

SHINAGAWA TECHNICAL REPORT

定形耐火物の破壊力学特性比較

Comparison of Fracture Mechanical Properties of Shaped Refractories

吉 川 道 徳
Michinori YOSHIKAWA

小 宅 民 淳
Tamiatsu KOYAKE

飯 田 正 和
Masakazu IIDA

品川技報

定形耐火物の破壊力学特性比較

Comparison of Fracture Mechanical Properties of Shaped Refractories

吉 川 道 徳^{*1}
Michinori YOSHIKAWA

小 宅 民 淳^{*2}
Tamiatsu KOYAKE

飯 田 正 和^{*3}
Masakazu IIDA

要 旨

本報では亀裂進展長さと亀裂進展抵抗（今回は応力拡大係数「 K_R 」）の関係（R-曲線）に着目して数種の定形耐火物を評価した。

その結果、MgO-C質とマグスピ質の比較ではR-曲線の比較から、MgO-C質よりマグスピ質の応力拡大係数（ K_R ）が全ての領域で大きいため、亀裂発生抵抗性、亀裂進展抵抗共に大きいと推定される。

以上から、マグスピ質の方が亀裂発生、亀裂進展し難い材質であることがわかった。

スライドプレート用材質2種（ Al_2O_3 -C①と Al_2O_3 -C②）の比較では、亀裂開始点（ $\Delta a=0$ ）の応力拡大係数（ K_R ）は Al_2O_3 -C②の方が大きく、 Al_2O_3 -C②の方が亀裂の発生し難い材質であることがわかった。別途実施されたスポーリング試験によると Al_2O_3 -C②の方が耐スポーリング性に優れ、この材質の熱衝撃破壊抵抗性の評価には「亀裂開始点の応力拡大係数（ K_R ）」即ち亀裂発生抵抗性の方が有効な指標になる可能性があると考えられた。

また、各材質ともフロントルプロセスゾーンの直径は約6～7 mmと推定された。

Abstract

Several types of shaped refractories were evaluated in this report, which focuses on “R-curve”. R curve is the plot of the stress intensity factor (K_R), which indicates crack propagation resistance, as a function of crack growth length.

As a result of comparison of R-curve between MgO-C brick and MgO-Spinel brick, MgO-Spinel brick showed larger K_R than MgO-C brick in all regions, i.e., crack occurrence resistance and crack growth resistance of MgO-Spinel brick are larger than those of MgO-C brick. From the above results, it was found that MgO-Spinel brick has less crack occurrence and crack growth probabilities compared to MgO-C brick.

When comparing the R-curve between two slide valve plate Al_2O_3 -C materials, (Al_2O_3 -C① and Al_2O_3 -C②), K_R at the crack initiation point is larger for Al_2O_3 -C②. Thus, the Al_2O_3 -C② is less likely to initiate cracking. According to the independently carried out spalling test result, Al_2O_3 -C② exhibited better spalling resistance than Al_2O_3 -C①. It is considered that the K_R at the crack initiation point, that is, the crack occurrence resistance, is an effective index for Al_2O_3 -C material.

Also, the diameter of the frontal process zone for each material was estimated to be about 6 to 7 mm.

*¹ 技術研究所 第1研究部 第2研究室 主任研究員 Assistant Manager, Basic Study Sec., Research Dept. No.1, Research Center

*² 技術研究所 第1研究部 第2研究室 室長 General Manager, Basic Study Sec., Research Dept. No.1, Research Center

*³ 技術研究所 第1研究部長 兼 第3研究部長 General Manager, Research Dept. No.1 & No.3, Research Center

1. 緒言

従来、耐火物の亀裂等の機械的損傷については、主に熱衝撃抵抗係数 (R)、熱衝撃損傷抵抗 (R'')、クラック安定係数 (R_{st})、弾性率等から計算される応力と強度との関係や、耐火物の弾性域から破壊までに費やされる全破壊エネルギー等によって評価されてきた。従来から検討してきた全破壊エネルギーは耐火物が完全に破壊されるまでの全エネルギーを議論しているが耐火物は亀裂が発生しても破断に至らなければ使用可能な場合が多い。

耐火物には多くの微細な亀裂が存在し、それぞれの亀裂が進展することによって破壊に至る。そこで、破壊力学を用いた破壊に至る過程での亀裂の進展のし易さ（亀裂進展抵抗）を検討する事が重要である。

また、破壊力学を用いた亀裂進展抵抗の評価も行われている^{1,3,4)}。例えば日野ら¹⁾は低カーボン MgO-C れんがの亀裂挙動を破壊力学的アプローチから R-曲線を用いて評価しており、有意義な検討を行っている。そこで、本報でも数種の定形耐火物を用いて亀裂進展長さと亀裂進展抵抗（今回は応力拡大係数「 K_R 」）の関係（R-曲線）に着目して評価したので報告する。

2 実験方法

2.1 測定方法

Fig.1に実験方法の概要を示す。Fig.2に亀裂観察の一例を示し、同時に a , Δa , ΔV の関係も図内に記入した。

ノッチを入れた試料で3点曲げを行い、亀裂の状態、ノッチ幅の変化 (ΔV) をビデオで測定しながら荷重-変位曲線を得た。初期のノッチ深さは 5 mm、スパンは 100 mm、荷重は変位制御とし、変位速度を 0.2 mm/min とした。

撮影にはハイビジョンビデオカメラを用い、より鮮明な画像を撮影する為「インターレース (1 フレーム当たり、1/2 走査線記録)」ではなく「プログレッシブ (1 フレーム当たり、全走査線記録)」撮影とした。手振れを無くす為、三脚で固定し、荷重や変位と動画の同期をとるため荷重や変位記

1. Introduction

Conventionally, mechanical damage such as refractory cracking has been mainly evaluated by the thermal shock resistance coefficient (R), thermal shock damage resistance (R''), crack stability factor (R_{st}), relationship between the strength of a material itself and stress calculated from modulus of elasticity, the total fracture energy from elastic deformation stage to fracture, and the like.

