



低温形变热处理对高强度螺栓钢氢致延迟断裂行为的影响

徐亿选 惠卫军 方博洋 华卓 张永健 赵晓丽

Effect of low-temperature ausforming on hydrogen-induced delayed fracture of high-strength bolt steel

XU Yixuan, HUI Weijun, FANG Boyang, HUA Zhuo, ZHANG Yongjian, ZHAO Xiaoli

引用本文:

徐亿选, 惠卫军, 方博洋, 华卓, 张永健, 赵晓丽. 低温形变热处理对高强度螺栓钢氢致延迟断裂行为的影响[J]. 北科大: 工程科学学报, 2025, 47(10): 1989–2001. doi: 10.13374/j.issn2095–9389.2025.01.03.003

XU Yixuan, HUI Weijun, FANG Boyang, HUA Zhuo, ZHANG Yongjian, ZHAO Xiaoli. Effect of low-temperature ausforming on hydrogen-induced delayed fracture of high-strength bolt steel[J]. *Chinese Journal of Engineering*, 2025, 47(10): 1989–2001. doi: 10.13374/j.issn2095–9389.2025.01.03.003

在线阅读 View online: <https://doi.org/10.13374/j.issn2095–9389.2025.01.03.003>

您可能感兴趣的其他文章

Articles you may be interested in

FeMn(Al)C高强韧性钢氢脆微观机制的研究进展

Research progress toward hydrogen embrittlement microstructure mechanism in FeMn(Al)C high-strength-and-toughness steel
工程科学学报. 2020, 42(8): 949 <https://doi.org/10.13374/j.issn2095–9389.2019.11.05.005>

加热温度对热成形中锰钢氢脆敏感性的影响

Effect of heating temperature on the hydrogen embrittlement susceptibility in hot stamped medium-Mn steel
工程科学学报. 2024, 46(5): 853 <https://doi.org/10.13374/j.issn2095–9389.2023.03.28.001>

高洁净度齿轮钢中非金属夹杂物的检测方法

Detection of nonmetallic inclusion in high-strength gear steel with high cleanliness
工程科学学报. 2020, 42(7): 912 <https://doi.org/10.13374/j.issn2095–9389.2019.07.15.005>

高强度低合金钢中纳米析出相对腐蚀行为影响的研究进展

Influence of nanosized precipitate on the corrosion behavior of high-strength low-alloy steels: a review
工程科学学报. 2021, 43(3): 321 <https://doi.org/10.13374/j.issn2095–9389.2020.10.09.004>

油气工业中氢对双相不锈钢腐蚀行为的影响

Effect of hydrogen on the corrosion behavior of duplex stainless steel in oil and gas industry
工程科学学报. 2024, 46(4): 684 <https://doi.org/10.13374/j.issn2095–9389.2023.03.06.001>

高强度耐腐蚀ODSFeCrAl合金微观结构、力学性能研究进展

Research progress in microstructure and service performance of high-strength and corrosion-resistant ODSFeCrAl alloy
工程科学学报. 2022, 44(2): 198 <https://doi.org/10.13374/j.issn2095–9389.2020.12.17.005>

低温形变热处理对高强度螺栓钢氢致延迟断裂行为的影响

徐亿选, 惠卫军[✉], 方博洋, 华 卓, 张永健, 赵晓丽

北京交通大学机械与电子控制工程, 北京 100044

[✉]通信作者, E-mail: wjhui@bjtu.edu.cn

摘 要 为了探索基于组织调控来进一步改善高强度螺栓钢的耐延迟断裂性能, 针对一种 V+Nb 微合金化 Cr–Ni–Mo 高强度螺栓钢进行了低温形变热处理 (低温控制锻造, 直接水淬)+450 °C 中温回火处理, 采用电化学预充氢慢应变速率拉伸实验等研究了其氢致延迟断裂行为, 并与常规锻造样进行了对比. 结果表明, 实验钢低温控锻后获得了沿锻造方向晶粒明显伸长的细小条带状组织, 晶粒细化了 ~ 53%, 有 ~ 7.7% (体积分数) 块状铁素体沿原奥氏体晶界形成, 且晶界较为曲折, 抑制了晶界粗大薄膜状渗碳体的析出. 与常规锻造样相比, 低温控锻样的光滑强度和缺口强度明显提高, 并呈现出优异的耐延迟断裂性能, 以缺口抗拉强度表征的延迟断裂抗力和以相对缺口抗拉强度损失率表征的氢脆敏感性指数分别提高了 62.1% 和降低了 27.6%, 延迟断裂机制从常规锻造样的脆性沿晶断裂转变为低温控锻样的穿晶准解理断裂, 且后者的脆性区面积占比明显降低. 具有细小晶粒的条带状组织、沿原奥氏体晶界析出的铁素体及晶界渗碳体特征的改变是低温控锻样较常规锻造样具有优异耐延迟断裂性能的主要原因.

关键词 高强度螺栓钢; 形变热处理; 控制锻造; 氢致延迟断裂; 氢脆; 微观组织

分类号 TG142.71

Effect of low-temperature ausforming on hydrogen-induced delayed fracture of high-strength bolt steel

XU Yixuan, HUI Weijun[✉], FANG Boyang, HUA Zhuo, ZHANG Yongjian, ZHAO Xiaoli

School of Mechanical, Electronic and Control Engineering, Beijing Jiaotong University, Beijing 100044, China

[✉]Corresponding author, E-mail: wjhui@bjtu.edu.cn

ABSTRACT High-strength bolts are widely used in construction machinery, steel structures, bridges, automobiles, and other industrial sectors owing to their high load-bearing capacity and connection efficiency. With the advancement of modern industry, there is a growing demand to further enhance the strength of high-strength bolt steel without significantly compromising its resistance to hydrogen embrittlement or hydrogen-induced delayed fracture (HIDF). To investigate the potential of microstructural control in improving the HIDF resistance of high-strength bolt steel, a V+Nb-microalloyed Cr–Ni–Mo high-strength bolt steel was subjected to low-temperature ausforming (i.e., controlled forging starting at ~ 950 °C and finishing at ~ 625 °C), followed by direct water quenching and tempering at 450 °C for 2 h. The HIDF behavior was evaluated using slow strain rate tensile (SSRT) tests on pre-electrochemically hydrogen-charged notched round bar tensile specimens, along with hydrogen thermal analysis. The microstructural features were examined and their influence on HIDF was discussed. For comparison, the same steel was also processed by conventional forging (starting at ~ 1170 °C and finishing above 900 °C, followed by air cooling), quenching, and tempering (austenitized at 945 °C, oil-quenched, and tempered at 450 °C).

收稿日期: 2025–01–03

基金项目: 国家自然科学基金 (面上项目) 资助项目 (52071010)

for 2 h, air-cooled). The results show that low-temperature-controlled forging produced a fine-banded microstructure with pronounced grain elongation along the forging direction and a grain size reduction of $\sim 53\%$. The prior austenite grain boundaries were serrated and lacked coarse cementite film precipitation, while $\sim 7.7\%$ polygonal ferrite formed along these boundaries. Both the smooth and notched tensile strengths of the low-temperature-controlled forged samples increased by approximately 5.6% and 9.1%, respectively, compared to those of the conventionally forged samples. Notably, despite the increase in strength, the low-temperature ausformed sample exhibited excellent HIF resistance. The notch tensile strength (indicating HIF resistance) increased by 62.1%, and the hydrogen embrittlement sensitivity index (measured by the relative notch tensile strength loss rate) decreased by 27.6% after low-temperature-controlled forging. The fracture mechanism transitioned from brittle intergranular fracture along prior austenite grain boundaries (in conventionally forged samples) to transgranular quasi-cleavage fracture in low-temperature ausformed samples. The brittle zone area on the fracture surface was significantly reduced, from $\sim 38\%$ in the former to $\sim 20\%$ in the latter, despite nearly identical diffusible hydrogen content. The enhanced HIF resistance is mainly attributed to the fine banded structure, formation of polygonal ferrite, and changes in cementite morphology along the prior austenite grain boundaries. Therefore, tailoring the microstructure and grain boundary characteristics through low-temperature deformation is an effective strategy to further improve the HIF resistance of high-strength bolt steels.

KEY WORDS high-strength bolt steel; ausforming; controlled forging; hydrogen-induced delayed fracture; hydrogen embrittlement; microstructure

由于更高承载能力、轻量化设计、结构紧凑化等需求,对汽车、工程机械、钢结构、桥梁等用高强度螺栓的强度水平提出了更高要求^[1].然而,钢材强度水平的提高使得高强度螺栓等零部件面临的氢脆(针对高强度螺栓常称为延迟断裂)敏感性风险明显增加,特别是近年随着氢能技术的快速发展,高强度材料的氢脆问题成为一个棘手难题的同时,也成为研究热点^[2-5].从材料角度来讲,降低高强度钢氢脆敏感性的一个主要策略是利用氢陷阱技术,即加入适量的 V、Nb、Ti 等微合金化元素,形成纳米尺寸的 MC 碳化物作为有效氢陷阱而抑制材料中可扩散氢向应力集中部位的扩散富集^[1,6-12].然而,较多数量氢陷阱引入使得高强度钢部件在实际长期服役过程中可能吸入过多氢而使氢陷阱饱和,仍存在延迟断裂的风险^[11,13].

