

62.1976/002

Mei 1976.

Onderzoek naar de mogelijke invloed van het percentage ferriet in een austenitische las op de gevoeligheid voor waterstofscheuren in de warmteïnvloedszone van koolstofstaalsoorten

door: P.J.M. Janssen
onder leiding van: Prof. Dr. Ir. H.G. Geerlings
Ir. W.P. van den Blink
Ir. J. Kapteijn

deel A: tekst

TECHNISCHE HOGESCHOOL DELFT
BIBLIOTHEEK METAALKUNDE

95
73/I

Inhoud

	pag.
Lijst van gebruikte symbolen	3
Inleiding	4
I Noodzakelijke voorwaarden voor het optreden van waterstofscheuren in de warmteïnvloedszone	5
II Het mechanisme van waterstofscheuren in de warmteïnvloedszone	9
III Proefuitvoering en resultaten	14
IV Discussie	19
V Conclusies en suggesties	26
VI Summary	27
Literatuur	29
Herkomst van de figuren	31

Lijst van gebruikte symbolen.

B	= barometerstand	cmHg
C	= concentratie van de waterstofatomen in de vangplaatsen	mol/mol
C _o	= concentratie van de waterstofatomen in het ongestoorde rooster	mol/mol
Ce	= koolstofequivalent = $\%C + \frac{\%Mn}{6} + \frac{\%Cr + \%Mo + \%V}{5} + \frac{\%Cu + \%Ni}{15}$	
Cr _{eq}	= chromeequivalent = $\%Cr + 1,5 \cdot \%Si + 0,5 \cdot \%Nb + \%Mo$	
Cr' _{eq}	= $\%Cr$	
E	= warmteïnbreng per lengteëenheid	J/mm
E'	= warmteïnbreng	J
G	= hoeveelheid neergelegd lasmetaal per lengteëenheid	g/mm
G'	= hoeveelheid neergelegd lasmetaal	g
H	= het hoogteverschil van de kwikkolom tussen de beide benen van het kwikvacuümapparaat	cmHg
HV	= Vickershardheid, belasting 100 g	kg/mm ²
I	= lasstroom	A
L	= laslengte	mm
Ni _{eq}	= nikkelequivalent = $\%Ni + 30 \cdot \%C + 0,5 \cdot \%Mn$	
Ni' _{eq}	= $\%Ni + 30 \cdot \%C$	
P	= vermogen, waarmee gelast wordt	W
R	= gasconstante	J/K, mol
T	= temperatuur	°C, K
V	= het gemeten volume diffundeerbare waterstof	ml
V _b	= bindingsenergie, waarmee het waterstofatoom in de vangplaats gebonden is	J/mol
V _b	= boogspanning	V
V _H	= de hoeveelheid diffundeerbare waterstof per 100 g lasmetaal bij 0°C en 1 atm.	ml/100 g
W	= het gewicht van het lasmetaal op het proefblokje	g
s	= voortloopsnelheid	mm/s
t	= lastijd	s
x	= het gedeelte van het aantal beschikbare plaatsen in de vangplaatsen, dat door waterstofatomen is bezet	
σ _o	= treksterkte van geharde en gekerfde proefstaven zonder waterstof	kg/mm ²
σ _H	= treksterkte van geharde en gekerfde proefstaven met waterstof beladen	kg/mm ²

Inleiding.

Ten gevolge van het leggen van een las kunnen er verschillende soorten fouten ontstaan. Een aantal mogelijke scheuren zijn (fig. 1):

- a. randscheuren, toe-cracks
- b. scheuren in de wortel van de las, root-cracks
- c. microscheuren, micro-cracks
- d. scheuren onder de las, underbead-cracks.

Het onderzoek heeft zich gericht op de scheuren onder de las, de underbead-cracks, ook wel genoemd koudscheuren, waterstof geïnduceerde scheuren of waterstofscheuren. Deze laatste term zal voortaan gebruikt worden.

Het lassen van ferritische staalsoorten met ferritisch lasmetaal kan waterstofscheuren in de warmteïnvloedszone tot gevolg hebben.

Hierbij zijn verschillende factoren van belang, o.a. de concentratie van de bij het lassen geïntroduceerde waterstof (hoofdstuk I).

Bij afkoelen zal het ferritische lasmetaal oververzadigd kunnen raken met waterstof t.g.v. de steeds kleinere oplosbaarheid. Omdat de diffusiesnelheid van waterstof groot is, zal er gemakkelijk waterstof naar de warmteïnvloedszone diffunderen. Is de afkoelsnelheid groot geweest, dan kan deze zone een harde en brosse structuur hebben, waarin waterstofscheuren kunnen ontstaan. Bij moeilijk lasbare staalsoorten verkleint men de kans op waterstofscheuren aanzienlijk en kan men tevens een warmtebehandeling na het lassen ontgaan door gebruik te maken van een elektrode met een austenitische neersmelt. De oplosbaarheid van waterstof in austeniet is nl. t.o.v. ferriet groter (geen oververzadiging) en tevens is de diffusiesnelheid kleiner, waardoor veel minder waterstof naar de warmteïnvloedszone diffundeert, met als gevolg minder verbrossing en een geringe kans op waterstofscheuren.

De lage rekgrens van austenitisch lasmetaal speelt hierbij evenwel ook een rol (hoofdstuk II).

Lasmaal met een volledig austenitische structuur is echter warmte-scheur-gevoelig; om dit te verminderen, zorgt men ervoor, dat de neersmelt een bepaald percentage ferriet bevat.

Hierdoor is het mogelijk, dat de oplosbaarheid van waterstof daalt, waardoor er een grotere kans op oververzadiging ontstaat en tevens meer diffusie naar de warmteïnvloedszone plaatsvindt, vooral indien de ferriet als een netwerk aanwezig is (hoofdstuk II).

Het doel van het onderzoek was, om na te gaan of:

- dit inderdaad gebeurt;
- dit scheuren tot gevolg kan hebben;
- er afhankelijkheid is van het ferrietgehalte in het austenitische lasmetaal met betrekking tot zowel de grootte van de waterstofdiffusiestroom, als de mate van scheuren.

I Noodzakelijke voorwaarden voor het optreden van waterstofscheuren in de warmteïnvloedszone.

Vier factoren moeten aanwezig zijn voor het optreden van waterstofscheuren:

1. de aanwezigheid van waterstof,
2. het ontstaan van een gevoelige structuur in de warmteïnvloedszone,
3. een voldoende lage temperatuur,
4. het werkzaam zijn van spanningen.

De scheuren ontstaan voornamelijk de eerste uren na het lassen.

ad 1. De aanwezigheid van waterstof.

De concentratie van de waterstof in het lasmetaal is afhankelijk van de concentratie in de boogatmosferaer (fig. 2).

De afkoelsnelheid heeft invloed op de grootte van de waterstofconcentratie die in het lasmetaal ingevroren wordt (hoe groter de afkoelsnelheid, des te meer wordt ingevroren).

De mate waarin de (atomaire) waterstof naar de warmteïnvloedszone diffundeert, is afhankelijk van concentratie- en oplosbaarheidsverschillen. De diffusiesnelheid bepaalt de snelheid waarmee de waterstof naar en in de warmteïnvloedszone diffundeert.

De waterstof, die bij lassen optreedt, heeft verschillende bronnen:

- a. vocht in de bekleding:
 - geadsorbeerd water,
 - water gevormd uit bekledingsbestanddelen,
 - gebonden water in de silicaatstructuur.

In deze volgorde is het water steeds vaster gebonden, verdampt hierdoor moeilijker, dus later door de boogwarmte en is daardoor in toenemende mate gevaarlijk: er komt in genoemde volgorde een steeds groter percentage van het vrijkomende water in de boogatmosferaer, dat daar wordt gedissocieerd, waardoor de concentratie atomaire waterstof in de boogatmosferaer stijgt.

- b. gehydrateerde oxydes van het oppervlak,
- c. olie, vuil etc. aan het oppervlak.

ad 2. Het ontstaan van een gevoelige structuur in de warmteïnvloedszone.

Dit is alleen mogelijk als het basismateriaal in principe scheurvoelig gemaakt kan worden. Van invloed hierop zijn de chemische samenstelling, de temperatuur waarop verhit wordt en de afkoelsnelheid daarna.

