

试验与研究

DOI:10.11973/lhjy-wl240306

# 表面处理后去氢间隔时间对材料性能的影响

刘翠翠, 李要锋, 王延涛, 熊明华, 张 垒, 邵明艳, 张明英, 李金凤, 赵胜楠, 赵 柯 (河南平芝高压开关有限公司, 平顶山 467013)

摘 要: 对高压电器产品中常用的42CrMo合金钢进行发黑和磷化表面处理,采用金相检验、拉伸试验、冲击试验、硬度测试、断口分析、氢元素质量分数测试等方法,分析了不同去氢间隔时间对材料性能的影响。结果表明: 经发黑和磷化表面处理后,随着去氢间隔时间的延长,材料的显微组织均为回火索氏体,材料的抗拉强度和断后伸长率均呈下降趋势,冲击吸收能量均呈先升高后降低的趋势,硬度变化较小,氢元素质量分数均逐渐增加;经发黑和磷化表面处理后,在2h内对材料进行去氢处理,去氢效果最佳。

关键词: 42CrMo 合金钢; 氢脆; 发黑; 磷化; 去氢间隔时间; 力学性能; 显微组织中图分类号: TB31; TG142; TG178 文献标志码: A 文章编号: 1001-4012(2025)02-0001-05

# The influence of dehydrogenation interval time after surface treatment on material properties

LIU Cuicui, LI Yaofeng, WANG Yantao, XIONG Minghua, ZHANG Lei, SHAO Mingyan, ZHANG Mingying, LI Jinfeng, ZHAO Shengnan, ZHAO Ke

(Henan Pingzhi High Voltage Switch Co., Ltd., Pingdingshan 467013, China)

**Abstract:** To conduct blackening and phosphating surface treatment on 42CrMo alloy steel commonly used in high-voltage electrical products, methods such as metallographic examination, tensile testing, impact testing, hardness testing, fracture analysis, and mass fraction of hydrogen element testing were used to analyze the effect of different dehydrogenation interval time on material properties. The results show that after blackening and phosphating surface treatment, with the extension of the dehydrogenation interval time, the microstructure of the material was tempered martensite, the tensile strength and elongation at break of the material showed a decreasing trend, the impact absorption energy first increased and then decreased, the hardness change was small, the mass fraction of hydrogen element gradually increased. After blackening and phosphating surface treatment, the material was subjected to dehydrogenation treatment within 2 hours, and the dehydrogenation effect was the best.

**Keywords:** 42CrMo alloy steel; hydrogen embrittlement; blackening; phosphating; dehydrogenation interval time; mechanical property; microstructure

高压电器产品运行的可靠性对电网的供电稳定性至关重要,其零部件的氢脆断裂<sup>[1]</sup>现象具有无征兆性、延时破坏性、无预判性等特点<sup>[2]</sup>,对工程产品的危害极大。

关于氢脆机制的研究较多<sup>[34]</sup>,包括氢致弱键理论、吸附诱导位错发射机制、氢化物理论、氢增强局

收稿日期: 2024-10-21

基金项目: 平高集团科技项目(PGKJ2023-342)

作者简介: 刘翠翠(1989—), 女, 硕士, 工程师, 主要从事气体 绝缘金属封闭开关设备的材料分析及工艺研究工作, liuccat0530@ 163.com 部塑性理论和氢压理论等。目前,广泛认为氢脆是应力、应变和氢扩散浓度共同作用的结果,在原材料的加工冶炼过程和零件的制造过程(如电镀、磷化、发黑、焊接等)中,氢原子进入材料内部,在内部残余应力和外部施加应力的作用下,氢原子向组织中的微孔、位错或相界处扩散富集<sup>[5-7]</sup>,当材料中的氢达到一定含量时,内部裂纹会迅速扩展,最终导致材料发生氢脆断裂。

进入金属材料中的氢分为可逆氢和不可逆氢。 可逆氢是指进入金属中的氢原子富集在晶格缺陷处 (如空位、位错、相界、夹杂等)<sup>[8-9]</sup>。氢原子的半径和



体积小、质量轻,可通过加热升温的方式去除,以达到消除氢脆的目的。常见的表面处理中,如电镀、酸洗过程中进入金属的氢原子就属于该种类型<sup>[10]</sup>。不可逆氢是指进入金属中的氢原子在夹杂物界面复合形成氢分子,或与钢中的碳元素发生甲烷化反应,生成新的化合物,这些氢会重新聚集鼓泡,氢鼓泡为不可逆,无法通过加热的方式去除<sup>[11]</sup>。关于消除氢脆现象的研究较多,但多数集中在去氢工艺,对去氢后的效果,如氢含量变化等的研究较少。