For many cases, the fracture resistance of a refractory brick is evaluated by the total energy consumed until complete refractory fracture. However, the refractories are often usable for long periods after initial cracking occurs.

There are many micro cracks in refractories, which tend to grow gradually during practical application, and when the crack growth degree exceeds the threshold, refractory structure will fracture. Therefore, it is important to study the easiness of crack growth, in other words, crack growth resistance, during the crack growing stage. In order to evaluate it, fracture mechanics study is useful.

Evaluation of crack growth resistance using fracture mechanics has also been conducted^{1,3,4)}. For example, Hino et al.¹⁾ evaluated the crack growth behavior of low carbon MgO-C bricks from the view point of fracture mechanics by using R-curves and obtained meaningful results. R-curve is the plot of stress intensity factor " K_R ", which is the parameter of the crack growth resistance, as a function of crack length. Therefore, in this report as well, we evaluated the crack growth behavior of several kinds of shaped refractories by focusing on the R-curve.

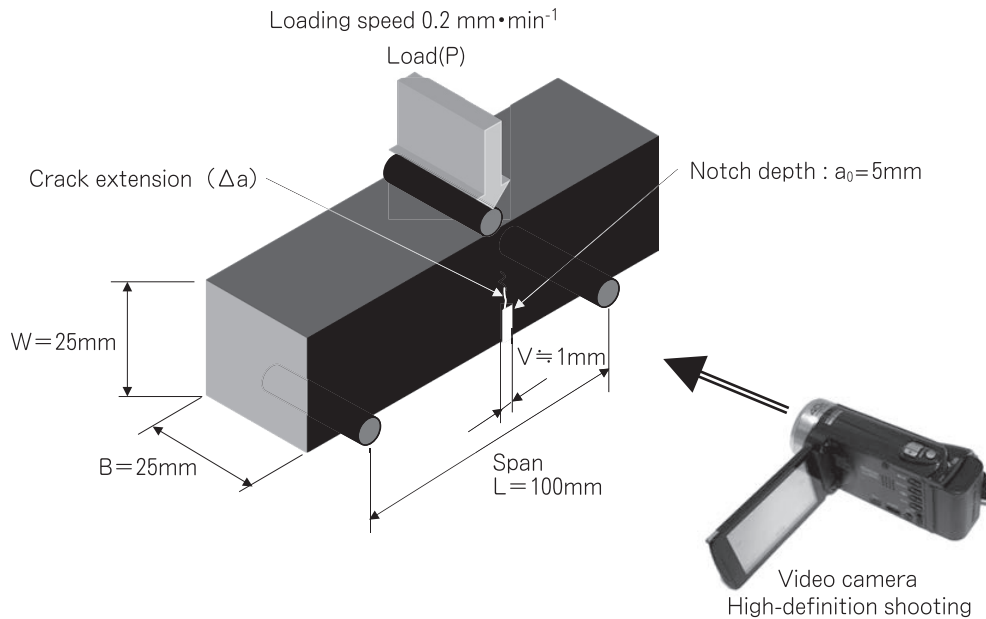
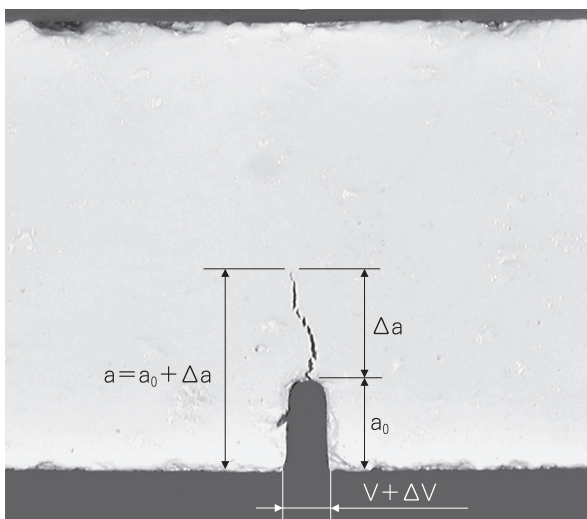


Fig. 1 Experimental set-up.

Fig. 2 Relationship between a_0 , Δa and ΔV .

録開始60秒後から動画撮影を開始した。

2. 2 Δa の計算

日野ら¹⁾が亀裂進展の指標にしているノッチ開度 (ΔV) から亀裂長さを求める方法の検討を行った。日野ら¹⁾はASTM²⁾で示されている式(1),(2)を用いて ΔV から亀裂長さ (a) を求めているが、連立方程式を解くか、繰り返し計算プログラムを組み (a/W) を求める必要があり取扱い難い。

$$\Delta V = \left(\frac{LP}{WBE} \right) V \left(\frac{a}{W} \right) \dots\dots\dots(1)$$

2. Experimental Method

2. 1 Measuring method

Fig. 1 shows the outline of an experimental method. Fig. 2 gives the dimensions of a , a_0 , Δa , V and ΔV on an image of crack growth status.

A three-point bending test was performed on the specimen with the notch, and a load-displacement curve was obtained. Meanwhile, the crack state observation and measurement of the change in the notch width (ΔV) were carried out by video. The initial notch depth and the span were 5 mm and 100 mm, respectively. The load was imposed to achieve a constant displacement speed of 0.2 mm/min.