De warmteïnvloedszone wordt tijdens het lassen tot een hoge temperatuur verhit, gevolgd door afschrikken door het omgevende basismateriaal, wat harding veroorzaakt. In het algemeen geldt bij gegeven samenstelling: hoe harder de microstructuur, hoe brosser het materiaal is (fig. 3), en des te groter is het risico van scheuren.

Zachtere structuren kunnen meer waterstof bevatten voordat scheuren optreden. De mate van harding hangt van verschillende factoren af nl. :

- a. de hardbaarheid, die in hoofdzaak door de chemische samenstelling wordt bepaald. Het verband tussen hardbaarheid en chemische samenstelling moet (proefondervindelijk) bepaald worden. De chemische samenstelling wordt hiervoor wel samengevat door een of andere empirische formule, waarin alle elementen een bepaalde waarde ten opzichte van C wordt toegekend: het koolstofequivalent CE (b.v. de I.I.W.-formule:

$$CE = \%C + \frac{\%Mn}{6} + \frac{\%Cr + \%Mo + \%V}{5} + \frac{\%Cu + \%Ni}{15} \quad (1).$$

- b. de afkoelsnelheid, met name in dat temperatuurgebied, waarin transformaties plaatsvinden. Men neemt hiervoor als maatstaf b.v. het tijdsverloop voor afkoeling van 800°C tot 500°C, of de afkoelsnelheid bij 300°C.

De afkoelsnelheid is te beïnvloeden door:

- de dikte van de te lassen plaat: hoe dikker, des te groter is de afkoelsnelheid;
- het al dan niet voorverwarmen en/of na het lassen op temperatuur houden;
- de warmteïnbreng E bij het lassen te variëren:

$$E = \frac{V_b \cdot I}{s} \quad \frac{J}{mm} \quad (2)$$

met V_b = boogspanning in V,

I = lasstroom in A,

s = voortloopsnelheid in mm/s.

Een hogere lasstroom en of een kleinere voortloopsnelheid hebben een grotere warmteïnbreng tot gevolg, waardoor een langzamere koeling ontstaat.

(Strikt genomen moet E worden vermenigvuldigd met een warmterendementsfactor η ; deze wordt eenvoudigheidshalve buiten beschouwing gelaten, omdat voor een bepaald lasproces deze factor als constant mag worden beschouwd.)

Men neemt vaak een kritische hardheid (b.v. 350 HV) aan, waarboven er kans op scheuren is en daaronder niet. Uit het grafische verband tussen afkoelsnelheid en CE kan men dan direct aflezen of er kans op scheuren is of niet (fig. 4).

ad 3. Een voldoende lage temperatuur.

Waterstofscheuren in en waterstofbrosheid van ferritische staal-soorten ontstaan ongeveer bij kamertemperatuur. Dat juist bij kamertemperatuur de ongunstige invloed van waterstof het grootst is op de mechanische eigenschappen, wordt geïllustreerd door fig. 5. In deze figuur is de treksterkte bepaald van geharde en gekerfde proefstaven, waarbij de reksnelheid constant werd gehouden. De treksterkte van de met waterstof beladen proefstaven is (binnen het temperatuurbereik van de figuur) bij iedere temperatuur lager dan die van de staven zonder waterstof. De minimale treksterkte treedt op bij toepassing van de laagste reksnelheid (0,005 cm/min.) en ligt bij ca. kamertemperatuur.

In vele gevallen zal een gelaste constructie functioneren rond kamertemperatuur, dus bij de temperatuur waar waterstof het gevaarlijkst is. De methode om brosheid en scheuren te vermijden berust dan ook vaak op het terugbrengen van de waterstofconcentratie tot een ongevaarlijk niveau. Dit kan op verschillende wijzen:

- a. door voor te verwarmen; hierdoor wordt de afkoelsnelheid verlaagd.
- b. door na het lassen de temperatuur niet beneden de bovengrens van het kritische temperatuurgebied (ca. 150 à 200°C) te laten zakken.
- c. door combinatie van methode a en b.

Alle manieren berusten erop, dat bij hogere temperatuur méér van de bij het lassen ingevoerde waterstof uit de constructie diffundeert. Een neveneffect van met name voorverwarmen is, dat een minder gevoelige structuur ontstaat.

ad 4. Het werkzaam zijn van spanningen.

Bij de bestudering van waterstofscheuren kunnen we naar de oorsprong onderscheiden:

- a. directe spanningen in de las en de warmteïnvloedszone, ten gevolge van de temperatuurgradiënten en faseomzettingen bij het afkoelen na het lassen. Deze spanningen zijn onvermijdelijk.
 - b. indirecte of "restrained" spanningen, ten gevolge van de gelegde las, doordat de basisdelen van de verbinding niet vrij kunnen
- spanningen zijn door het ontwerp te beperken (al

c. externe spanningen, als de constructie nog steeds gevoelig is voor waterstofscheuren (tot 48 uur of langer na het lassen).

Men denke hierbij aan reparatielassen of het te snel uitvoeren van een persproef.

Al deze spanningen moeten opgevangen worden door rek in het lasmetaal en de basismaterialen.

Men neemt min of meer als vaststaand aan, dat de waterstof diffundeert naar plaatsen, waar een drieassige spanningstoestand heerst, zodat daar de verbrossing het grootst is. Dit is b.v. het geval bij de scherpe overgangen van de las ("toe", "root") en bij kerven ten gevolge van insluitels en andere fouten, en daar is de kans op scheuren het grootst.

Samenvattend kan men zeggen, dat vier factoren het optreden van waterstofscheuren bepalen. Men kan deze scheuren vermijden door één van deze vier uit te schakelen of de combinatie van deze factoren op een onschadelijk niveau te brengen. De manier waarop dit kan, is direct of indirect in het voorgaande aangegeven.

II Het mechanisme van waterstofscheuren in de warmteïnvloedszone.

Voor een basismateriaal van koolstofstaal, dat een martensiettransformatie ondergaat, verklaart Granjon (lit. 4) het mechanisme als volgt (zie ook fig. 6): er wordt gelast met een elektrode, die een neersmelt geeft van (eveneens) koolstofstaal. Doordat het koolstofgehalte van het lasmetaal laag ($0,1$ à $0,2^{\text{g}}\text{oC}$) is t.o.v. het basismateriaal (ca. $0,4^{\text{g}}\text{oC}$ of meer) transformeert het lasmetaal bij een hogere temperatuur dan het basismateriaal. Dit verklaart ook, waarom in het lasmetaal geen martensiet ontstaat.

T_{F} in het lasmetaal en T_{B} in de warmteïnvloedszone zijn in fig. 6 isothermen.

Rechts van T_{F} is het lasmetaal austenitisch en t.g.v. het lassen met atomaire waterstof beladen. De waterstof is, evenals in de ferrietfase, interstitieel opgelost.

Er zal geen of weinig waterstof in de onderliggende laag van het basismateriaal dringen, omdat hiervoor weinig tijd is en de diffusiesnelheid van waterstof in austeniet (fig. 7) laag is: de waterstof zal in het lasmetaal blijven.

Links van T_{F} is het lasmetaal getransformeerd in een ferritische structuur. De oplosbaarheid van de waterstof daalt daardoor abrupt (fig. 8), de structuur is heel vaak zelfs oververzadigd, en tegelijkertijd stijgt de diffusiesnelheid met een sprong (fig. 7). De waterstof zal hierdoor naar en in de warmteïnvloedszone diffunderen, zoals aangegeven via het grensvlak AB in fig. 6. Deze zone heeft echter nog een austenitische structuur, zodat de indringdiepte klein is vanwege de lage diffusiesnelheid.

Op deze wijze ontstaat een waterstofrijk front, vlak onder de smeltlijn.

Links van de isotherm T_{B} transformeert het austenitische basismateriaal in martensiet. T.g.v. het waterstofrijke front is deze martensiet plaatselijk beladen met waterstof. Is de concentratie hoog genoeg dan treedt onmiddellijk brosheid op en als daarbij de spanningen t.g.v. het afkoelen en de transformaties boven de bezwijkspanning komen, dan ontstaan meteen waterstofscheuren.

