
耐火物の耐熱衝撃性の評価に対するアコースティックエミッションの応用

Evaluation of Thermal Shock Resistance of Refractories by Using Acoustic Emission Technique

熊谷 正人(Masato Kumagai) 内村 良治(Ryoji Uchimura) 岸高 寿(Hisashi Kishidaka)

要旨：

耐火物の耐熱衝撃性を、理論的、実験的に評価する際の問題点について概括したのち、アコースティックエミッション(AE)をき裂発生、伝播の検出手段とする実験手法で、耐熱衝撃性の評価を行いうることを示した。従来の実験的评价では、あまり重要視されなかった熱衝撃条件、試験片形状、周囲からの拘束条件が、熱衝撃損傷に大きな影響を与えることを明らかにするとともに、本手法による評価は、耐火物の実用時の耐熱衝撃性と良く対応することを示した。この実験的评价法は、れんがを片面加熱したときにれんが内部に生ずる熱応力の計算結果および Hasselman の熱衝撃損傷に関する論理からみても、十分妥当性を有する。

Synopsis：

Theoretical and experimental problems encountered in evaluating thermal shock resistance of refractories are summarized and a newly developed evaluation method using acoustic emission for detection of cracking is explained. It has been clarified that thermal shock conditions, specimen dimensions and restraining conditions, which were ignored in the previous studies, have a great influence on the thermal shock damage behavior. The evaluation based on the AE characteristics of refractories has a good correlation with actual service performance. Sufficient propriety for the evaluation is also given by the calculation of thermal stresses produced in a brick and the Hasselman's theory regarding the thermal shock damage.

(c)JFE Steel Corporation, 2003

本文は次のページから閲覧できます。

耐火物の耐熱衝撃性の評価に対する アコースティックエミッションの応用

Evaluation of Thermal Shock Resistance of Refractories by Using Acoustic Emission Technique

熊谷 正人*
Masato Kumagai

内村 良治**
Ryoji Uchimura

岸 高 寿***
Hisashi Kishidaka

Synopsis:

Theoretical and experimental problems encountered in evaluating thermal shock resistance of refractories are summarized and a newly developed evaluation method using acoustic emission for detection of cracking is explained.

It has been clarified that thermal shock conditions, specimen dimensions and restraining conditions, which were ignored in the previous studies, have a great influence on the thermal shock damage behavior. The evaluation based on the AE characteristics of refractories has a good correlation with actual service performance.

Sufficient propriety for the evaluation is also given by the calculation of thermal stresses produced in a brick and the Hasselman's theory regarding the thermal shock damage.

1. 緒 言

鉄鋼用耐火物の多くは厳しい熱的条件下で使用され、スポーリング損傷を受ける。耐火物のスポーリング現象は、種々の熱衝撃によって耐火物中のある部分にき裂が生じ、それが成長して破壊に至り、一部が剥落する現象を言っており、熱衝撃損傷の顕著な例である。特に、電気炉ホットスポット¹⁾、LD転がや混鉄車の昇熱時^{2,3)}、最近では底吹き転がりの底り等のスポーリング損傷が知られている。熱衝撃による損傷は、一時に数十mmの剥落を起こすため、比較的均一な損耗を示すス

ラクによる溶損や磨耗損傷と比較すると、耐火物原単位の点はもちろん、炉の安定操業への悪影響が大きい。しかし、従来から、耐火物の耐熱衝撃性を使用に先立って的確に評価するための適当な試験方法がなく、耐火物の選択、炉の昇熱条件の設定が、経験をもとに試行錯誤的に行われてきた感は否めない。

本報では、従来からの熱衝撃損傷に関する理論的、実験的評価方法について再検討するとともに、筆者らが開発したAE (Acoustic Emission) を応用した耐火物の耐熱衝撃性の評価について述べる。

* 技術研究所耐火物研究室

*** 技術研究所次長・耐火物研究室長
[昭和54年3月1日原稿受付]

** 技術研究所耐火物研究室主任研究員

2. 耐火物の熱衝撃損傷に関する従来の研究

2.1 理論的評価

一般に、熱衝撃に対する材料の挙動は次の要因で決まる⁵⁾。

- (1) 熱衝撃の程度；温度変化の程度，材料と周囲の熱の移動条件，それらの時間的变化
- (2) 材料の性質；機械的性質，熱的性質
- (3) 材料の幾何学的形状

耐火物の場合には，単体として用いられるよりも壁面のような構造体の一部として用いられることが多いため，

- (4) 外力の影響；熱膨張の拘束

の要因も含まれる。これらのうち，(2)は熱衝撃によって材料内部に生じた熱応力に対して，材料が耐えるか否かを決定する要因であり，材料間の優劣の比較を諸物性値から判断したり，材料開発，材質改善を行う場合に，材料物性をどの方向に向けたら良いかを定めるのに有効であるため，研究の重点が置かれてきた。特に，ある熱衝撃条件下でき裂の発生または損傷が起こりやすいかどうかを材料特性パラメータで判断し，耐熱衝撃性を評価しようとする試みは数多くなされている。

その一つの立場は，熱衝撃によって材料内にき裂が入ることを問題とするものであり，熱衝撃によって生じた熱応力が，材料の破壊強度（セラミックス材料では，ほとんど引張応力で破壊するので引張強度をとる）を越えた時にき裂が発生すると考え，しかもき裂の発生が材料の損傷を致命的にすると考える。この場合の材料特性パラメータは熱衝撃破壊抵抗係数と呼ばれ，材料形状，熱衝撃条件に応じて種々のものが提案されている。その中でも，Kingery⁶⁾による，無限平板を仮定した次の3式が一般によく用いられている。

$$\text{急速加熱時} \quad R = \frac{\sigma_f (1-\nu)}{E\alpha} \quad \dots (1)$$

$$\text{ゆるい加熱条件} \quad R' = \frac{\sigma_f \cdot k (1-\nu)}{E\alpha} \quad \dots (2)$$

$$\text{一定速度の加熱冷却} \quad R'' = \frac{\sigma_f \cdot k (1-\nu)}{E \cdot \alpha \cdot \rho \cdot c} \quad \dots (3)$$

