ガラスライニング材の強度試験法*

鈴木 智也^{*1}, 白 崎 雅 裕^{*2}
清 水 紀 夫^{*3}, 船 見 国 男^{*4}

Strength Testing Method of Porcelain Enamel

Tomoya SUZUKI, Masahiro SHIRASAKI,
Tadao SHIMIZU and Kunio FUNAMI^{*5}^{*5} Department of Mechanical Engineering, Chiba Institute of Technology,
2-17-1 Tsudanuma, Narashino-shi, Chiba, 275-0016 Japan

To evaluate the strength of porcelain enamel, it is useful to examine a new evaluation method, which considers the fracture criterion of the surface glass layer and the interface bonding strength between the layers and based steel plate. The steel ball dropping test heretofore in use, due to the effect of specimen dimension and the cramping method of specimen, does not precisely reflect the influence of sintering temperature. The steel ball indentation test is combined with AE method to confirm the estimation of initiative load of ring crack, which occurs on glass surface. Furthermore, for the spherical indentation model with a cone crack, FEM analysis is possible to estimate the interface crack initiation of porcelain enamel. This is done by using the observed propagate direction in the cone crack and by determining experimental fracture toughness through SLJ and DCB specimens. This initiation load was estimated to be near the initiative load of ring crack when using the AE method. It is possible to evaluate the strength of porcelain enamel using the steel ball indentation and AE method.

Key Words: Material Testing, Porcelain Enamel, Steel Ball Indentation Test, Acoustic Emission, Sintered Material, Fracture Criterion, Stress Intensity Factor, Interface Crack, Cone Crack, Ring Crack

1. 結 言

化学薬品、製薬産業で使用されている反応容器には古くから耐酸・アルカリ性、製品との反応防止のため内壁にガラス性被膜を塗布・焼成したほうろう材が使用されており、耐酸性に優れた化学工業用ほうろう材はガラスライニング材と称されている。

ガラスライニング材はガラス層と下地鋼板の界面に鋼板との反応層と生成した CO_2 が気泡として残留し、これが焼成時に発生する残留応力をも緩和する接合方法である⁽¹⁾。近年、これら材料もより過酷な環境化で使用されるようになり、ガラス被膜層もその使用環境に対応し材質の改善がなされてきた。しかし、ガラスライニング材はガラス層の本質的な欠陥である低靱性に起因する破壊を有しており下地鋼板との界面破壊・剥離の改善がなお問題である。これら問題は局所

的な破壊にとどまらず、機器全体の破壊をも引き起こす危険性さえ有している。従って、ガラスライニング容器の設計は耐腐食性以外に外部からの機械的負荷、温度変化にも十分耐えるべく強度設計基準が必要であり、これら外部からの負荷に対する精度よい強度評価判定試験が重要である。

ガラスライニング材の密着判定試験として従来使用されている鋼球落下試験は表面損傷面積の大小で密着の良否を判定しているが、これはガラス層自身の破壊と下地鋼板との界面での破壊・剥離が混在した評価法である⁽²⁾。そのため表面外力が作用した際のガラス層の局所的な表面損傷と、ガラス-下地鋼板の界面破壊を分離して評価し、使用に耐えるか否かを判定する試験法が必要である。

本研究は、力学的な解析が十分になされている静的球圧子押込試験を基に、ガラス層の局所的な損傷や界面剥離、破壊進展へのガラス焼成条件の影響を調べ、焼成温度の違いにより生ずるガラス層の強度の違いを十分に識別出来る試験法を検討する。即ち、ガラス層-下地鋼板の界面き裂発生を使用限界と考え、破壊靱性試験よりガラスライニング材の界面き裂発生のクライテリオンを求め、ガラス層内のき裂より界面き裂発生移行をその限界

* 原稿受付 2003 年 12 月 4 日。

^{*1} 准員, 太平洋エンジニアリング(株) (☎ 135-0024 東京都江東区清澄 1-2-23)。^{*2} 池袋珪瑯工業(株) (☎ 359-0001 所沢市下富 735)。^{*3} 千葉工業大学工学部。^{*4} 正員, 千葉工業大学工学部 (☎ 275-0016 習志野市津田沼 2-17-1)。