Verderop zal ingegaan worden over de wijze, waarop men zich de verbrossing door waterstof en het ontstaan van waterstofscheuren denkt.

Het gebruik van een austenitische Cr-Ni-elektrode heeft het voordeel, dat er geen transformatie van het lasmetaal optreedt.

Het austenitische lasmetaal houdt de waterstof vast, doordat de oplosbaarheid groter en de diffusiesnelheid kleiner is (fig. 8 en 7), zodat er slechts weinig waterstof de warmteïnvloedszone indiffundeert. Hierdoor wordt de waterstofverbrossing van de martensiet veel minder en stijgt de bezwijkspanning, waardoor deze in het algemeen boven de optredende spanningen komt te liggen en er geen scheuren ontstaan. Een bijkomend voordeel is, dat het austenitisch lasmetaal een lage rekgrens heeft en door plastische vervorming de optredende spanningen nivelleert, vóórdat deze scheuren in de martensiet veroorzaken. Een nadeel kan de relatief grotere uitzettingscoëfficiënt zijn (meer krimp, wat grotere spanningen kan geven).

De gedachte is nu geweest, dat als de austeniet een bepaald percentage ferriet bevat (wat vaak het geval is om warscheuren tijdens de stolling van het lasmetaal te voorkomen) de oplosbaarheid van waterstof daalt en meer diffusie naar de warmteïnvloedszone plaatsvindt, waardoor de verbrossing daar toeneemt en de bezwijkspanning lager wordt; tevens komt de rekgrens van het austenitische lasmetaal hoger te liggen.

Het bovenstaande zal vooral het geval zijn, als de ferriet als een netwerk aanwezig is. Het is nu mogelijk, dat de bezwijkspanning van de martensiet onder de optredende spanningen komt te liggen, waardoor weer waterstofscheuren kunnen ontstaan.

Zoals vermeld, lost waterstof atomair en interstitieel in staal op. De diffusiesnelheid van waterstof is erg groot t.o.v. andere elementen. Dit komt doordat het waterstofatoom erg klein en de verplaatsing waarschijnlijk plaatsvindt door verspringen van het nog veel kleinere proton volgens:



Verontreinigingen en roosterfouten, met name dislocaties, werken bij betrekkelijk lage temperaturen als vangplaatsen voor de waterstofatomen, omdat deze plaatsen energetisch gunstiger zijn dan de normale interstities. De concentratie C van de waterstofatomen in de vangplaatsen voldoet aan een Boltzmannverdeling volgens een formule van Cottrell

$$C = C_0 \cdot \exp(-V_b/RT) \quad (4)$$

met C_0 = waterstofconcentratie in het ongestoorde rooster in mol/mol

V_b = de bindingsenergie waarmee het waterstofatoom in de dislocatie gebonden is in J/mol

R = gasconstante in J/K, mol

T = absolute temperatuur in K

waarbij C hoger wordt naarmate $-V_b$ groter is.

Plastische vervorming impliceert een verplaatsing van dislocaties, waartoe deze losgemaakt moeten worden van de atoomketens. De in de dislocaties opgeloste waterstof verhoogt de spanningen, die nodig zijn om dit losmaken te bewerkstelligen. Scheurvorming zal ontstaan als de bezwijkspanning lager is, dan de spanning die nodig is om de dislocaties te verplaatsen. De meest gevaarlijke plaatsen zijn die waar een drieassige spanningstoestand heerst, zoals in de buurt van kerven.

Voor de interstieel opgeloste atomaire waterstof bestaat de mogelijkheid zich in moleculaire vorm in roosterfouten van voldoende volume af te scheiden, waardoor de vrije enthalpie (G) van het staal meer daalt, dan door binding aan de dislocaties. De opgeloste waterstof is in evenwicht met de gasvormige volgens:



waarbij de evenwichtsconstante

$$K = \frac{[\text{H}]^2}{P_{\text{H}_2}} \quad (6)$$

zodat de waterstofconcentratie evenredig is met de wortel uit de waterstofdruk, als de waterstof zich als ideaal gas gedraagt.

In fig. 9 is dit verband weergegeven, echter rekening houdend met de afwijkingen van het ideale gas.

Plaatselijk kunnen hierdoor grote gasdrukken ontstaan, welke daar een extra spanning veroorzaken.

De gevaarlijkste plaatsen waar dit op kan treden is in scheurkiemen. Deze denkt men zich ontstaan, door een opeenhoping en samenvloeiing van een aantal dislocaties. In fig. 10 is de wijze weergegeven zoals Zener en Stroh zich dit denken. Voor α -ijzer heeft Cottrell een ander mechanisme gegeven, zoals fig. 11 laat zien.

In beide gevallen ontstaat een scheurkiem met een scherpe kerf, welke door de grotere waterstofconcentratie in de dislocaties, de hoge waterstofdruk in de scheurkiem en de optredende spanningen uit kan groeien tot een scheur. Dit gebeurt stapsgewijze, doordat bij ieder stapje de spanningen tijdelijk afnemen, mede doordat het gebied direct achter de scheurtip minder bros zal zijn en door plastische vervorming de spanningen en de scheur opvangt en doordat het volume van de scheur(kiem) groter is geworden, zodat de waterstofdruk daalt. Door diffusie zal de waterstof nu naar de nieuwe voor de kerftip liggende dislocaties moeten gaan en zal tevens de waterstofdruk weer opgebouwd moeten worden.

Er is dus een zekere incubatietijd nodig voor de scheurvorming begint en ook is tijd nodig voor iedere volgende scheuruitbreiding. Dat er een verband is tussen de waterstofatomen, de vangplaatsen en de mate van brosheid is als volgt aannemelijk gemaakt (lit. 3): De waterstofconcentratie in het ongestoorde rooster is C_0 . De vangplaatsen hebben een aantal beschikbare plaatsen voor waterstofatomen dat op één wordt gesteld. Het gedeelte x daarvan is werkelijk bezet. x zal een functie zijn van C_0 en T van de vorm:

$$\frac{x}{1-x} = C_0 f(T) \quad (7)$$

Bij constante temperatuur is:

$$\frac{x}{1-x} \sim C_0 \quad (8)$$

D.m.v. de terksterkte is de mate van brosheid bepaald van geharde en gekerfde proefstaven, al dan niet beladen met waterstof. De proefstaven zijn gekerfd om op de plaats van de kleinste doorsnede, waar de spanningsconcentratie het hoogst is, een drieassige spannings-toestand te creëren en zodoende juist daar de waterstofverbrossing te laten ontstaan.

Nemen we nu aan, dat de mate van brosheid een functie is van x , zodanig dat:

$$x \sim \frac{\sigma_0 - \sigma_H}{\sigma_0} \quad (9)$$

met σ_0 = treksterkte van geharde en gekerfde proefstaven zonder waterstof

σ_H = treksterkte van geharde en gekerfde proefstaven met waterstof beladen.

De treksterkte werd bij kamertemperatuur bepaald met constante reksnelheid (0,04 cm/min.).

De mate van brosheid zal bij $T = \text{constant}$ alleen van C_0 afhangen volgens:

$$C_0 \sim \frac{\sigma_0 - \sigma_H}{\sigma_H} \quad (10) \quad (\text{uit } (8) \text{ en } (9))$$

Uit de proeven bleek, dat het verband tussen C_0 en $\frac{\sigma_0 - \sigma_H}{\sigma_H}$

een rechte door de oorsprong was (fig. 12), waaruit volgt dat de aanname juist was.

Ook de invloed van de temperatuur op bovenstaand verband heeft men verklaard (lit. 3): hiervoor wordt gebruik gemaakt van fig. 5.

Uitgaande van een bepaalde waterstofconcentratie in het ongestoorde rooster C_0 is er voor iedere temperatuur een maximum aantal waterstofatomen, dat in een dislocatie gebonden is, volgens formule (4):

$$C = C_0 \cdot \exp(-V_b/RT) .$$

Dit aantal daalt met stijgende temperatuur en is dan tevens minder vast gebonden aan die dislocaties t.g.v. de grotere beweeglijkheid van de atomen en de dalende bindingsenergie. De blokkering van de dislocaties door de daar opgeloste waterstofatomen daalt hierdoor en de verbrossing wordt minder.