在材料成分体系不变的情况下,通过形变热处理等工艺手段调控微观组织来改善高强度钢耐延迟断裂性能而得到越来越多的关注^[1,14-19].例如,Yamasaki 等^[14]对高温形变热处理(终轧温度 770 ~ 910 °C 后水淬)+感应回火的中碳 Mn-B 钢的研究表明,临界氢含量随终轧温度降低而提高,且在未再结晶区轧制的临界氢质量分数(0.90×10^{-6})明显高于常规感应淬火+回火实验料(0.15×10^{-6}).针对 SCM440 钢进行高温形变热处理(790 ~ 820 °C 变形 50% 后水淬)亦得到类似结果^[15].Song 等^[17]对 1300 MPa 级高强度螺栓钢高温形变热处理(控制锻造变形后直接淬火)的结果表明,与较高温度(~ 930 °C)形变料及常规淬火+高温回火料相比,在较低温度(~ 780 °C)下形变能够明显地提高钢

的延迟断裂抗力,提高幅度分别为 $\sim 9\%$ 与 $\sim 16\%$.与上述在奥氏体区形变不同,Kimura 等^[18-19]开发出一种针对回火马氏体组织进行温变形的多道次变形技术,获得了一种超细伸长晶粒状组织,针对 1400 ~ 1800 MPa 级合金钢 0.4C-2Si-1Cr-1Mo、0.4C-2Cr-1Mo-2Ni 及 0.6C-2Si-1Cr(质量分数,%)的研究均表明,这种组织特征实验钢的延迟断裂抗力均明显地优于传统的淬火+回火钢.

上述研究工作主要是研究奥氏体高温形变热处理及回火马氏体温变形对高强度钢耐延迟断裂性能的影响,但目前针对低温形变热处理影响的研究工作极其有限^[19].此外,采用合金钢制造高强度螺栓多采用热锻工艺,但考虑到表面氧化脱碳及能耗等不利因素,近年来采用低温变形的温锻成形得到越来越多的重视和应用^[1].因此,本文针对一种 V+Nb 微合金化 Cr-Ni-Mo 高强度螺栓钢,采用低温形变热处理(低温锻造形变后直接淬火)+中温回火处理,获得了一种超细晶且有一定量晶界铁素体析出的微观组织,采用慢应变速率拉伸(Slow strain rate tensile, SSRT)实验研究了其氢致延迟断裂行为特征,并与常规淬火+回火料进行了对比,以期这类钢耐延迟断裂性能的进一步改善提供理论依据和实验基础,并可加深对微观组织调控对高强度钢延迟断裂行为影响的理解.

1 实验方法

实验钢采用真空感应炉冶炼,浇铸成 110 kg 的钢锭,其化学成分(质量分数,%)为: C 0.44, Si 0.25, Mn 0.66, P 0.003, S 0.004, Cr 0.94, Ni 1.05, Mo

0.29, V 0.19, Nb 0.027, Fe 余量。首先, 将钢锭加热到 1200 °C 并保温 2 h 后锻造成 50 mm × 50 mm 的方坯, 终锻温度不低于 950 °C; 随后, 将方坯加热到 1000 °C 保温 120 min, 低温控锻为 15 mm × 70 mm 的板坯, 始锻和终锻温度分别为 ~ 950 °C、~ 625 °C, 锻后立即水淬 (CF-AQ 样); 最后, 将控锻板坯进行中温回火处理, 回火温度为 450 °C, 保温时间为 120 min, 空冷到室温 (CF-T600 样)。为了对比, 将其中一支方坯加热到 1200 °C 保温 120 min, 常规锻造为 15 mm × 70 mm 的板坯, 始锻温度 ~ 1170 °C, 终锻温度大于 900 °C, 锻后空冷, 然后重新加热到 945 °C, 保温 45 min 后油冷 (HF-AQ 样), 最后进行同样的回火处理 (HT-T450 样)。

沿板坯长度方向 (LD) 切取标准拉伸试样 (标距段长度 25 mm, 直径 5 mm)、缺口拉伸试样 (光滑段直径 5 mm, 缺口处直径 3 mm, 缺口根部半径 0.15 mm, 应力集中系数 $K_t=3.2^{[8]}$) 及金相试样等。采用光滑拉伸试样在万能材料试验机上进行室温拉伸实验, 拉伸速率为 $1 \text{ mm} \cdot \text{min}^{-1}$ 。缺口拉伸试样首先在 $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ NaOH 溶液中进行电化学充氢, 充氢电流密度为 $4 \text{ mA} \cdot \text{cm}^{-2}$, 充氢时间为 48 h, 随后立即在 YYF-50 型 SSRT 试验机上进行实验, 初始拉伸速率为 $0.005 \text{ mm} \cdot \text{min}^{-1}$ (应变速率 $2.1 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$), 获得实验料的缺口抗拉强度。SSRT 实验结果为至少 3 个平行试样平均值, 在扫描电镜 (SEM) 下观察断口形貌, 以确定断裂机制。此外, 按 GB/T 39039—2020《高强度钢氢致延迟断裂评价方法》的要求切割断口, 采用 Bruker Phoenix G4 型氢热分析仪 (TDS) 测定试样断口附近的氢含量。基于类似钢种的前期 TDS 测定结果^[8], 最高加热温度为 300 °C, 以获得试样中的可扩散氢含量 C_{Hr} 。

采用双电解池装置进行氢渗透实验, 试样尺寸为 $15 \text{ mm} \times 15 \text{ mm} \times 1.3 \text{ mm}$, 测试面积为 0.502 cm^2 。阴极充氢池和阳极氢检测池中均加入 $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ NaOH 溶液, 充氢电流密度为 $4 \text{ mA} \cdot \text{cm}^{-2}$ 。采用下式计算表观氢扩散系数 $D_{\text{eff}}^{[20]}$ 。

$$D_{\text{eff}}=L^2/6t_{0.63} \quad (1)$$

式中: L 为试样厚度, cm; $t_{0.63}$ 为渗透电流 (I_t) 为 0.63 倍稳态渗透电流 (I_∞) 时对应的滞后时间, s。

金相样经研磨、抛光后用体积分数 4% 的硝酸酒精溶液侵蚀, 在金相显微镜和 SEM 下观察组织形貌。淬火态样采用饱和苦味酸溶液浸蚀以显示原奥氏体晶粒边界, 采用截线法测定平均晶粒尺寸。采用双喷电解减薄仪制备透射电镜 (TEM) 用

薄膜, 双喷液为 $-20 \text{ }^\circ\text{C}$ 的体积分数为 10% 的高氯酸, 在 JEM-F200 型 TEM 下观察微观组织和析出相形貌。双喷减薄的电子背散射衍射 (EBSD) 样在 PHI 770 俄歇探针仪上进行分析, 其中扫描步长为 $0.18 \text{ }\mu\text{m}$ 。试样经体积分数 8% 的高氯酸溶液进行电解抛光后, 采用 D/MAX 2500 型 X 射线衍射仪 (XRD) 测定钢中残留奥氏体含量和位错密度, 采用 Cu 靶, 扫描速率 $2^\circ \cdot \text{min}^{-1}$, 位错密度测定采用改进的 Williamson-Hall 法^[21]。即根据获得的 XRD 衍射谱图, 采用 Modified Williamson-Hall (MWH)^[21] 法计算实验料中的位错密度 ρ 。根据 XRD 谱图分别记录 $\{110\}2\theta=44.66^\circ$ 、 $\{200\}2\theta=65.02^\circ$ 、 $\{211\}2\theta=82.34^\circ$ 、 $\{220\}2\theta=98.95^\circ$ 、 $\{310\}2\theta=116.40^\circ$ 所对应的平面衍射峰, 使用 Origin Pro 2021 计算各个衍射峰的半高宽 (FWMH)。考虑了应变各向异性的 MWH 公式为:

$$\Delta K \cong \frac{0.9}{d} + bM \sqrt{\frac{\pi}{2}} \rho \left(K \bar{E}^{\frac{1}{2}} \right) \quad (2)$$

式中, ΔK 为峰的宽度; d 为晶粒尺寸; b 为伯氏矢量的大小, 取 0.248 nm ; M 为位错分布系数, 是一个无量纲常数, 在马氏体钢中一般取 1.4; K 为衍射矢量的大小; $\bar{E}$ 为位错对比系数; ρ 为位错密度。将各参数代入 MWH 公式即可得到材料的位错密度。

2 实验结果与分析

2.1 微观组织特征

实验钢淬火态的原奥氏体晶粒形貌见图 1(a), (b)。可见, 与常规锻造 HF-AQ 样的等轴状原奥氏体晶粒不同, 低温控锻 CF-AQ 样的原奥氏体晶粒沿锻造板坯长度方向明显伸长, 呈扁平条带状, 且条带内外的晶粒尺寸存在明显差异。采用 Image-Pro Plus 软件测量至少 200 个晶粒尺寸, 获得 CF-AQ 样与 HF-AQ 样的平均晶粒尺寸 d_g 分别为 $(6.6 \pm 3.0) \text{ }\mu\text{m}$ (扁平晶粒的宽度) 和 $(14.1 \pm 6.6) \text{ }\mu\text{m}$, 这表明低温控锻能够明显地细化晶粒, 细化程度达 ~ 53%。图 1(c) ~ (f) 为实验钢的淬火态微观组织形貌。在较低倍数下观察, CF-AQ 样组织呈现明显的条带状, 条带组织的宽度约为 $83 \text{ }\mu\text{m}$ (图 1(c)); 在较高倍数下观察, 组织为细小的板条马氏体, 且可发现在 CF-AQ 样的原奥氏体晶界处有一定量的多边形铁素体 (Polygonal ferrite, PF) 形成 (图 1(e)), 采用 Image-Pro Plus 软件测得 PF 体积分数为 7.7%。与 CF-AQ 样相比, HF-AQ 样在低倍下观察具有轻微的条带组织 (图 1(d)), 高倍下为典型的板条马