E-mail: funami@pf.it-chiba.ac.jp

荷重と仮定し、グラスライニング材の強度を評価する試験法を提案する。

2. 実験方法

2.1 材料ならびに試験片形状

鋼球落下試験、静的鋼球押し込み試験に用いた試験片は極低炭素鋼 (C : 0.004 mass %) を下地鋼板として用い、その表面をグラスライニング処理したものである。グラスライニング用下地処理剤はフリット材粉末 100 g に対し 5 wt% のポリビニールアルコール 30 ml とエチルアルコール約 40 ml を混合攪拌してスラリー状に調製した(池袋珪瑯工業 KK)。その後、スプレーガンを用いて下地処理剤を鋼板表面に噴霧塗布し、乾燥した後、焼成温度 800 °C、850 °C、900 °C で 0.9 ks 焼成した⁽³⁾。

上述の試験に用いた試験片寸法は板厚 1.6 mm、一辺 100 mm の正形状で、ガラス層の厚さは約 0.2 mm である。また破壊靱性測定に用いた試験片形状を図 1 に示す。き裂導入はグラスライニング材のガラス層と密着性の悪いステンレス箔 (厚さ : 0.01 mm、長さ : 12 mm) をき裂部分に挿入し焼成した。

Fig.1 Shape and dimension of fracture toughness specimens

図 1 (a) はき裂面に対して角度 ϕ の方向に荷重し、混合モード下での破壊を調べるための DCB 試験片である。一方、(b) はき裂面方向に荷重する SLJ 試験片であり両試験片のき裂長さ、ガラス層厚さは同じである。

2.2 試験方法

2.2.1 鋼球落下試験 鋼球落下試験は JIS R4301 に規定されている如く直径 23/16 inch、質量約 200 g の玉軸受用鋼球を用い、45 cm から基板上的矩形試験片に落下させ、試験片表面に出来た圧痕を顕微鏡観察し、鋼球接触円、リングクラック直径を測定した⁽²⁾。基板への試験片の固定方法は試料を基板上に接着した場合と枠で固定した場合 (JIS 規定) を採用したが、後述のようにリングクラック、接触円の直径変化と焼成温度の関係には大きな変化が見られなかった。しかし、接触円の中央部の損傷領域形状は試験片の基板への固定方法で異なっている。これは焼成温度の上昇と共に残留応力による試験片の反りが大きくなっていくためである。断面内での破損の様子をみると、反りがある試験片を JIS 規定のごとくに枠で固定した場合は中央の損傷域に跳ね返りの影響が強く見られ、下地鋼板とガラス層接合界面側での損傷が激しい。そのため JIS 固定方法と共に試験片裏面 (鋼側) を基板に接着固定する方法も用いた。

2.2.2 鋼球押し込み試験 落下試験と同一の鋼球を試験片上に載せ、インストロン試験機を用い速度 0.1 mm/min で荷重した。試験は大気中で行い、鋼球落下試験の際に試験片に生じた荷重ひずみエネルギーを基に荷重は 1 kN まで荷重した。また、同時に 140 kHz 共振のセンサーを用い AE 波の測定を行い、試験中に発生する AE 事象数、振幅を計測した。

2.2.3 破壊靱性試験 試験は鋼球押し込み試験と同じ試験機を使用し、図 1 のようにき裂を導入した試験片に荷重用サポート治具を取り付けた DCB、SLJ 試験片を用い引張り試験に供した。サポート治具の材質は試験片の下地鋼板と同じ材質である。

DCB 試験片は荷重方向 ϕ が 10° から 90° まで変化させることが出来、き裂の開口として I 型変形より混合モード比を順次変化させ荷重した。また、図 1 (b) は II 型のせん断変形を付与できる試験片形状である。クロスヘッド速度は 0.1 mm/min とした。