Er is dus bij iedere temperatuur een bepaalde maximale brosheid.

Dit is de verklaring van de rechter rechte lijn in fig. 5.

Afhankelijk van de reksnelheid treden er bij dalende temperatuur afwijkingen op van deze lijn. De verklaring hiervan is dat bij een gegeven reksnelheid beneden een bepaalde temperatuur voor de waterstofatomen de dislocaties te snel bewegen om deze maximaal te blokkeren: de diffusiesnelheid van de waterstofatomen is te laag om in contact te blijven met de dislocaties.

Het gevolg is een afnemende interactie tussen de waterstofatomen en de dislocaties en dientengevolge verminderde brosheid. Hoe lager de reksnelheid, hoe langer de blokkering maximaal is.

Dit verklaart, waarom voor iedere reksnelheid de afwijking bij een andere temperatuur begint en de linker lijnen niet samenvallen en tevens waarom de brosheid afneemt: bij iedere temperatuur ligt de diffusiesnelheid van de waterstofatomen vast, dus de interactie tussen de waterstofatomen en de dislocaties wordt alleen bepaald door de bewegingssnelheid van de dislocaties en deze wordt direct bepaald door de reksnelheid (vervormingssnelheid).

Het voorgaande is de achtergrond en de basis geweest voor de proefopzet en voor de verklaring van de verkregen resultaten, welke in de volgende hoofdstukken besproken worden.

III Proefuitvoering en resultaten.

Achtereenvolgens zullen besproken worden:

1. de gebruikte materialen
 - de basismaterialen
 - de elektrode
2. de opzet van de scheurproef
 - het lassen
 - het scheuronderzoek
 - de hardheidsmetingen
3. de waterstofbepaling
 - het aantal ml diffundeerbare H₂ per 100 g lasmetaal (0°C, 1 atm)
 - wáár de waterstof uit het proefstuk treedt
4. de bepaling van het percentage ferriet in de austenitische las
 - uit het Schaefflerdiagram
 - optisch m.b.v. de Quantimet.

ad 1. De eisen die gesteld werden waren:

aan de basismaterialen - ferritisch van structuur

- grote scheurgevoeligheid

aan de elektrode - een austenitische neersmelt

aan de combinatie basismaterialen-elektrode

- het ontstaan bij het lassen van een
behoorlijke variatie in het ferrietgehalte
van het lasmetaal.

Gekozen werd voor een serie koolstofstaalsoorten, waarvan de chemische samenstelling bepaald is en opgenomen in tabel 1.

De scheurgevoeligheid wordt in principe bepaald door de mate van hardheid en brosheid van de warmteïnvloedszone. De consequentie was, dat een zeer grote afkoelsnelheid gerealiseerd moest worden om dit te bereiken (zie ad 2).

De elektrode was een austenitische Cr-Ni rutielelektrode met een diameter van 4 mm (Oerlikon Soudocrom D); het lasproces was elektrisch booglassen met de hand; er werd wisselstroom gebruikt.

De chemische samenstelling van het zuiver neergesmolten lasmetaal is eveneens in tabel 1 vermeld.

Uit de samenstellingen van basismaterialen en elektrode kunnen het nikkelequivalent (austenitiserende elementen)

$$Ni_{eq} = \%Ni + 30 \cdot \%C + 0,5 \cdot \%Mn$$

en het chroomequivalent (ferritiserende elementen)

$$Cr_{eq} = \%Cr + 1,5 \cdot \%Si + 0,5 \cdot \%Nb + \%Mo \quad (12)$$

berekend worden.

M.b.v. deze equivalenten (in tabel 1 opgenomen) kan de plaats van de materialen in het Schaefflerdiagram (fig. 13) bepaald worden. Tussen de punten, die de basismaterialen en de elektrode weergeven, zijn dunne lijnen getrokken. De lasmetaalsamenstelling ligt theoretisch op deze lijnen en wel bij een opmengverhouding basismateriaal : elektrode = 1 : 2 (fig. 13).

N.b. De structuur van de basismaterialen komt niet overeen met de structuur, die het Schaefflerdiagram aangeeft. De aanname was echter dat de lasmetaalsamenstelling toch op deze wijze bepaald kon worden en dit bleek naderhand vrij goed te kloppen.

ad 2. Uit de ronde staven basismateriaal (koudgetrokken en normaal-gegloeid) werden proefstukken vervaardigd met een lengte van 75 mm, waaraan twee evenwijdige vlakken met een breedte van 15 mm geschaafd zijn (fig. 14). Op deze vlakken is de las gelegd.

Bij het lassen werd een methode, beschreven door Stout en D'Orville Doty (lit. 10), gevolgd. Hierbij is het proefstuk in een met water gevulde bak gelegd, zodanig dat het te lassen oppervlak 2 à 3 mm boven het wateroppervlak ligt. Op deze wijze ontstaat een grote afkoelsnelheid, zodat het lassen op een grote dikke plaat gesimuleerd wordt. Door het gelaste proefstuk direct na het lassen geheel in koud water te dompelen en af te schrikken, wordt deze afkoelsnelheid nog vergroot. Deze werkwijze bevordert niet alleen de harding, maar ook het invriezen van de waterstof.

Aangezien de boogspanning V_b ongeveer constant 21 V was, de lasstroom I ingesteld werd op 130 A, en de warmteïnbreng E bepaald wordt door formule (2): $E = (V_b \cdot I) / s$ (J/mm), is de voortloopsnelheid s de enige variabele grootheid, die de warmteïnbreng bepaalt en dus de opmenging.

De warmteïnbreng varieerde tussen 450 en 1050 J/mm. Van belang is de reciproke waarde van de voortloopsnelheid (1/s), welke berekend wordt uit de laslengte en de lastijd (tabel 3). Het proefstuk bleef na het lassen minimaal vier dagen liggen, om eventuele waterstofbellen en -scheuren te laten ontwikkelen (zie ad 3).

Na deze tijd is het gewicht van het neergelegde lasmetaal bepaald, waardoor de hoeveelheid lasmetaal per lengteëenheid G (g/mm) berekend kan worden (tabel 3).

Vervolgens werd het proefstuk doorgeslepen in de lengterichting, midden door de las (volgens doorsnede AA in fig. 14) en één van de helften geslepen, gepolijst en licht aangeëtst met 3% nital plus pikrinezuur, waarna het scheuronderzoek plaatsvond.

Door de totale lengte van de waterstofscheuren te bepalen en deze te delen door de lasrupslengte, verkrijgt men de fractie, die gescheurd is. Bij overlappende scheuren wordt de overlap niet geteld (fig. 15).

Het bleek echter, dat niet alleen waterstofscheuren, maar ook hardingsscheuren onder de start en het einde (de krater) van de las waren ontstaan. Twee voorbeelden geven de foto's 1 en 2. Ook deze scheuren zijn op dezelfde wijze gemeten. De resultaten van deze bepalingen staan vermeld in tabel 4.

Per preparaat zijn vier series hardheidsmetingen uitgevoerd m.b.v. de microhardheidsmeter (HV, belasting 100 g), te weten: bij de start, tweemaal ongeveer het midden en de krater van de las (zie fig. 14, doorsnede AA).

Per serie werden op een lijn, loodrecht op de smeltlijn, vijf metingen in het lasmetaal en negen metingen in het basismateriaal verricht. Omdat de spreiding in deze metingen gering is, hoewel verwacht werd, dat bij de start en de krater afwijkingen gevonden zouden worden, is in tabel 5 alleen het rekenkundige gemiddelde van de hardheid van elk basismateriaal opgenomen van de 16 series (vier preparaten per basismateriaal).

ad 3. Voor de waterstofbepaling zijn uit dezelfde basismaterialen blokjes vervaardigd met de afmetingen 10 x 12 x 35 mm. Drie van deze blokjes worden in een koperen mal (fig. 16) geklemd, waarna er een las op wordt gelegd. Direct na het lassen wordt in koud water afgekoeld. Het middelste blokje wordt losgebroken, slakvrij en droog gemaakt. M.b.v. een magneet wordt het proefblokje van het rechter- naar het linkerbeen gebracht in het kwikvacuümapparaat (fig. 17).

