

Zr-4 合金包壳管维氏硬度与强度关系研究

张海芹, 王旭峰, 渠静雯, 周 军, 杨 锋, 张 伟

(西安西部新铝科技股份有限公司, 陕西 西安 710299)

摘要: 硬度反映了金属材料在局部范围内抵抗外物压入的能力, 其与强度之间存在一定的内在联系。通过室温拉伸和维氏硬度试验, 研究了不同状态 Zr-4 合金包壳管维氏硬度与强度之间的关系, 通过最小二乘法建立了维氏硬度与抗拉强度、屈服强度之间的回归方程, 分别为 $y_1=5.764x-544.215$ ($R^2=0.997$), $y_2=5.743x-647.90$ ($R^2=0.998$), 并分析了回归方程的拟合效果。研究表明, Zr-4 合金包壳管强度与维氏硬度的相关性极强, 二者之间存在较强的正相关性。基于所建立的显微硬度与强度的回归方程, 确定了 Zr-4 合金包壳管冷轧过程中维氏硬度与抗拉强度、屈服强度之间的关系。使用含有初始屈服应力的刚塑性指数硬化数学模型, 建立了 Zr-4 合金包壳管皮尔格两辊冷轧工作锥强度与当量变形量之间的关系式, 分别为 $\sigma_s = 297.37 + 353.13\varepsilon_{Hc}^{0.34}$, $\sigma_b = 453.57 + 306.47\varepsilon_{Hc}^{0.44}$, 相关系数分别为 0.96 和 0.97。

关键词: Zr-4 合金; 包壳管; 维氏硬度; 强度; 最小二乘法

中图分类号: TG146.4⁺14

文献标识码: A

文章编号: 1009-9964(2023)06-036-05

Study on Correlation of Vickers Hardness and Strength of Zr-4 Alloy Cladding Tube

Zhang Haiqin, Wang Xufeng, Qu Jingwen, Zhou Jun, Yang Feng, Zhang Wei

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

Abstract: Hardness reflects the ability of metal materials to resist external pressure within a local range, and there is an inherent relationship between hardness and strength. By room temperature tension and Vickers tests, the relationship between Vickers hardness and strength of Zr-4 alloy cladding tube was investigated. Via least square method, the regression equations between Vickers hardness and strength is established. The regression equations are $y_1 = 5.764x - 544.215$ ($R^2 = 0.997$), $y_2 = 5.743x - 647.90$ ($R^2 = 0.998$), respectively, and the accuracy of linear regression equations was analyzed. The results show that there is an extremely strong positive correlation between Vickers hardness and strength of the Zr-4 alloy cladding tube. Based on the regression equations of Vickers hardness and strength, the relationship between Vickers hardness and tensile strength, yield strength of Zr-4 alloy cladding tube is also investigated. Using rigid-plastic exponential hardening mathematical model with initial yield stress, the relational expression of equivalent deformation and strength is established. The equations are $\sigma_s = 297.37 + 353.13\varepsilon_{Hc}^{0.34}$, $\sigma_b = 453.57 + 306.47\varepsilon_{Hc}^{0.44}$, respectively, and the correlation coefficient are 0.96 and 0.97.

Keywords: Zr-4 alloy; cladding tube; Vickers hardness; strength; least square method

硬度是一种用来表征金属材料在局部范围内抵抗外物压入能力的物理量, 其与强度之间存在一定的内在联系, 强度越高, 塑性变形抗力越大, 硬度值也越高^[1]。在实际应用中, 与金属材料的拉伸试验相比, 硬度试验具有简便、迅速且对被测试工件损伤小等优点, 因而众

多学者开展了通过硬度试验获得金属材料抗拉强度的研究。Bishop 等^[2]通过将圆锥压头下的应力分布场近视为球形, 建立了理想弹塑性材料的压头载荷 P 、屈服强度 σ_y 、弹性模量 E 和泊松比 ν 之间的关系:

$$\frac{P}{\sigma_y} = \frac{2}{3} \left[1 + \ln \frac{E}{3(1-\nu)\sigma_y} \right] \quad (1)$$