In order to shoot a clearer image, a high-definition video camera was used for shooting, and “progressive mode (full scan line recording per frame)” was adopted instead of “interlace mode (1/2 scan line recording per frame)”. The video camera was fixed with a tripod to eliminate camera shake. For the sake of synchronizing the load and displacement measurements to the moving image, moving image shooting was

ここで,

$$V(a/W) = 6(a/W) \left[0.76 - 2.28(a/W) + 3.87(a/W)^2 + 2.07(a/W)^3 + \frac{0.66}{(1-(a/W))^2} \right] \quad (2)$$

また, ASTM²⁾には同時に ΔV から亀裂長さを求める次式(式(3),(4))も示されている。

$$(a/W) = 1.000 - 3.950 \cdot U + 2.982 \cdot U^2 - 3.214 \cdot U^3 + 51.516 \cdot U^4 - 113.031 \cdot U^5 \quad \dots\dots\dots(3)$$

ここで,

$$U = \frac{1}{1 + \sqrt{\left(\frac{EB\Delta V}{P}\right) \left(\frac{4W}{L}\right)}} \quad \dots\dots\dots(4)$$

両者(式(1),(2)と式(3),(4))の違いを確認する計算を行ったが, 本実験で用いた試料の範囲では両者に違いが無かった為, 今後は直接計算で解(a/W)が求められる式(3),(4)を用いて Δa を求めることとした。式(1),(4)では E はヤング率を示す。

2.3 R-曲線の計算

日野ら¹⁾は, 応力拡大係数(K_R)をセラミックスの近似式³⁾を用いて式(5),(6)で表している。本報でも, 応力拡大係数(K_R)をセラミックスの近似式(5)で計算した。

$$K_R = \frac{3PL}{2BW^2} \sqrt{a} \cdot F(a/W) \quad \dots\dots\dots(5)$$

ここで,

$$F(a/W) = 1.964 - 2.837(a/W) + 13.71(a/W)^2 - 23.25(a/W)^3 + 24.13(a/W)^4 \quad \dots\dots\dots(6)$$

但し式(6)の係数はTable 1の $L/W=7.5$ の場合の係数になっているが, 本研究ではスパンが100mm, 試料形状が $25 \times 25 \times 120$ mmから $L/W=4$ なので下記の式(7)を適用した。

$$F(a/W) = 1.935 - 3.134(a/W) + 14.60(a/W)^2 - 24.62(a/W)^3 + 25.05(a/W)^4 \quad \dots\dots\dots(7)$$

ΔV の測定結果から式(3)の(a/W)を式(7)に代入し, 式(5)から K_R を算出し, 亀裂長さ(Δa)に対してプロットすることでR-曲線を得た。 K_R と

started exactly after 60 seconds since the load and displacement were recorded.

2.2 Calculating Δa

We examined the method of the crack length determination according to the notch opening (ΔV) of which Hino et al¹⁾ had used as an indicator of crack growth. Hino et al¹⁾ calculated the crack length (a) from ΔV using equations (1) and (2) described in ASTM²⁾. However, it requires to solving simultaneous equations. Additionally, it is necessary to calculate a/W with an iterative calculation program. Thus, it is difficult to handle.

$$\Delta V = \left(\frac{LP}{WBE} \right) V(a/W) \quad \dots\dots\dots(1)$$

where:

$$V(a/W) = 6(a/W) \left[0.76 - 2.28(a/W) + 3.87(a/W)^2 + 2.07(a/W)^3 + \frac{0.66}{(1-(a/W))^2} \right] \quad (2)$$

Also in ASTM²⁾, the following equations (equations (3) and (4)) for obtaining the crack length from ΔV are shown.

$$(a/W) = 1.000 - 3.950 \cdot U + 2.982 \cdot U^2 - 3.214 \cdot U^3 + 51.516 \cdot U^4 - 113.031 \cdot U^5 \quad \dots\dots\dots(3)$$

where:

$$U = \frac{1}{1 + \sqrt{\left(\frac{EB\Delta V}{P}\right) \left(\frac{4W}{L}\right)}} \quad \dots\dots\dots(4)$$

According to the trial calculations, which were carried out to confirm the difference between both sets of equations, i.e., set of (1) and (2) and that of (3) and (4), no difference was detected in the range of this experiment. For that reason, we decided to calculate Δa by using equations (3) and (4) that solve (a/W) by direct calculation. In equations (1) and (4), E represents Young's modulus.

Table 1 The coefficient A of the fourth order polynomial approximation for each L/W³⁾

$$Y=A_0+A_1\lambda+A_2\lambda^2+A_3\lambda^3+A_4\lambda^4 \quad [\lambda=(a/W), Y=F(a/W)]$$

L/W	A ₀	A ₁	A ₂	A ₃	A ₄
4	1.935	-3.134	14.60	-24.62	25.05
6	1.956	-2.925	13.97	-23.65	24.40
7.5	1.964	-2.837	13.71	-23.25	24.13
8	1.966	-2.815	13.64	-23.15	24.06
10	1.972	-2.746	13.44	-22.84	23.86
15	1.979	-2.655	13.17	-22.43	23.58
20	1.984	-2.609	13.03	-22.23	23.45