Vier maal vierentwintig uur na het aanbrengen van het vacuüm wordt de buret afgelezen, waartoe men het vacuüm in het rechterbeen verbreekt. De hoeveelheid diffundeerbare waterstof per 100 g lasmetaal bij 0°C en 1 atm. wordt berekend m.b.v. de formule:

$$V_H = \frac{V \cdot (B - H)}{76} \cdot \frac{273}{T} \cdot \frac{100}{W} \quad \frac{\text{ml H}_2}{100 \text{ g lasmetaal}} \quad \text{bij } 273\text{K, } 76\text{cmHg} \quad (13)$$

Hierin is V_H = het gezochte waterstofvolume

V = het gemeten waterstofvolume (ml H_2)

B = de heersende barometerstand (cmHg)

H = het hoogteverschil van de kwikkolom tussen de beide benen van het kwikvacuümapparaat (cmHg)

T = de omgevingstemperatuur (K)

W = het gewicht van het lasmetaal op het proefmonster (g).

N.b. De aanname hierbij is, dat de waterstof zich gedraagt als een ideaal gas, zodat de wet van Boyle - Gay Lussac geldt.

Het op deze wijze uitvoeren van de waterstofbepaling geschiedde parallel aan de scheurproef en wordt aanbevolen door het I.I.W. (lit. 11) en het Welding Institute (lit. 1), waarbij het laboratoriumvoorschrift van de N.V. Philips Lasstavenfabriek te Utrecht gebruikt is. Volgens tekeningen van deze fabriek zijn ook de koperen mal en het kwikvacuümapparaat gemaakt.

Las 1 en 3 werden gelegd met elektroden uit de droogkast. Voor las 2 en 4 werden elektroden gebruikt, welke 7 dagen in lucht met een relatieve vochtigheid van 75% hadden gelegen. In een afgesloten ruimte boven een verzadigde NaCl-oplossing ontstaat deze 75% relatieve vochtigheid.

Zo werd getracht de waterstofconcentratie in het lasmetaal te variëren. Uit de V_H 's (tabel 4) berekend uit de metingen volgens bovenstaande methode, blijkt echter, dat geen verschil aantoonbaar is tussen droge en bevochtigde elektroden.

In tabel 4 is ook een aanduiding opgenomen waar de waterstof naar buiten treedt. Hiertoe is gebruik gemaakt van een door Evans (lit. 13) aangegeven methode nl. het direct na het lassen in vloeibare paraffine dompelen van het proefstuk (met de las naar boven). Boven dit proefstuk werd eveneens onder de vloeistoflijn van de paraffine een plexiglasplaatje gefixeerd. Als er waterstof uit het proefstuk diffundeert, stijgt deze op in de paraffine en blijft tegen het plaatje hangen. Op deze wijze kan een belletjespatroon ontstaan, waardoor men direct ziet of de waterstof uit de las of het basismateriaal treedt.

ad 4. De bepaling van het percentage ferriet in de austenitische las. Na het doorslijpen van het proefstuk van fig. 14 volgens doorsnede AA, wordt de las van één van de helften afgeschaafd. De krulletjes zijn

chemisch geanalyseerd op de elementen C, Ni en Cr (tabel 2).

De andere elementen hebben door hun lage percentage in het lasmetaal slechts geringe invloed op het nikkel- en chroomequivalent

(formules (11) en (12)).

$$\text{M.b.v. } Ni'_{eq} = \frac{\%Ni}{100} + 30 \cdot \frac{\%C}{100} \quad (14)$$

$$\text{en } Cr'_{eq} = \frac{\%Cr}{100} \quad (15)$$

zijn uit het Schaefflerdiagram de ferrietpercentages bepaald (tabel 3, fig. 18). Fig. 18 is de vergrote weergave van een deel van het Schaefflerdiagram (de met streeplijnen aangegeven rechthoek in fig. 13). De meeste gevonden lasmetaalsamenstellingen liggen vrij goed in de buurt van de theoretische samenstellingen (de streeplijnen in fig. 18). Er treden echter ook vrij grote afwijkingen op.

De ferrietbepaling met de Quantimet stuitte vooral op praktische problemen. Het eerste was het verkrijgen van voldoende contrast tussen ferriet en austeniet. Dit probleem keert ook steeds in de literatuur terug en de verschillende onderzoekers lossen dit ieder op een andere wijze op. Om enkele methoden te noemen: elektrolytisch etsen met KOH, idem met chroomzuur, chemisch etsen met KOH + $K_3Fe(CN)_6$, met KOH + $KMnO_4$, met HNO_3 + HCl + glycerine, etc.

Het uiteindelijke gebruikte etsmiddel was een mengsel van HNO_3 (s.g. 1,40), HCl (s.g. 1,18) en alcohol in de volumeverhouding 1 : 1 : 2.

Het tweede probleem was het zichtbaar maken van dit contrast op de monitor van de Quantimet. Dit bleek slechts mogelijk te zijn met de (nieuwe) Neophotmicroscop.

Uit de literatuur is gebleken, dat het percentage ferriet in drie onderling loodrechte vlakken niet significant varieert (lit. 15). Tevens wordt het bepalen van het percentage ferriet van 30 meetvelden voldoende geacht voor een nauwkeurigheid van $\pm 10\%$ van het werkelijke gehalte.

Uit het proefstuk voor het scheuronderzoek zijn daarom twee preparaten vervaardigd, waarvan het meetvlak ligt in de verticale lengtedoorsnede van de las (doorsnede AA, fig. 14).

Op beide preparaten zijn van 30 meetvelden bij een lineaire vergroting van 400x het percentage ferriet bepaald, waarbij steeds vanaf de smeltlijn begonnen is met meten en ieder volgend meetveld in de richting van het lasoppervlak lag. Zo zijn per las 60 percentages ferriet verkregen, waaruit de rekenkundige gemiddelden bepaald zijn (tabel 3).

IV Discussie.

Het vermogen, waarmee gelast is, was constant: $P = V_b \cdot I$ (Watt).

Hierdoor wordt de totale warmteïnbreng E' alleen door de lastijd t (s)

bepaald: $E' = V_b \cdot I \cdot t$ (J) (16)

E' wordt voor een deel ($E'_{\text{lasmetaal}}$) benut voor het neersmelten van de totale hoeveelheid neergelegd lasmetaal G' (g), het andere deel gaat "verloren" ($E'_{\text{verliezen}}$), dus:

$$E' = E'_{\text{lasmetaal}} + E'_{\text{verliezen}} \quad (17)$$

maar ook: $G' \sim E'_{\text{lasmetaal}}$ (18)

Nemen we nu aan, dat een vast deel van E' gebruikt wordt voor het neersmelten, dan is

$$\frac{E'_{\text{verliezen}}}{E'_{\text{lasmetaal}}} = c_1 \quad (c_1 = \text{constante}) \quad (19)$$

Uit (16), (17) en (19) volgt, dat:

$$E'_{\text{lasmetaal}} = c_2 \cdot t \quad (c_2 = \frac{V_b \cdot I}{1 + c_1} = \text{constante}) \quad (20a)$$

en: $E'_{\text{verliezen}} = c_1 \cdot c_2 \cdot t$ (20b)

Delen we (18) door de laslengte L (mm), dan blijkt m.b.v. (20a), dat de hoeveelheid lasmetaal per lengteëenheid G (g/mm) alleen afhankelijk is van de voortloopsnelheid s (mm/s):

$$G \sim \frac{c_2}{s} \quad \text{waarin } s = \frac{L}{t} \quad (21)$$

In fig. 19a is G uitgezet tegen $1/s$ en de grafiek levert inderdaad een rechte, door extrapolatie (fig. 19b) blijkt deze tevens door de oorsprong te gaan. Het bovenstaande wordt hierdoor bevestigd en de aanname is juist geweest.