3. 実験結果

3.1 グラスライニング材の接合界面

グラスライニング材のガラス層と下地鋼板との界面は図 2 のように焼成過程で下地鋼板の Fe がフリット材中の Co、Cr と反応し凹凸状の侵食形態を示すと同時に反応によって形成される CO₂ ガスが気泡となってガラス層内に分散残存している。ガラス相表層近くに残存する気泡の密度は下地鋼板界面近くのそれより 5 割以上高く、この傾向は焼成温度を変えた場合も同

じである。気泡の寸法は $\sim 10\ \mu\text{m}$ 以下が大部分であり、界面から表面までその寸法分布も焼成温度によって変化していない。しかし、焼成温度の上昇と共に残存している気泡の密度、接合界面の残留応力は高くなっており、試験片の反りも大きくなる。

Fig. 2 Microscopic observation of an interface between a steel plate and the glass lining layer of 850°C sintering material.

3・2 鋼球落下試験の破壊形態

図3(a)は焼成温度 850°Cの試験片に鋼球を落下させた場合(JIS 固定法)にガラスライニング表面に形成された表面損傷写真である。中央部のCdは鋼球とガラス層の直接的な接触域、即ち接触円を示しRdは接触円周囲に同心円状に広がったリングクラック円直径を示したものである。図3(b)はその断面を示しているが断面内でリングクラックはコーンクラックとして円錐状に外側に広がっている。図中の上面PR層は鋼球落下試験後、試料表面を接着剤でコーティングした層で、断面観察用試料作製過程で破壊部が脱落することを防ぐために行った。GLはガラスライニング層で下面のSPは下地鋼板である。接触円は鋼球の外周形状に沿ってガラス層の一部分が残存した白色の部分と中央部の鋼球底面部でそれが粉碎・脱落した領域より構成されている。この領域は表面から深さ $100\ \mu\text{m}$ 程度である。その直下のガラス層内には内在している気泡から下地鋼板界面に進展したき裂が複数存在している。また、断面内で外側に向かい進展した複数のコーンクラック群は既に下地鋼板界面までに達している。更に界面での激しい損傷域が存在しているが、これは試験片と基板を接着し、焼成温度を下げると減少することから、試験片中央の反りのため、基板からの衝撃の跳ね返りによる効果が影響していると推測される。これら事実は鋼球落下試験での接触円、リングクラックの大きさだけ

ではガラス層の破壊が鋼板界面にまで達しているかを判断出来ないことを示している。

表面観察より計測した接触円、リングクラックの寸法と焼成温度の関係を図4に示す。焼成温度 850°C材料の接触円直径、リングクラック直径が 800°Cの焼成温度のそれより小さくなっている。この焼成温度でのガラス層の強度が高いことも示しているが 900°Cのそれとは明確な差が見られない。

3・3 鋼球押込試験の破壊形態

図5は図3と同様に焼成温度 850°Cの試料を JIS 固定法で鋼球押し込み試験により荷重 1 kN まで負荷した試料の表面と断面を観察した写真である。また、図5(c)は押し込み荷重の増加と共に断面内で広がる損傷の様子を模式的に示している。図5(b)の PR, GL, SP は図 3(b)と同様である。図3, 5の表面上での損傷観察からは落下試験と押し込み試験の間に接触面の中央部を除いて大きな違いは認められない。図6に焼成温度の異なる試験片での負荷荷重と接触円、リングクラック直径の関係を示す。

Fig. 3 Microscopic observation of the porcelain enamel surface of 850 °C sintering material after steel ball dropped test.(a): Surface micrograph of damage area, (b):Cross sectional micrograph. Rd: Diameter of the ring crack, Cd: Diameter of the contacted circle with steel ball, GL: Glass lining layer, SP: Steel plate, PR: Plastic resin.

接触円直径は鋼球周囲のガラス層の一部分が破壊しているため当然ながら Hertz の式より得られた接触円直径よりもかなり大きくなっている。

Fig. 4 Relation of diameter of ring crack or contacted circles with steel ball on the glass lining surface and sintering temperature after steel ball dropped test.

