マグネシア・スピネル質耐火レンガの破壊挙動評価

渡辺佑介^{*1}, 坂井田喜久^{*2}, 吉田始^{*2}

Evaluation of Fracture behavior of Magnesia-Spinel Refractory

Yusuke WATANABE^{*3}, Yoshihisa SAKAIDA and Hajime YOSHIDA

^{*3}Dept. of Mechanical Engineering, Graduate School of Engineering, Shizuoka University
3-5-1 Johoku, Naka-ku, Hamamatsu, 432-8561 Japan

Key Words : Fracture Toughness, R-curve, Magnesia-Spinel Refractory, Single Edge Notched Beam Method

1. 緒 言

セメント焼成回転窯用マグネシア・スピネル質耐火レンガは多孔質構造を有する。一方、耐火レンガは、窯の加熱・冷却時の熱応力やレンガが間の接触応力により破壊することがあるが、その破壊挙動と多孔質構造の関係は明らかになっていない。そこで本研究では、微構造の異なる2種類の耐火レンガを作製し、SENB(Single Edge Notched Beam)法による破壊じん性試験により破壊抵抗曲線(R曲線)を求め、微構造との関係について検討した。

2. 実験方法

2・1 供試材および試験片 供試材は、2種類のマグネシア・スピネル質レンガ(美濃窯業製、以下AとBと称す)である。レンガは、 $MgAl_2O_4$ と MgO 粒子を表1に示す粗大粒、中粒、細粒にふるい分け後、少量の ZrO_2 粒子を焼結助剤として加えて混合し、焼結した。表2は、焼結体のヤング率と平均4点曲げ強度 σ_B を示す。実験には、図1に示す幅30、厚さ40、長さ120mmの曲げ試験片中央に深さ16mmの貫通ノッチを研削加工した片側き裂試験片を用いた。なお、ノッチ幅は0.7mmとした。

2・2 破壊じん性試験 破壊じん性試験は、図2に示すSENB法により行った。実験は、10kNのロードセルを取付けた油圧式疲労試験機(サーボパルサー、島津製作所製)を用い、クロスヘッド速度0.05 mm/min

Table 1 Composition of grain sizes of starting materials.

	Aggregate(mass%)	Matrix(mass%)	
	Coarse grain ($d \geq 1.0mm$)	Medium grain ($0.074 \leq d < 1.0mm$)	Fine grain ($d < 0.074mm$)
A	50	20.7	29.3
B	0	41.4	58.6

^{*1} 学生員, 静岡大学工学研究科(〒432-8561 浜松市中区城北3-5-1) ^{*2} 正員, 静岡大学
E-mail: y.watanabe.shizuoka.u@gmail.com

Table 2 Mechanical properties of materials, A and B.

	A	B
Young's modulus E [GPa]	28.1	44.0
Bending strength σ_B [MPa]	3.9	8.8

Fig.1 SENB specimen of material A.

Fig.2 Schema of SENB method.

の一定条件で4点曲げ荷重 P を負荷した。なお、ノッチ背面には図1に示すようにゲージ長さ30mmのひずみゲージを3枚貼付け、荷重 P に対するき裂背面のひずみ量 ε_B をその場測定した。

2・3 コンプライアンス法によるR曲線の評価

ノッチ先端からのき裂進展量 Δa は、背面ひずみによるコンプライアンス法⁽¹⁾⁽²⁾により求めた。また、破壊抵抗 K_R は、試験片厚さを W 、試験片幅を B 、片側き裂長さを a 、上下スパンを S_1 、 S_2 とすると、

$$K_R = 3P(S_2 - S_1)F(\alpha)\sqrt{\pi a} / (2BW^2) \quad (1)$$

より計算した。本研究では、形状係数 $F(\alpha)$ はTadaら⁽³⁾の式を用い、 K_R と Δa の関係からR曲線を求めた。

3. 実験結果および考察

3・1 耐火物の微構造 図3は供試材の微構造とその模式図を示す。Aは粗大粒、中粒、細粒を混合・焼結したため、中粒と細粒からなるマトリックス中に骨材粒子と気孔が分散した多孔質構造を有する。一方、Bはマトリックス中に気孔が分散した多孔質構造を有し、両者の微構造の違いは表1のふるい分け粒子の混

合比に起因することがわかる。なお、平均気孔率はいずれも 16.3%であった。

図 4 は、焼結後の X 線回折パターンを示す。図中の○と×印はスピネルとマグネシアの回折線を示し、両者ともスピネルとマグネシアの複合材料で、かつ、骨材粒子は MgAl_2O_4 で、マトリックスは MgAl_2O_4 と MgO の混合体であることがわかった。また、最強線の回折強度比から、 MgAl_2O_4 と MgO の組成比を求めると、A は 185 : 815, B は 147 : 853 であった。両者の組成比の差は骨材粒子の体積ほど大きくないことから、焼結時にマトリックス中に MgAl_2O_4 が生成されたと考えられる。

3・2 耐火物の破壊挙動 図 5 は代表的な荷重 - 背面ひずみ線図を示す。れんがのコンプライアンスは最大荷重 $P_{\max}$ に達する前に増加し、ノッチ先端からき裂が進展していることがわかる。一方、 $P_{\max}$ 後のき裂進展挙動は、A では安定成長して荷重が低下するのに対し、B では一旦不安定破壊後、再び安定成長して荷

Fig.3 Microstructures of materials, A and B.

Fig.4 X-ray diffraction patterns after sintering of materials, A and B.

Fig.6 Elastic strain distributions under a strain gauge.