ここで， σ_f ：破壊強度（引張強度）， ν ：ポアソン比， E ：弾性率， α ：熱膨張係数， k ：熱伝導率， ρ ：密度， c ：比熱

他の立場としては，耐火物のような多孔質材料中にはもともと微細なき裂が多数存在しており，き裂の発生よりも進展による損傷を重視する。この場合の材料特性パラメータは熱衝撃損傷抵抗係数と呼ばれ，Hasselman⁷⁾によって次の2式が提案されている。

$$R'' = \frac{E}{\sigma_f^2 (1-\nu)} \quad \dots (4)$$

$$R''' = \frac{E\gamma}{\sigma_f^2 (1-\nu)} \quad \dots (5)$$

ここで γ は材料の破壊エネルギーを表す。

(4)，(5)式は，材料中に存在している Griffith クラックが進展する際に消費される破壊エネルギーが，熱応力によって破壊が起こるまでに材料内に蓄えられた弾性エネルギーとバランスするとして，材料内に生じたき裂の表面積の逆数を取り，材料の物性値の項だけで整理したものである。 R'' は比較的材料物性が類似している材料間で，耐熱衝撃性の評価を行う場合に， γ が等しいとした便宜的なパラメータである。

さらに，Hasselman⁸⁾は熱衝撃破壊抵抗と熱衝撃損傷抵抗を統一する理論を提唱している。すなわち，材料内に半径 l の円板状の Griffith クラックが密度 N で均一に分布し，各々のき裂の間には相互作用がないとした時，き裂が進展し始める限界温度差 ΔT_c を次の式で与えている。

$$\Delta T_c = \left[\frac{\pi\gamma(1-2\nu)^2}{2E\alpha^2(1-\nu^2)} \right]^{1/3} \left[1 + \frac{16(1-\nu^2)Nl^3}{9(1-2\nu)} \right]^{1/3} l^{1/3} \quad \dots (6)$$

(6)式の関係は， $\nu=0.25$ として示すと Fig. 1 の実線で与えられる。実線の極小点の左側（最初に存在していたき裂が小さい場合）では，温度差が ΔT_c に達するとき裂の進展が開始される。しかも，最初に存在していたき裂が小さいため，蓄積されていた弾性エネルギーは破壊エネルギーに全部転化されない。そこでき裂は運動エネルギーを持ち，急速に進展して，Fig. 1 の破線で示される最終的なき裂の長さに達する。この時の破壊の様式は catastrophic であり，動的破壊と呼ばれ熱衝

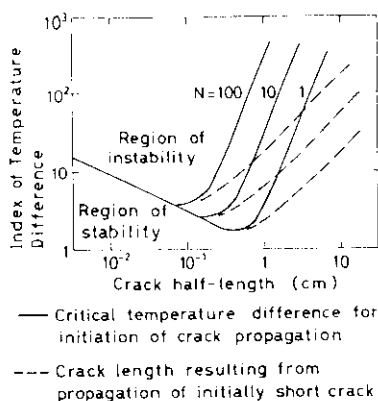


Fig. 1 Thermal stress crack stability and propagation behavior⁸⁾

撃損傷抵抗係数 R''' と対応する。他方、極小点の右側（最初に存在するき裂が大きい場合）では、き裂の進展にもなって解放される弾性エネルギーは破壊エネルギーより小さく、き裂は安定的に進展する。したがって破壊の様式は準静的破壊となる。このような準静的破壊またはき裂の安定的な伝播が起こる時の熱衝撃損傷抵抗係数（き裂安定係数とも呼ばれる）は、(6)式の l を比較的大きいとして近似計算を行い、材料物性値だけで整理して(7)式が得られる。

$$R_{st} = \left(\frac{\gamma}{E\alpha^2} \right)^{1/3} \quad \dots\dots(7)$$

以上のような材料物性値を用いた熱衝撃に対する抵抗性を示すパラメータは、確かに材料を開発する際の諸物性値の方向づけ、材料間の比較に有効な場合もあるが、熱衝撃条件および材料のき裂発生が問題になるのか、または損傷が問題になるのかを考慮しないと、全く逆の評価になることに注意しなければならない。すなわち、(4)、(5)式と(1)、(2)、(3)式では、 E と α が全く逆の効き方をしているし、(4)、(5)式と(7)式でも E が逆の効き方をしている。このことは、ある熱衝撃条件に対して材料がどのような破壊挙動を示すのか十分確認したうえでないと、各式の適用が誤った結論を導くことを意味しており、パラメータだけで評価することの危険性を示している。しかもこれらの理論的評価方法では、ある材料が動的破壊を起こすのか、準静的破壊を起こすのかという criterion は与えられないし、また単純化

された材料モデルおよび熱衝撃条件を仮定している。そこで、実際の耐火物の耐熱衝撃性を評価しようとする際には理論的評価には問題が多く、どうしても実用時の熱衝撃条件と類似した条件下での実験的評価が必要になってくる。

2.2 実験の評価

セラミックスおよび耐火物の耐熱衝撃性を実験的に評価するための方法として種々のものが提案されている。それらを熱衝撃の与え方、損傷程度の検出方法で分類すれば Table 1 のように整理できる⁵⁾。

Table 1 Experimental methods for evaluating the thermal shock resistance of refractories

