電位差法による人造黒鉛電極材の 3点曲げ破壊靱性試験

浴 永 直 孝*

(昭和 56 年 11 月 19 日受理)

3-Point Bending Fracture Toughness Test of Artificial Graphite Electrodes by Electrical Potential Method

Naotaka Ekinaga

Hōfu Factory, TOKAI CARBON Co., Ltd., Hōfu, Yamaguchi

The fracture toughness tests of commercial artificial graphite electrodes were carried out, where crack initiation and its subsequent extension were monitored by electrical potential method. Since all of the specimens fractured nonlinearly, the fracture toughness of these graphite specimens was evaluated by J -integral procedure. J -value of these materials increased nonlinearly with the increase in the crack extension Δa . It was concluded that the J -value can be expressed by the nonlinear regression equation of $J = J_i + S(\Delta a)^m$. For the artificial graphite electrodes studied, J_i and S increased with the increase in bending strength. Whereas the exponent m is constant ($=0.6$) irrespective of the used graphite materials.

1. 緒 言

人造黒鉛材は、電気製鋼炉の電極として使用され、アーク弧の飛ぶ先端の温度は、3000℃にも昇温する。この発熱により、温度差が生じて、熱応力破壊し欠落する事故や、スクラップ溶解時、炉内のスクラップ落下により、接続部分で破壊する事故等が起っている。これらの破壊事故の対策として、より強靱な材質のものを開発しなければならないが、それには、まず、人造黒鉛電極材の破壊特性を、その寸法効果も含めて、正確に評価することが必要である。しかるに、人造黒鉛材の破壊靱性を評価するための規格は、現存していない。そこで、本報告では、金属材料の材質判定法として採用されている破壊靱性測定法(K_{IC} ¹⁾あるいは J_{IC} ²⁾測定法)に従って、その破壊靱性値を実測することを試みた。

原子炉用黒鉛材については、Corum³⁾、Vitovec⁴⁾、Yahr⁵⁾らの報告があり、いずれも線形破壊力学理論に基づいて、 K -値を算出している。また、佐藤ら⁶⁾は、円板による K_{IC} の測定法を提唱している。これらの報告では、破壊靱性試験法で最も重要な巨視亀裂の進展、あるいは、それに先行する微視的破壊については、明らかに

されていない。

本報告では、人造黒鉛電極材の破壊靱性試験に電位差法を併用して、変形にともなう亀裂の進展と破壊靱性値との関係を調べ、単一試験片による黒鉛材料の破壊靱性値の評価方法を提唱する。

2. 実験方法

2.1 実験材料

電気製鋼炉用人造黒鉛材は、電極と継手の2種類に分けられる。これらは、いずれも、石油・石炭系コークスを原料とし、ピッチと混和し、押出成形して、焼成黒鉛化される。また、焼成後、ピッチを含浸してから黒鉛化工程を経るものもある。本実験では、人造黒鉛電極材4種について、破壊靱性試験を行った。これらの試片は、いずれも、Fig.1に示す如く、押出成形方向に平行に切り出し、切欠きは、この方向に垂直に入れた。今回のテスト材料の諸特性を、Table1に示した。また、比較のため、型押し成形して得られる特殊炭素製品材もテストした。

2.2 破壊靱性試験方法

試験片形状は、Fig.2に示すように、 $B=H=40$ mm、 $S=160$ mmであり、切欠き長さは20 mm (50%)とし、切欠きはダイヤモンドカッターで機械加工した(切欠先

* 東海カーボン(株)防府工場：〒747 山口県防府市大字浜方 569

Fig. 1. Illustration of the orientation of specimen.

端半径は0.2mm)。曲げ試験テスト装置を使用して、常温にてクロスヘッド下降速度 0.5 mm/min で 3 点曲げ破壊を行った。切欠部の肩にクリップゲージを装着し、Fig. 2 において、切欠肩部開口変位 (C.O.D.) を測定した。なお、 J -値算出のためには荷重点変位の情報が必要である。JSME S 001 弾塑性破壊靱性 J_{IC} 試験方法の 3 点曲げ試験片変位計に準じて、差動トランス変位計により、全ての品種の試験片における切欠肩部開口変位と荷重点変位との関係を調べ、次式で J -値を算出した。

$$J = \frac{2A}{Bb}$$

$$\left(\begin{array}{ll} B: \text{板厚} & b: \text{リガメント深さ} \\ A: \text{荷重-荷重点変位曲線下の面積} \end{array} \right)$$

2.3 電位差法による人造黒鉛電極材の亀裂長さの判定方法

本報告では、電位差法により、亀裂長さを検出することとした。Johnson⁷⁾は、中央切欠きを有する有限板において、次の解を得ている。

$$\frac{V}{V_0} = \frac{\cosh^{-1}\left(\frac{\cosh \pi y/B}{\cos \pi a/B}\right)}{\cosh^{-1}\left(\frac{\cosh \pi y/B}{\cos \pi a_0/B}\right)}$$

Table 1. Mechanical properties of used materials and the results of fracture toughness test.

