编码单位表示的“回归模型”为:

$$y = -511.9 + 423.5x_1 + 1074x_2 - 46.42x_3 - 731.6x_1x_2 + 42.47x_1x_3 + 105.3x_2x_3 - 68.42x_1x_2x_3$$

图 3 为通过 MINITAB 软件得到的因子效应的 Pareto 图和正态效应图, 以此来分析因子效应的显著性。由图 3 可知, 3 个主效应中, 轧制前壁厚偏差 (因子  $F_{x_3}$ ) 是显著的, 送进量 (因子  $F_{x_1}$ ) 和壁厚变形量 (因子  $F_{x_2}$ ) 效应不显著。4 个交互效应项中, 只有送进量  $\times$  壁厚变形量 ( $F_{x_1x_2}$ ) 显著。说明模型中还有不显著的自变量及两因子交互作用, 改进模型时应将它们剔除。

#### 2.3.2 模型改进

根据以上各项效应的显著性分析结果, 应剔除模型中包含的不显著项。轧制前壁厚偏差 (因子  $F_{x_3}$ ) 和送进量  $\times$  壁厚变形量 ( $F_{x_1x_2}$ ) 因子显著, 应予以保

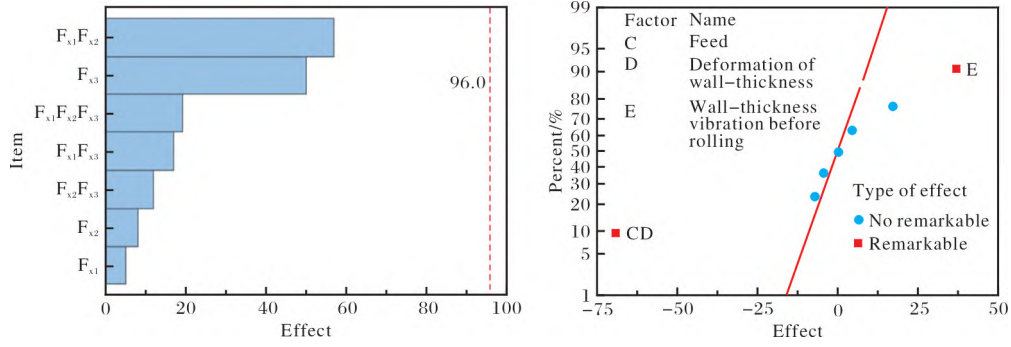


图3 因子效应的 Pareto 图和正态效应图

Fig. 3 Pareto diagram (a) and normal probability plot (b) of factors effect

留，其余剔除，建立缩减模型。经过修改，将获得的最满意的回归方程定为最终模型，故原始数据的“回归模型”为：

$$y = -511.9 + 423.5x_1 + 10.737x_2 + 18.75x_3 - 7.316x_1x_2$$

### 2.3.3 残差诊断

通过 MINITAB 软件对修改后的模型进行残差分析，得到残差诊断四合一图，如图 4 所示。由图 4 可知，修改后模型残差诊断的 4 个图形均正常，说明改进后的模型与数据拟合较好。