Thermal shock conditions	Detection of thermal shock damage
I) To the whole of specimen	I) Naked-eye inspection of cracks
1) Rapid heating	II) Residual strength
2) Rapid cooling	III) Changes of Young's modulus
a) Quenching by liquid	
b) Air cooling	
3) Cyclic heating and cooling	
a) Cycles between $T_1 \leftrightarrow T_2$	
b) Cycles using fluid media	
II) To a part of specimen	I) Naked-eye inspection of cracks
1) Heating or cooling at a constant rate	II) Expansion by cracking
2) Cyclic heating and cooling	III) Weight loss caused by peeling-off
	IV) Permeability
	V) Acoustic emission

理論的な評価との対応性に注目して検討した実験としては、小さい直方体試験片の輻射急熱法によって Hasselman⁹⁾、中山¹⁰⁾が行った実験がある。アルミナ-シリカ系れんがを使用した彼らの実験によれば、急熱条件では動的な破壊を示すれんがが多く⁹⁾、熱衝撃後の曲げ強度が急激に低下する温度 T_{rc} は R''' に関連し、 T_{rc} における曲げ強度の低下率は R''' と関連することが示されている¹⁰⁾。急冷条件の実験では準静的な破壊挙動を示している⁹⁾。

実用的な比較的大きい試験片を用いる方法では DIN の試験方法が一般的である¹¹⁾。本法では、通

常 $65 \times 115 \times 230 \text{ mm}$ の直方体れんがを用い、 $65 \times 115 \text{ mm}$ の面を先端にして所定温度の炉中に長手方向の1/3の部分挿入し、中間の1/3は炉壁部分、後端部分1/3が炉外に出るようにして、一定時間保持した後、炉から取り出して加熱部分を水中に浸漬する。一定時間浸漬したのち、れんがの持つ熱で乾燥し再び炉中に挿入する。このサイクルを繰り返し、き裂の目視観察、剝離部を除いた重量測定を行って、頭部の50%が剝落するまでのサイクル数で耐スポーリング性を評価する。中山¹²⁾は、アルミナ-シリカ系のれんがについて、このサイクル数による評価と R''' が比較的良く対応することを示している。

耐火物の実用条件により近い試験方法として、ASTMのパネルスポーリング法がある¹³⁾。この試験はれんがで壁面（パネルと称する）を構築し、この壁面を加熱、冷却して、剝落したれんが重量測定、外観観察により耐スポーリング性を評価する方法である。実用条件のシミュレーションとしては最も良い方法であるが、試験装置が大きく、加熱冷却サイクルも長くなるため、労力のわりには定性的な結果しか得られず、あまり一般的でない。

以上のような実験的評価によって得られる結果もまた、熱衝撃条件、試験片形状の影響を強く受ける。実験条件が、理論的な評価を行う際の前提条件と一致していれば、もちろん実験的評価と理論的評価の対応性は良い。しかし、実際に耐火物を使用する際の条件と実験条件が相違していれば、実使用時の耐熱衝撃性を的確に評価することはできない。そこで、実際に耐火物を使用した時の耐熱衝撃性の評価と実験的な評価とが逆転する場合も経験されるのである。しかも、従来の実験手法では、理論的評価の際に問題となった破壊の様式を知るには、小試験片を用いて急熱急冷温度差を段階的に変えた実験を行い、強度低下と温度差の関係から判断するため、試験片形状の影響を受け、材料そのものの特性として明確にとらえられないおそれもある。以上の諸点が従来の実験的評価の問題点としてあげられる。

ところで、パネル法は熱衝撃条件としては実使用時の条件と良く対応しているが、損傷の検出方法が適当でないことと、装置、実験とも大規模なこ

とが一般的でない理由となっている。しかし、最近鉄鋼材料の疲労、腐れのモニタリングに広く応用されつつあるAE測定を、耐火物の熱衝撃破壊にも応用する試みがなされてきた^{5,14)}。筆者らは、パネル法とAE測定を組み合わせた新しい試験方法を開発し、一部の耐火物については、実使用時の耐熱衝撃性に対応のよい実験的評価が可能であることを明らかにしている¹⁵⁾。AE測定をき裂の発生、伝播の検出手段とすることの利点としては、その場観察が可能なこと、高感度、高精度であることがあげられるが、反面、AE発生機構の定量的な解明が進んでいないこと、測定系の較正が難しいことといった欠点もある。このようなAE測定の特徴を考慮したうえで、パネル法にAEを応用した手法による耐熱衝撃性の評価の諸問題について以下に検討する。

3. パネル法実験時の耐火物内部の熱応力

パネル法で熱衝撃を与えた際に、耐火物内部にはどのような熱応力が生ずるか、あらかじめ検討しておくことは、熱衝撃損傷の挙動を検討するうえでも、また実験条件の設定にも重要である。パネル法のようなれんがで構成された壁面を、1方向から加熱、冷却した場合にれんが中に生ずる熱応力の解析例は定性的な議論は二、三あるものの¹⁶⁾意外に少ない。その中ではKienow²⁾による熱衝撃による割れの発生と関連させて検討している例が注目される。Kienowは、転炉用の焼成マグネシアれんがの一面が、一定昇温速度で加熱される際に、れんが内に生ずる熱応力を2次元平面モデルで解析し、熱応力がれんがの引張強度を越えた時にき裂が発生するとして次の条件式を導いた。

$$\frac{d^2 T}{dx^2} \left(\frac{b^2}{16 + 3b^2/x^3} \right) \geq \frac{\sigma_t}{E\alpha} \quad \cdots \cdots (8)$$