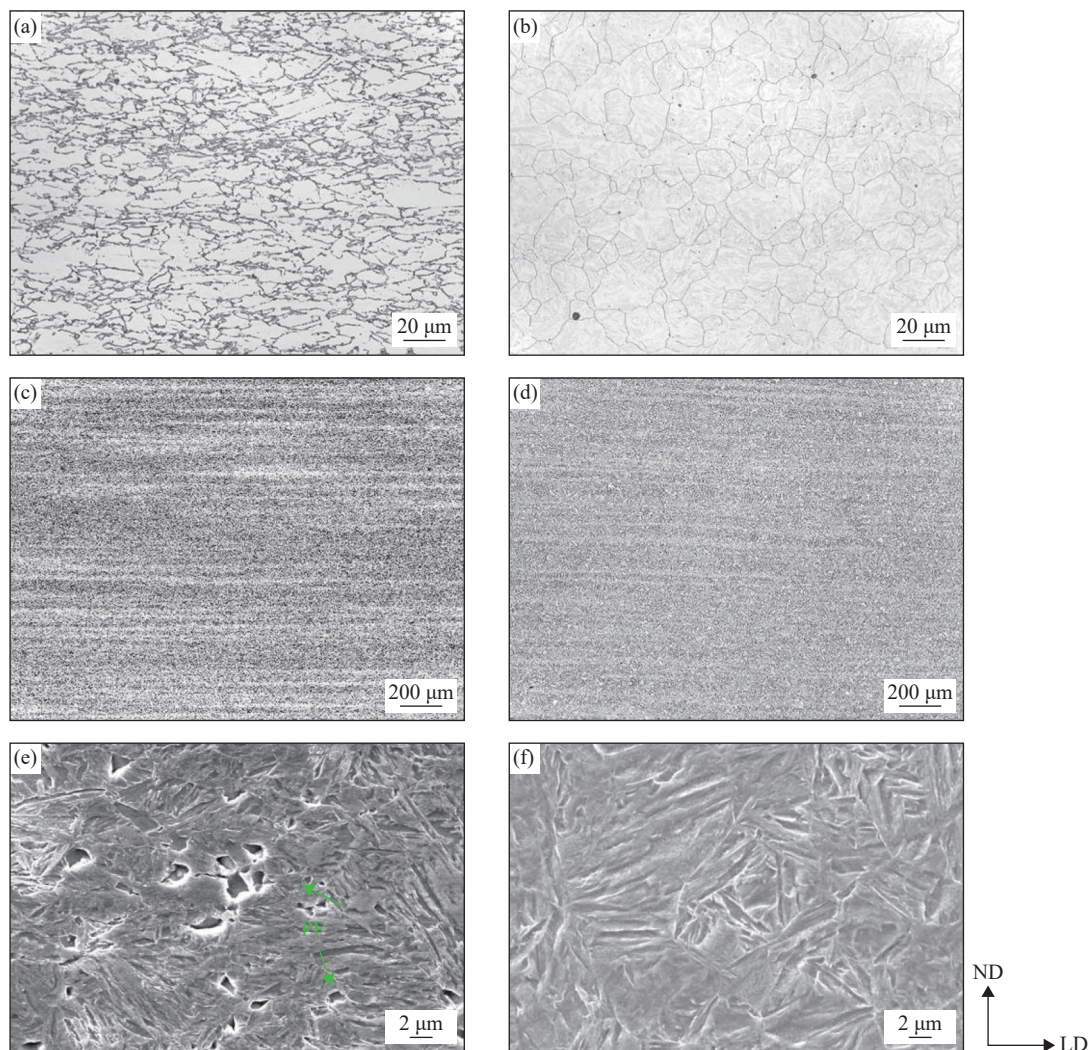


图1 实验钢淬火态的原奥氏体晶粒和微观组织形貌 (PF: 铁素体; LD: 长度方向; ND: 法线方向). (a) 原奥氏体晶粒, CF-AQ; (b) 原奥氏体晶粒, HF-AQ; (c, e) 微观组织形貌, CF-AQ; (d, f) 微观组织形貌, HF-AQ

Fig.1 Prior austenite grains and microstructures of the samples in the as-quenched (AQ) condition (PF: polygonal ferrite; LD: longitudinal direction; ND: normal direction): (a) prior austenite grains, CF-AQ; (b) prior austenite grains, HF-AQ; (c, e) microstructures, CF-AQ; (d, f) microstructures, HF-AQ

氏体组织, 组织较为粗大, 且没有 PF 析出 (图 1(f)).

图 2 为实验钢回火态的 SEM 和 TEM 微观组织形貌. 可见, 实验钢呈典型的中温回火马氏体组织, 其中分布有大量多呈短棒状、球状的碳化物, 且与 HF-T450 样相比, CF-T450 样中的碳化物更为细小弥散分布, 且数量更多. 值得注意的是, 在较低温度的 450 °C 回火时, HF-T450 样中的原奥氏体晶界 (Prior austenite grain boundaries, PAGBs) 较为平直, 并可见长条状的渗碳体, 而 CF-T450 样中的 PAGBs 则较为曲折, 往往难以看到长条状的渗碳体 (图 2(a) 和 (b)). 从 TEM 形貌可以看出, 马氏体板条仍清晰可辨, 在马氏体板条之间及板条内有大量与板条呈一定方向的渗碳体析出 (图 2(c) 和 (d)). CF-T450 样中的 PAGBs 较为曲折, 渗碳体呈棒状沿界面呈锯齿状析出, 且存在无渗碳体析出的晶

界区域以及较为粗大 PF 析出的晶界区域 (图 2(c) 和 (e)); 而 HF-T450 样中的 PAGBs 则较为平直且存在薄膜状渗碳体 (图 2(f)). 图 3 为实验钢的 XRD 谱线及测定的位错密度. 可见, 除 α -BCC 相外, 未检测到明显的 γ -FCC 相 (图 3(a)); 如图 3(b) 所示, 淬火态试样中的位错密度 ρ 均很高, 450 °C 回火温度处理后试样中的 ρ 均明显降低. 无论在淬火态还是回火态, 所有的 CF 样中的 ρ 均高于 HF 样, 其中在淬火态两者的差异更为显著, 前者约为后者的 2 倍.

2.2 力学性能

不同状态实验料拉伸性能测定结果的汇总见表 1. 与常规锻造的 HF-T450 样相比, 低温控锻 CF-T450 样的强度水平明显提高, 抗拉强度 (R_m) 和屈服强度 ($R_{p0.2}$) 分别增加了 82 MPa、158 MPa, 即屈

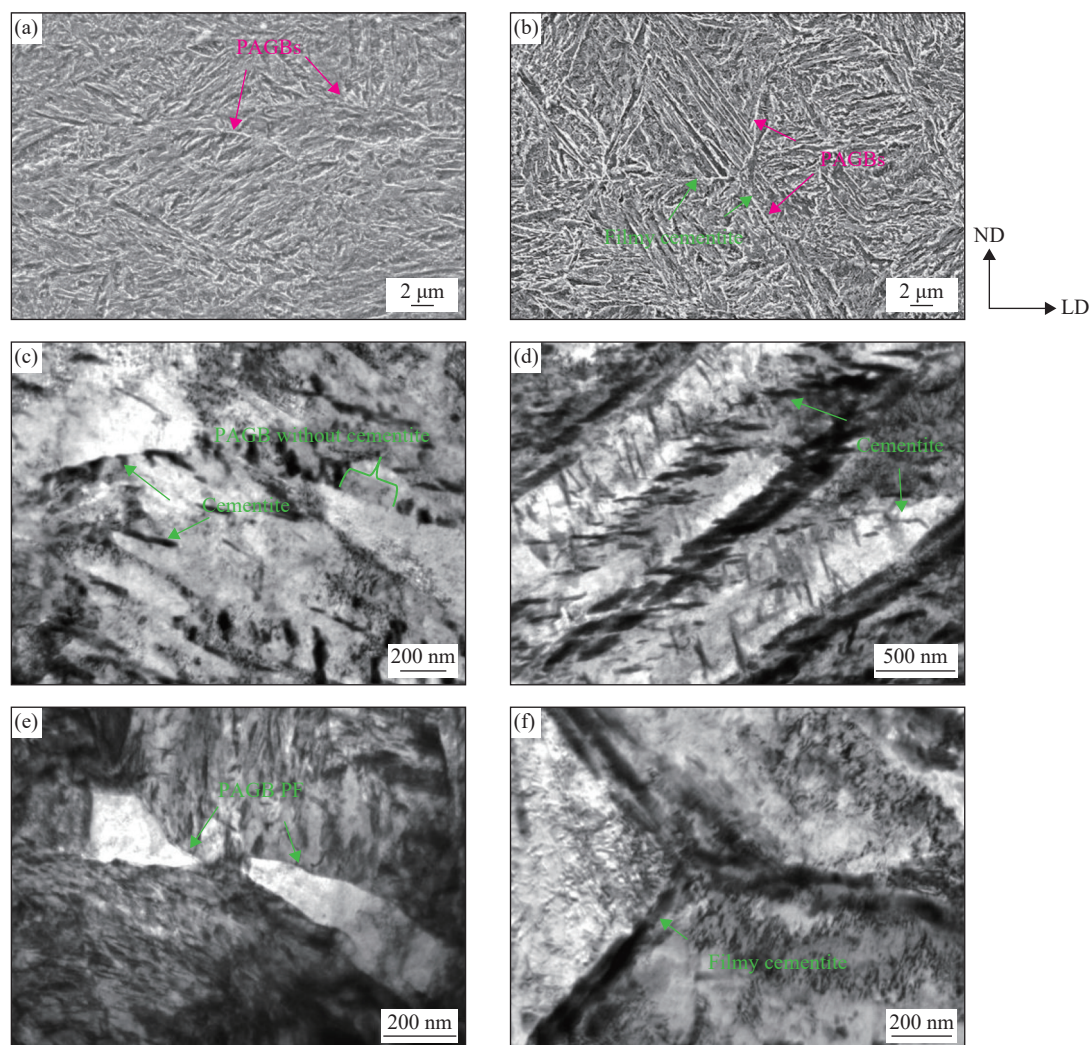


图2 实验钢 CF-T450 样和 HF-T450 样的 SEM 和 TEM 微观组织形貌。(a, c) 板条间和板条内渗碳体, CF-T450; (b, d) 板条间和板条内渗碳体, HF-T450; (e) 铁素体沿原奥氏体晶界分布, CF-T450; (f) 薄膜状渗碳体沿原奥氏体晶界分布, HT-T450