Material	Symbol	Number	Mechanical property			Results of fracture toughness test				
			Apparent density (g/cm ³)	Young's modulus (kg/mm ²)	Bending strength (kg/cm ²)	Fracture mode	K_{IC} -value (kg/mm ^{3/2})	J -value		
								J_i (kg/mm)	S	m
Artificial graphite electrode	A	7	1.62	810	109	Nonlinear		0	2.46×10^{-2}	0.66
	B	8	1.66	860	118	Nonlinear		1.5×10^{-4}	3.30×10^{-2}	0.62
	C	15	1.62	920	131	Nonlinear		1.92×10^{-3}	3.57×10^{-2}	0.56
	D	6	1.81	1550	231	Nonlinear		9.52×10^{-3}	4.19×10^{-2}	0.57
Special carbon	E	2	1.54	2850	199	Nonlinear		6.11×10^{-3}	1.24×10^{-2}	0.50
	F	2	1.71	3960	324	Linear	2.80			
	G	2	1.76	4730	544	Linear	3.46

COD(mm) for Y-axis of 2-Pen recorder

Fig. 2. Profile of test specimen.

ここで、 V は切欠きの両側の距離 y における 2 点間の電位差であり、 a_0 は初期亀裂長さ、 a は任意の亀裂長さ、 B は試験片幅である。すなわち、固有抵抗の異なる材質のものでも、同じ寸法の試験片で、同じ位置に電位差検出端子を取付け、しかも、所定の初期電位差 V_0 (本報告の場合 1mV とした) が得られるように、常に定電流を流しておけば、亀裂長さと電位差の関係は、試片の幾何学的形状、寸法のみ依存することを、この式は意味している。この結論は、他の切欠き形状を有する試片についても成立する。従って、任意の材質について、電位差の値から亀裂長さを推定することが出来る。切欠肩部の電位差測定位置は、切欠肩部に近い点とした。切欠肩部電位差を測定するにあたって、まず切欠肩部の電位差が 1 mV になるように直流定電流を流す。この 1mV を電圧発生器によって打消し、亀裂進展に伴う微小電圧変化は、増幅器によって、2 ペン式 X-Y レコーダーで記録した。これを Fig. 3 に示す。50% 切欠きを入れたサンプルに、さらにダイヤモンドカッターで、クラックを、少しずつ平行に伸長させ、この目視可能なクラック進展量 Δa (mm) と、それに対する切欠肩部の電位差変化 (μV) との関係を測定し Fig. 4 に示す。4 種の試験片について、 V と Δa の関係は一定で、 $62.5 \mu V/mm$ であった。

Fig. 3. Schematic diagram of the experimental apparatus.

Fig. 4. Relation between potential rise and forced crack extension by cutter.

3. 結果ならびに考察

3.1 人造黒鉛電極材の3点曲げ試験における亀裂進展量と電位差変化

電極材(B)について、予想破壊荷重まで負荷して、除荷した場合の荷重 vs. C.O.D. を Fig.5 に示す。除荷しても、最大負荷時の電位差が、ほぼ保たれている。この事実、一旦亀裂が入って機械的に分離した部分は、電気的にも分離していることを意味しており、また、負荷時の電位増分は、亀裂の進展によるものであることを意味している。従って、破壊靱性試験時の切欠肩部電位差変化から、人造黒鉛電極材のクラック伸長量を推定することは、妥当と考えられる。しかし、クラック伸長量の推定に当たっては、以下の点に注意する必要がある。人造

Fig. 5. Residual voltage after unloading before fracture. (graphite B)

黒鉛電極材の場合、製品素材の中に数mm以下のポーアが無数に点在している。切欠先端からのクラック発生、進展の際、切欠先端部に既存するポーアの端部からも複数個のマイクロクラックの発生が考えられる。このように、初期負荷時の複数マイクロクラックによると考えられる電位差の漸増領域においては、Fig. 4 の較正直線からクラック伸長量を求めることには注意を要する。本研究では、Fig. 4 を用い求めた電位差漸増領域でのクラック進展量 Δa を見掛けの進展量と解釈しておく。