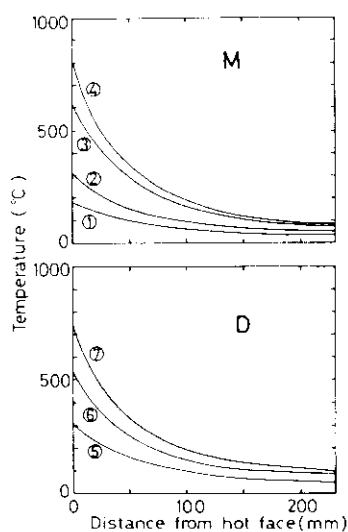
ここに、 b : れんがの幅、 x : れんがの加熱面からの距離、

温度分布の計算値を用い、作図による解析を行って、き裂の発生位置と(8)式の計算結果が一致したとしている。

しかし、このような熱弾性の問題としての解析的な計算では、計算精度の問題、形状効果や周囲

からの拘束を考える場合の煩雑さ等から限界があると思われる。そこで、筆者らは有限要素法を用いて熱応力分布の計算を行った。計算の詳細については別報¹⁷⁾にゆずり、ここでは計算結果の中でも実験条件の設定、熱衝撃破壊挙動に関連する点にのみふれる。

計算はマグネシアれんがMとマグドロれんがDについて行った。熱衝撃条件はれんがの長手方向の端面を定速昇温するものとし、Fig. 2のれんが内の実測温度勾配をもとにしている。れんが内に



M: Magnesia-refractory
D: Magnesia-dolomite

Fig. 2 Temperature gradient in specimen for thermal stress analysis

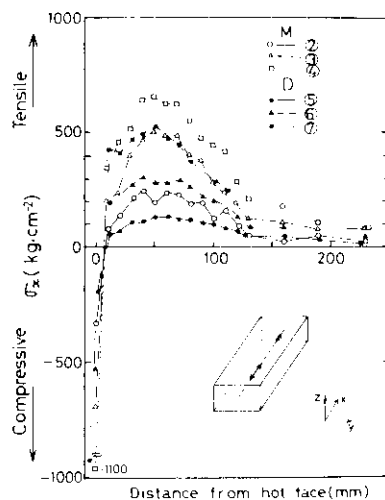


Fig. 3 Thermal stresses produced in refractory during heating from one end

発生する各方向の熱応力を、この温度勾配について計算し、その結果をFig. 3, 4, 5に示す。

Fig. 3 から、中心軸上のx方向の垂直応力成分 σ_x は、加熱面近傍から内部へいくに従って引張応力となり、加熱面から約50mm付近で最大値をとり、さらに内部では徐々に小さくなる。しかも、最大

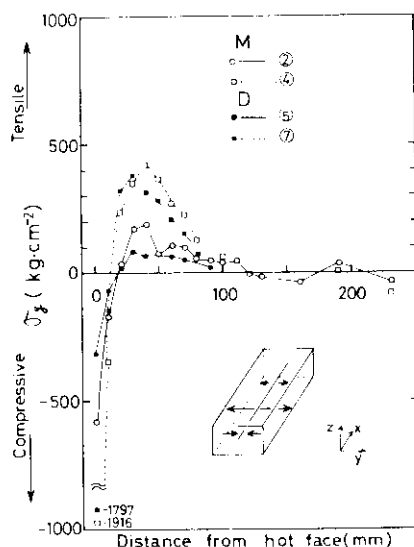


Fig. 4 Thermal stresses produced in refractory during heating from one end

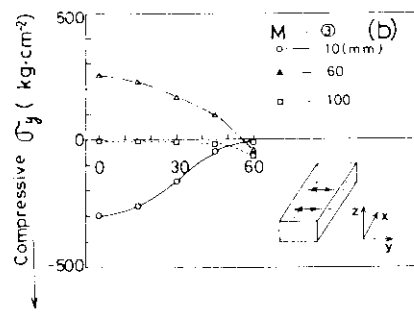
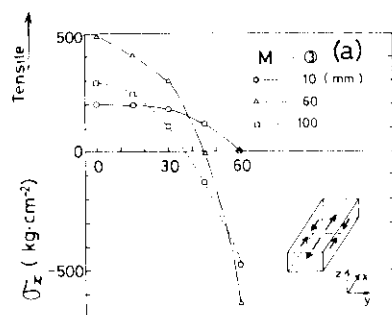


Fig. 5 Thermal stresses produced in refractory during heating from one end

引張応力の発生する位置は温度が上昇してもほとんど変化しない。中心軸上の y 方向の応力 σ_y は、Fig. 4 に示すように σ_x と同じ傾向を示すが、熱応力の絶対値が $\sigma_x > \sigma_y$ であり、最大熱応力の発生位置でも σ_y の方が加熱面に近くなる点で異なる。次に、中心軸を含む xy 面内でみると σ_x は中心軸付近で引張応力であり、側面に近づくとき圧縮応力となる。(Fig. 5(a) 参照)。同様な面内での σ_y は、中心軸周囲の加熱面近傍での圧縮応力から内部に入るにつれて引張応力となり、側面に近づくといずれも 0 に近くなる (Fig. 5(b) 参照)。

一方、れんが M および D の引張強度は直接測定していないので、便宜的に曲げ強度で代用するとそれぞれ 215, 119 kg/cm² である。これらの結果から、れんがを片面から急速に加熱した時には、加熱面から約 50 mm のれんが中心付近に加熱面と平行なき裂が入り、それが周囲に進展していくこと、加熱面に直角なき裂も生じうることが推察される。

実験条件を設定する際に重要な要因となる試験片形状 (れんが形状) と、周囲からの拘束条件が熱応力に及ぼす影響を Fig. 6, 7 に示す。

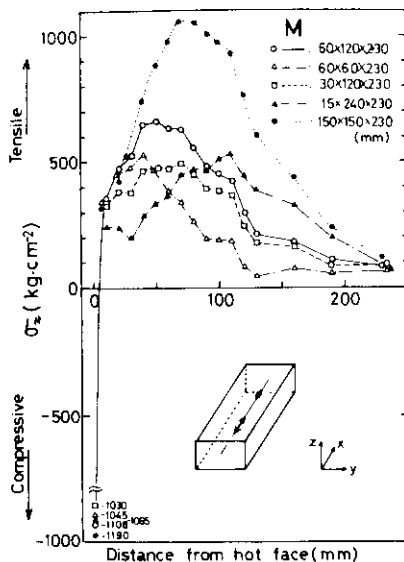


Fig. 6 Effect of specimen size on thermal stresses produced in refractory during heating from one end