Tabor 等^[3]基于滑移线场理论, 假定压头为刚塑性体, 建立了金属材料屈服强度 σ_y 和硬度 H 之间的简化关系:

$$H = 3\sigma_y \quad (2)$$

收稿日期: 2023-08-18

基金项目: 陕西省青年人才托举计划项目 (CLGC202256); 陕西省秦创原“科学家+工程师”队伍建设 (2022KXJ-145)

通信作者: 张海芹(1985—), 男, 工程师。

式(2)仅适用于非加工硬化的金属材料,而对于具有加工硬化特性的金属材料,其屈服强度和硬度则不是简单的3倍关系^[4]。近些年来研究人员针对具有加工硬化特性的金属材料进行了大量研究,得到了多种材料强度-硬度的关系式。钟永红^[5]研究了6XXX系铝合金维氏硬度和抗拉强度的关系,其总结的经验公式对于指导生产、控制产品质量具有实用意义。林光磊^[6]建立了6063铝合金维氏硬度和抗拉强度线性回归方程,并对其进行了相关性分析和试验验证。聂志水等^[7]综合301奥氏体不锈钢拉伸与轧制试验数据,确定了拉伸强度与冷轧硬度之间的关系,实现了通过冷轧硬度预测相应应变下的拉伸强度。马清艳等^[8]基于最小二乘支持向量机原理,结合遗传优化算法,建立了以碳素钢洛氏硬度为输入值、抗拉强度为输出值的模型,可用于产品性能预测。在工程实践中,以上研究成果均可用于根据硬度预测铝合金、不锈钢、低碳钢等材料的强度。

锆合金具有热中子吸收截面低、抗腐蚀性能好、加工性能适中、抗中子辐照性能优异等特点,已被普遍用作核动力水冷反应堆的燃料包壳管和结构材料^[9-10]。研究人员对锆合金的显微组织、力学性能、耐腐蚀性能等进行了大量研究^[11-13],但鲜有关于锆合金硬度与强度关系的研究。为了得到锆合金硬度和抗拉强度之间的关系,以Zr-4合金包壳管为研究对象,检测不同状态管材的维氏硬度和强度,通过最小二乘法建立了Zr-4合金包壳管维氏硬度与强度的关系式。基于所获得的维氏硬度与强度的关系式,通过维氏硬度研究Zr-4合金包壳管在冷轧过程中力学性能的变化,建立Zr-4合金包壳管皮尔格两辊冷轧工作锥强度与变形量之间的数学模型。该模型可用于皮尔格两辊冷轧Zr-4合金包壳管过程中管材性能预测以及轧制力计算。

1 实验

1.1 实验材料

实验材料为工业生产的不同规格和不同热处理状态(再结晶退火态、消应力热处理态和轧制态)的Zr-4合金包壳管,其主要化学成分(质量分数, w%)为: Sn 1.45, Fe 0.24, Cr 0.13, O 0.10, Si 0.01, 余量为Zr。分别从冷轧态、消应力退火态和再结晶退火态Zr-4合金包壳管上取样,共计35组。采用KPW25LC+皮尔格两辊冷轧机轧制Zr-4合金包壳管,研究轧制过程中规格为 $\phi 17.8\text{ mm}-\phi 9.52\text{ mm}$ 锥体的力学性能。

1.2 拉伸性能测试

采用CMT5205型电子万能试验机,按照GB/T 228.1—2021《金属材料 拉伸试验 第1部分: 室温试验方法》进行室温拉伸性能测试,最大拉伸速率为(0.005±0.002)/min。

1.3 维氏硬度测试

利用银华HV1000A-X型显微维氏硬度计对35组试样进行硬度测试,加载载荷为9.8 N,加载时间为15 s。为了减小测量误差,每支试样测量10次,取平均值作为实验结果。