Fig.2 SEM and TEM micrographs of the CF-T450 and HF-T450 samples: (a, c) showing the distribution of inter- and intra-lath cementite particles, CF-T450; (b, d) showing the distribution of inter- and intra-lath cementite particles, HF-T450; (e) polygonal ferrite along the PAGBs, CF-T450; (f) filmy cementite along the PAGBs, HF-T450

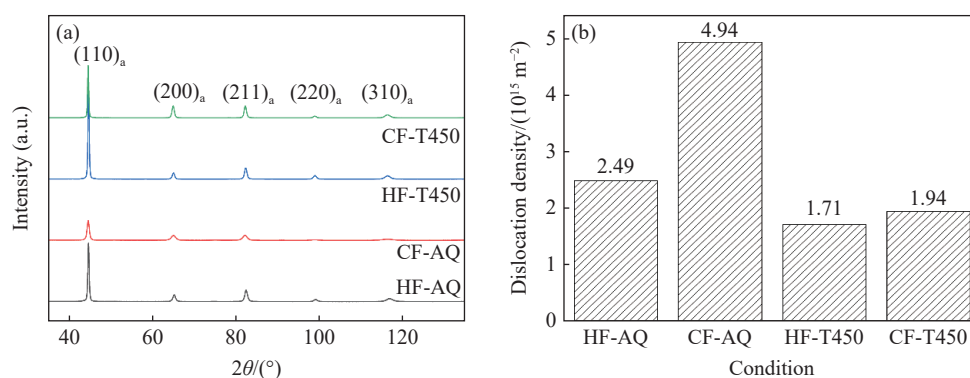


图3 不同状态(淬火态和回火态)实验钢的 XRD 谱 (a) 和位错密度 (b)

Fig.3 XRD patterns (a) and dislocation densities (b) of the tested steel in the as-quenched (AQ) and 450 °C tempered conditions

服强度增加的程度几乎是抗拉强度的 2 倍. 尽管强度水平明显提高, 但低温控锻样仍具有与常规锻造样相当的断面收缩率 (Z) 和延伸率 (A). 根据

前期研究结果^[22], 低温控锻所引起的细晶强化和位错强化是其强度提高的主要原因. 其中, 细晶强化强度 (σ_{gb}) 可用 Hall-Petch 关系式计算:

$$\sigma_{gb}=k_yd_g^{-1/2} \tag{3}$$

式中, k_y 为比例系数, 对于中碳钢一般取 22.3 MPa·mm^{1/2}[22]; d_g 为平均晶粒尺寸. 因此, 实验钢因细晶强化引起的屈服强度增量约为 54 MPa. 位错强化强度 (σ_{dis}) 可采用 Bailey–Hirsch 公式来估算[22]:

$$\sigma_{dis}=2\alpha Gb\rho^{1/2} \tag{4}$$

式中, α 为常数 (0.5); G 为剪切模量 (80650 MPa); b 为柏氏矢量大小 (0.248 nm). 同样可获得因位错强化所引起的屈服强度增量为 87 MPa. 因此, 低温控锻所引起的细晶强化和位错强化的增量合计为 141 MPa, 与实验测定的屈服强度增量 158 MPa 十分接近.

表 1 实验料拉伸和 SSRT 实验结果的汇总

Sample	R_m / MPa	$R_{p0.2}$ / MPa	A / %	Z / %	σ_{bN0} / MPa	σ_{bN} / MPa	HEI/ %	C_{Hr} / 10 ⁻⁶
CF-T450	1546	1470	10.9	49.9	2335	1256	46.2	1.85
HF-T450	1464	1312	13.9	49.6	2141	775	63.8	1.95

2.3 SSRT 性能

图 4 为不同状态实验钢充氢前后的 SSRT 外加应力–位移曲线, 实验结果的汇总见表 1. 未充氢缺口试样的塑性均很低, CF-T450 样的缺口抗拉强度 σ_{bN0} (2335 MPa) 明显地高于 HF-T450 样 (2141 MPa), 提高了 ~9.1%. 实验钢充氢后的缺口抗拉强度 σ_{bN} 显著降低, 且两种不同状态试样降低的程度不同, CF-T450 样的 σ_{bN} (1256 MPa) 明显地高于 HF-T450 样 (775 MPa), 提高幅度高达 ~62.1%. 为消除不同状态实验钢缺口抗拉强度差异的影响, 采用下式的相对缺口抗拉强度损失率来表征实验钢的氢脆敏感性指数 HEI[13]:

$$HEI=(1-\sigma_{bN}/\sigma_{bN0}) \tag{5}$$

从表 1 中可以看出, 与缺口抗拉强度一致, 低温控锻样 CF-T450 的 HEI (46.2%) 同样明显地低于常规锻造样 HF-T450 (63.8%), 降低幅度为 27.6%. 值得注意的是, 低温控锻样 CF-T450 断口处的可扩散氢含量 C_{Hr} 与常规锻造样 HF-T450 基本相当.

2.4 SSRT 断口形貌

图 5 为未充氢缺口拉伸样的 SSRT 断口形貌. 可见, 在低倍下断口较为平整, 有较小的剪切唇; 在高倍下缺口根部附近呈现细小的韧窝韧性断裂 (CF-T450 样) 或韧窝+少量准解理的混合断裂 (HF-T450 样). CF-T450 和 HF-T450 样充氢后的 SSRT 断口形貌分别见图 6 和图 7. 可见, 充氢 CF-T450 样

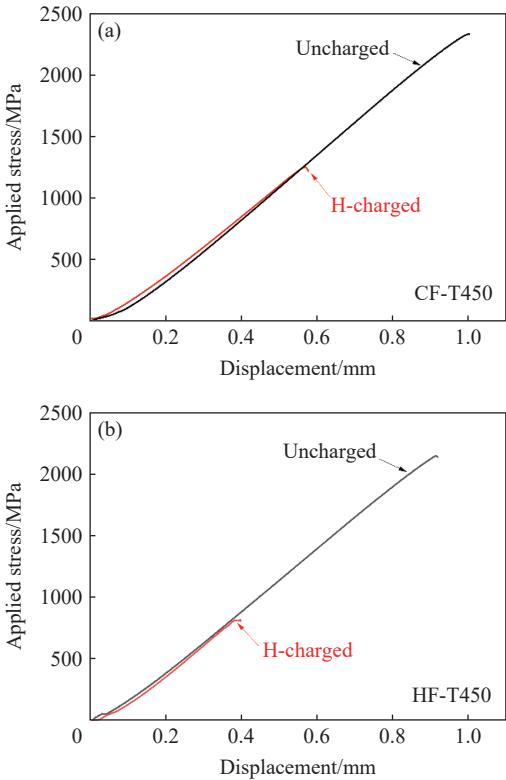


图 4 实验钢缺口拉伸样充氢前后的 SSRT 外加应力–位移曲线. (a) CF-T450; (b) HF-T450

Fig.4 SSRT applied stress–displacement curves for two groups of samples: (a) CF-T450; (b) HF-T450

的断口较为粗糙, 依断裂特征可分为 3 个区域: 沿缺口根部分布的较为平整的脆性区 I; 与脆性 I 连接的台阶状脆性区 II; 其余为基本未受氢脆影响的韧性区 III(图 6(a)和(b)). 在高倍下观察, 脆性区 I 平均宽度约为 60 μ m, 最大宽度约为 170 μ m, 呈现脆性准解理 (QC) 断裂, 并伴随有较多的二次裂纹 (图 6(c)); 脆性区 II 的台阶上面和底部呈现准解理断裂, 并在台阶底部存在平整的解理小平面 (图 6(d)), 台阶侧面则呈现十分细小的韧窝断裂 (图 6(e)); 韧性区 III 呈现细小的韧窝韧性断裂 (图 6(f)). 与 CF-T450 样不同, HF-T450 样的充氢 SSRT 断口较为平整, 存在明显的脆性区 (图 7(a)), 脆性区宽度约为 1700 μ m, 断裂机制为典型的脆性沿晶 (IG) 断裂 (图 7(b)), 其余部位则呈现韧窝+一定量准解理/沿晶的混合断裂特征 (图 7(c)和(d)). 采用 Image-Pro Plus 软件计算出 CF-T450 和 HF-T450 样断口上脆性区面积分数分别约为 20% 和 38%, 即前者的脆性区面积明显地小于后者.