Fig. 6 では、加熱面の断面積を変化させた場合に中心軸上の σ_x の長手方向での変化が示されている。断面積が小さくなり形状が正方形に近づくは

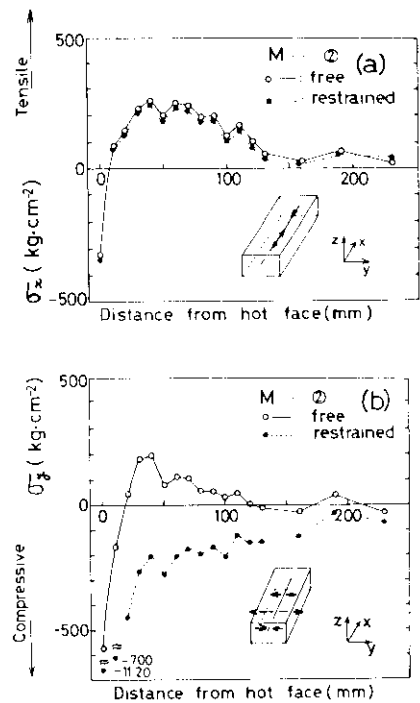


Fig. 7 Effect of restraining stress on thermal stresses produced in refractory during heating from one end

ど、最大引張応力の発生する位置が加熱面に近くなり、応力の絶対値も小さくなる傾向にある。周囲から拘束した場合の熱応力は、Fig. 7 に示すように中心軸上の σ_x が拘束の有無によってほとんど変わらないのに対し、 σ_y は周囲からの拘束の影響をそのまま受けて引張応力が圧縮応力になっている。

試験片形状や拘束条件によって、片面急加熱時の熱応力分布が大きな影響を受けることは、実験条件を設定する上で重要な意味を持つ。同じ熱衝撃を受けても形状が小さければ発生する熱応力も小さくなって、き裂の発生、伝播状況が形状の大きい場合と異なるであろう。また、周囲からの拘束がある場合には、加熱面と平行なき裂に関しては拘束の無い場合と同じだが、加熱面と直角方向のき裂は σ_y が圧縮側に変わり発生しなくなると考えられる。ここでの計算もれんがを完全な弾性体として扱い、き裂の発生にともなう応力緩和を全く考慮していないなどから、熱衝撃実験時の熱応力を完全に説明するものとは言えない。しかし、後述するように、計算結果は実験結果とも比較的

良く対応しており、パネル法での熱衝撃実験を行う際の有力な指針となりうる。

4. AEを応用した耐熱衝撃性の評価

パネル法のスポーリング試験に、AE測定を応用した試験装置をFig. 8に示す。パネル中に設置した試験れんがは、加熱炉による片面からの急速加熱と、パネル全体をファンの前面に移動して行われる冷却とで熱衝撃が与えられる。れんが内に生じたき裂によるAEは、加熱、冷却面と反対の面にウェーブガイドを介して接触させたAE変換子によって検出される。AEの測定はPZT型変換子により検出した信号を0.1~1MHzの間で70dB増幅後IVを超える信号のリングダウン計数を測定する方法によった。熱衝撃を与えた時に発生するAE信号が、れんがのき裂発生、伝播と対応することは別途確認している¹⁵⁾。本報では熱衝撃条件、材質、試験片形状、周囲からの拘束条件が熱衝撃損傷に及ぼす影響について検討し、本試験方法による耐火物の耐熱衝撃性評価の可能性について検討した。実験に用いた各種耐火物の一般的な性質をTable 2に示す。

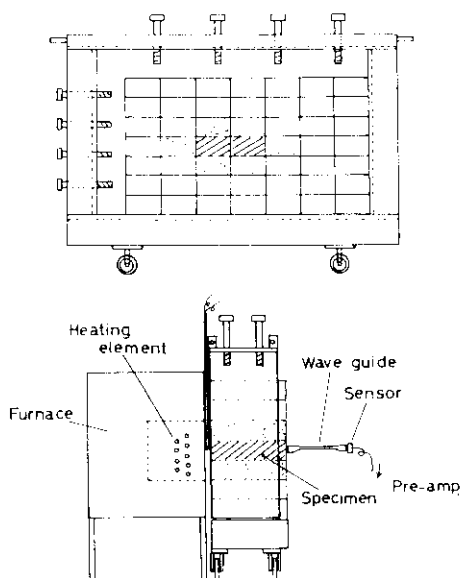


Fig. 8 Schematic illustration of panel spalling apparatus

Table 2 Typical properties of refractories

	Sample					
	M	D-1	D-4	A	MC-1	MC-2
Porosity (%)	13.8	15.0	13.9	16.4	14.9	14.8
Specific gravity	3.01	2.96	3.00	3.24	3.11	3.13
Compressive strength (kg·cm ⁻²)	545	263	500	1580	562	640
Modulus of rupture <i>S</i> (kg·cm ⁻²)	R.T.	215	119	104	65	162
	800°C	160	86	103	69	173
	1100°C	57	58	60	78	170
Modulus of elasticity <i>E</i> (10 ⁴ kg·cm ⁻²)	121	75	75	130	44	79
Chemical composition (wt %)	MgO	94	90.5	92.5	78.6	77
	CaO	0.8	8.1	6.5	0.7	0.50
	SiO ₂	2.6	1.3*	0.91*	0.7	0.36
	Al ₂ O ₃	0.6	—	—	4.9	6.35
	Cr ₂ O ₃	—	—	2.81	9.3	12.3
	Fe ₂ O ₃	0.5	—	—	3.3	3.41