P : Load, L : Span, B : Width of test sample,
W : Height of test sample

Δaは1秒間隔で算出した。

2. 4 試験試料

供試試料はMgO-C質, MgO-Spinel (マグスピ) 質, スライドゲートバルブ (以下SV) 用Al₂O₃-C ①, Al₂O₃-C②の4種類を用いた。MgO-C質, マグスピ質の品質表をTable 2に示す。SV用Al₂O₃-C ①, Al₂O₃-C②の品質表をTable 3に示す。MgO-C質は鍋用スラグラインに使用されているもので通常の乾燥処置を行った材質。マグスピ質はセメントロータリーキルンに使用されている材質。SV

Table 2 Material for MgO-C and MgO-Spinel

Material		MgO-C	MgO-Spinel
Chemical composition /mass%	MgO	83	81.0
	C	11	
	Al ₂ O ₃		17.6
	CaO		0.7
Apparent porosity /%		3.9	15.1
Bulk specific gravity /-		3.07	3.00
Crushing strength /MPa		38	50

Table 3 Material for slide-gate plate

Material		Al ₂ O ₃ -C ①	Al ₂ O ₃ -C ②
Characteristic		Base	Improvement of thermal shock resistance
Chemical composition /mass%	Al ₂ O ₃	75	78.8
	SiO ₂	2.6	4.1
	ZrO ₂	12.2	10.6
	C	4.5	4.5
Apparent porosity /%		11.5	11.6
Bulk specific gravity /-		3.29	3.23
Crushing strength /MPa		144	110

2. 3 Calculation of R-curve

Hino et al¹⁾ calculated stress intensity factor (K_R) by equations (5) and (6) using an approximate formula of ceramics³⁾. Also in this report, the stress intensity factor (K_R) was calculated by the approximate formula of ceramics (Equation (5)).

$$K_R = \frac{3PL}{2BW^2} \sqrt{a} \cdot F(a/W) \quad \dots\dots\dots(5)$$

where:

$$F(a/W) = 1.964 - 2.837(a/W) + 13.71(a/W)^2 - 23.25(a/W)^3 + 24.13(a/W)^4 \quad \dots\dots\dots(6)$$

The coefficients of equation (6) correspond to the specimen in the shape of L/W=7.5 in Table 1. However, in the present study, the following equation (7) for L/W=4 was applied because the span was 100 mm and the sample shape was 25×25×120 mm.

$$F(a/W) = 1.935 - 3.134(a/W) + 14.60(a/W)^2 - 24.62(a/W)^3 + 25.05(a/W)^4 \quad \dots\dots\dots(7)$$

By substituting (a/W) of equation (3) into equation (7), F(a/W) is obtainable. Thus, K_R can be calculated from equation (5). Plotting K_R against the crack length (Δa), R-curve can be obtained. K_R and Δa were calculated at intervals of 1 second.

2. 4 Test sample

In this study, MgO-C, MgO-Spinel and two Al₂O₃-C materials were evaluated. Table 2 shows the typical properties of MgO-C and MgO-Spinel. MgO-C is a resin-bonded unburnt brick used for the slag line of steel ladles and was subjected to evaluation without extra heat treatment. MgO-Spinel is the burnt brick used for cement rotary kiln. Table 3 shows the typical properties of Al₂O₃-C① and Al₂O₃-C② for slide gate valve (SV). Al₂O₃-C① is a general product and ② is a material with improved

用 Al_2O_3 -C①は一般品で、②は弾性率を下げて（同時に強度も下がるが）耐熱衝撃抵抗性を向上させた材質である。

試料の観察面には亀裂を見易くするためラッカー系塗料（白色）を筆で多回数塗装を行った。試験には、 $25 \times 25 \times 120 \text{ mm}$ の試料の4面を平研で仕上げ、中央に巾1 mmのダイヤモンドカッターで深さ5 mmのノッチを入れて作成した。測定は $n=5$ で行い、その中で標準的な荷重-変位曲線を示した（破壊エネルギーが平均的な）1試料を用いて測定を行った。

3. 実験結果

3.1 MgO -C質とマグスピ質の比較

Fig.3に MgO -C質とマグスピ質の荷重変位曲線を実線で、式(3),(4)を用いて得られた MgO -C質とマグスピ質の Δa の値を破線で示す。以後、マーカーは線の区別を付ける為に用い、間引いて表示している。

式(5),(7)を用いて得られた MgO -C質とマグスピ質のR-曲線をFig.4に示す。 MgO -C質とマグスピ質を比較すると、 MgO -C質よりマグスピ質の方が亀裂開始点（ $\Delta a=0$ ）、亀裂進展途中共に応力拡大係数（ K_R ）が大きいので、亀裂発生抵抗性、亀裂進展抵抗性が大きいと推定される。よって、マグスピ質の方が亀裂発生し難く、亀裂進展もし難

thermal shock resistance by decreasing the elastic modulus (at the same time, strength decreases). The effectiveness of the improvement has been evaluated by spalling test prior to this study.

For the sake of crack observation easiness, the observation side of the samples were painted with a white lacquer several times with a brush. In order to prepare a test sample, four sides of a sample of $25 \times 25 \times 120 \text{ mm}$ were carefully polished and followed by introduction of a notch with a depth of 5 mm at the center by a diamond cutter with a width of 1 mm. The measurements of 5 samples were carried out for the each experimental condition and the typical load-displacement curve, which showed the average fracture energy for the 5 samples that were subjected to the R-curve analysis.