笔者对金属材料进行发黑和磷化表面处理,然后采用不同的去氢工艺处理材料,对材料去氢后的各项性能进行分析,结果可为金属材料中可逆氢的去除工艺提供参考。

# 1 试样制备与试验方法

#### 1.1 试样制备

试验材料为42CrMo合金钢,热处理方式为淬火回火,硬度为 $353\sim381$  HB。拉伸试样的结构如图1所示。冲击试样的尺寸(长度×宽度×高度)为10 mm  $\times10$  mm  $\times55$  mm, U型 缺口,深度为2 mm,底部曲率半径为1 mm。圆柱形试样的直径为20 mm,高度为20 mm。

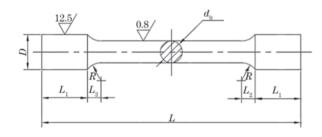


图 1 拉伸试样的结构示意

#### 1.2 试验方法

试样经过发黑和磷化表面处理,放置时间分别为1,2,3,4,5h,在相同的去氢条件下对试样进行去氢处理,去氢温度为190°,去氢时间为3h。另加工一组不去氢处理的试样,共计64

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》,采用电子万能试验机进行拉伸试验。按照GB/T 229—2020《金属材料 夏比摆锤冲击试验方法》,采用摆锤式冲击试验机进行冲击试验。按照GB/T 223.82—2018《钢铁 氢含量的测定 惰性气体熔融-热导或红外法》,采用氧氮氢分析仪测定试样中的氢含量。按照GB/T 231.1—2018《金属材料布氏硬度试验方法第1部分:试验方法》,采用布氏硬度计进行硬度测试。将试样磨制、抛光后,用4%(体积分数)的硝酸乙醇溶液腐蚀,利用光学显微镜观察试样的显微组织。用乙醇溶液反复清洗冲击试样的断口,利用扫描电镜(SEM)观察断口的微观形貌。

## 2 试验结果

#### 2.1 金相检验

未进行表面处理、发黑后间隔1h去氢和发黑后不去氢试样的显微组织形貌如图2所示。由图2可知:3个试样的显微组织均为回火索氏体,说明发黑处理1h后去氢处理过程未能达到相变条件,对材料的组织几乎不产生影响。

#### 2.2 拉伸试验

表面处理后去氢和不去氢试样的抗拉强度测试结果如表1所示。由表1可知:经发黑和磷化两

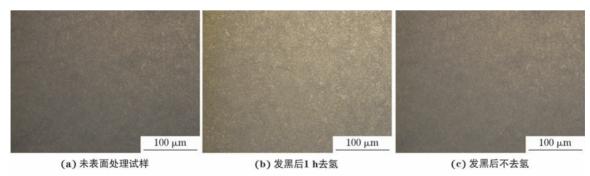


图 2 未进行表面处理、发黑后间隔 1 h 去氢和发黑后不去氢试样的显微组织形貌

种表面处理后,随着去氢间隔时间的延长,材料的抗拉强度均呈降低趋势。说明表面处理后,去氢间隔时间越长,氢原子向金属材料内部扩散和富集深度越深,材料组织缺陷处富集的氢原子增多,金属材料内部相界被原子半径很小的氢原子

填充,使材料的抗拉强度降低。

表面处理后去氢和不去氢试样的断后伸长率 测试结果如表2所示。由表2可知:经发黑和磷化两种表面处理后,随着去氢间隔时间的延长,材料的断 后伸长率均呈降低趋势,且数值较为接近;去氢间隔

	去复试样的抗拉强度测试结果

MI	2

试样状态 -	发黑处理				磷化处理			
	实测值1	实测值2	实测值3	平均值	实测值1	实测值2	实测值3	平均值
去氢间隔1h	1 160	1 140	1 150	1 150	1 150	1 145	1 145	1 147
去氢间隔2h	1 150	1 130	1 140	1 140	1 140	1 155	1 145	1 147
去氢间隔3h	1 130	1 140	1 140	1 137	1 145	1 145	1 145	1 145
去氢间隔4h	1 135	1 135	1 135	1 135	1 140	1 150	1 145	1 145
去氢间隔5h	1 140	1 135	1 130	1 135	1 135	1 150	1 140	1 142
不去氢	1 130	1 130	1 135	1 132	1 130	1 130	1 135	1 132