$E'_{\text{verliezen}}$ ontstaat door inbranding van het basismateriaal, door straling en door geleiding:

$$E'_{\text{verliezen}} = E'_{\text{inbranding}} + E'_{\text{straling}} + E'_{\text{geleiding}} \quad (22)$$

Uit (20b) en (22) volgt:

$$E'_{\text{inbranding}} + E'_{\text{straling}} + E'_{\text{geleiding}} = \frac{E'_{\text{verliezen}}}{L} = \frac{c_1 \cdot c_2}{s} \quad (23)$$

Dus: met toenemende voortloopsnelheid, verminderen de drie deelwarmteverliezen per lengteëenheid, wat o.a. tot gevolg heeft, dat de inbranding kleiner wordt.

In fig. 20 zijn het $\frac{\%}{\text{Ni}}$ en het $\frac{\%}{\text{Cr}}$ van het lasmetaal tegen elkaar uitgezet. De gevonden punten liggen gemiddeld iets lager dan de theoretische lijn van de lasmetaalsamenstellingen; dit kan op een iets grotere afbrand van nikkel wijzen.

Door toepassen van de hefboomregel in deze figuur, blijkt, dat de opmenging groter wordt met toenemende voortloopsnelheid. Onder opmenging wordt verstaan: het deel in het lasmetaal, dat van het basismateriaal afkomstig is. Ter controle is de opmenging bepaald uit het $\frac{\%}{\text{Ni}}$, uit het $\frac{\%}{\text{Cr}}$ en planimetrisch. Hierbij werd steeds eenzelfde tendens waargenomen. Het rekenkundige gemiddelde van deze series is opgenomen in tabel 3 en in fig. 21 tegen de reciproke waarde van de voortloopsnelheid uitgezet.

We kunnen dit kwalitatief als volgt verklaren:

$E_{\text{inbranding}}$, E_{straling} en $E_{\text{geleiding}}$ verminderen met toenemende voortloopsnelheid, echter t.o.v. elkaar niet in dezelfde mate: relatief komt er meer warmte beschikbaar voor smelten van het basismateriaal. Het contact tussen basismateriaal en boog is zeer plaatselijk en geeft een hoger smeltingsrendement, dan de indirecte smelting door geleiding via het neergelegde lasmetaal.

Met toenemende voortloopsnelheid is er relatief meer direct contact tussen de boog en het basismateriaal en wordt dit minder afgeschermd door het neergelegde lasmetaal, waardoor een groter deel van het totale warmteverlies per lengteëenheid gebruikt wordt voor smelten van het basismateriaal met een toenemende opmenging als resultaat.

Het hardheidsverloop t.o.v. de smeltlijn is weergegeven voor alle lassen en 5 basismaterialen (fig. 22). Het verticaal gearceerde deel links in deze grafiek geeft het spreidingsgebied aan van de hardheid van de lassen. De chemische samenstelling en het ferrietpercentage blijken geen invloed te hebben op het hardheidsniveau.

Het verloop van de hardheid in de basismaterialen is direct terug te voeren op de verschillende structuren, die zijn ontstaan, waarbij het $\frac{\%}{\text{C}}$ bepalend is, omdat de lasomstandigheden steeds vrijwel gelijk waren, evenals de afkoeling direct daarna.

Bij de foto's 3 t/m 12 is de verandering van de structuur vanaf de smeltlijn tot aan het niet door het lassen beïnvloede basismateriaal vermeld.

De maximale hardheid treedt op bij:

armco	(0,049 %C)	in korrelverfijnd ferriet
0301	(0,105 %C)	in een Widmannstättenstructuur
0402	(0,21 %C)	in een Widmannstättenstructuur
1720	(0,34 %C)	in tetragonale martensiet (C-arm)
RM4	(0,37 %C)	in tetragonale martensiet (C-arm)
1740	(0,59 %C)	in tetragonale martensiet
1750	(0,77 %C)	in tetragonale martensiet
1830	(0,83 %C)	in tetragonale martensiet
1650	(1,04 %C)	in tetragonale martensiet met enig restausteniet
WIZ12	(1,15 %C)	in kubische martensiet met restausteniet

↑
toenemende hardheid
↓

Deze maximale hardheid treedt ca. 0,5 mm onder de smeltlijn op (tabel 5) en is uitgezet tegen het %C van het basismateriaal (fig. 23).

In de basismaterialen met een hoog koolstofgehalte ($\geq 0,59$ %C) is martensiet ontstaan, die sterk oververzadigd is met koolstof.

Dit veroorzaakt hoge inwendige spanningen, wat de reden is van de grote hardheid en brosheid van de martensiet.

De spanningen, die optreden in de proefstukken, worden hoofdzakelijk veroorzaakt door een volumevermeerdering bij de martensiettransformatie (ca. 1,3 %) en de grotere krimp van de austenitische las t.o.v. het koolstofstaal (lineaire uitzettingscoëfficiënten resp. ca. 16×10^{-6} en 11×10^{-6}), welke de neiging hebben elkaar op te heffen.

De martensietzone is t.o.v. de austenitische las gering van omvang, waardoor de las een grote kracht op die zone uitoefent. Dit resulteert bij de start en de krater in de grootste spanningsconcentratie en vanwege de brosheid van de martensietzone worden de spanningen op die plaatsen niet genivelleerd door plastische vervorming, maar overtreffen de bezwijkspanning, waardoor hardingsscheuren ontstaan (foto 1 en 2). De spanningsconcentratie in het midden van de las is lager, waardoor niet zonder meer scheuren ontstaan. Een kleine waterstofconcentratie werkt hier echter verbrossend, waardoor de bezwijkspanning onder het optredende spanningsniveau komt te liggen, met waterstofscheuren tot gevolg (foto's 13 t/m 17).

In de basismaterialen met een laag koolstofgehalte ($\leq 0,37$ %C) treden minder inwendige spanningen in de gevoelige zone op, wat tot uiting komt in de afnemende hardheid en brosheid.

Doordat de volumevermeerdering t.g.v. de martensiettransformatie kleiner is (0,37 en 0,34 %C) of helemaal achterwege blijft (0,21 en 0,105 en 0,049 %C) zijn de optredende spanningen hoger. De gevoelige zone kan echter door plastische vervorming deze spanningen voldoende

nivelleren, waardoor geen scheuren ontstaan.

Een kleine waterstofconcentratie in de warmteïnvloedszone werkt niet voldoende verbrossend om verandering in de situatie te brengen.

Dat de concentratie van de diffundeerbare waterstof klein is, blijkt uit de bepalingen onder kwikvacuüm. Alle hoeveelheden zijn minder dan 4 ml H₂ per 100 g lasmetaal bij 0°C en 1 atm. (tabel 4a). Er treedt wel enige variatie op, maar niet systematisch.

Een nevenresultaat is, dat al dan niet bevochtigen van deze elektroden geen verschil geeft.

Het is soms mogelijk gebleken deze zeer kleine hoeveelheid diffundeerbare waterstof zichtbaar te maken door een belletjespatroon in een paraffinebad.

Hierbij bleek het volgende:

- de waterstof komt uit de warmteïnvloedszone en niet uit de las;
- wordt een belletjespatroon waargenomen, dan vindt men op die plaats ook scheuren. Het omgekeerde geldt niet: als er scheuren ontstaan, volgt niet, dat een belletjespatroon gevormd wordt.

Een illustratie van het bovenstaande is te zien op de foto's 18, 19 en 20. Foto 18 laat het proefstuk direct na het lassen zien, de bellen zijn hier ingevangen lucht bij het aanbrengen van het plexiglasplaatje. Foto 19 toont op verschillende plaatsen een zeer fijn belletjespatroon, waar na afslijpen van de las aan het oppervlak in de warmteïnvloedszone scheuren worden gevonden (foto 20). Zoals te zien is, zijn er niet alleen scheuren ontstaan, waar waterstofbelletjes te zien waren, maar ook op andere plaatsen.

De hardheidsbepalingen, het scheuronderzoek en de waterstofproeven leveren kort samengevat de volgende resultaten en conclusies:

Twee van de vier noodzakelijke voorwaarden voor het optreden van waterstofscheuren zijn ongeveer constant nl.:

- er is waterstof aanwezig in de gevoelige zone, waarbij voor alle lassen, dus onafhankelijk van de chemische samenstelling en de structuur van het lasmetaal, de concentratie laag is;
- er wordt bij de meest ongunstige temperatuur gewerkt: kamertemperatuur.