* SiO₂ + Al₂O₃ + Fe₂O₃

4.1 熱衝撃条件

熱衝撃条件は、加熱炉を一定速度で昇温させることによって与えた。Fig. 9, Fig. 10はそれぞれM, D-1れんがの実験結果を示し、試験れんがの表面温度とAEのリングダウン計数法による計数総数の関係を表している。Mれんがでは、加熱速度が2.2°C/minの場合には表面温度920°C付近でAE計数の急増が観測され、それ以上の温度域では計数率そのものは高いがほぼ一定している。加熱速度が大きくなるにつれてAE計数は次第に

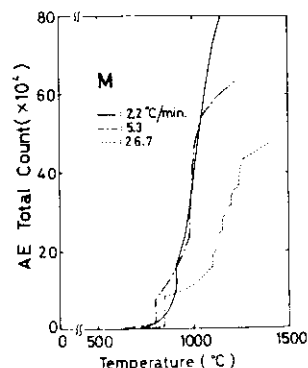


Fig. 9 Total ringdown count versus hot face temperature for magnesia refractory M during heating at different heating rates

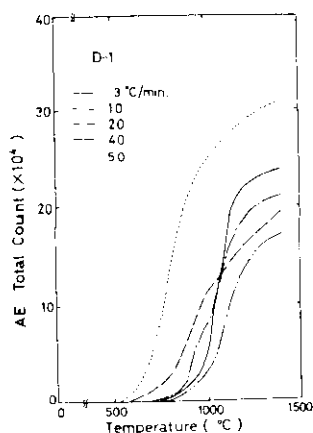


Fig. 10 Total ringdown count versus hot face temperature during heating for magnesia-dolomite refractory D-1 at different heating rates

階段状の増加傾向を示すようになるが、計数総数の絶対値は小さくなる。熱衝撃後の弾性率測定、残存強度の測定結果から、加熱速度が大きくなると損傷程度が大きくなることは別途確認している¹⁸⁾。

一方、D-1れんがでは加熱速度を変えてもAE計数の急増は観測されず、非常に速い加熱速度を除けばAE計数総数の加熱速度による変化も少ない。しかし、単位時間あたりのAE計数、オシロスコープ上のAE波形の観察からは、加熱速度が大きくなると計数率の増加、AE波の振幅の増大が認められ、試験後れんがの弾性率、強度の低下も著しくなる¹⁸⁾。

ここで注目しなければならない点は、Mの場合のように、加熱速度が小さい場合にAE計数が比較的緩慢に増加してき裂の伝播が安定的であると考えられるものが、加熱速度が速くなるにしたがってAE計数の階段状の増加がみられ、不安定なき裂伝播が起こるようになって考えられることである。D-1れんがではこのような変化は起こっていない。この事実はき裂の伝播様式が材質によって異なるだけでなく、同一材質でも熱衝撃条件が変われば変化することを示している。Hasselmanら⁹⁾も急熱条件と急冷条件とではき裂の伝播様式が異なることを指摘しているが、ここでの結果からは急熱条件下でも伝播様式が変わることが明らかになった。したがって、材質によっては、耐熱衝撃性を評価する際に実使用時の熱衝撃条件と

試験時の条件を一致させないと、き裂伝播様式の異なる状態を議論することになり、誤った判断をする恐れがある。パネル法にAEを応用した場合には、熱衝撃条件を変えうること、AEによりき裂の伝播状況を高感度に、「その場」で追跡することなどの利点があり、従来の実験的評価方法より実際との対応性の良い結果が得られることになる。

4・2 耐火物材質

加熱速度を20°C/minとして各種材質を試験した結果をFig. 11に示す。材質によってAE特性に顕著な差がみられ、各材質のき裂伝播様式のちがいを明瞭に示している。各材質のき裂伝播様式がその場で確認できることは、Hasselmanの理論的評価を適用するうえで有効である。

しかし、ここで注意しなければならないのは、単純にAE計数総数だけで耐熱衝撃性を評価することができないことである。特に、材質が異なると、音波の減衰特性が異なること、AE発生機構の定量的な理論が確立されていないこと、などから問題が多い。

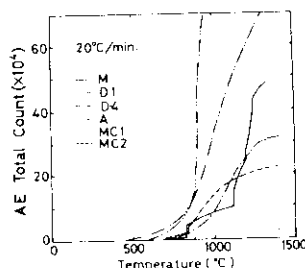


Fig. 11 Total ringdown count versus hot face temperature for various refractories

4・3 試験片形状

D-1れんがの断面形状を変えた場合の試験結果をFig. 12に示す。ここでは、単純な断面積の影響を除くため、AE計数総数を断面積で割った値と、れんが表面温度の関係を示した。断面形状が小さくなり、正方形に近づくほど、AE計数が少なくなると損傷が低減する。この結果は、熱応力計算で断面積が小さくなり正方形に近づく、熱応力レベルが低下することと対応している。

AE計測の絶対的な定量化が難しい現状では、

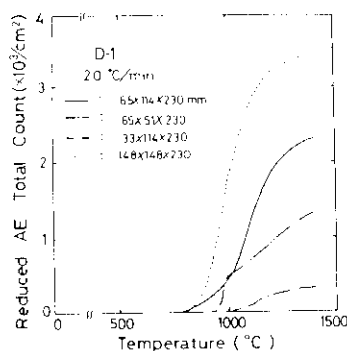


Fig. 12 Total ringdown count per unit cross sectional area parallel to the hot face versus hot face temperature at the rate of $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ for various specimen sizes of magnesia-dolomite refractory D-1