2 结果与分析

2.1 维氏硬度与强度统计

将35组Zr-4合金包壳管试样的维氏硬度和强度组成数组,并在直角坐标系中绘制维氏硬度-抗拉强度、维氏硬度-屈服强度的散点图,如图1所示。由图1可知,当Zr-4合金包壳管维氏硬度增大时,其抗拉强度和屈服强度也呈增大趋势,且维氏硬度值和强度组成的数值基本随机分布在一条直线的两侧。因此,可用最小二乘法对维氏硬度-强度进行线性拟合。

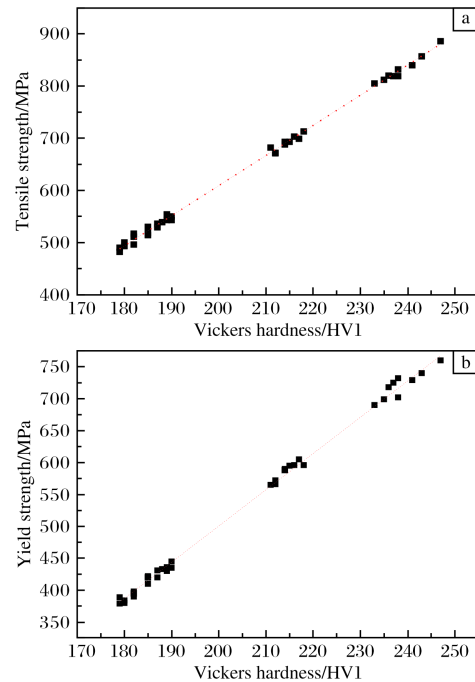


图1 Zr-4合金包壳管的维氏硬度-强度散点图

Fig.1 Scatter plots of Vickers hardness-strength of Zr-4 alloy cladding tube: (a) Vickers hardness-tensile strength; (b) Vickers hardness-yield strength

2.2 相关系数分析

通过对图1分析可知,Zr-4合金包壳管不同状态下35组样本的维氏硬度和强度之间存在一定的关系。利用样本相关系数 r 对数据的相关性进行验证,相关系数 r 表示为:

$$r = \frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})(y_i - \bar{y})}{\sqrt{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2 \sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})^2}} \quad (3)$$

式中： n 为样本数，35； x 为维氏硬度，HV； \bar{x} 为维氏硬度实测值的平均值，HV； y 为强度，MPa； \bar{y} 为强度实测值的平均值，MPa。

将维氏硬度和屈服强度试验数据代入式(3)中得到 $r=0.997$ ；将维氏硬度和抗拉强度试验数据代入式(3)中得到 $r=0.998$ 。当 r 的绝对值越接近 1 时，图 1 中数据点与虚线越近，相关性越大；当 r 的绝对值越接近 0 时，图 1 中数据点与虚线越远，相关性越小。本试验计算得到的维氏硬度与屈服强度、抗拉强度的相关系数分别为 0.997 和 0.998，接近 1，表明样本数据中的屈服强度/抗拉强度与维氏硬度的相关性极强，且二者之间存在很强的正相关性。

2.3 最小二乘法拟合曲线

最小二乘法是一种基于数学理论的优化方法，通过寻找误差平方和的最小值来确定最佳的匹配函数。Zr-4 合金包壳管的维氏硬度和抗拉强度之间存在线性关系，设 y_1 代表抗拉强度，则它们之间的关系式为：

$$y_1 = a_1x + b_1 \quad (4)$$

由最小二乘法原理可知：

$$a_1 = \frac{n \sum x_i y_{1i} - \sum x_i \sum y_{1i}}{n \sum x_i^2 - (\sum x_i)^2}$$