3.2 人造黒鉛電極材の破壊挙動

破壊靱性値を求めるためには、まず、線形破壊か非線形破壊かを判別しておく必要がある。人造黒鉛電極材の線形性、非線形性を評価する規準が確立されていないので、ここでは金属材料の場合に広く使われている ASTM-E 399-70 T の手順に従うこととした。電極材(C)の破壊性について調べたものを Fig.6 に示した。荷重-開口変位曲線の初期低荷重においては、ほぼ弾性的挙動を示している。この弾性線と変位軸とのなす角度の 95% に相当する 5% secant line を引き、荷重-開口変位曲線との交点を与える荷重を P とする。荷重が P である時の弾性線と荷重-開口変位曲線との変位の差を a とする。同様にして $0.8P$ である時の変位の差を b とする。ASTM-E 399-70 T では、 $b/a < 0.25$ の場合、線形破壊したとみなしている。Fig.6 の場合、 $b/a = 0.56$ である。従って大規模降伏を併って破壊したと判断される。

ところで電極材の場合、Fig.6 に見られるように、荷

Fig. 6. The evaluation of fracture toughness according to ASTM E399. (graphite C)

重一開口変位曲線の最大荷重前に電位差変化、即ち亀裂が伸長している。従って、亀裂の伸長が荷重一開口変位の非線形性の原因となり得る。この場合、材料が本質的に完全弾性体でも、亀裂伸長のため、見掛け上、非線形性を示してしまう。しかるに、電極材の場合、Fig. 6 から分るように、電位差が変化する前の初期荷重領域でも、既に荷重一開口変位が非線形性を示しており、切欠先端の塑性変形による非線形性を示唆している。従って、我々は切欠先端での塑性変形を考慮したASTM-E399-70 Tによって線形-非線形性を評価することとした。Fig. 7 に、用いた全ての電極材材料について、その破壊靱性試験結果を示す。4種の電極材いずれの場合も、 b/a の値は0.5位で非線形破壊であったが、亀裂伸長は、それぞれの特徴を示した。電極材(A)と電極材(B)の場合、荷重負荷とはほぼ同時に亀裂が進行するが、電極材(C)と電極材(D)の場合、破壊荷重の70~80%の負荷を加えて始めて亀裂の発生が見られた。

3.3 特殊炭素材の破壊挙動

破壊靱性試験結果をFig. 8に示す。平滑試片で最も曲げ強度の高い特殊炭素材(G)が線形不安定破壊した。特殊炭素材(F)も線形破壊したが、特殊炭素材(E)は、非線形破壊した。

3.4 人造黒鉛電極材の破壊靱性値

いずれも非線形破壊したので、今回のテスト範囲全域に渡る $J-\Delta a$ 線図を作成し、Fig. 9に示した。ここでの Δa は、切欠肩部電位差の変化からFig. 4を用い換算し

Fig. 7. The results of fracture toughness test for artificial graphite electrode materials.

Fig. 8. The results of fracture toughness test for special carbon materials.

た亀裂の伸長量である。全ての試片において、 J -値は亀裂の伸長に対し、指数関数的に増加し、最大荷重後も、 J -値は増え続けている。実験は、 $\Delta a = 4.00$ mmまで行ったが、Fig. 9に矢印で示したように、 $0.3 < \Delta a < 0.8$ の範囲で、いずれも安定破壊している。金属材料においては、 $J = J_i + \left(\frac{dJ}{da}\right) \times \Delta a$ なる直線回帰式で整理する方法

Fig. 9. J -value vs. crack extension for specimens of artificial graphite electrode.

が、広く採用されているが、電極材の場合、 J -値を Δa についての直線回帰式で近似すると誤差が非常に大きい (Fig. 9)。 J_i は亀裂を発生させるための J -値であり、 $(\frac{dJ}{d\Delta a})$ は亀裂伝播抵抗値と考えられている。 J_i は亀裂発生に必要なエネルギーであるので、電極材の場合、Fig. 6に矢印で示した切欠肩部電位差が変化する点とした。従って亀裂が発生するまでの J -値と解釈出来る。 Δa に対し、 J -値が指数的に増大することから、各材料について、 $(J-J_i)$ と (Δa) とを両対数でプロットし、Fig. 10に示した。今回の実験範囲である $\Delta a \leq 400$ mmまでの全域に渡って、 $\log(\Delta a)$ と $\log(J-J_i)$ の間には、ほぼ直線性が保たれていることが判明した。従って電極材の場合、次式で整理することが妥当と考えられる。

$$J = J_i + S(\Delta a)^m$$

ここで、 J_i は、実験データにおける電位差の立ち上がりから直接求められる。また、 S 、 m は $\log(J-J_i)$ と $\log(\Delta a)$ との直線回帰から求められるもので、 $S(\Delta a)^m$ は、

Fig. 10. $\log(J-J_i)$ vs. $\log(\Delta a)$ for the specimens of artificial graphite electrode.