3. Experimental Result

3.1 Comparison of MgO -C and MgO -Spinel

The typical load displacement curves of MgO -C and MgO -Spinel and Δa of each specimen determined by equations (3) and (4) are shown in Fig. 3 by solid and dotted lines,

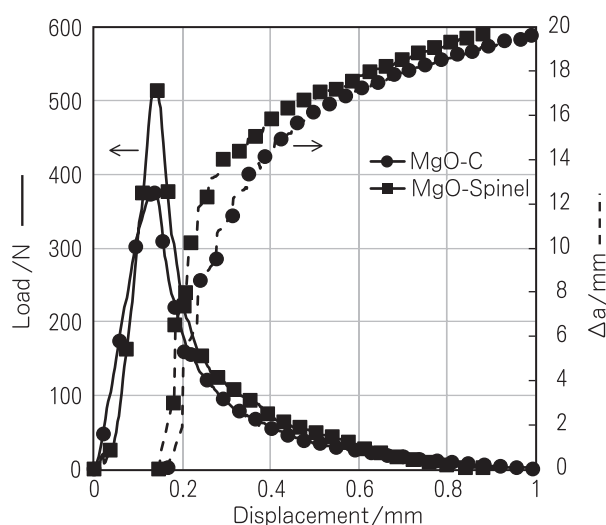


Fig. 3 Load-Displacement curves and Δa -Displacement curves.

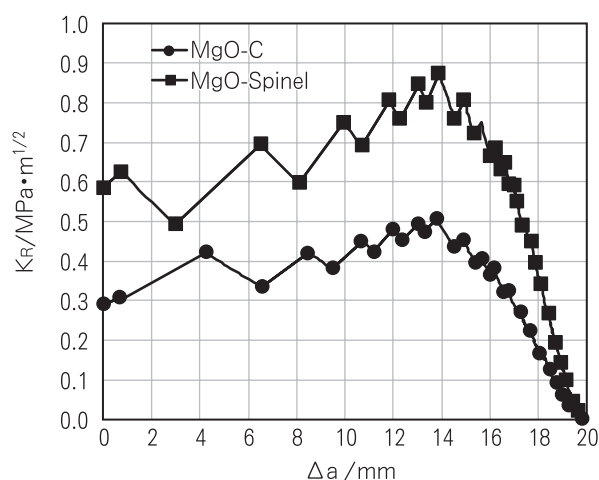


Fig. 4 R-curves of MgO -C and MgO -Spinel.

い材質であることがわかった。

3.2 SV用 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-C}\text{①}$, $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-C}\text{②}$ の比較

Fig.5に荷重-変位曲線（実線）と Δa の曲線（破線）を示す。 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-C}\text{②}$ の方が強度、弾性率共に低いことがわかる。Fig.6に両者のR-曲線を示す（プロセスゾーンについては後述）。亀裂開始点（ $\Delta a=0$ ）の応力拡大係数（ K_R ）は $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-C}\text{②}$ の方が大きく、 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-C}\text{②}$ の方が亀裂の発生し難い材質であることがわかった。その後、亀裂進展に伴って（ K_R ）の値は $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-C}\text{②}$ に比べ $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-C}\text{①}$ の方が

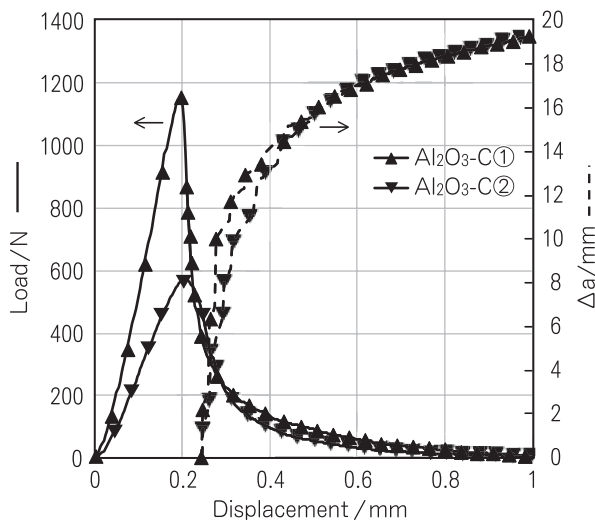


Fig. 5 Load-Displacement curves and Δa -Displacement curves.

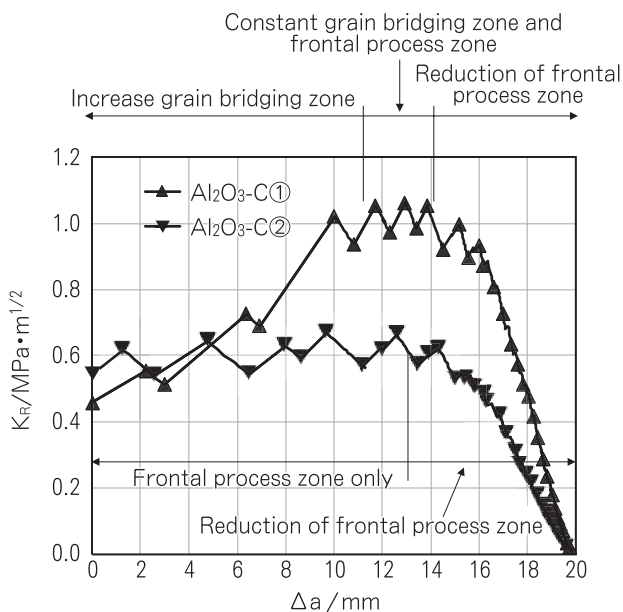


Fig. 6 R-curves of $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-C}$.

respectively. Marker-plotted points in graphs are randomly selected for the purpose of easy identification of the curves.

Fig. 4 shows the R-curves of MgO-C brick and MgO-Spinel brick obtained by using equations (5) and (7). Comparing a MgO-C brick and a MgO-Spinel brick, the stress intensity factor (K_R) of MgO-Spinel brick was larger than that of MgO-C brick for both stages as crack initiation ($\Delta a=0$) and crack growth. Therefore, it was found that material consisting of the MgO-Spinel possesses superior resistance to crack occurrence as well as crack growth.