De andere twee voorwaarden variëren met het koolstofgehalte in het basismateriaal nl.:

- de werkzame spanningen, doordat deze hoofdzakelijk bepaald worden door de grotere uitzettingscoëfficiënt van het austenitische lasmetaal t.o.v. die van het basismateriaal en door de volumeverandering

t.g.v. de optredende transformaties in de warmteïnvloedszone van het basismateriaal;

- de gevoeligheid van de warmteïnvloedszone, doordat deze afhankelijk is van de structuur, die ontstaat, waarbij de hardheid een indicatie geeft.

Een vergelijking van de hardheid met de gevoeligheid voor waterstofscheuren, afhankelijk van het koolstofgehalte in het basismateriaal, levert in deze situatie een zinvol resultaat (fig. 23, gegevens uit tabel 7):

Tot 0,37 %C: geen gevoeligheid, relatief lage hardheid (< ca. 620 HV);

Boven 0,59 %C: de hardheid is groot (> ca. 820 HV);

de dalende tendens van de gevoeligheid met toenemend koolstofgehalte is globaal dezelfde als van de hardheid.

Het gebied tussen 0,37 en 0,59 %C is in dit opzicht een nader onderzoek waard. In fig. 23 is d.m.v. een streeplijn aangegeven, hoe mogelijk de gevoeligheid voor waterstofscheuren in dit gebied zou kunnen verlopen.

Het percentage ferriet in de austenitische las kan slechts indirect invloed uitoefenen op het ontstaan van waterstofscheuren onder de las, nl. door de grootte van de diffusiestroom van waterstof naar en in de warmteïnvloedszone. Zonder ferrietbepalingen is echter reeds gebleken, dat wel waterstof naar en in de gevoelige zone diffundeert, maar dat de hoeveelheid gering is en onafhankelijk van de lasmetaalsamenstelling. Het is evenwel mogelijk, dat een hoger gehalte diffundeerbare waterstof toch een bepaald verband aantoont tussen de grootte van de diffusiestroom en het ferrietgehalte van het lasmetaal.

Bij de proefopzet is er vanuit gegaan, dat m.b.v. het Schaefflerdiagram de structuur van het austenitische lasmetaal tevoren is te bepalen, met name wat betreft het ferrietgehalte (fig. 13).

Om te controleren in hoeverre dit het geval is, vooral of inderdaad een variërend percentage ferriet is ontstaan, afhankelijk van het koolstofgehalte van het basismateriaal en de opmenging tijdens het lassen, is de structuur van de lasrupsen onderzocht:

M.b.v. de chemische analyse zijn van de lassen bepaald

het $Ni'_{eq} = \%Ni + 30 \cdot \%C$ ((14)) en het $Cr'_{eq} = \%Cr$ ((15))

en deze zijn in een deel van het Schaefflerdiagram tegen elkaar uitgezet (fig. 18). Zo zijn de lasmetaalstructuren te bepalen en deze blijken in de buurt van de voorspelde te liggen (fig. 18 is een

vergroete weergave van een deel van het Schaefflerdiagram, nl. de gestippelde rechthoek in fig. 13); de variatie is te wijten aan de wisselende voortloopsnelheid; de afwijkingen, die optreden, zijn niet geheel verklaarbaar, maar voor een deel te herleiden op meetfouten bij de chemische analyse, welke doorwerken in het diagram, met name een afwijking in het koolstofgehalte wordt 30x versterkt weergegeven.

In tabel 7 is vermeld het rekenkundig gemiddelde van de percentages "Schaeffler"-ferriet van de vier lassen.

Met toenemend %C in het basismateriaal neemt het percentage ferriet in het lasmetaal af (fig. 25, gegevens uit tabel 7).

De werkelijke structuur van het lasmetaal is onder de microscoop bekeken en m.b.v. de Quantimet is van twee preparaten per las bij een lineaire vergroting van 500x het percentage ferriet bepaald van 30 meetvelden. Het rekenkundig gemiddelde van deze 60 percentages en de standaarddeviatie zijn vermeld in tabel 6.

Uit de grafiek, waarin het percentage "Quantimet"- en "Schaeffler"-ferriet tegen elkaar uitgezet zijn (fig. 24a), blijkt, dat de "Schaeffler"-structuur vrij goed met de werkelijkheid overeenkomt. Een Japans onderzoek (lit. 17) leverde een analoog resultaat op (fig. 24b).

Hierbij moet aangetekend worden, dat de Quantimet de lage percentages ferriet te hoog en de hoge te laag heeft bepaald. De gevonden lijn in fig. 24a zou ongeveer om het snijpunt met de theoretische 1 : 1 lijn iets geroteerd moeten worden, waardoor de "schaeffler"-percentages nog iets beter met de werkelijke overeenkomen.

De vermelde afwijkingen zijn terug te voeren op het etsen.

Bij een laag ferrietpercentage worden tegelijkertijd de grenzen tussen de austenietkorrels en diverse inclusions (slakjes, eventuele carbides) aangeëtsd en tijdens het meten meebepaald (foto 21).

Bij de hoge percentages ferriet werd te laag gemeten, omdat het centrum van de grote ferrietvlakken te weinig contrasteerde t.o.v. de austeniet, waardoor alleen een vrij brede zone van de ferrietkorrels, grenzend aan de austeniet, gemeten werd (foto 22). Voor deze gevallen is het opdampen van een ZnTe-interferentiefilter een mogelijke oplossing.

Bij de tussenliggende percentages ferriet (van ca. 5 tot 15 %) was de ferriet voldoende fijnkorrelig en goed aangeëtsd om nauwkeurig te meten (foto 23, 24 en 25).

De ferrietbepalingen werden uitgevoerd op twee preparaten, die op verschillende plaatsen uit de las vervaardigd waren (fig. 14).

De resultaten van deze twee preparaten bleken soms sterk verschillend te zijn.

Ook per preparaat is het percentage ferriet niet constant.

De oorzaak is in het eerste geval waarschijnlijk en in het tweede zeker het optreden van "ferrietbanden" (foto 26).

Om deze reden is het onlogisch om over "het" percentage ferriet te spreken, omdat daarmee een gelijkmatige structuur gesuggereerd wordt.

Het vermelden van de standaarddeviatie is in deze gevallen zinvol om een indicatie van de mogelijke spreiding te geven en optredende afwijkingen aan te duiden. (tabel 6).

De ferrietbepaling in austenitisch lasmetaal is een probleem, dat nog niet is opgelost. Dit heeft twee oorzaken:

- de structuur van een austenitische lasrups is niet homogeen, waardoor het percentage ferriet sterk plaats afhankelijk is;
- de methodes om de hoeveelheid ferriet te bepalen zijn niet eenduidig (getuige b.v. de resultaten van de ferrietbepaling van dezelfde preparaten in verschillende laboratoria in vele landen, lit. 14).

Men is thans internationaal bezig om het percentage ferriet te vervangen door ferrietnummers en deze te koppelen aan een standaardmeetmethode (magnetisch) met een standaardijking.

V Conclusies en suggesties.

1. Indien het vermogen, waarmee gelast is, constant is, geldt, dat de hoeveelheid neergelegd lasmetaal omgekeerd evenredig is met de voortloopsnelheid, waarbij, indien deze laatste variabele groter wordt, de inbranding afneemt, de opmenging echter toeneemt.
2. Bij het lassen van koolstofstaalsoorten met een 29Cr, 9Ni elektrode
 - is de hoeveelheid diffundeerbare waterstof kleiner dan 4 ml per 100 g lasmetaal (0°C, 1 atm.);
 - kunnen in een gevoelige structuur van de warmteïnvloedszone waterstofscheuren ontstaan, wat soms zichtbaar gemaakt kan worden door een belletjespatroon;
 - heeft het percentage ferriet in de austenitische las geen invloed op de grootte van de diffusiestroom van waterstof naar en in de warmteïnvloedszone en daardoor ook geen invloed op de gevoeligheid voor waterstofscheuren.
3. Door het uitgevoerde onderzoek is gebleken, dat in het koolstofstaal géén scheuren optreden als het koolstofgehalte $\leq 0,37$ %C, en wél, als dit $\geq 0,59$ %C.
Een nader onderzoek kan nauwkeuriger bepalen bij welk koolstofgehalte scheuren beginnen op te treden.
4. De ferrietbepaling met de Quantimet levert reële resultaten op, waarbij echter rekening moet worden gehouden met afwijkingen bij hoge (>15 %) en lage (<5 %) percentages ferriet.
5. Als men voor het percentage ferriet het rekenkundige gemiddelde geeft van het ferrietgehalte van 60 meetvelden, bepaald m.b.v. een Quantimet bij een lineaire vergroting van 500x, is het zinvol om de standaarddeviatie te vermelden, omdat men door het optreden van "ferrietbanden" in het lasmetaal niet kan spreken van "het" percentage ferriet. De standaarddeviatie geeft een indicatie van de spreiding en duidt daarmee optredende afwijkingen aan.
6. De percentages ferriet, bepaald uit het Schaefflerdiagram m.b.v. de chemische analyse, komen goed overeen met de gemiddeld optredende ferrietgehalten, gemeten met de Quantimet.