将图 1a 中的抗拉强度和维氏硬度值代入，可得 $a_1=5.764$ 。

$b_1 = \bar{y}_1 - a_1 \bar{x}$ ， \bar{y}_1 为抗拉强度实测值的平均值，代入可得 $b_1 = -544.215$ 。

因此，抗拉强度和维氏硬度之间的一元线性关系式为：

$$y_1 = 5.764x - 544.215 \quad (5)$$

Zr-4 合金包壳管维氏硬度和屈服强度之间同样存在线性关系。设 y_2 代表屈服强度，则它们之间的关系式为：

$$y_2 = a_2x + b_2 \quad (6)$$

将图 1b 中的屈服强度和维氏硬度值代入，可得 $a_2=5.743$ 。

$b_2 = \bar{y}_2 - a_2 \bar{x}$ ， \bar{y}_2 为屈服强度实测值的平均值，代入可得 $b_2 = -647.90$ 。

因此，屈服强度和维氏硬度之间的一元线性关系式为：

$$y_2 = 5.743x - 647.90 \quad (7)$$

2.4 估计标准误差分析

估计标准误差是指因变量各实际值与其估计值之间的平均差异程度，反映实际观察值在回归直线周围的分散状况，即回归估计值对实际观察值代表性的强弱。估计标准误差越小，回归方程的代表性越强，用回归方程估计或预测的结果越准确。估计标准误差 s_e 表示为：

$$s_e = \sqrt{\frac{\sum y_i^2 - a \sum y_i - b \sum x_i y_i}{n - 2}} \quad (8)$$

将维氏硬度和抗拉强度试验数据代入式(8)，可得 $s_{e1} = 5.904$ ；把维氏硬度和屈服强度试验数据代入式(8)后得 $s_{e2} = 7.280$ 。

根据正态分布的性质可以知道，强度的实测值落在(计算值- $2s_e$ ，计算值+ $2s_e$)区间的概率为 95%。由式(5)和式(7)计算得到的抗拉强度值和屈服强度值与实际值之间的绝对误差都小于 $2s_e$ ，即分别小于 11.81 MPa 和 14.56 MPa。在工程实践中，对于不便于开展拉伸性能测试的 Zr-4 合金产品，或者为了缩短检测时间、降低检测成本，可通过测试维氏硬度预测其强度。

2.5 管材冷轧过程中的性能分析

在利用皮尔格两辊冷轧机轧制 Zr-4 合金包壳管过程中，随着变形量的增加，金属发生剧烈加工硬化，为了研究 Zr-4 合金包壳管在冷轧过程中力学性能的变化，截取皮尔格两辊冷轧机轧制的规格为 $\phi 17.8 \text{ mm} - \phi 9.52 \text{ mm}$ 的锥体，在不同位置切取高度为 1 mm 的圆环，并使用外径和壁厚螺旋测微器测量样品的外径和壁厚值，如图 2 所示。

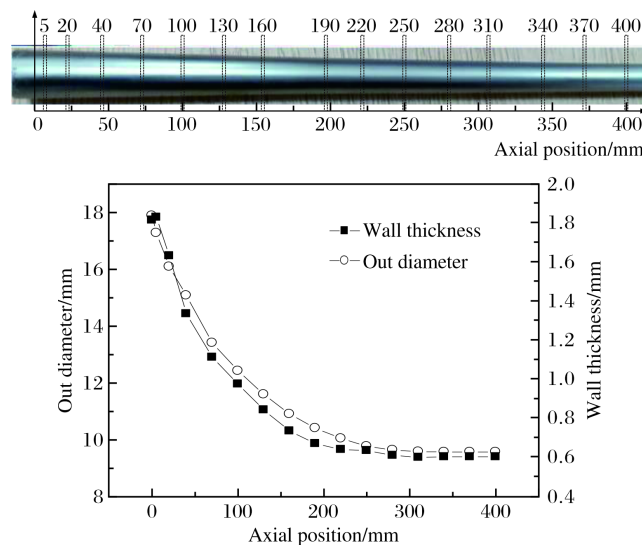


图 2 Zr-4 合金锥体取样位置及尺寸

Fig.2 Sampling locations and size of Zr-4 alloy cone

对轧制的锥形 Zr-4 合金包壳管不同位置的维氏硬度进行测试，结果如图 3 所示。由图 3 可知，Zr-4 合金包壳管冷轧前的平均维氏硬度为 169HV1，当管材轧制至成品尺寸时，平均维氏硬度增加至 246HV1。硬度增加是由于原始 Zr-4 合金包壳管的组织为完全再结晶的等轴晶，硬度较低，随着变形量的增加，材料中开始产生大量位错、变形孪晶等缺陷，且位错密度随着变形量的增加而增大。当变形量很大时，晶粒被拉长形成纤维状组织，而变形缺陷会导致维氏硬度和强度不断提高。