3.2 Comparison of $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-C}\text{①}$ and $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-C}\text{②}$ for SV

Fig. 5 shows the load-displacement curves (solid lines) and the Δa -displacement curves (dashed line) of $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-C}\text{①}$ and ②. $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-C}\text{②}$ has lower strength and elastic modulus. The R-curves of both materials are shown in Fig. 6 with a description of the concept of the process zone, which will be described later. According to Fig. 6, it was found that the stress intensity factor (K_R) of $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-C}\text{②}$ at the crack initiation point ($\Delta a=0$) was larger. This indicates that $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-C}\text{②}$ is a material for which less occurrence of cracking is expected. After that, along with crack growth, it was found that the K_R of $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-C}\text{①}$ became larger compared with $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-C}\text{②}$. Thus, it was clarified that $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-C}\text{①}$ is the best material in which suppresses crack growth.

4. Discussion

4.1 Crack occurrence resistance and crack growth resistance

According to the careful comparison of displacement values of the crack initiation point ($\Delta a=0$) and the maximum load point in Figs. 3 and 5, it was clarified that the main crack

大きくなり、 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-C①}$ の方が亀裂進展し難い材質であることがわかった。

4. 考察

4.1 亀裂発生抵抗性と亀裂進展抵抗性

Fig.3, 5の亀裂開始点 ($\Delta a=0$) を見ると、荷重変位曲線の荷重の最大値を超えて下降する部分からノッチから主亀裂が発生 (ΔV から計算した Δa が増加) している。これは、最大荷重を超えた後もれんが内の微亀裂が進展 (エネルギーを消費) して、ノッチからの主亀裂に及ばない事が原因と考えられる。このれんが内の微亀裂によるエネルギーの消費がその許容値を超えた後、ノッチから発生する主亀裂に及ぶと考えられ、これが亀裂発生抵抗性であると思われる。その後はノッチからの主亀裂が進展し、その進展に伴って K_R の値が変化する。これが亀裂進展抵抗性であると思われる。以上のように、亀裂発生抵抗性と亀裂進展抵抗性は違った意味合いを持っていると考えられる。

4.2 熱スポーリングとの関係

本報の亀裂進展実験は、耐圧試験機を用いた静的荷重下でゆっくりと歪を与える静的破壊実験であり、亀裂進展抵抗性を評価する事が主目的である。熱衝撃による亀裂は急激な温度変化による熱膨張差によって生じる急激で大きな歪によって亀裂が発生する動的破壊であり亀裂は発生から一気に進展する。そこで「亀裂開始点の応力拡大係数 (K_R)」に着目した。

SV用 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-C①}$, $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-C②}$ の比較から、耐熱衝撃抵抗性を向上させた $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-C②}$ の方が「亀裂開始点の応力拡大係数 (K_R)」が大きかったので、熱衝撃破壊抵抗性の評価には「亀裂開始点の応力拡大係数 (K_R)」、即ち亀裂発生抵抗性の方が有効な指標になる可能性があると考えられ、ラボテストのスポーリング試験と一致する結果となった。

4.3 プロセスゾーンについて⁴⁾

Fig.7にプロセスゾーンの概念図を示す。

亀裂先端では負荷に伴って非線形性の著しいフロントルプロセスゾーンが必ず生じ亀裂先端の応力は無限大とはならない⁵⁾。また、耐火物の様な材

occurs from the notch tip beyond the maximum load value of the load-displacement curve. This is considered attributable to the consumption of energy according to growth of micro cracks apart from the main crack. Then, the main crack starts to propagate when strain energy exceeds the value of which micro crack growth potentially consumes. This energy consumption prior to the main crack propagation is assumable to be crack occurrence resistance.

After the main crack propagation, the value of K_R changes in accordance with crack growth. This is considered to be crack growth resistance. As described above, crack occurrence resistance and crack growth resistance are considered to be different.

4.2 Relationship with thermal spalling

The crack growth experiment in this report is a static fracture experiment which imposes strain slowly in a quasi-static manner and the main purpose is to evaluate crack growth resistance. Contrarily, cracks due to thermal shock are dynamic fractures caused by rapid and large strain corresponding to a thermal expansion difference according to a rapid temperature change, thus, a crack grows instantly once it occurs. Therefore, we focused on the stress intensity factor (K_R) at the crack starting point.

From the comparison of $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-C①}$ and $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-C②}$ for SV, the stress intensity factor (K_R) at crack initiation point was determined to be larger for $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-C②}$ with improved thermal shock resistance. Therefore, for thermal shock fracture resistance evaluation, it is considered that the stress intensity factor (K_R) at the crack starting point, that is, crack occurrence resistance, may be an effective index since it is in agreement with the priorly conducted laboratory spalling test.