2.5 氢吸附及氢渗透行为

图 8 为实验料预充氢样 TDS 氢热分析的氢逸出曲线及氢渗透曲线, 相关实验结果的汇总见表 2. 可见, 两组实验料的氢逸出曲线均存在一个

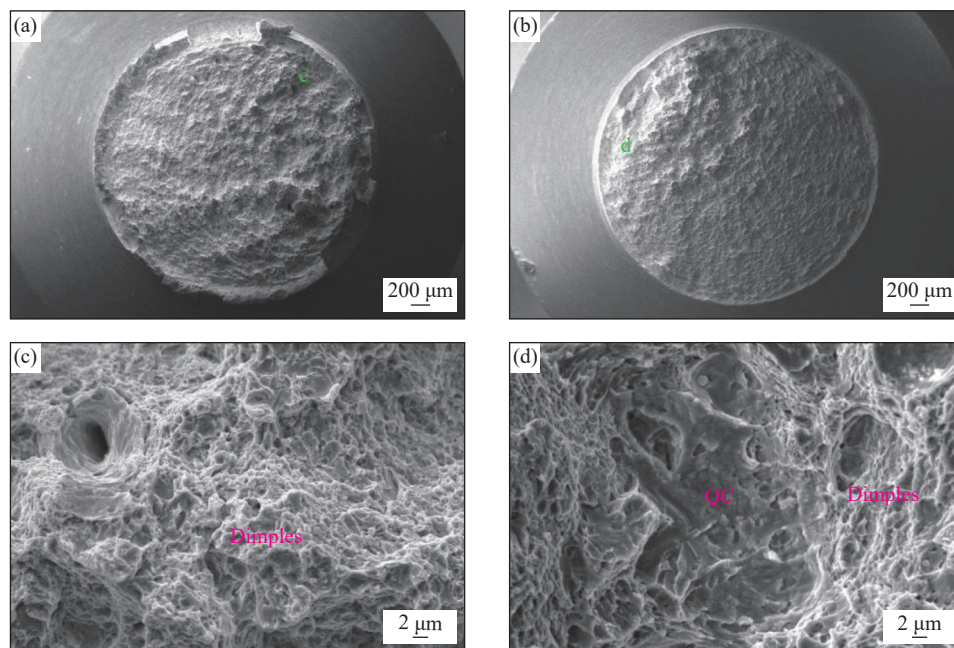


图5 实验料 CF-T450 和 HF-T450 未充氢 SSRT 样断口的 SEM 形貌. (a) 宏观断口, CF-T450; (b) 宏观断口, HF-T450; (c) 缺口附近 (标记 c) 的微观图像, CF-T450; (d) 缺口附近 (标记 d) 的微观图像, HF-T450

Fig.5 SEM fractographs of the uncharged SSRT samples CF-T450 and HF-T450: (a) macroscopic fracture appearance, CF-T450; (b) macroscopic fracture appearance, HF-T450; (c) magnified image of the regions near the notch root, CF-T450; (d) magnified image of the regions near the notch root, HF-T450

明显的低温峰和微弱的高温峰, 其中 CF-T450 样的低温峰温度 (T_{P1}) 和高温峰温度 (T_{P2}) 均略高于 HF-T450 样 (图 8(a)). 通常认为低温峰对应的氢为引起延迟断裂的可扩散氢, 而高温峰对应的氢为几乎不参与延迟断裂过程的非扩散氢^[23]. HF-T450 样的总氢量 C_H 及低温峰与高温峰对应的可扩散氢量 C_{Hr} 和非扩散氢量 C_{Hi} 与 CF-T450 样均十分接近 (表 2). 与 SSRT 断口测定的可扩散氢量 (表 1) 相比, 预充氢样测定的可扩散氢量明显偏低, 大约降低 ~ 30%, 这一方面与应力作用下氢的扩散速度增加有关^[20], 另一方面与 TDS 氢热分析时获得所需真空度期间 (约 1 h) 部分可扩散氢逸出有关.

根据氢渗透实验结果 (图 8(b) 和 (c)), 可得 CF-T450 和 HF-T450 样的表观氢扩散系数 D_{eff} 分别为 $1.40 \times 10^{-7} \text{ cm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ 、 $1.94 \times 10^{-7} \text{ cm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$. 这表明前者的氢扩散系数低于后者, 亦即前者的氢陷阱密度要大于后者.

3 讨论

对于抗拉强度超过约 1000 ~ 1200 MPa 级的回火马氏体钢, 其氢致延迟断裂的断口裂纹源往往呈现沿原奥氏体晶界萌生和扩展的脆性沿晶断裂, 因此抑制氢致沿晶断裂是提高这类钢延迟断

裂抗力的一个重要途径. 预充氢 SSRT 实验结果表明, 尽管低温控锻 CF-T450 样断口处的可扩散氢含量与常规锻造 HF-T450 样相当, 但延迟断裂源的断裂机制从后者的脆性沿晶断裂转变为前者的穿晶准解理断裂, 且前者的脆性区面积占比要明显地小于后者, 延迟断裂抗力 (以缺口抗拉强度 σ_{bN} 表征) 明显地高于后者, 提高幅度高达 ~ 62.1%; 与此同时, 前者的氢脆敏感性指数 HEI (以充氢前后的相对缺口抗拉强度损失率表征) 同样明显地低于后者, 降低幅度为 ~ 27.6% (表 1). 这表明, 尽管 CF-T450 样的强度水平较 HF-T450 样明显提高 (表 1), 但仍呈现出良好的耐延迟断裂性能, 这主要是基于以下几个方面的原因:

1) 晶粒细化.

研究表明, 晶粒细化能够抑制氢致沿晶断裂, 这主要是由于晶粒细化一方面因晶界面积增加而能够减少杂质元素特别是氢的晶界偏聚, 另一方面还能够降低晶界处的应力集中程度^[1,20]. 首先, 考虑到中高温回火马氏体钢中较为粗大的渗碳体及未溶解的粗大 MC 碳化物往往对氢的捕获能力较弱, 因而可忽略其氢陷阱作用而仅考虑晶界和位错的作用^[24-25]. 晶界氢陷阱密度 N_{T-GB} 、位错氢陷阱密度 N_{T-dis} 可分别采用下式计算^[26-27]:

$$N_{T-GB} = 30/[d_g(x_a)^2] \quad (6)$$

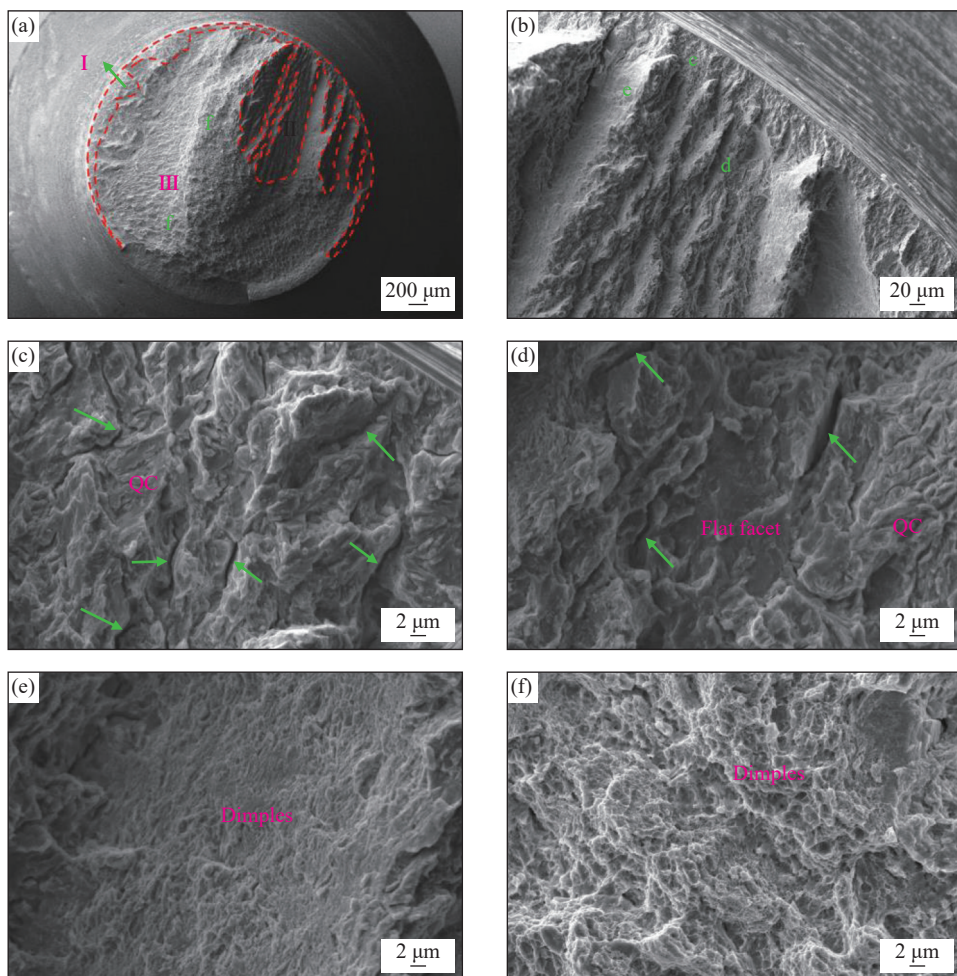


图 6 实验料 CF-T450 充氢 SSRT 样断口的 SEM 形貌. (a, b) 宏观断口形貌; (c, d, e, f) 对应图 (a, b) 中标注的 c, d, e, f 区域的微观形貌

Fig.6 SEM fractographs of the hydrogen-charged SSRT sample CF-T450: (a, b) macroscopic fracture appearance; (c, d, e, f) magnified images of regions c, d, e, and f indicated in (a, b)

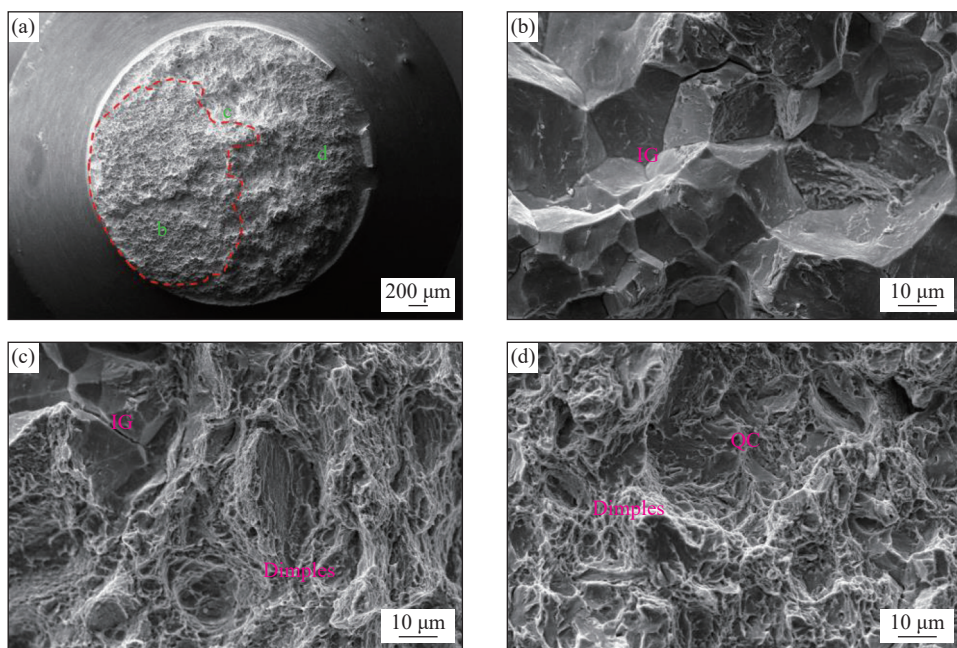


图 7 实验料 HF-T450 充氢 SSRT 样断口的 SEM 形貌. (a) 宏观断口形貌; (b, c, d) 对应于图 (a) 中标注的 b, c, d 区域的微观形貌