完全に定量的な議論を行うには問題があるが、ある程度定量的に、熱衝撃損傷に及ぼす試験片形状の影響を把握できる。

4.4 周囲からの拘束条件

Mれんがについて、周囲から拘束して試験した結果を Fig. 13 に示す。周囲からの拘束を強めると AE 計数総数は少なくなる傾向にあるが、階段状の AE 特性が顕著となる。また、実験ごとに異なった様相を示すが、これは拘束条件が必ずしも一定でなかったためと思われる。階段状の AE 特性は、き裂の進展が不安定伝播 - 停止 - 不安定伝播という形で行われることを推察させる。試験後試片の調査では¹⁸⁾、拘束力の働いている方向の弾性率低下も少なく、多くの場合、加熱面と平行なき裂によって二つに分断されていることなどから、この不安定伝播は加熱面に平行な面で起こっていると考えられ、熱応力計算の結果とも対応する。

耐火物の実使用条件下では、ほとんどの場合、単体のれんがとして用いられることはなく、平面あるいは曲面の壁構造体として用いられる。したがって、熱膨脹が周囲から拘束された状態で使用される。このような条件下では、通常の熱衝撃実験時より加熱面に平行なき裂の進展が助長されている。この点は熱衝撃実験を行う場合に十分考慮されねばならない。

また、れんが形状や拘束条件が耐熱衝撃性に影響を及ぼすことは、耐火物材質だけでなく、築炉技術が熱衝撃損傷に与える影響が大きいことも示

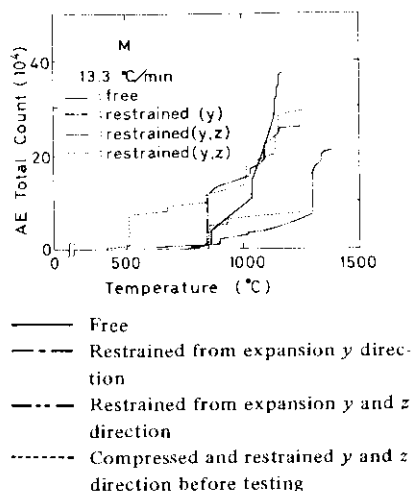


Fig. 13 Total ringdown count versus hot face temperature at the rate of $13.3^{\circ}\text{C}/\text{min}$ for magnesia refractory M under different restraining conditions

しており、れんが形状の小形化、周囲からの拘束の緩和によってスポーリング損傷を低減させることも可能となろう。

4.5 耐熱衝撃性の評価

前述のように、AE 発生機構、AE 波の減衰特性の点から、異なる材質間の評価を AE 計数のみによって行うには問題があると思われる。しかし、同一材質でしかもき裂の伝播様式が類似したれんが間の評価は十分可能であろう。材質的にはほぼ同じ組成であり、実際に LD 転炉の内張りに使用されたマグドロレンがについて検討した結果を以下に述べる。

試験れんがは D-5～9 の 5 種であり、それぞれのれんがの特性値は Table 3 に示す。れんがメーカーで行った DIN に準じたスポーリング試験による評価では、D-7 の耐スポーリング性が若干劣り、他の 4 種は同等と判断されている。これらのれんがについて、加熱速度 $20^{\circ}\text{C}/\text{min}$ でパネル - AE 法によって試験した結果を Fig. 14 に示す。マグドロ材質では、熱衝撃によるき裂の伝播挙動はいずれも安定的である。このような場合には、損傷程度はほぼ AE 計数総数と対応すると考えてよいであろう。するとここでの耐熱衝撃性は D-9、D-6 がかなり優れており、D-5、D-8 の順でそれに続き、D 7 が最も劣ると判断される。転炉の昇熱時のスポーリング損傷は、D-7 が二十数 t のれ

Table 3 Typical properties of refractories

		Sample				
		D-5	D-6	D-7	D-8	D-9
Porosity (%)		15.1	13.6	12.0	14.4	15.0
Specific gravity		2.95	2.96	3.08	2.96	2.96
Modulus of rupture S (kg/cm ²)	R.T.	113	123	120	153	158
	800°C	139	182	142	154	186
	1100°C	83	98	62	86	82
	1400°C	36	67	25	46	48
Modulus of elasticity E R.T. (10 ⁴ kg/cm ²)		75	83	102	97	85
Fracture energy γ_{wof} (10 ⁴ erg/cm ²)			10.8	7.2	11.5	11.4
$\sqrt{\gamma_{wof}/E}$ ($\propto R_{st}$) (x10 ⁻² cm ^{1/2})			3.64	2.68	3.48	3.70
Chemical composition (wt %)	MgO	91.5	90.5	90.5	87.0	87.0
	CaO	6.5	8.1	8.1	11.0	11.0
	SiO ₂					
	+ Al ₂ O ₃ + Fe ₂ O ₃	1.0	1.3	1.3	2.0	2.0

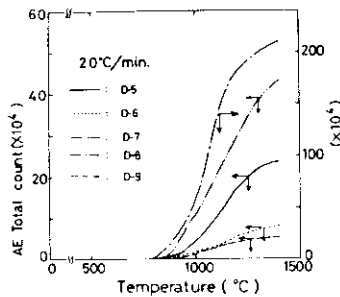


Fig. 14 Total ringdown count versus hot face temperature for five magnesia-dolomite refractories

んがの剥落を起こし、D-5、D-8では十数tの剥落があったのに対し、D-6、D-9はほとんど剥落もなく良好な結果であった。パネルAE法では、熱衝撃条件が実使用時の条件とよく対応し、かつ損傷の検出を目視判定より高感度なAE計数で行っていることが、このような評価を可能にしている。

また、これらのれんがについてはき裂の伝播が安定的であることから、き裂安定伝播時の熱衝撃損傷パラメータ R_{st} とAE計数総数の関係を検討した。マグドロー材質の中では熱膨張係数は一定と

考え、 $R_{st} \propto (\gamma_{wof}/E)^{1/2}$ と、AE計数総数の関係をFig. 15に示す(γ_{wof} ; work of fracture法によって求めた破壊エネルギー)。両者の間には良い相関が認められ、き裂安定伝播時の耐熱衝撃性をAE計数で評価することの妥当性を示している。