表 2 表面处理后去氢和不去氢试样的断后伸长率测试结果

试样状态 -	发黑处理				磷化处理			
	实测值1	实测值2	实测值3	平均值	实测值1	实测值2	实测值3	平均值
去氢间隔1h	16.0	15.5	15.5	15.7	16.0	14.5	15.5	15.3
去氢间隔2h	15.5	14.5	15.0	15.0	14.5	15.0	15.0	14.8
去氢间隔3h	15.0	14.5	14.5	14.7	14.5	15.0	14.5	14.7
去氢间隔4h	14.0	15.0	14.5	14.5	15.0	14.5	14.5	14.7
去氢间隔5h	14.0	14.5	15.0	14.5	15.0	14.5	14.5	14.7
不去氢	14.0	14.0	14.0	14.0	15.0	14.0	14.0	14.3

1h试样的断后伸长率达到15%~16%,去氢间隔 2~4 h试样的断后伸长率为14%~15%,发黑和 磷化后不去氢试样的断后伸长率分别为14.0%和 14.3%。说明在表面处理过程中的酸洗时,氢原子 进入42CrMo合金钢,材料的塑性对氢原子含量的 敏感性较低。

#### 2.3 冲击试验

表面处理后去氢和不去氢试样的冲击吸收能量 如表3所示。由表3可知:经发黑和磷化两种表面处

理后, 随着去氢间隔时间的延长, 材料的冲击吸收 能量均呈先升高后降低的变化趋势; 在间隔2h时, 试样的冲击吸收能量达到最大,在间隔4,5h时,试 样的冲击吸收能量与不去氢试样的冲击吸收能量几 乎相同:冲击吸收能量最大值和最小值相差不超过 10 J。说明在表面处理过程中的酸洗时, 氢原子在材 料内部聚集,存在分布不均现象,不同去氢间隔时间 会对试样的冲击吸收能量产生一定影响,去氢间隔 超过3h后,与不去氢效果相近。

表3 表面处理后去氢和不去氢试样的冲击吸收能量

试样状态 -	发黑处理				磷化处理			
	实测值1	实测值2	实测值3	平均值	实测值1	实测值2	实测值3	平均值
去氢间隔1h	96	98	95	96	94	92	92	93
去氢间隔2h	96	102	104	101	106	102	98	102
去氢间隔3h	98	96	100	98	94	94	96	95
去氢间隔4h	100	94	88	94	98	92	92	94
去氢间隔5 h	90	94	94	93	90	90	98	93
不去氢	96	94	96	95	94	90	96	93

# 2.4 断口分析

#### 2.4.1 宏观分析

发黑后去氢间隔1h、发黑后去氢间隔2h和发 黑后不去氢试样冲击断口的宏观形貌如图3所示。 由图3可知:发黑处理后去氢间隔1h和2h试样的断 口表面平整,均未见明显塑性变形,发黑处理后去氢 间隔2h试样断口的剪切唇较大,放射区较小;发黑 后不去氡试样断口的放射区最大。

# 2.4.2 微观分析

发黑后去氢间隔2h和发黑后不去氢试样冲 击断口的SEM形貌如图4所示。由图4可知:去 氢试样断口的韧窝分布均匀,呈韧性断裂特征;

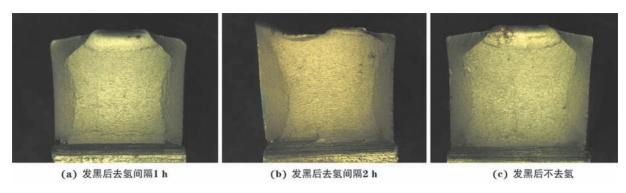


图 3 发黑后去氢间隔 1 h、发黑后去氢间隔 2 h 和发黑后不去氢试样冲击断口的宏观形貌

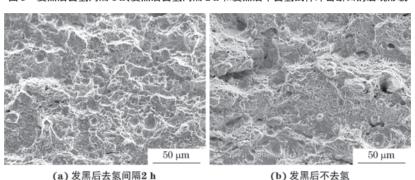


图 4 发黑后去氢间隔 2 h 和发黑后不去氢试样冲击断口的 SEM 形貌

不去氢试样的断口韧窝分布不均,呈准解理断裂特征。

#### 2.5 硬度测试

试样硬度与去氢间隔时间的关系如图 5 所示。由图 5 可知: 发黑后不同去氢间隔时间试样的硬度基本一致,为 364~367 HB; 去氢间隔 1 h和 2 h时,试样的硬度较高,去氢间隔 3 h以上,试样的硬度几乎没有变化;磷化后不同去氢间隔时间试样的硬度基本一致,为 358~361 HB,不去氢试样的硬度比去氢试样的硬度略低;采用同一种方式进行表面处理,试样的硬度与去氢的关系不大,发黑试样的硬度比磷化试样的硬度高约 5 HB。发黑处理温度为  $140 \, ^{\circ}$ 个中温磷化温度为  $65 \, ^{\circ}$ 个,说明越接近室温,材料的氢脆敏感性越高,硬度随之降低。