また、押し込み荷重の増加による接触円直径の変化の様子は試験片の焼成条件により顕著な違いを示さない。リングクラック径も荷重と共に増しているがその変化の割合は接触円のそれより大きく焼成温度変化によるグラスライニング材として使用可能なガラス層強度の判定は容易である。特に 800℃ の試料はガラス層の強度が低く損傷の広がり大きい。

図 5(c) のような接触円下部への損傷域の広がりやリングクラック円径の表面への広がりの違いは鋼球直下と接触域外側領域での応力分布の違いによるものである⁽⁴⁾。一方、図 5(b) の断面内の観察より、接触円下部損傷域は飛散せず鋼球外周形状に沿って残存しているため、表面からの観察では(a)図のように白色として認められる。また、下部残存非損傷領域で空隙から発生し界面方向へ進展するき裂も一部見られるが落下試験より少なく、ガラス層と下地鋼板界面での大きな損傷域は認められない。落下試験での負荷エネルギーと同一ひずみエネルギーに相当する荷重約 1 kN まで静的に押し込んだ時のリングクラック直径は落下試験でのその 1/2 以下である。

図 7、8 は AE 波測定より求めた負荷時間—事象数、AE 振幅—AE 事象数の関係を示す。図 7 に示したように AE 事象数が急に上昇始める荷重 Pr は表面観察より多くのリングクラックが発生し始めた荷重と推定出来、この発生荷重は焼結温度、すなわちガラス層の強

度に依存するが凡そ 300N~400N の範囲にあることがわかる。

Fig. 5 Microscopic observation of the porcelain enamel surface after steel ball indentation test. Rd: Diameter of ring crack, (a): Surface micrograph of damage area, (b): Cross sectional micrograph, (c): Schematic illustration of the cracks and damage area formation owing to the increasing of load, Cd: Diameter of contact ring with steel ball, PR: Plastic resin, GL: Glass lining layer, SP: Steel plate.

これら荷重では断面内で初期発生のコーンクラックが界面領域まで達している。図 8 の累乗近似線図より振

幅の小さな左側での直線部分からの折れ曲がり点では初期リングクラックが発生する。

一方、どの試験片においても右側の振幅領域では測定点に大きなバラツキが見られる。

このことからガラス層表面では複数の破壊が発生・伝播していることが推測出来る。

Fig. 6 Relation of diameter of ring crack or contact ring with steel ball on the glass lining surface and applied load after steel ball indentation test. ST: Sintering temperature

Fig. 7 Relation of number of AE events or load and time for specimens with various sintering temperature (ST)

3・4 破壊靱性試験

図1の試験片を用い、負荷方向の傾き角 ϕ を変化させ引張り試験を行った時の破断荷重と ϕ の関係を図9に示す。試験結果は各傾き角 ϕ で5本の試験片を使用しその平均値を示したものである。各試験片とも試験中、サポート治具と試験片は剥離することなくガラス層で破壊した。このガラス層厚さは0.2 mmであるが焼成温度に関わらず負荷傾き角 ϕ が大きな場合、予き裂から発生したき裂はガラス層—鋼板の片側界面から他方のガラス層—鋼板界面へと伝播し、界面において破断している。しかし負荷傾き角 ϕ が $\leq 20^\circ$ 以下になるにつれてき裂経路がガラス層を横切ることなく予き裂導入片側での界面剥離となる。

図9より、焼成温度850°Cの材料は他の焼成温度のそれより高い破壊荷重値を示しており、負荷角度を変えた場合もこの傾向は同じである。つまり、焼成温度850°Cが最も接合強度が高いと考えられ、I型モードに近い引き剥がしでの負荷形態が最も小さな剥離荷重を示している。

Fig. 8 Relationship between number of AE events and amplitude of AE for specimens with various sintering temperature (ST)

4. 考 察

4・1 鋼球落下試験と押し込み試験によるガラス層強度判定

SiC, Si₃N₄などのセラミックスに小球を衝突、静的押し込みを行った場合において両負荷様式での損傷の類似性が指摘されているが^{(5)~(6)} ガラスライニング材