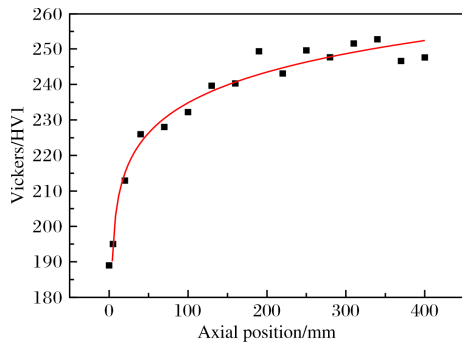


图 3 Zr-4 合金锥体的维氏硬度分布图

Fig.3 Vickers hardness distribution of Zr-4 alloy cone

将锥形 Zr-4 合金包壳管不同位置的维氏硬度值分别代入式 (5) 和式 (7), 得到管材不同位置的抗拉强度和屈服强度, 如图 4 所示。从图 4 可以看出, Zr-4 合金包壳管的屈服强度和抗拉强度随变形程度的增加而增加, 这与维氏硬度变化趋势是一致的。这是由于轧制前管材为完全再结晶组织, 硬度较低, 随着变形量的增加, 产生的变形缺陷导致硬度、屈服强度和抗拉强度不断提高。

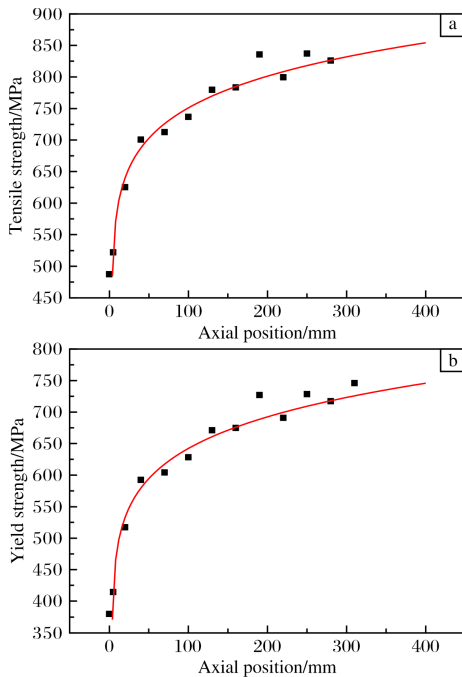


图 4 Zr-4 合金锥体的强度分布图

Fig.4 Strength distribution diagrams of Zr-4 alloy cone:

(a) tensile strength; (b) yield strength

皮尔格两辊冷轧属于周期纵轧, 每个“送进量”的管坯一般需经过几十个轧制行程才能被轧制成为成品管材, 管材变形具有分散性。因此, 管材轧制过程中的变形量不能简单的用延伸系数来衡量。根据塑性变形理论, 当量变形 (也称为有效变形) 与变形方式、变形路径无

关, 只反映金属实际达到的变形程度。因此, 本研究选用当量变形量来描述轧制过程中工作锥的变形量。工作锥 z 截面处主变形的当量变形量 ε_{Hz} 计算式为:

$$\varepsilon_{Hz} = \frac{\sqrt{6}}{3} \sqrt{\varepsilon_{1z}^2 + \varepsilon_{2z}^2 + \varepsilon_{3z}^2} \quad (9)$$

轴向应变:

$$\varepsilon_{1z} = \ln \left\{ \frac{(D_0 - t_0)t_0}{(D_z - t_z)t_z} \right\} \quad (10)$$