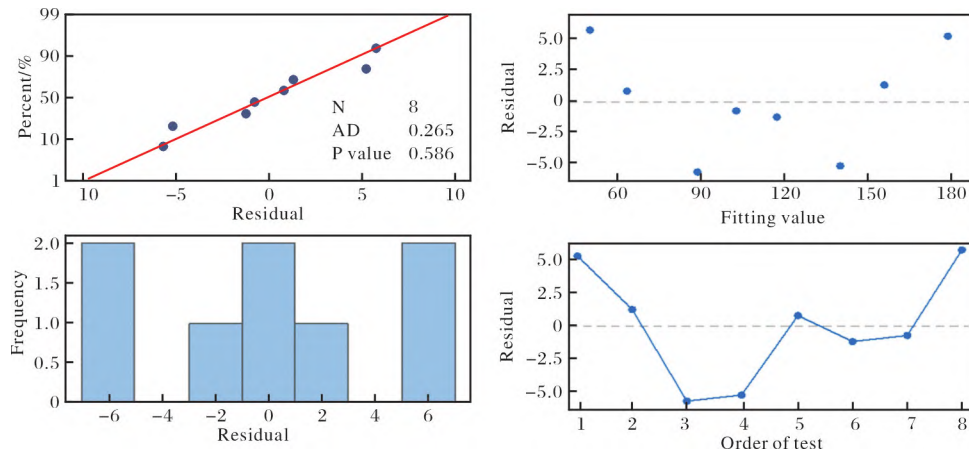


图4 残差诊断四合一图

Fig. 4 Four in one diagram of residuals plot

### 2.4 冷轧工艺优化

利用以上试验结果得到轧制管材壁厚偏差的等值线图 and 曲面图，分别如图 5 和图 6 所示。由图 5 和图 6 可以看出，在轧制前的管材壁厚偏差控制在较高水平的前提下，当因子  $F_{x_2}$  (壁厚变形量) 为 65%、因子  $F_{x_1}$  (送进量) 为 1.0 mm/次时，轧制后的管材壁厚偏差最小；当因子  $F_{x_2}$  为 65%、因子  $F_{x_1}$  为 2.0 mm/次时，轧制后的管材壁厚偏差可控制在 60~80  $\mu\text{m}$ 。当轧制管材壁厚变形量一定时，轧制前应检查管材壁厚偏差值，对轧制前的管材壁厚偏差较大的管材，可采用小送进量轧制，以减小轧制后管材的壁厚偏差。

通过 MINITAB 软件的响应变量优化器对轧制工

艺进行优化，最优结果为：因子  $F_{x_1}$  取 1.0 mm/次，

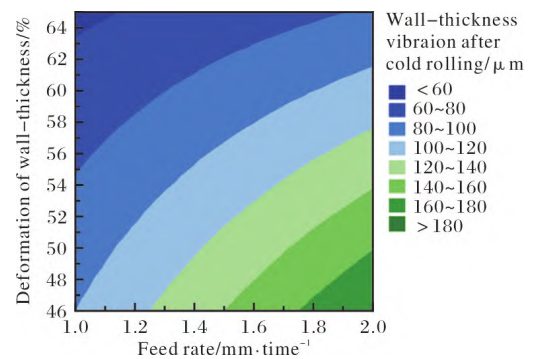


图5 冷轧管材壁厚偏差的等值线图

Fig. 5 Contour map of wall-thickness vibration of cold rolling tubes

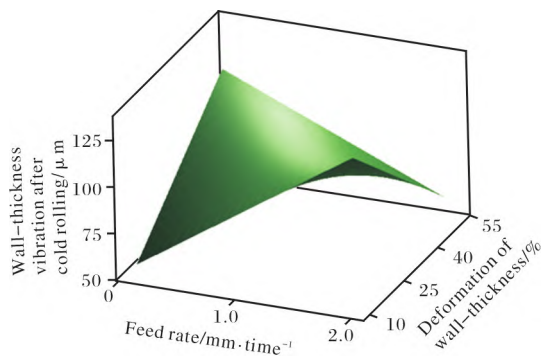


图6 冷轧管材壁厚偏差的三维曲面图

Fig. 6 Three-dimension curved surface of wall-thickness vibration of cold rolling tubes

因子  $F_{22}$  为 65%，轧制前的管材壁厚偏差控制在最高水平时，轧制后壁厚偏差为 56  $\mu\text{m}$ 。

### 2.5 冷轧工艺优化验证

使用上述优化的轧制工艺参数，采用 KPW50LC 冷轧管机进行锆合金管材轧制，共轧制 12 批次。轧制前管材的规格为  $\phi 32 \text{ mm} \times 5 \text{ mm}$ ，壁厚偏差小于 0.3 mm；轧制后管材的规格为  $\phi 18 \text{ mm} \times 2 \text{ mm}$ 。轧制过程处于统计受控状态。轧制后，每批次管材抽检 5 支试样，测量管材壁厚偏差值。采用 MINITAB 软件分析壁厚偏差数据，得到 12 批次管材壁厚偏差的均值-极差控制图，如图 7 所示。从图 7 可见，轧制后管材的壁厚偏差平均值保持在 0.03 mm 以内，满足加工工艺要求。反映壁厚偏差离散性的极差平均值由 0.036 减小到 0.018，极差波动显著减小，管材轧制质量得到明显提高。