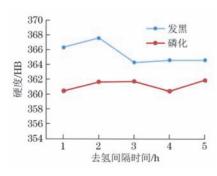


图 5 试样硬度与去氢间隔时间的关系

### 2.6 氢元素质量分数测试

试样氢元素质量分数与去氢间隔时间的关系如图6所示。由图6可知:经发黑和磷化两种表面处理后,随着去氢间隔时间的延长,试样的氢元素质量分数均逐渐增加;磷化后去氢间隔1h试样的氢元素质量分数最低;发黑后去氢间隔1h试样的氢元素质量分数最低。经分析,不去氢试样的氢元素质量分数最大。经发黑和磷化处理后,溶入金属中的氢原子富集在晶格缺陷(如空位、位错、晶界、夹杂等)处,可通过加热的方式去氢,在190℃条件下保温3h,可去除发黑和磷化过程中酸洗时进入试样中的氢。

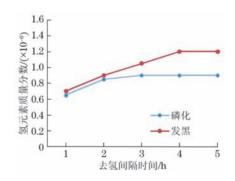


图 6 试样氢元素质量分数与去氢间隔时间的关系

### 3 结论

(1)经发黑和磷化表面处理后,随着去氢间隔时间的延长,材料的抗拉强度和断后伸长率均呈降低



趋势,不去氢试样的抗拉强度和断后伸长率较去氢试样低;发黑和磷化后去氢间隔1h试样的抗拉强度和断后伸长率最佳。

- (2)经发黑和磷化表面处理后,随着去氢间隔时间的延长,材料的冲击吸收能量呈先升高后降低的趋势,去氢间隔2h试样的冲击吸收能量最高。
- (3)经发黑和磷化表面处理后,随着去氢间隔时间的延长,材料的显微组织与不去氢试样相同,均为回火索氏体。
- (4)经发黑和磷化表面处理后,随着去氢间隔时间的延长,材料的硬度变化小于5HB,去氢间隔时间对材料硬度的影响较小;发黑处理试样的硬度比磷化处理试样的硬度高。
- (5)经发黑和磷化表面处理后,随着去氢间隔时间的延长,材料的氢元素质量分数均呈升高趋势。

# 参考文献:

[1] 孙明道, 田金涛, 肖鹤旋, 等. 252 kV GIS机构止动螺栓的断裂失效分析[J]. 理化检验(物理分册), 2018, 54(8): 602-606.

- [2] 韩克甲,赵晓辉,李洪伟. 35CrMo钢高强螺栓断裂失效分析[J]. 理化检验(物理分册), 2017, 53(6): 434-436.
- [3] 李啸东,陈端杰. 表面处理过程中的典型氢脆现象[J]. 四川兵工学报,2009,30(3);122-123.
- [4] 刘德林,陶春虎,刘昌奎,等. 钢氢脆失效的新现象与新认识[J]. 失效分析与预防,2015,10(6): 376-383.
- [5] 褚武扬, 乔利杰, 李金许, 等. 氢脆和应力腐蚀-基础部分[M]. 北京: 科学出版社, 2013.
- [6] 陶春虎. 航空装备失效典型案例分析[M]. 北京: 国防工业出版社,1998.
- [7] 李金桂. 电镀氢脆故障及应对措施[J]. 材料保护, 2006, 39(8): 51-53.
- [8] 华丽,徐宏,朱奎龙,等. 2.25Cr-1Mo钢回火脆化对氢 脆的影响[J]. 机械工程材料,2004,28(2):17-20.
- [9] 刘德林,胡小春,何玉怀,等.从失效案例探讨钢制紧固件的氢脆问题[J]. 材料工程,2011,39(10);78-83.
- [10] 马鸣. 基于金相检测法的钢质零件氢脆缺陷分析[J]. 柴油机设计与制造, 2022, 28(1): 36-40.
- [11] 孙小炎. 螺栓氢脆问题研究[J]. 航天标准化, 2007(2): 1-9.