Fig.7 SEM fractographs of the hydrogen-charged SSRT sample HF-T450: (a) macroscopic fracture appearance; (b, c, d) magnified images of the regions marked as b, c, and d in (a)

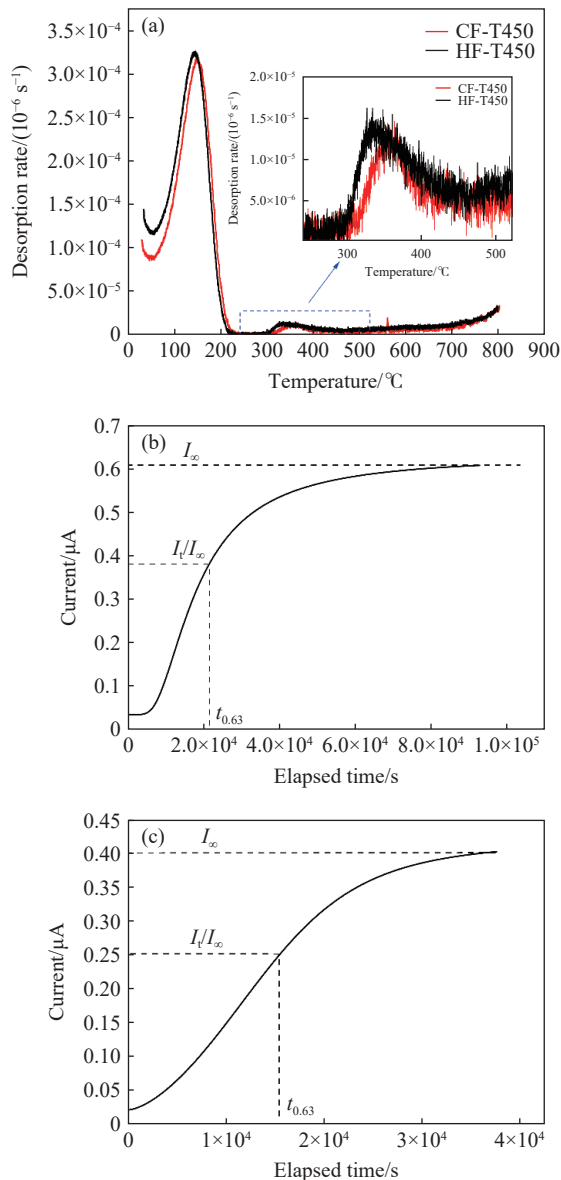


图8 实验料的氢逸出曲线(a)及CF-T450(b)和HF-T450(c)的氢渗透曲线

Fig.8 Hydrogen desorption rate (a) and hydrogen permeation curves of CF-T450 (b) and HF-T450 (c)

$$N_{\text{T-dis}} = 5\rho/x_a \quad (7)$$

式中, x_a 为原子间距, 0.26 nm. 上式表明 $N_{\text{T-GB}}$ 与晶粒尺寸 d_g 成反比关系, $N_{\text{T-dis}}$ 则与位错密度 ρ 成正比关系, 计算结果见表3. 可见, CF-T450 样中的 $N_{\text{T-GB}}$ 、 $N_{\text{T-dis}}$ 及 $N_{\text{T-GB}}+N_{\text{T-dis}}$ 分别是 HF-T450 样的 2.1 倍、1.1 倍和 1.6 倍, 上述氢渗透实验获得的氢陷阱密度亦证实了此点. 因而 CF-T450 样中晶界和位错处吸附的氢含量应约为 HF-T450 样的 1.6 倍(实际约为 0.95 倍), 这使得 CF-T450 样中单位晶界面积及位错处吸附的氢含量 $C_{\text{Hr}}/(N_{\text{T-GB}}+N_{\text{T-dis}})$ 约为 HF-T450 样的 57.1%, 即前者单位晶界面积处吸附的氢含量明显降低.

其次, 晶界作为位错运动的障碍, 会导致晶界前的位错塞积. 理论推导结果表明^[20], 晶界前塞积的位错数目与氢致裂纹形核的门槛应力 $\tau_{\text{c(H)}}$ 分别与 d_g 和 $d_g^{-1/2}$ 成正比. 因此, 晶粒细化使得晶界前塞积的位错数量减少, 变形分散在更多晶粒内进行, 晶界处应力集中程度降低, 从而使得 $\tau_{\text{c(H)}}$ 明显提高.

因此, 在上述两个方面因素的共同作用下, 晶粒细化不仅降低了单位晶界面积处的杂质和氢偏聚程度, 而且提高了氢致裂纹形核的门槛应力, 从而抑制了脆性沿晶断裂裂纹的萌生和扩展, 而呈现出穿晶断裂的特征(图6和图7), 提高了延迟断裂抗力. 类似的准解理断裂特征在高温形变热处理的 0.29C-0.75Mn-B 钢、SCM440 钢及 V+Nb 微合金化 Cr-Ni-Mo 钢的 SSRT 断口上也观察到^[14-15,17].

2) 条带状组织.

如前所述, CF 样与 HF 样一个主要区别是前者呈现出明显的条带状组织(图1(c)和(d)), 对这种条带组织的进一步分析表明, 条带内的晶粒不仅明显地细于条带外的晶粒, 且在原奥氏体晶界

表2 实验料氢渗透和氢热分析实验结果的汇总

Table 2 Summary of hydrogen permeation and thermal analysis results for the tested samples							
Sample	$t_{0.63}/\text{s}$	$D_{\text{eff}}/(10^{-7}\text{cm}^2\cdot\text{s}^{-1})$	$C_{\text{H}}/10^{-6}$	$C_{\text{Hr}}/10^{-6}$	$C_{\text{Hi}}/10^{-6}$	$T_{\text{p1}}/^{\circ}\text{C}$	$T_{\text{p2}}/^{\circ}\text{C}$
CF-T450	21376	1.40	1.29	1.13	0.16	150	354
HF-T450	15429	1.94	1.37	1.18	0.19	144	334

表3 实验料中氢陷阱密度等有关参数的计算结果汇总

Table 3 Summary of estimated hydrogen trap densities in the tested samples							
Sample	$d_g/\mu\text{m}$	$\rho/(10^{15}\text{m}^{-2})$	$C_{\text{Hr}}/(10^{-6})$	$N_{\text{T-GB}}/(10^{19}\text{cm}^{-3})$	$N_{\text{T-dis}}/(10^{19}\text{cm}^{-3})$	$N_{\text{T-GB}}+N_{\text{T-dis}}/(10^{19}\text{cm}^{-3})$	$C_{\text{Hr}}/(N_{\text{T-GB}}+N_{\text{T-dis}})$
CF-T450	6.6	1.94	1.85	6.72	3.73	10.45	0.08
HF-T450	14.1	1.71	1.95	3.15	3.29	6.44	0.14

处有更多数量的细小铁素体析出(图 1(e)). 图 9 和图 10 分别给出了 CF-T450 样和 HF-T450 样 SSRT 断口(包括缺口根部的脆性区)纵剖面的 SEM 和 EBSD 形貌. 可见, 对于 CF-T450 样, 从较低倍数下观察, SSRT 横向裂纹扩展方向沿条带处不断发生明显的转向, 形成锯齿状的裂纹扩展特征(图 9(a)和(b)); 在较高倍数下观察, 则可发现纵向裂纹基本沿条带处扩展, 即主要沿铁素体与基体的界面处扩展, 且裂纹有较多分叉, 扩展路径更为曲折(图 9(c)和(d)); 进一步 EBSD 观察表明, 裂纹主要沿马氏体块界面处萌生和扩展(图 9(e)和(f)), 从而断口脆性区呈现出准解理断裂的特征. 而对于 HF-T450 样, SSRT 横向裂纹基本沿原奥氏体晶界扩展, 扩展路径较为平整(图 10(a)和(b)); 纵向裂纹同样基本沿原奥氏体晶界扩展(图 10(c)和

(d)), EBSD 结果同样证实了此点(图 10(e)和(f)), 从而断口脆性区呈现出沿晶断裂的特征. 对于 CF-T450 样, 细小间隔的条带使得 SSRT 裂纹在扩展过程中不断发生转向和分叉, 从而需要消耗更多的能量; 此外, 缺口根部或主裂纹尖端附近形成的多个微裂纹的干扰所带来的应力屏蔽效应也可能会降低主裂纹扩展的驱动力^[28]. 对于 HF-T450 样, 晶界处较高的杂质元素及氢偏聚使得裂纹更容易沿晶界扩展. 因此, CF-T450 样的 SSRT 裂纹扩展抗力要明显地大于 HF-T450 样, 从而呈现出较高的延迟断裂抗力.

3) 晶界碳化物和铁素体.