料では、フロントルプロセスゾーン以外にもプロセスゾーンウェイクが存在する。

亀裂は残留歪みエネルギー効果、粒子架橋効果の作用を受けながら進展する。このとき、残留歪みエネルギー効果はプロセスゾーンから得られ、粒子架橋効果は粒子架橋ゾーンから得られる。ここで、プロセスゾーンはフロントルプロセスゾーンとプロセスゾーンウェイクからなる。

Fig.8のマグスピ質を例にした粒子架橋ゾーンを見ていくと、前半の応力拡大係数(K_R)が上昇曲線を描いている部分は粒子架橋ゾーンが増大している領域と考えられ、後半の応力拡大係数(K_R)が下降曲線を描いている部分はフロントルプロセスゾーンが減少していく領域と考えられる。Fig.8ではマグスピ質のフロントルプロセスゾーンの直

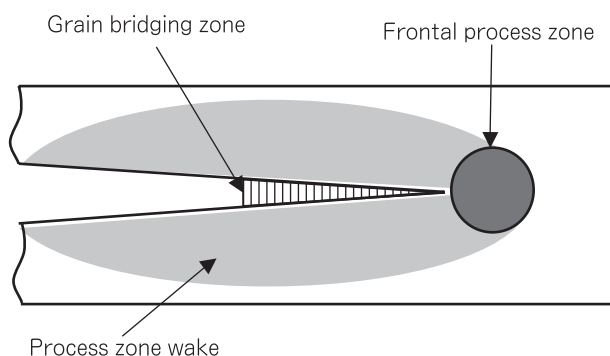


Fig. 7 Conceptual diagram of process zone⁴⁾.

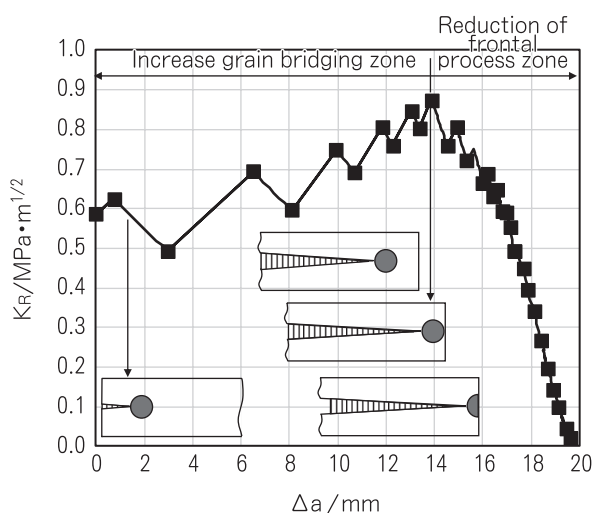


Fig. 8 R-curves and process zone.

4. 3 About process zone⁴⁾

Fig.7 shows a conceptual diagram of the process zone⁴⁾.

The frontal process zone is assumed as the spherical zone that inevitably appears in front of the crack tip in accordance with stress increase. In this zone, extraordinary high non-linearity is recognized for stress-strain correlation according to the residual stress, formation and growth of micro cracks around the crack tip, and so on. Thanks to the frontal process zone, the stress affecting the crack tip is always finite⁵⁾. Also, in complex materials such as refractories, the process zone wake and grain bridging zone are assumable. Thus, crack propagation is influenced by of the residual strain energy effect and the grain bridging effect. The residual strain energy effect is attained for the process zone which is composed of the frontal process zone and the process zone wake. A grain bridging effect is attained for the grained bridging zone.

Fig.8 schematically shows the influence of the process zone on the R-curve of MgO-spinel brick. The former stage of R-curve, at which the stress intensity factor (K_R) rises, corresponds to the increase in process zone. The stress intensity factor (K_R) descending stage is considered to be the stage of which the frontal process zone decreases. According to Fig.8, the diameter of the frontal process zone of MgO-Spinel was estimated to be about 6 mm. From Fig.4, it is estimated that the diameter of the frontal process zone of the MgO-C brick is about 6 mm because the maximum value of the stress intensity factor (K_R) appears at almost the same position as that for MgO-Spinel brick.

According to Fig.6, the stress intensity factor (K_R) of $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-C}$ ① has increased until $\Delta a=11$ mm. It is considered to correspond to

径は約 6 mm と推定される。Fig.4 から、MgO-C 質の応力拡大係数 (K_R) の最大値がマグスピ質とほぼ同じ位置に出ていることから、フロントルプロセスゾーンの直径は約 6 mm 程度と推定される。

Fig.6 からは $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-C}\text{①}$ の応力拡大係数 (K_R) は Δa が約 11 mm まで上昇し粒子架橋ゾーンが増加しており、11~14 mm まではほぼ一定で、フロントルプロセスゾーンと粒子架橋ゾーンが平衡しており、14 mm 以降は下降に転じフロントルプロセスゾーンが減少していると考えられる。フロントルプロセスゾーンの直径は約 6 mm と推定され、粒子架橋ゾーンの長さは約 11 mm と推定される。

$\text{Al}_2\text{O}_3\text{-C}\text{②}$ の応力拡大係数 (K_R) は Δa が約 13 mm まではほぼ一定で、あたかも粒子架橋ゾーンが存在しないかのように見え、13 mm 以降は下降に転じフロントルプロセスゾーンが減少していると考えられる。フロントルプロセスゾーンの直径は約 7 mm と推定される。

4. 4 MgO-C 質, マグスピ質, SV 用 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-C}\text{①}$, $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-C}\text{②}$ の比較

Fig.9 に MgO-C 質, マグスピ質, SV 用材質 2 種の R-曲線をまとめて示す。

「亀裂開始点の応力拡大係数 (K_R)」即ち亀裂発生抵抗性は、マグスピ $> \text{Al}_2\text{O}_3\text{-C}\text{②} > \text{Al}_2\text{O}_3\text{-C}\text{①} > \text{MgO-C}$ の順となった。「応力拡大係数 (K_R) の最大値」即ち亀裂進展抵抗性は $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-C}\text{①} > \text{MgO-Spinel}$

the increase in the grain bridging zone. From $\Delta a = 11$ to 14 mm, the stress intensity factor was almost constant. It indicates that the frontal process zone and the grain bridging zone are respectively in equilibrium. After $\Delta a = 14$ mm, the stress intensity factor turns downward. In this stage, the frontal process zone is considered to be decreasing. It was estimated that the diameter of the frontal process zone is about 6 mm and the length of the grain bridging zone is about 11 mm.