への鋼球落下試験と押し込み試験の場合も、ガラス層表面損傷の様子は図3(a)、5(a)で示したように圧痕の外側に形成されるリングクラックの領域寸法が違うものの、その外見上の損傷形態は両試験法でほとんど同一である。しかし、接触円内の様子はかなり違って見える。図5(b)の断面観察から静的押し込み試験の場合は押し込み鋼球の下部のガラス層に生じた損傷領域が残存している。しかし、セラミックス等で観察されるこれら損傷域から直接発生・進展するメディアンクラックは観察されず、下部ガラス層中の気泡から下地鋼板との界面へ伸びたき裂が部分的に観察される。

これに対し、鋼球落下試験の場合はこの損傷領域が衝撃のために飛散しているが、残存している接触円周囲の部分には押し込み試験と同様に気泡から発生した多くのき裂と共に損傷域と連結した複数のき裂が観察される。また、ガラス層—下地鋼板界面でもこれらき裂と連結している界面き裂が観察される。

Fig.9 Relation of fracture load and loading direction for specimens with various sintering temperature (ST)

このように、両試験法による破壊形態の本質的な違いは見られないが、図6の静的押し込み試験のように破壊過程を逐次進行させていく方法はガラス層の強度、残存気泡の影響がリングクラック発生域の変化へ顕著に反映している。また、落下試験の場合、界面き裂の発生状況が試験片の寸法、反り、基板との固定条件の変化により大きく変わっており、基板からの衝撃反射波の影響による部分も多く、表面からのコーンクラック、メディアンクラックと分離出来ない損傷形態もある。このようにJIS規定のごとく表面損傷領域の寸法

だけではガラス層内部に留まる損傷が、ガラス層—下地鋼板界面まで損傷が進んでいるか判断できない。

4・2 ガラス層—鋼板界面の剥離強度

グラスライニング材の設計にはガラス層と下地鋼板との接合強度も重要になってくる。ガラス層表面損傷だけの部分的な脱落、コーンクラックが表層に留まっていれば補修等によって使用に十分耐え得る。焼成条件の違いによる密着強度の定性的比較は下地鋼板の引張り試験片平行部にグラスライニング処理し、下地鋼板をガラス層が脱落するまで引張り変形させ表面に残留固着しているガラス層面積を比べることで可能である⁽⁷⁾。しかし、前述の図2のようにこの界面が気泡を有しているだけでなく、凹凸形状の接合界面を創り出しているため負荷方向のちがいによる接合強度へのこの接合界面形状の効果も考えられる。

図1の試験片を用い負荷方向 ϕ を変化させ、測定した引き裂き試験より求めた各破壊荷重でのき裂先端での応力、ひずみを有限要素法により算出した。数値計算に使用した試験片モデルは界面の凹凸、気泡の存在を考慮していない。このき裂先端での応力成分を基に応力法により界面き裂での応力拡大係数成分 K_1 , K_2 を分離して求めた結果を図10に示す。ただし応力拡大係数は以下の式を用いた⁽⁸⁾。

$$K_1 = \lim_{r \rightarrow 0} \sqrt{2\pi r} (\sigma_r \cos Q + \tau_{\theta r} \sin Q)$$

$$K_2 = \lim_{r \rightarrow 0} \sqrt{2\pi r} (\tau_{\theta r} \cos Q - \sigma_r \sin Q)$$

ここで $Q = \alpha \ln(r/L)$ で、 α を以下に示す。

$$\alpha = \frac{1}{2\pi} \ln \left\{ \left[\frac{\chi_1}{G_1} + \frac{1}{G_2} \right] / \left[\frac{\chi_2}{G_2} + \frac{1}{G_1} \right] \right\}$$

上式中の $\chi = 3 - 4\nu$ 、 G は材料定数で下添数字はガラスと下地鋼板を示し、 L はき裂長さである。異材界面き裂の負荷方向の変化と K_1 , K_2 の割合はIからII型モード成分の増加に伴い、即ち、 $\phi = 90^\circ \sim 0^\circ$ へ移行するに従い楕円形のように応力拡大係数は変化する⁽⁹⁾。