如前所述, 低温控锻样原奥氏体晶界不平整而呈锯齿状, 这使得中温回火时在晶界处不易形成粗大的长条状渗碳体而获得较为细小的晶界渗碳

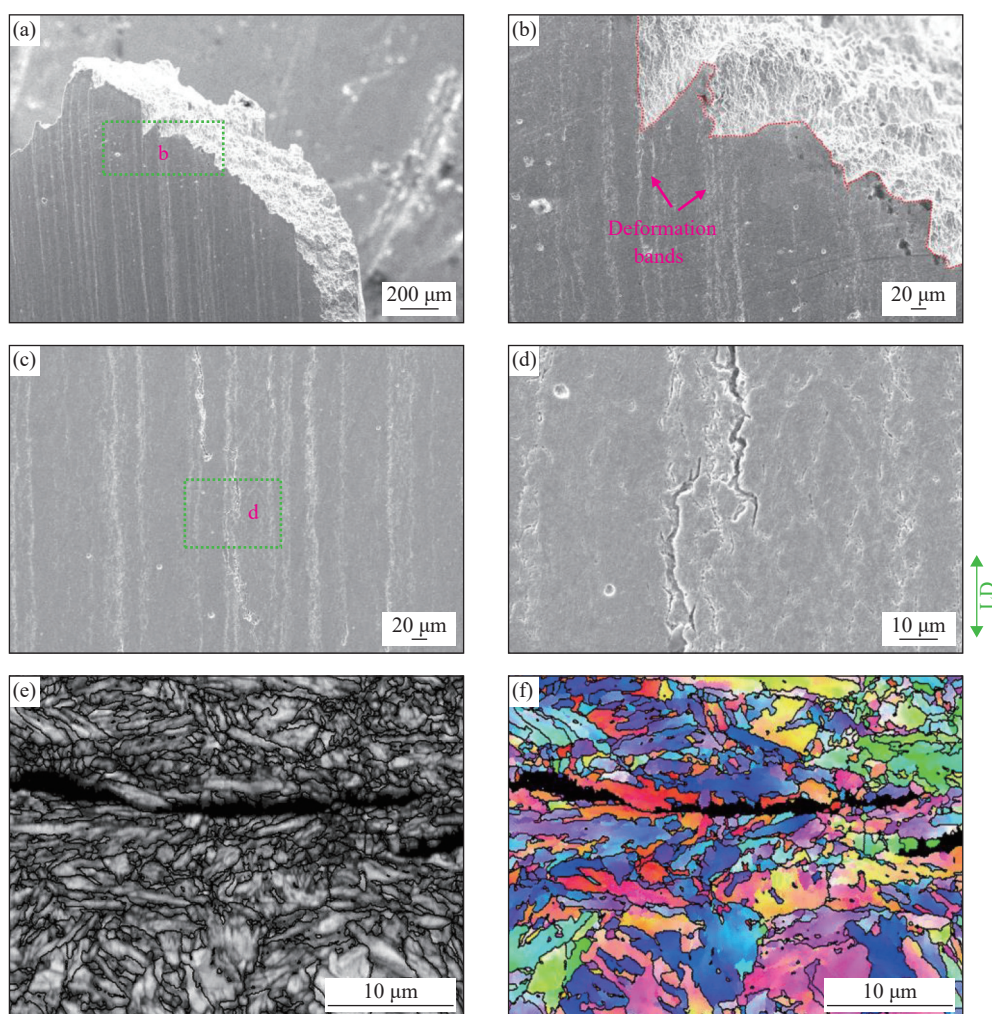


图 9 SEM 和 EBSD 断口纵剖面形貌 (CF-T450). (a, b) 断口表面附近的断裂形貌; (c, d) 纵剖面内部裂纹形貌; (e) EBSD 质量图像; (f) EBSD 反极图图像, 黑线表示大角度晶界(错位角 $> 15^\circ$)

Fig.9 SEM fractographs and EBSD maps of the longitudinal cross-section of the SSRT sample CF-T450: (a, b) the fracture appearance near the fracture surface; (c, d) longitudinal internal cracks; (e) quality image; (f) inverse pole figure, with black lines indicating high-angle grain boundaries (misorientation angle $> 15^\circ$)

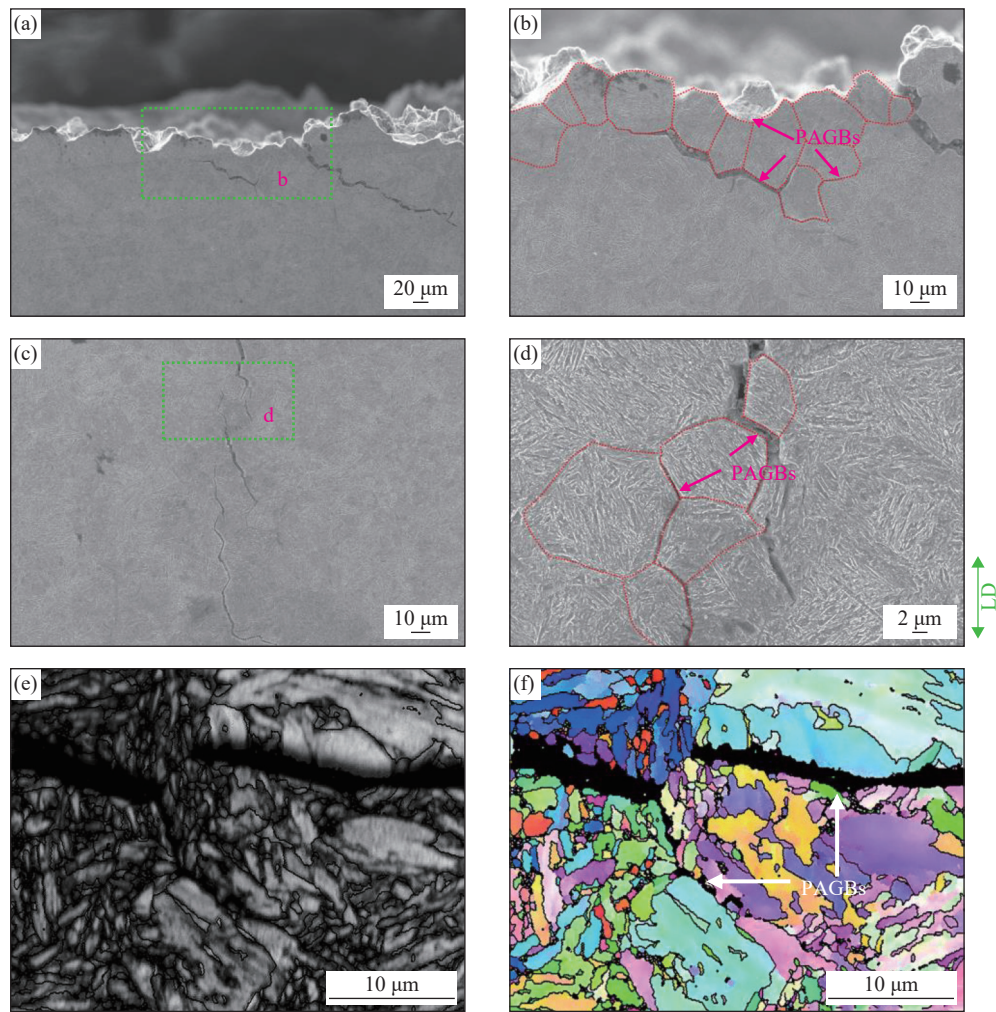


图 10 SEM 和 EBSD 断口纵剖面形貌 (HF-T450). (a, b) 断口表面附近的断裂形貌; (c, d) 纵剖面内部裂纹形貌; (e) EBSD 质量图像; (f) EBSD 反极图图像, 黑线表示大角度晶界 (错位角 $> 15^\circ$)

Fig.10 SEM fractographs and EBSD maps of the longitudinal cross-section of the SSRT sample HF-T450: (a, b) the fracture appearance near the fracture surface; (c, d) longitudinal internal cracks; (e) quality image; (f) inverse pole figure, with black lines indicating high-angle grain boundaries (misorientation angle $> 15^\circ$)

体分布^[16], 且存在无晶界渗碳体的晶界区域 (图 1). 另一方面, 晶界铁素体的生成占据了部分晶界位置而减少了晶界渗碳体的析出 (图 2). 原奥氏体晶界处的软相铁素体及渗碳体减少的不连续晶界特征可减少晶界处 P 等杂质元素的偏聚及氢的吸附, 净化了晶界而提高了晶界结合强度, 从而抑制氢致裂纹在晶界处的萌生和沿晶扩展^[1]. Watanabe 等^[29] 则认为晶界析出的铁素体抑制了应力作用下晶界处空位等点缺陷的富集而抑制了脆性沿晶断裂. 应当指出的是, 与回火马氏体基体相比, 晶界处的铁素体硬度明显偏低, 在外力作用下最先发生塑性变形, 在两者的界面处产生高的应力集中进而容易萌生微裂纹^[30], 这使得裂纹易沿具有较多铁素体的纵向条带扩展 (图 9(c) 和 (d)), 这在一定程度上需要消耗较多能量, 同样有助于延迟断裂抗力的提高.

综上所述, 具有细小晶粒的条带状组织、沿原奥氏体晶界析出的铁素体及晶界渗碳体特征的改变是 CF-T450 样具有较 HF-T450 样优异耐延迟断裂性能的主要原因. 对于淬火+回火处理的高强度钢, 适当降低回火温度是提高其强度水平最为简便有效的方法, 但回火温度的降低容易使得原奥氏体晶界处析出薄膜状渗碳体而恶化钢的耐延迟断裂性能 (如 HF-T450 样)^[1]. 本研究结果表明, 采用低温形变热处理可在强度水平明显提高 (降低回火温度+细晶强化+位错强化) 的前提下, 获得优异的耐延迟断裂性能. 因此, 基于低温形变调控组织分布及原奥氏体晶界特征是进一步改善高强度螺栓钢耐延迟断裂性能一个有效途径.