Summary.

Introduction: Sometimes austenitic electrodes are used for steels which are difficult to weld or in case heat treatment after welding can not be applied.

However, weld metal with a fully austenitic structure is susceptible to hot tearing; therefore the austenitic weld metal always has to contain a certain amount of ferrite (5 - 10%).

The risk of hydrogen-induced cracking in the heat affected zone (HAZ) is very small if the weld has an austenitic structure whereas in a ferritic structure the risk is much greater.

As a result of the small solubility, the ferritic weld metal is oversaturated with hydrogen and at the same time its diffusion rate is high. Hydrogen diffuses to the HAZ, which results in embrittlement and thus in the risk of cracking.

The solubility of hydrogen in austenitic weld metal is high, so that there is no (over)saturation and at the same time the diffusion rate is low. Therefore all the hydrogen remains in the austenitic weld metal and there is no embrittlement of the HAZ and no risk of cracking.

Starting-point: However it is possible, that, with an increasing ferrite content of the austenitic weld metal, more hydrogen can diffuse into the HAZ, especially when a ferrite network has been formed. This might result in an increased embrittlement of the HAZ and consequently a greater risk of cracking.

Experimental: To investigate the effect of ferrite in the austenitic weld metal, series of ten carbon steels, containing a carbon content from 0,049 to 1,15 weight percentage (wt. %), were welded with 29Cr, 9Ni electrodes, according to a method of Stout and D'Orville Doty (lit. 10).

In this way in the weld metal only the carbon content varies and as a result a varying ferrite content in the austenitic weld metal was obtained.

The ferrite content was derived from the Schaeffler diagram with the aid of the chemical composition, moreover in an optical way with an "Quantimet".

The method recommended by the I.I.W. and the British Welding Institute was used for the determination of the quantity of diffusible hydrogen. The specimens were immersed in a bath of liquid paraffin to observe the places where the hydrogen leaves the specimen. This can be made visible by a pattern of bubbles.

The length of the hydrogen-induced cracks in the HAZ is measured in the

direction from the start to the crater of the weld.

The hardness (HV) is measured with a microhardnesstester as it roughly indicates the susceptibility to hydrogen-induced cracking.

Results and conclusions: It turned out, that, when the "Quantimet" was used, deviations at low (<5%) and high (>15%) percentages of ferrite were caused by the effects of etching.

The ferrite content, determined from the Schaefflerdiagram, showed a rather good correlation with the results obtained with the "Quantimet". The amount of diffusable hydrogen always was less than 4 ml/100 g weld metal (at standard conditions). The hydrogen diffuses out of the base-material, not out of the weld metal.

Hydrogen induced cracks are observed in carbon steels, containing more than 0,59 wt. %C; the hardness of the HAZ was higher than about 820 HV. The other steels (wt. %C \leq 0,37) did not show cracks. The hardness of the HAZ of these steels was lower than about 620 HV.

The hydrogen-induced cracks were longer if the hardness was higher. The ferrite content of the austenitic weld metal did not influence the extent of the hydrogen diffusion to the HAZ. This means, that the ferrite content did not influence the susceptibility to hydrogen-induced cracking.

Literatuur

1. F.R. Coe, Welding steels without hydrogen cracking, The Welding Institute, Abington (Cambridge), 1973.
2. Ir. J. Haverhals, Keuze van de juiste lasparameters bij het lassen van hoeknaden in C-Mn constructiestaalsoorten, teneinde het optreden van koude scheuren te voorkomen, T.H. Delft, laboratorium voor metaalkunde, afdeling lastechnologie TC-910-20-71 (herziene versie).
3. B.A. Graville, R.G. Baker, F. Watkinson, Effect of temperature and strain rate on hydrogen embrittlement of steel, British Welding Journal, June 1967, p. 337 t/m 342.
4. H. Granjon, Coldcracking in welding of steels, Doc. I.I.W.-IX-748-71, March 1971.
5. J.D. Fast, Interaction of metals and gases, volume 2, Philips Technical Library (Macmillan), Eindhoven, 1971.
6. J.D. Fast, Interaction of metals and gases, volume 1, Philips Technical Library, Eindhoven, 1965.
7. J.D. Fast en D.J. van Ooijen, Waterstof in ijzer en staal, deel 1, Philips Technisch Tijdschrift, 24(1962)7, p. 220 t/m 227.
8. J.D. Fast en D.J. van Ooijen, Waterstof in ijzer en staal, deel 2, Philips Technisch Tijdschrift, 24(1962)8, p. 251 t/m 260.
9. Ir. J. Haverhals, De lasbaarheid van Fe 510, lezing op het lassymposium van het N.I.L., woensdag 20 november 1974.
10. R.D. Stout, W. D'Orville Doty, Weldability of steels, Welding Research Council, 1953, p. 225 t/m 229.
11. Tentative procedure for the determination of hydrogen in mild and low alloy steel weld metal, Doc. I.I.W.-315-68, Welding in the World, 7(1969)1, p. 16 t/m 27.
12. G.M. Evans, Wasserstoffdiffusion in unlegiertem Schweissgut, Oerlikon Schweissmitteilungen, Januar 1974, nr. 67, p. 4 t/m 14.
13. G.M. Goodwin, N.C. Cole, G.M. Slaughter, A study of ferrite morphology in austenitic stainless steel weldments, The Welding Journal, September 1972, p. 425-s t/m 429-s.
14. Final report on the cooperative testing programme (1971-1972) on the measurement of ferrite in austenitic stainless steel weld metal.
Doc. I.I.W.-449-74, Welding in the World, 12(1974)1/2, p. 17 t/m 26.

vervolg

Literatuur

15. Dr. P.G. McDougall, Measurement of δ -ferrite in stainless steel welds, Australian Welding Research, September/December 1974 p. 2 t/m 7.
16. W.T. DeLong, Ferrite in austenitic stainless steel weld metal, The Welding Journal, July 1974, p. 273-s t/m 286-s.
17. T. Godai, H. Tanaka, M. Yamaga, S. Natsume, K. Kaita, Ferrite contents of austenitic stainless steel weld metal deposited by submerged-arc strip welding, Doc. I.I.W.-II-743-75, April 1975.
18. Chemisch Jaarboekje der Nederlandsche Chemische Vereeniging, deel II, Uitgeverij N.V. D.B. Centen's Uitgeversmij., Amsterdam, 15de druk, 1930.
19. Metals Handbook, The American Society for Metals, Cleveland (Ohio, U.S.A.), 1948.

Herkomst van de figuren.

figuur 2 en 4		literatuur 1
figuur 3		literatuur 2
figuur 5 en 12		literatuur 3
figuur 6		literatuur 4
figuur 7		literatuur 1 en 5
figuur 8		literatuur 6
figuur 9		literatuur 7
figuur 10 en 11		literatuur 8
figuur 13	Schaefflerdiagram, uit: Toepassingen Lasttechnologie, Prof. Dr. Ir. H.G. Geerlings, Ir. J. Haverhals, uitgave januari 1972	
figuur 16	Naar een tekening van de N.V. Philips Lasstavenfabriek te Utrecht	
figuur 17		literatuur 11
figuur 24b		literatuur 17

De figuren 1, 14, 15, 18, 19a en b, 20, 21, 22, 23, 24a en 25 zijn eigen tekeningen en grafieken.