亀裂伝播性を示している。 J -値は、最大荷重までの範囲で評価することとした。今回、非線形破壊した全ての材料について、 $\Delta a = 0.08$ から最大荷重に至るまでの範囲で、上記、 J_i 、 S 、 m を算出し、Table 1に付記した。電極材の場合、指数 m は材質にかかわらず、ほぼ一定で、0.6位であった。従って、亀裂伝播性は、ほぼ係数 S で決定される。

J_i 、 S 、 m を平滑試験片の曲げ強さに対してプロットしたものを、Fig. 11, Fig. 12, Fig. 13に示した。Fig.

Fig. 11. J_i vs. bending strength for the specimens of artificial graphite electrode.

Fig. 12. S vs. bending strength for the specimens of artificial graphite electrode.

Fig. 13. m vs. bending strength for the specimens of artificial graphite electrode.

11 に示されているように、平滑試験片における曲げ強さが大きくなるに従って、 J_i は、ほぼ直線的に増大している。 S も曲げ強さが大きくなるに従って、増大している。

3.5 特殊炭素材の破壊靱性値

非線形破壊した特殊炭素材(E)は、人造黒鉛電極材の J -値決定法に従って算出し、Table 1 に J_i 、 S 、 m を付記した。線形破壊した特殊炭素材(F)と(G)とは、ASTM-E 399-70Tに従って、 K_{IC} -値を算出し、Table 1 に付記した。

4. む す び

人造黒鉛電極材は、実用時、接続部の折損事故や熱応力破壊事故を起している。これらは、破壊事故であるので、事故対策をとるためには、この人造黒鉛電極材の破壊性を知ることが必要である。金属材料に広く使われている破壊靱性測定法を適用した所、いずれも本試験片のサイズでは、非線形破壊することを知った。従って、線形理論にもとづく K_{IC} に代り、非線形理論にもとづく J -値で破壊性を評価する必要があることが判明した。切欠肩部電位差変化の情報に従って $J-\Delta a$ 線図を作図した所、実験範囲の全域に渡って、 $J-\Delta a$ は、非線形性を示した。そこで、本論文では、破壊点までの範囲における $\log(J-J_i)$ と $\log(\Delta a)$ との直線性から、 $J=J_i+S(\Delta a)^m$ なる回帰式で、各種電極材の J -値を評価するこ

とを提唱した。ここに J_i は、亀裂の発生に必要なエネルギーで、 $S(\Delta a)^m$ は亀裂伝播抵抗性を意味している。

J_i は平滑試片の曲げ強さが大きくなるに従って、ほぼ直線的に増加している。指数 m は材質にかかわらず、ほぼ一定であるが、係数 S は、 J_i と同様、曲げ強さと共に増大した。

5. 謝 辞

本研究を実施、報告するにあたり、御指導、御鞭撻をいただいた、東北大学工学部、高橋秀明教授に、心から感謝致します。

文 献

- 1) Annual Book of ASTM Standards E399-78, American Society for Testing and Materials, Philadelphia, 1978
- 2) ASTM Task Group E24.01.09., "Recommended Procedure for J Determination". (1977)
- 3) J. M. Corum, *J. Nucl. Mater.* **22**, 41 (1967)
- 4) F. H. Vitovec, *J. Test. Evaluat.* **1** (3), 250 (1973)
- 5) G. T. Yahr and R. S. Valachovic, in Proc. The Conference on Continuum Aspects of Graphite Design, Gatlinburg, 1970
- 6) S. Sato, *et al.*, *Carbon* **16**, 95 (1978)
- 7) H. H. Johnson, *Material Research and Standards* (1965), 442

入会のおすすめ

炭素材料学会では、(1)機関誌「炭素」の刊行(年4回、会員無償配布)、(2)年会の開催(年1回)、(3)炭素材料に関する夏季セミナーの開催(年1回)、(4)その他毎年1回、炭素材料に関する各種テーマのセミナー、および隔年1回の基礎講習会の開催、(5)炭素材料に関する単行本の発行などを事業として行ない、それぞれ会員には優遇措置がとられています。

入会ご希望の方は、葉書または電話で、下記事務局までお申し出下さい。入会申込書をお送りします。

会 費 正会員(個人) 年額 3,000 円、賛助会員(法人) 年額 25,000 円(1口) 以上

事務局 〒113 東京都文京区湯島 1-5-31 第一金森ビル 電話 03-815-3988