4 结论

(1) 低温控锻淬火态 CF-AQ 样获得原奥氏体

晶粒沿锻造方向明显伸长的细小条带状组织,且在晶界处有体积分数 $\sim 7.7\%$ 的块状铁素体形成,其平均晶粒尺寸为 $(6.6\pm 3.0)\mu\text{m}$ (扁平晶粒宽度),较常规锻造 HF-AQ 样的等轴状晶粒 $((14.1\pm 6.6)\mu\text{m})$ 细化了 $\sim 53\%$ 。450℃回火后,与 HF-T450 样中平直的原奥氏体晶界及晶界上粗大薄膜状渗碳体不同,CF-T450 样中的原奥氏体晶界较为曲折,晶界渗碳体细化,难以看到长条状渗碳体,且存在没有渗碳体的晶界区域。

(2) CF-T450 样的抗拉强度和屈服强度分别为 1546 MPa 和 1470 MPa,较 HF-T450 样分别提高了 82 MPa 和 158 MPa,但仍具有与后者相当的塑性。低温控锻所引起的细晶强化和位错强化是其强度提高的主要原因。CF-T450 样的缺口抗拉强度(2335 MPa)明显地高于 HF-T450 样(2141 MPa),提高了 $\sim 9.1\%$ 。

(3) 预充氢 SSRT 实验结果表明,CF-T450 样的缺口抗拉强度(1256 MPa)明显地高于 HF-T450 样(775 MPa),提高幅度高达 $\sim 62.1\%$;CF-T450 样以相对缺口抗拉强度损失率表征的氢脆敏感性指数 HEI(46.2%)同样明显地低于 HF-T450(63.8%),降低幅度为 27.6%。这表明,尽管 CF-T450 样的强度水平较 HF-T450 样明显提高,但仍呈现出良好的耐延迟断裂性能。

(4) CF-T450 样断口处的可扩散氢含量与 HF-T450 样相当($\sim 1.9\times 10^{-6}$),但延迟断裂源(脆性区)的断裂机制从后者的脆性沿晶断裂转变为前者的穿晶准解理断裂,且前者的脆性区面积占比($\sim 20\%$)要明显地小于后者($\sim 38\%$)。

(5) 具有细小晶粒的条带状组织、沿原奥氏体晶界析出的铁素体及晶界渗碳体特征的改变是 CF-T450 样具有较 HF-T450 样优异耐延迟断裂性能的主要原因。因此,基于低温形变调控组织分布及原奥氏体晶界特征是进一步改善高强度螺栓钢耐延迟断裂性能一个有效途径。

参 考 文 献

- [1] Hui W J, Weng Y Q, Dong H. *Steel for High Strength Fasteners*. Beijing: Metallurgical Industry Press, 2009
(惠卫军, 翁宇庆, 董瀚. 高强度紧固件用钢. 北京: 冶金工业出版社, 2009)
- [2] Li J X, Wang W, Zhou Y, et al. A review of research status of hydrogen embrittlement for automotive advanced high-strength steels. *Acta Metall Sin*, 2020, 56(4): 444
(李金许, 王伟, 周耀, 等. 汽车用先进高强钢的氢脆研究进展. 金属学报, 2020, 56(4): 444)
- [3] Lan L Y, Kong X W, Qiu C L, et al. A review of recent advance on hydrogen embrittlement phenomenon based on multiscale mechanical experiments. *Acta Metall Sin*, 2021, 57(7): 845
(兰亮云, 孔祥伟, 邱春林, 等. 基于多尺度力学实验的氢脆现象的最新研究进展. 金属学报, 2021, 57(7): 845)
- [4] Du Z Y, Shi R J, Peng X Y, et al. Review on the design of high-strength and hydrogen-embrittlement-resistant steels. *Int J Miner Metall Mater*, 2024, 31(7): 1572
- [5] Zhao X L, Zhang Y J, Wang C Y, et al. Effect of heating temperature on hydrogen embrittlement sensitivity of hot formed medium manganese steel. *Chin J Eng*, 2024, 46(5): 853
(赵晓丽, 张永健, 王存宇, 等. 加热温度对热成形中锰钢氢脆敏感性的影响. 工程科学学报, 2024, 46(5): 853)
- [6] Zhao H Y, Wang P, Li J X. Effect of vanadium content on hydrogen embrittlement of 1400 MPa grade high strength bolt steels. *Int J Hydrogen Energy*, 2021, 46(70): 34983
- [7] Li L X, Lan H F, Tang S, et al. First-principles study of hydrogen trapping and diffusion mechanisms in vanadium carbide with connecting carbon vacancies. *Int J Hydrogen Energy*, 2024, 91: 611
- [8] Zhang C X, Hui W J, Zhao X L, et al. The potential significance of microalloying with Nb in enhancing the resistance to hydrogen-induced delayed fracture of 1300-MPa-grade high-strength bolt steel. *Eng Fail Anal*, 2022, 135: 106144
- [9] dos Santos T A A, de Lima M M, dos Santos D S, et al. Effect of nano Nb and V carbides on the hydrogen interaction in tempered martensitic steels. *Int J Hydrogen Energy*, 2022, 47(2): 1358
- [10] Kim H J, Jeon S H, Yang W S, et al. Effects of titanium content on hydrogen embrittlement susceptibility of hot-stamped boron steels. *J Alloys Compd*, 2018, 735: 2067
- [11] Li S J, Akiyama E, Yuuji K, et al. Hydrogen embrittlement property of a 1700-MPa-class ultrahigh-strength tempered martensitic steel. *Sci Technol Adv Mater*, 2010, 11(2): 025005
- [12] Jin X J, Gong Y, Han X H, et al. A review of current state and prospect of the manufacturing and application of advanced hot stamping automobile steels. *Acta Metall Sin*, 2020, 56(4): 411
(金学军, 龚煜, 韩先洪, 等. 先进热成形汽车钢制造与使用的研究形状与展望. 金属学报, 2020, 56(4): 411)
- [13] Zhang C X, Hui W J, Zhao X L, et al. Hydrogen-induced delayed fracture behaviour of V+Nb-microalloyed high-strength bolt steel with internal and environmental hydrogen. *Corros Sci*, 2022, 209: 110710
- [14] Yamasaki S, Kubota M, Tarui T. Evaluation method for delayed fracture susceptibility of steels and development of high tensile strength steels with high delayed fracture resistance. *Nippon Steel Tech Rep*, 1999, 80: 50
- [15] Terasaki S, Kimura Y, Tsuzaki K. Delayed fracture properties of SCM440 steel with various strength levels derived through modified ausforming. *CAMP-ISIJ*, 2001, 14(6): 1309
- [16] Yusa S, Hara T, Tsuzaki K, et al. Refinement of grain boundary cementite in medium-carbon tempered martensite by

- thermomechanical processing. *Mater Sci Eng A*, 1999, 273: 462
- [17] Song H Y, Hui W J, Fang B Y, et al. Effect of direct-quenching and tempering on hydrogen-induced delayed fracture resistance of high-strength bolt steel. *J Mater Res Technol*, 2024, 32: 37
- [18] Kimura Y, Inoue T. Mechanical property of ultrafine elongated grain structure steel processed by warm tempforming and its application to ultra-high-strength bolt. *ISIJ Int*, 2020, 60(6): 1108
- [19] Kimura Y, Moronaga T, Inoue T. Influence of thermomechanical treatment on delayed fracture property of Mo-bearing medium-carbon steel. *ISIJ Int*, 2022, 62(2): 377
- [20] Chu W Y, Qiao L J, Li J X, et al. *Hydrogen Embrittlement and Stress Corrosion Cracking*. Beijing: Science Press, 2013
(褚武扬, 乔利杰, 李金许, 等. 氢脆和应力腐蚀和典型体系. 北京: 科学出版社, 2013)
- [21] HajyAkbari F, Sietsma J, Böttger A J, et al. An improved X-ray diffraction analysis method to characterize dislocation density in lath martensitic structures. *Mater Sci Eng A*, 2015, 639: 208
- [22] Song H Y, Hui W J, Fang B Y, et al. Enhanced mechanical properties of a V+Nb-microalloyed medium-carbon steel by controlled forging. *Mater Sci Eng A*, 2024, 899: 146450
- [23] Takai K, Watanuki R. Hydrogen in trapping states innocuous to environmental degradation of high-strength steels. *ISIJ Int*, 2003, 43(4): 520
- [24] Nie Y H, Kimura Y, Inoue T, et al. Hydrogen embrittlement of a 1500-MPa tensile strength level steel with an ultrafine elongated grain structure. *Metall Mater Trans A*, 2012, 43(5): 1670
- [25] Wei F G, Tsuzaki K. Response of hydrogen trapping capability to microstructural change in tempered Fe-0.2C martensite. *Scr Mater*, 2005, 52(6): 467
- [26] Liu Y, Wang M Q, Liu G Q. Hydrogen trapping in high strength martensitic steel after austenitized at different temperatures. *Int J Hydrogen Energy*, 2013, 38(33): 14364
- [27] Wang Q, Sun Y, Gu S J, et al. Effect of quenching temperature on sulfide stress cracking behavior of martensitic steel. *Mater Sci Eng A*, 2018, 724: 131
- [28] Inoue T, Kimura Y. Effect of initial Notch orientation on fracture toughness in fail-safe steel. *J Mater Sci*, 2013, 48(13): 4766
- [29] Watanabe J, Takai K, Nagumo M. Improvement of delayed fracture strength of high strength steels by intergranular ferrite precipitation. *Tetsu-to-Hagane*, 1996, 82(11): 947
- [30] Martiniano G A, Silveira Leal J E, Rosa G S, et al. Effect of specific microstructures on hydrogen embrittlement susceptibility of a modified AISI 4130 steel. *Int J Hydrogen Energy*, 2021, 46(73): 36539