The stress intensity factor (K_R) of $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-C}\text{②}$ is almost constant up to about 13 mm of Δa . It seems as if there is no grain bridging zone. After $\Delta a = 13$ mm, it turns down, so the frontal process zone is considered to be decreasing. The diameter of the frontal process zone is estimated to be about 7 mm.

4. 4 Comparison of MgO-C, MgO-Spinel and $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-C}\text{①}$, $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-C}\text{②}$ for SV

Fig. 9 shows the R-curves of MgO-C, MgO-Spinel and two SV materials comprehensively.

The stress intensity factor (K_R) at the crack initiation point, that is, the cracking occurrence resistance, was large in the order of MgO-Spinel $> \text{Al}_2\text{O}_3\text{-C}\text{②} > \text{Al}_2\text{O}_3\text{-C}\text{①} > \text{MgO-C}$. On the other hand, maximum value of stress intensity factor (K_R), that is, crack growth resistance, was large in the order of $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-C}\text{①} > \text{MgO-Spinel} > \text{Al}_2\text{O}_3\text{-C}\text{②} > \text{MgO-C}$. Although the difference of these four materials seems to be greatly influenced by the material and microstructure, details are not clear at the present time. In order to clarify that, sufficient numbers of further studies are necessary.

5. Summary

A comparison of the R-curve of MgO-C brick and MgO-Spinel brick showed that the stress intensity factor (K_R) of MgO-Spinel brick was larger than MgO-C brick in all regions.

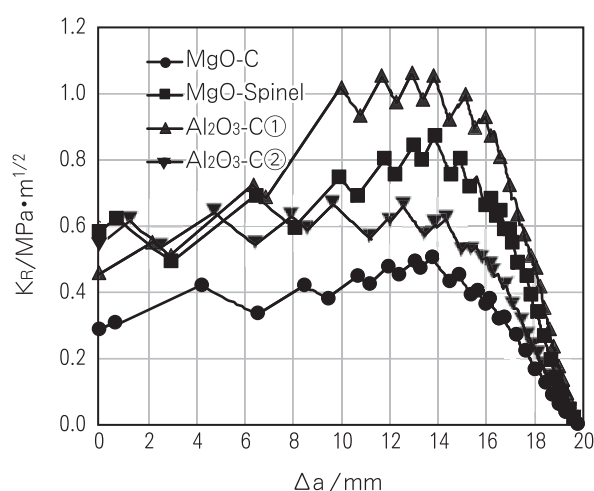


Fig. 9 R-curves of MgO-C, MgO-Spinel and $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-C}$.

グスピ>Al₂O₃-C②>MgO-Cの順となった。これら4材質の差は材質や組織の影響が大きいと思われるが、まだn数も少なく詳細は現時点では明らかにできていない。

5. まとめ

MgO-C質とマグスピ質の比較ではR-曲線の比較から、MgO-C質よりマグスピ質の応力拡大係数(K_R)が全ての領域で大きく亀裂発生抵抗性、亀裂進展抵抗共に大きいと推定される。以上から、マグスピ質の方が亀裂発生、亀裂進展し難い材質であることがわかった。

SV用材質2種の比較では、亀裂開始点($\Delta a=0$)の応力拡大係数(K_R)はAl₂O₃-C②の方が大きく、Al₂O₃-C②の方が亀裂の発生し難い材質であることがわかった。この材質の熱衝撃破壊抵抗性の評価には「亀裂開始点の応力拡大係数(K_R)」、即ち亀裂発生抵抗性の方が有効な指標になる可能性があると考えられ、ラボテストのスポーリング試験と一致する結果となった。

また、各材質ともフロントルプロセスゾーンの直径は約6～7mmと推定された。

That indicates that both crack occurrence resistance and crack growth resistance of MgO-spinel brick are larger. From the above, it was found that the the MgO-Spinel brick is a material of which less occurrence of crack initiation and crack growth is expected.

In a comparison of the R-curve between two materials for the slide valve (SV), Al₂O₃-C① and Al₂O₃-C②, the stress intensity factor (K_R) at the crack initiation point ($\Delta a=0$) is larger for Al₂O₃-C②. That means that cracking is less likely to occur in Al₂O₃-C②. According to the priorly performed evaluation of the thermal shock fracture resistance of these materials that demonstrated Al₂O₃-C② had shown better thermal spalling resistance, it is considered that the stress intensity factor (K_R) at the crack initiation point, that is, the crack occurrence resistance, may be an effective index for spalling resistance of this material.

Also, the diameter of the frontal process zone for each material was estimated to be about 6 to 7 mm.

References

- 1) Y. Hino, S. Zhang : Taikabutsu 68 [4] 154-164 (2016).
- 2) ASTM International : ASTM E399-09, Standard Test Method for Linear-Elastic Plane-Strain Fracture Toughness K_{IC} of Metallic Materials, ASTM International, USA, (2009).
- 3) F. Wakai, S. Sakaguchi, Y. Matsuno : Yogyo-Kyokai-Shi 93 [8] 479-480 (1985).
- 4) M. Sakai : Taikabustu 39 [11] 604-613 (1987).
- 5) T. Nishida, E. Yasuda : Seramikkusu no rikigakuteki tokusei hyouka, Nikkan Kogyou Shimibun, Ltd. (1989) p.110.