図10の実線は楕円則 $K_1^2/a^2 + K_2^2/b^2 = C$ を示したものである。本実験の場合もII型モード成分の増加に伴い K_2 の値は K_1 より大きくなっているがその変化の様子は既報の異材接合材のそれよりも界面形状と気泡の影響で変動が激しい⁽¹⁰⁾。しかし、ここでも850°C材料の界面強度の優位性をはっきり見ることが出来る。 $\phi = 90^\circ$ においても使用した試験片では治具形状のき裂先端位置と負荷方向の関係より若干の

K_2 成分が残存していたが無視出来る量である。また $\phi \leq 30^\circ$, 即ち, K_2 成分が多くなる範囲で破壊の条件としての楕円則から実測値が外れてくるのには二つの原因が考えられる。

Fig.10 Relationship of fracture toughness K_1 and K_2 for deformation modes in porcelain enamel specimens with various sintering temperature

ひとつは接合界面の凹凸形状が破壊靱性値の上昇を引き起こしたと予想される。 $\phi \geq 40^\circ$ ではガラス層と下地鋼板界面の初期き裂より発生したき裂がガラス層を横断し、対面の下地鋼板界面へと進展していく傾向にある。これに対して ϕ が小さくなるにつれてせん断型負荷により破壊するため界面の形状変化が強く影響してくる。また、気泡の影響も無視できないが、その寄与の程度を定量化することは難しい。

他のそれは試験片のき裂長さ a が ϕ によって異なるために生じたものである。特に $\phi = 10^\circ$ の場合は負荷線上を越して初期き裂が伸びている試験片が多く、同一破壊荷重でもき裂が 0.5 mm 負荷線上を越すと破壊靱性値は 10% も上昇することが FEM 計算から求められる。即ち、試験片内部の初期き裂長さが不均一であったと考えられる。これら二つの想定される因子のために測定した靱性値が上昇したとすると、 K_1 , K_2 の関係は楕円則を満たす方向に推移するであろう。

4・3 ほうろう材の界面き裂発生時の押し込み荷重

鋼球押し込みと共にガラス面との接触域の外側表面で発生するリングクラックは断面内で表面に約 30° の角度でコーンクラックとして下地鋼板界面まで達し、一部は界面き裂をも発生させる。この状態でガラスライニング材はもはや使用に耐えなくなる。この押し込み限界値を求めることにより、ガラスライニング材の

接合強度を判定することは可能である。断面内のコーンクラック観察より図 11 のような軸対称モデルを設定し $\theta = 60^\circ$ のもとでき裂長さ、負荷荷重を逐次変化させ FEM 計算によりその K_1 , K_2 を求め実測値より求めた楕円則に基づく界面の破壊靱性値 $K_{ic} = (K_1 c^2 + K_2 c^2)^{1/2}$ を越す負荷荷重を算出した。モデルは軸対称モデルで荷重は図のようにボールモデルを介して作用させた。ボールとガラス層の摩擦係数は $\mu = 0.15$ とした。

図 7 の AE 測定で event 数が急上昇する荷重で発生しているき裂が界面まで達し界面破壊を引き起こす可能性の存在を判断するため、実測したガラスライニング破壊靱性値を基に算出した K_{ic} の値を図 12 に示す。モード比 γ のパラメータとして図のごとく 850°C 焼成材が高い値を示している。一方、図 11 のモデルで図 7 の荷重 Pr 値で観察される表面初期き裂より、リングクラック半径 $L_c = 0.8\text{mm}$, $\theta = 60^\circ$ でき裂を配置し、き裂長さ C を変化させ K_{ic} を計算した。図 12 で示した Cone crack の計算結果はき裂長さ C が界面に近くまで伸びたと仮定し、き裂長さ $C = 0.36\text{mm}$ としたときの押し込み荷重を変化させた場合の $K_{ic} = (K_1^2 + K_2^2)^{1/2}$ の計算結果を示したものである。荷重増加とともに K_{ic} は増加しており、破壊靱性値を基に算出した K_{ic} を超える b 点での負荷荷重は Pr とほぼ同様の 420N である。その結果、き裂長さ C が界面に近くまでで単一コーンクラックならばこの負荷荷重でガラスライニング下地鋼板までき裂が到達し、界面の近傍での破壊も生じる可能性がある。実際には複数クラックが発生し、界面到達以前に分岐し、負荷エネルギーを吸収しているため上記判定は剥離に関しては安全側である。