重が低下することがわかった。

3・3 背面ひずみによるコンプライアンスとき裂長さの関係 図 6 は、無次元き裂長さ α に対するき裂背面のひずみ分布を有限要素法解析し、ゲージ長内での平均ひずみ ε_B で除した結果を示す。図より、 α によってゲージ長内の弾性ひずみ分布は一定ではなく、変化する。一方、骨材の平均粒径は 2.6mm と非常に大きい。本研究では、き裂長さに対応した背面ひずみを精度よく計測するためにゲージ長は 30mm とした。

図 7 は、無次元のき裂長さ α とコンプライアンス λ/λ_0 の関係を示す。ここで、 λ_0 は平滑材のコンプライアンスで、図の●と実線はゲージ長 30mm の平均ひずみ ε_B による解析結果と、その関係を次式の指数関数で近似した結果を示す。 c_i は比例係数である。

$$\frac{\lambda}{\lambda_0} = \exp \left\{ \sum_{i=0}^6 c_i \left(\frac{a}{W} \right)^i \right\} = \exp \left\{ \sum_{i=0}^6 c_i \alpha^i \right\} \quad (2)$$

なお、図の○と点線は $y=0$ の局所ひずみ ε'_B による解析結果と田中ら⁽³⁾が求めた $\alpha-\lambda/\lambda_0$ 関係を多項式近似した結果を示す。また、表 3 は、比例係数 c_i の最適値を最小二乗法により求めた結果を示す。本実験では、田

Fig.5 Typical load vs. back-face strains curves.

Fig.7 Relationship between α and λ/λ_0 estimated by finite element method.

Table 3 Appropriate parameters, c_i , determined by the least square method for experimental distribution.

c_i	c_0	c_1	c_2	c_3	c_4	c_5	c_6	c_7	c_8	c_9
This study	-0.1075862	$-4.004986 \times 10^{-16}$	5.764546	$-7.759692 \times 10^{-16}$	-6.957055	2.088417×10^{-15}	6.017492	—	—	—
Ref. (1)	1.0007	0.04596	3.4148	94.986	816.22	3433.3	8003	10740	7801.4	2451.2

Fig.8 Relationship between α and λ/λ_0 measured by SENB method.

Fig.9 R-curves, K_R vs. Δa , of materials, A and B.

Fig.10 Increasing rate behavior of rising fracture resistance, $K_R/K_{R0}-\Delta a$.

中らの近似式を適用できないことがわかる。

図8は、FEM解析で求めた $\alpha-\lambda/\lambda_0$ 関係と SENB 法により求めた無次元コンプライアンスを比較した結果を示す。れんがの $\alpha-\lambda/\lambda_0$ 関係は指数関数で良く近似でき、 λ_0 に依らず、背面ひずみから求まる無次元コンプライアンスの値からき裂進展量 Δa が求まることになる。

図9は、2つのれんがの R 曲線を示す。図より、両者はいずれも上昇型の R 曲線挙動を示した。ここで、ノッチ先端からき裂進展が開始したときの破壊抵抗を K_{R0} とすると、 K_{R0} は B の方が高く、同じき裂進展量に対する破壊抵抗も高い。すなわち、A と B では骨材粒子の有無の違いだけでなく、マトリックスを進展する破壊抵抗が B の方が高いことがわかる。

次に、図10は、 K_{R0} に対する破壊抵抗 K_R の上昇率を示す。き裂進展量 Δa に対する破壊抵抗の上昇率は、き裂進展開始時では B の方が A より高いが、 $\Delta a \geq 10\text{mm}$ では、A の上昇率が B を上回ることがわかる。 $\Delta a = 10\text{mm}$ は、骨材の平均粒径の4倍に相当する。図11は曲げ試験を行った後の破面写真を示す。骨材粒子を含む A の破面は B に比べて凹凸が大きいことがわかる。また、片側き裂試験片側面のき裂進展経路長を計測し、初期ノッチのリガメント長さで除した結果、A が 1.20 で、B の 1.14 に対して約 1.05 倍長く、破面全体では約 1.1 倍大きいことがわかった。すなわち、骨材粒子の存在は、き裂進展後のき裂面架橋によるき裂先端の応力遮蔽効果として破壊抵抗に寄与するため、 $\Delta a \geq 10\text{mm}$ で、A の上昇率が B を上回ったといえる。

4. 結 言

2 種類のマグネシア・スピネル質れんがの破壊じん性試験を行い、背面ひずみによるコンプライアンス法により R 曲線を求めた結果、次のことがわかった。

- 1) き裂進展時の破壊抵抗は、骨材粒子の有無により異なり、骨材を含む方が小さい。一方、き裂進展量の

Fig.11 Fracture behavior of materials, A and B.

増加に伴う破壊抵抗の上昇率は、骨材を含む方が高く、骨材なしのれんがに観察される最大荷重直後の不安定破壊は起きない。

- 2) 破壊抵抗以下で使用する場合は、骨材粒子を含む方が破壊に対する抵抗性は高く、炉の機能を失うような即時破壊を避けることができる。
- 3) 耐火れんがに含まれる骨材粒子量を変化させることによって破壊抵抗を制御できる可能性が高い。

謝辞 本研究は平成 23 年度耐火物技術協会の助成を受け実施した。また、美濃窯業株の本多徹博士には供試れんがの提供と多大な協力、助言を頂いた。ここにあわせて謝意を表する。

参考文献

- (1) Tanaka, K. et al., *Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers*, A, Vol. 65, No. 640 (1999), pp. 2385-2392.
- (2) Sakaida, Y. et al., *JSME International Journal*, A, Vol. 46, No. 1 (2003), pp. 30-39.
- (3) Tada, H. et al., *The Stress Analysis of Cracks Handbook 2nd edition*, (1985), pp. 2-14, Del Research Corporation, Hellertown, PA.