径向应变:

$$\varepsilon_{2z} = \ln \left(\frac{t_z}{t_0} \right) \quad (11)$$

根据体积不变定律, 周向应变:

$$\varepsilon_{1z} + \varepsilon_{2z} + \varepsilon_{3z} = 0 \quad (12)$$

式中: D_0 为管坯外径, mm; t_0 为管坯壁厚, mm; D_z 为 z 截面处工作锥外径, mm; t_z 为 z 截面处工作锥壁厚, mm。

管材在冷轧过程中, 随着变形量的增加, 材料的加工硬化愈严重, 其屈服强度 (σ_s) 和抗拉强度 (σ_b) 逐渐增加。将图 2 轧制锥体的外径和壁厚尺寸代入式 (9) ~ (12), 计算相应位置的变形量, 获得管材强度-冷轧变形量曲线, 如图 5 所示。

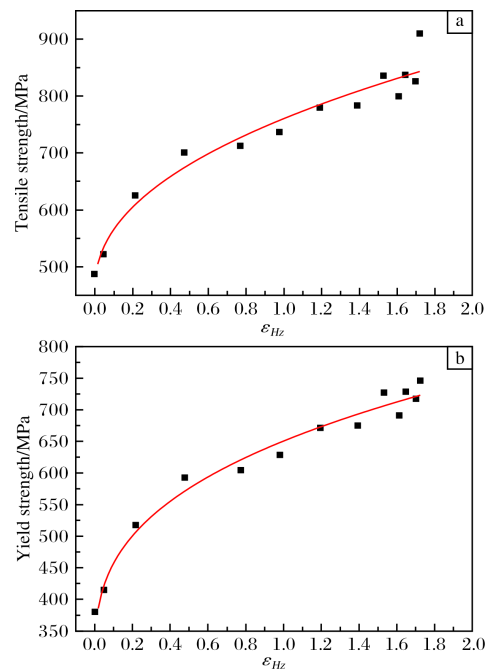


图 5 Zr-4 合金包壳管强度-冷轧变形量曲线

Fig.5 Curves of strength-deformation of Zr-4 alloy cone cladding tube: (a) $\varepsilon_{Hz}-\sigma_b$; (b) $\varepsilon_{Hz}-\sigma_s$

研究表明^[14]: 管材冷轧过程中, 工作锥的屈服强度可以用含有初始屈服应力的刚塑性指数硬化模型来描述, 即:

$$\sigma = \sigma_0 + K \varepsilon_{H_z}^h \quad (13)$$

式中： σ_0 为初始屈服强度， K 为强度系数， h 为硬化指数。本研究使用以上数学模型，通过 Origina 软件对图 5 曲线进行拟合，可得到冷轧管材屈服强度 σ_s 以及抗拉强度 σ_b 和当量变形量 ε_{H_z} 之间的关系式：

$$\sigma_s = 297.37 + 353.13 \varepsilon_{H_z}^{0.34} \quad [R^2=0.96] \quad (14)$$

$$\sigma_b = 453.57 + 306.47 \varepsilon_{H_z}^{0.44} \quad [R^2=0.97] \quad (15)$$

3 结 论

(1) 通过对 Zr-4 合金包壳管维氏硬度和强度相关性的分析，得到管材维氏硬度与屈服强度、抗拉强度的相关系数分别为 0.997、0.998，表明强度和维氏硬度的相关性极强，且二者之间存在强的正相关性。

(2) 采用最小二乘法对维氏硬度和强度关系进行拟合，得到了通过维氏硬度预测抗拉强度的拟合公式为： $y_1=5.764x-544.215$ ，相关系数为 0.998，误差小于 11.81 MPa；通过维氏硬度预测屈服强度的拟合公式为： $y_2=5.743x-647.90$ 相关系数为 0.997，误差小于 14.56 MPa。

(3) 使用含有初始屈服应力的刚塑性指数硬化数学模型描述 Zr-4 合金管材冷轧过程中的金属硬化行为，通过拟合得到屈服强度、抗拉强度与当量变形量之间的关系式分别为： $\sigma_s = 297.37 + 353.13 \varepsilon_{H_z}^{0.34}$ ， $\sigma_b = 453.57 + 306.47 \varepsilon_{H_z}^{0.44}$ ，相关系数分别为 0.96 和 0.97。

(4) 在工程实践中，对于不便于开展拉伸性能测试的 Zr-4 合金产品，或者为了缩短检测时间、降低检测成本，可通过测试维氏硬度预测其强度。

参考文献 References

[1] 温识博, 朱红林, 刘刚. 超高强钢的维氏硬度与抗拉强度的相关分析和回归分析[J]. 宝钢技术, 2022(5): 7-11.