一方、き裂が不安定伝播する材質では、単純にAE計数総数で評価することはできない。しかし熱衝撃条件、試験片形状によって、同一材料内でもAE特性が変わることに注目し、異種材質間でも実験方法の検討、データ集積が進めば評価できるようになると考えられる。

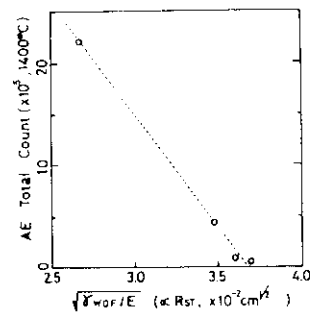


Fig. 15 Relation between total ringdown count and the thermal shock damage resistance parameter

5. 結言

耐火物の熱衝撃損傷を理論的、実験的に評価する場合の問題点について概括するとともに、AEをき裂発生、伝播の検出手段とする実験方法が、熱衝撃損傷抵抗性を評価するのに有力な手段であることを示した。AEを使用することによって、耐火物のき裂伝播挙動を“その場”で追跡することが可能となり、耐火物材質間の伝播挙動の相違、熱衝撃条件、試験片形状、拘束条件に応じたき裂伝播挙動の変化を知ることができる。このことは、理論的評価を行う際に前提となるき裂伝播様式を、容易にまた精度よく検出しうることを意味し、従来の実験の評価より一歩進んだ評価が可能となる。AEを応用した場合でも、損傷程度とAEとの定量的な関係は、AE発生機構が未解明な点、AE計測上の問題点もあって¹⁹⁾、今後の課題となって

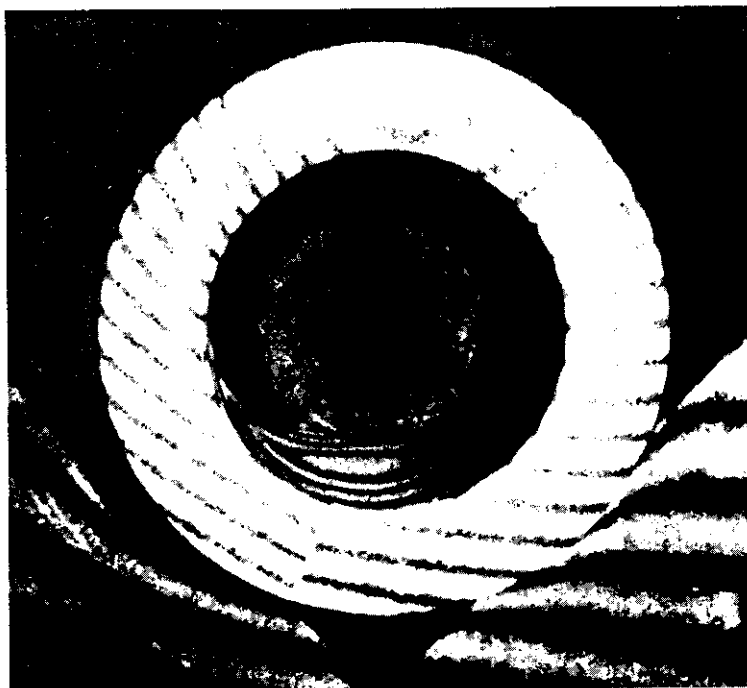
いる。

一方、実用的な観点からみれば、き裂伝播挙動の異なる材質間、不安定伝播の顕著な材質間の評価に関して、現在検討中の課題も多いが、同種材

質で、き裂伝播挙動も同じれんが間の評価は十分可能であり、実用時との対応性も良い。試験条件の設定方法の検討、データの集積によって、今後種々の評価方法の発展が期待される。

参 考 文 献

- 1) S. Kienow, K. Konopicky et al : *Tonind. Z.*, **96** (1972) 10, 306
- 2) S. Kienow : *Ber. DKG.*, **47** (1970) 7, 426
- 3) U. Fiedler, P. Tescheke, S. Kienow : *Tonind. Z.*, **100** (1976) 5, 181
- 4) 中西, 三本木 : *鉄と鋼*, **65** (1979) 1, 138
- 5) K. L. Leers, O. Schmidt : *Tonind. Z.*, **100** (1976) 9, 325
- 6) W. D. Kingery : *J. Am. Ceram. Soc.*, **38** (1955) 1, 3
- 7) D. P. H. Hasselman : *ibid.*, **46** (1963) 11, 535
- 8) D. P. H. Hasselman : *ibid.*, **52** (1969) 11, 600
- 9) D. R. Larson, D. P. H. Hasselman : *Trans. J. Brit. Ceram. Soc.*, **74** (1975), 59
- 10) J. Nakayama : *Fracture Mechanics of Ceramics*, (1973), 759, (Plenum Publishing Corporation)
- 11) 耐火物技術協会編 : *耐火物手帳*, (1976), 493
- 12) J. Nakayama : *J. Am. Ceram. Soc.*, **48** (1965) 11, 583
- 13) ASTM C38-68
- 14) A. G. Evans : *Proc. Brit. Ceram. Soc.*, (1975) 25, 217
- 15) 熊谷, 内村, 川上 : *窯業協会誌*, **87** (1979) 5, 259
- 16) M. J. Greaves : *Iron Steel Eng.*, (1966) 9, 186
- 17) 熊谷, 内村, 川上 : *窯業協会誌*, **87** (1979) 7, 356
- 18) 熊谷, 内村, 川上 : *窯業協会誌*, **87** (1979) 6, 307
- 19) 尾上ほか : *アコースティックエミッションの基礎と応用*, (1977), (コロナ社)



レーザーホログラフィーによる耐火物の疵検出例

ジルコン質耐火スリーブ（白い輪状断面）内に熱衝撃試験で生じた割れが、縞模様の不整合により検出された。この割れは、目視では識別できなかった。