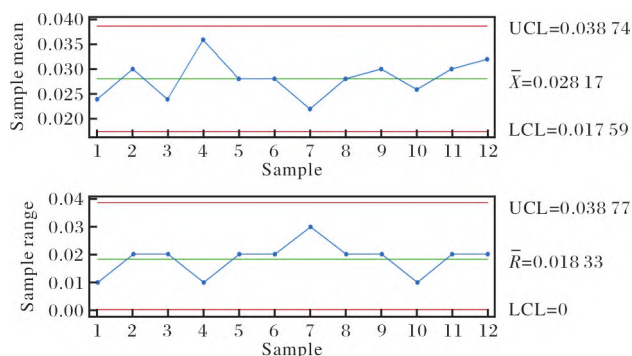


图7 优化冷轧工艺后管材壁厚偏差的均值-极差控制图

Fig. 7 Mean-range control chart of wall-thickness vibration of cold rolling tubes after optimization

## 3 结论

(1) 轧制前锆合金包壳管的壁厚偏差对轧制后的管材壁厚偏差有显著影响，为确保成品管材的壁厚均匀性，应减小挤压和各道次轧制的管材壁厚偏差值；若轧制前的管材壁厚偏差  $< 0.3 \text{ mm}$ ，当壁厚变形量为 65%、送进量为 1.0 mm/次时，轧制后的管材壁厚偏差最小。

(2) 通过 DOE 对锆合金包壳管冷轧工艺优化后，反映管材壁厚偏差离散性的极差平均值由优化前的 0.036 减小到优化后的 0.018，极差波动也明显减小，轧制质量显著提高。

(3) 当轧制管材壁厚变形量一定时，轧制前应检查管材壁厚偏差值，对轧制前的管材壁厚偏差较大的管材，可采用小送进量轧制，以减小轧制后管材的壁厚偏差，提高锆合金管材的冷轧质量。

### 参考文献 References

- [1] Robertson J A L. Zirconium—an international nuclear material [J]. Journal of Nuclear Materials, 1981, 100(1-3): 108-118.
- [2] 袁改焕, 卫新民. 锆合金研究进展及我国核电站用锆材国产化的思考[J]. 钛工业进展, 2011, 28(6): 18-22.
- [3] Zhang H Q, Wang X F, Wei B L, et al. Effect of tooling design on the cold pilgering behavior of zircaloy tube [J]. The International Journal of Advanced Manufacturing Technology, 2017, 92(5-8): 2169-2183.
- [4] 张海芹, 王旭峰, 尉北玲, 等. 锆合金管材两辊冷轧的轧制力模型建立和应用[J]. 钛工业进展, 2017, 34(4): 39-44.
- [5] 薛祥义. 核动力工程用锆铪材加工工艺及其包壳管疝状腐蚀研究[D]. 北京: 清华大学, 2005.
- [6] 王言眸, 张聪惠, 朱文光, 等. 锆合金疝状腐蚀研究进展[J]. 钛工业进展, 2022, 39(2): 42-48.
- [7] 赵文金, 苗志, 蒋宏曼, 等. 表面处理对 Zr-4 合金抗疝状腐蚀性能的影响[J]. 稀有金属, 1999, 23(6): 458-460.
- [8] 薛祥义, 白新德, 田振业, 等. 锆合金疝状腐蚀研究综述[J]. 稀有金属材料与工程, 2004, 33(9): 902-906.
- [9] 李恒羽, 李小宁, 梁永红. 锆管涡流检测中的异常噪声分析[J]. DNT 无损检测, 2008, 30(2): 107-109.