Fig.11 Schematic illustration of calculated model of an applied load for interface cracks initiation. C: Crack length, θ : Inclined angle of crack, L_c : Radius of ring crack initiation

この際、計算に使用した部材のガラス層、下地鋼板の縦弾性係数、ポアソン比はそれぞれ 70 GPa, 210 GPa, と 0.21, 0.3 である。

その結果、計算により求めた界面破壊荷重と図7の AE より求めた二つの直線の交点、即ち、初期イベントから二次イベントへ遷移する時の荷重値 P_r (400N) はかなり一致している。また、この P_r まで新規試験片に負荷するとすべての試験片表面上に複数のリングクラックの発生が認められる。

Fig.12 Relation of fracture criterion K_I , cracks length and fracture toughness ratio K_I/K_{II} under interface crack initiation: $\gamma = \tan^{-1}(K_I/K_{II})$. The open circles (cone crack) show the calculation result by FEM using a model ($C=0.36\text{mm}$).

a : Load $P=300\text{N}$, b : $P=420\text{N}$, c : $P=500\text{N}$

これらの事実を総合すると、AE測定より得られた上述のイベントの遷移荷重では複数き裂が既に発生しており、コーンクラックがガラス層を進展し、下地鋼板との界面に到達し、界面剥離き裂を発生させる負荷荷重値に近いと推測出来る。そのため、AE測定を併設した静的鋼球押し込み試験により負荷する手法でグラスライニング材の界面強度評価を判定することが可能である。

5. 結 言

グラスライニング材の接合強度を比較する従来の手法の問題点を検討し新たな簡便法を提案すると共にその物理的意味を検討した結果以下の結論が得られた。

- 1) グラスライニング材の強度評価試験である鋼球落下試験は表面のガラス層強度の相対評価を求める試験であるが焼成温度の違いを敏感に反映せず、ガラス層の強度を評価するには鋼球静的押し込み試験によるリングクラック径を測定の方が効果的である。
- 2) 鋼球静的押し込み試験より 850°C焼成温度のグラスライニング材が最大のガラス層強度を有しており、AE試験よりこの材料の界面き裂発生押し込み荷重が 400N 程度であることが推定出来た。
- 3) AE試験と静的押し込み試験を組み合わせ、初期のリングクラック発生時の負荷荷重をAEの発生イベント計測より求めることができ、断面上では傾角 $\theta=60^\circ$ のコーンクラックの場合、この負荷荷重の下でガラス層と下地鋼板の界面では界面き裂発生に十分な破壊靱性値に達している。
- 4) AE試験と静的押し込み試験を併用することにより、グラスライニング材の界面の強度をも考慮した強度評価が可能である。

6. 文 献

- (1) 白崎雅裕, 千葉工業大学学位論文, (1999), 17
- (2) JIS R4301, (1978), JISB1501 (1987)
- (3) 白崎雅裕, 千葉工業大学学位論文, (1999), 68-94
- (4) 鈴木智也, 清水紀夫, 船見国男, 機講論, 00-19, (2000-10), 217-218
- (5) 大串浩司, 電気通信大学学位論文, (1997), 127
- (6) Shockey, D.A., Rowcliffe, D.J., Dao, K.-C. and Seaman, L., J. Am. Ceram. Soc., 73[6] (1990), 1613
- (7) 柴崎祥弘, 早川慎, 千葉工業大学卒業研究, 未発表
- (8) 結城良治, 界面の力学, (1993), 102, 培風館
- (9) Cao, H.C. and Evans, A.G., Mech. Mater., 7, (1989), 295
- (10) 結城良治, 劉金橋, 許金泉, 大平壽昭, 小野智佳, 機論, 59-557, (1993), 74