[2] Bishop R F, Hill R, Mott N F. The theory of indentation and hardness tests[J]. Proceedings of the Physical Society, 1945, 57: 147-159.

[3] Tabor D. The hardness and strength of metals[J]. Journal of the Institute of Metals, 1951, 79(1): 1-18.

[4] 顾彩云, 唐金丽, 李建生, 等. 冷轧变形程度对 316L 不锈钢硬度和强度比例关系的影响[J]. 热加工工艺, 2024, 53(1): 111-114.

[5] 钟永红. 6XXX 系铝合金挤压型材抗拉强度与硬度关系探讨[J]. 有色金属加工, 2001, 30(6): 39-41.

[6] 林光磊. 6063 铝合金型材维氏硬度与强度的线性关系[J]. 轻金属加工技术, 2002, 30(1): 29-31.

[7] 聂志水, 田晓青, 周禾丰, 等. 301 奥氏体不锈钢薄板拉伸强度与冷轧硬度之间的关系[J]. 钢铁研究学报, 2012, 24(4): 23-27.

[8] 马清艳, 张亚. 基于 LS-SVM 的低碳钢抗拉强度与硬度关系模型研究[J]. 中北大学学报(自然科学版), 2016, 37(3): 259-261.

[9] 杨锋, 王旭峰, 张伟, 等. Zr-Sn-Nb 系合金包壳管激光打标性能研究[J]. 钛工业进展, 2023, 40(3): 39-42.

[10] 王德鹏, 李毅丰, 梁雪, 等. 压水堆燃料包壳锆合金中第二相的腐蚀行为研究进展[J]. 稀有金属材料与工程, 2023, 52(2): 753-762.

[11] 储林华, 张书彦, 袁改焕, 等. 微量镍元素添加对 Zr-4 合金微观结构、耐腐蚀性能及吸氢行为的影响[J]. 稀有金属材料与工程, 2022, 51(12): 4488-4495.

[12] 张海芹, 王旭峰, 刘海明, 等. 基于 DOE 的锆合金包壳管冷轧质量分析及改善[J]. 钛工业进展, 2023, 40(2): 35-39.

[13] 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.

[14] Frolov Ya V, Danchenko V N. Prediction of changes in the mechanical properties of the metal at cold pilger rolling[J]. Metallurgical and Mining Industry, 2011, 3(7): 39-44.

行业动态

10 吨/年 4N5 级高纯镁半连续化生产示范装置正式验收交付

2023 年 11 月，由西安交通大学联合宝鸡宝钛装备科技有限公司研制的“10 吨/年 Mg99995 级高纯镁半连续化生产示范装置”在中国西部科技创新港正式验收交付，该示范装置将步入工艺调试和试产的新阶段。

金属镁有着极强的还原性，在高纯钛、锆、钎等战略金属还原剂等领域颇具应用潜力。西安交通大学单智伟教授研究团队经过近 8 年的潜心研究和科研攻关，提出了基于气态原子选择性分离去除杂质的新思路，发明了“含杂气化，梯度冷凝，吸附过滤，净密结晶”的系列技术，并联合宝鸡宝钛装备科技有限公司研制了该套生产示范装置，以期实现 99.995% 高纯镁的低成本规模化稳定制备。

交付会上，双方逐一核准装置的设计、验收指标，前期测试表明该示范装置满足并部分超越设计指标，为新工艺在新装备上的实施奠定了坚实基础。同时，围绕该装置的基本设计原理、装置设计制造重难点问题等进行了复盘、总结，为后继双方持续发挥产学研联合攻关作用，迭代升级高纯示范装置积累了宝贵的经验。（来源：陕西省镁基新材料工程研究中心官网）