

MgO-C れんがの機械的拘束下における耐熱衝撃性評価

Evaluation of thermal shock resistance of MgO-C refractories under mechanical constraints

塩濱満晴*, 神尾英俊**, 細木亮太***, 後藤 潔****, 森川勝美*****

Michiharu SHIOHAMA*, Hidetoshi KAMIO**, Ryota HOSOGI***,
Kiyoshi GOTO**** and Katsumi MORIKAWA*****

要 旨

炭素含有耐火物である MgO-C れんがは、転炉などの精錬容器内張材として広く用いられている。実炉では、MgO-C れんがは鉄皮で拘束をされた状態で熱衝撃を受けているが、過去から報告されている熱衝撃性の評価の多くは、無拘束の状態で行われたものであった。今回、実炉環境を模した正確な挙動を把握するために、デジタル画像相関法にて変位を計測できかつ拘束下で評価が実施可能な試験装置を構築し、MgO-C れんがの熱衝撃試験を実施した。

その結果、実炉と同様に稼働面に対して平行な亀裂が観察された。また、ひずみ解析の結果、稼働面と背面側のひずみ差によって発生した応力が亀裂の発生要因だと特定された。この評価によって得られた結果は、拘束下の熱衝撃挙動を理解するうえで有用であると考えられる。

Abstract

MgO-C bricks, a carbon containing refractory material, has often been applied to the lining for steel refining furnace like converter. Although the MgO-C bricks have suffered thermal shock with under constraint by steel shell in the actual furnace operation, the available report for the thermal shock properties of the bricks so far were those obtained under the unconstrained condition. In order to grasp the behavior of the bricks more accurately to simulate the actual condition, the testing system was constructed and the thermal shock tests of the MgO-C bricks were performed under mechanical constraints using the system with application of the digital image correlation method (DICM). As the results, cracking occurred parallel direction to the hot face with reproducing the behavior in the actual furnace operation. According to the analysis performed, the cracking seemed to be induced by the thermal stress arose between the hot face and cold face. The results obtained by the present investigation were thought to be quite useful to understand the thermal shock behavior of the bricks under constraints.

1 緒言

炭素含有耐火物である MgO-C れんがは、転炉などの精錬容器内張材として広く用いられている。実炉では、MgO-C れんがは鉄皮で拘束をされた状態で熱衝撃を受けているが、過去から報告されている熱衝撃性の評価の多くは、無拘束の状態で行われたものであった。今回、実炉環境を模した正確な挙動を把握するために、デジタル画像相関

1 Introduction

A carbon containing refractory material, MgO-C bricks has often been applied to the lining for steel refining furnace like converter. Although the MgO-C bricks have suffered thermal shock under constraint by steel shell in the actual furnace operation, the available thermal shock properties of the bricks so far were those obtained under the unconstrained condition. In order to grasp the behavior of the bricks more accurately to simulate the

* 技術研究所 製品プロセス研究センター マネージャー Manager, Product R&D Center, Technical Research Labs.
** 技術研究所 共通基盤研究センター マネージャー Manager, Product Fundamental Technology Research Center, Technical Research Labs.
*** 製鉄・建設用耐火物事業部 製鉄技術部 アシスタントマネージャー Assistant Manager, Iron Making Engineering Dept., Iron Making & Construction Refractories Div.
**** 技術研究所 副所長 Deputy Senior General Manager, Technical Research Labs.
***** フェロー 技術研究所 所長 Fellow, Senior General Manager, Technical Research Labs.

法にて変位を計測できかつ拘束下で評価が実施可能な試験装置を構築し、MgO-Cレンガの熱衝撃試験を実施した。

MgO-Cレンガの配合設計における黒鉛量と酸化防止材の添加量は、耐熱衝撃性に影響を与える因子として良く知られている。これらの設計が異なる試料で、拘束下での耐熱衝撃性試験時に生じるひずみを計測することで、亀裂発生要因の推定を試みた。また、実炉において稼働初期と末期ではレンガの熱履歴が異なる。よって、事前の熱処理条件も変えて試験することで実炉での現象をより理解することを試みた。

2 試験装置及び評価方法

2・1 熱衝撃試験装置

耐熱衝撃試験は、**図1**に示す既報の装置を使用した。装置は、載荷フレーム、ロードセル、加圧ロッド、加圧板、及び動力部で構成されている。試料は、試験機中央の上下の加圧板の間に配置される。動力部に発生させた力は、加圧ロッド及び加圧板を介して、試料の上下方向荷重として付与される。その後、与えた荷重を初期荷重として付与した状態で機械的に拘束することができる。試料の加熱面側にはプロパン-酸素ガスバーナーが設置されており、試料の加熱面を急速に加熱することができる。

actual condition, the testing system was constructed and the thermal shock tests of the MgO-C bricks were performed under mechanical constraints using the system with application of the digital image correlation method (DICM).

The amount of graphite and antioxidants added in the compositional design of MgO-C bricks are well known factors that affect thermal shock resistance. We attempted to estimate crack occurrence factors by measuring the strain generated during thermal shock tests under restraint in specimens of these different designs. In addition, the thermal history of the bricks differs between the early and late stages of operation in the actual furnace. Therefore, we attempted to better understand the phenomena in the actual furnace by conducting tests under different heat treatment conditions in advance.

2 Test equipment and method

2・1 Equipment for thermal shock evaluation

A schematic figure of the thermal shock test equipment is shown **Fig.1**. This equipment consists of a loading frame, load cell, pressure rod, pressure plate, and power unit. The sample specimen is placed between the upper and lower pressure plates in the center of the testing equipment. The force generated in the power unit is applied as a vertical load to the specimen through the pressure rod and pressure plate. The sample is tested under initial constraint by its load. An oxy-propane burner is used as the heating source, and the specimen surface can be heated

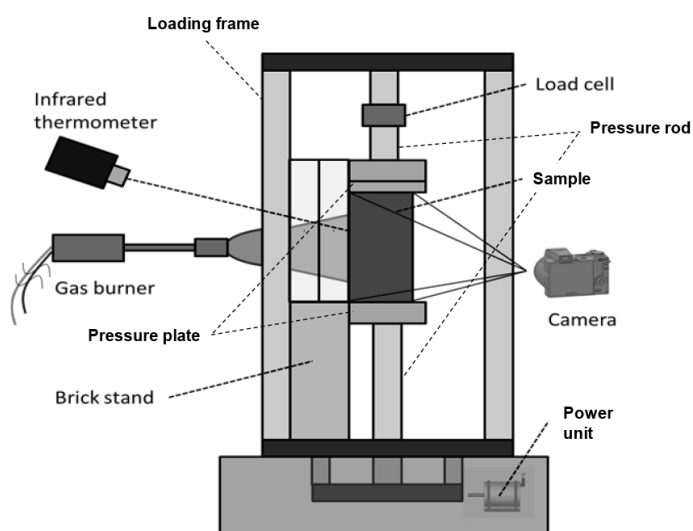


Fig. 1 Schematic figure of thermal shock test equipment.

試料の加熱面温度は、赤外線放射温度計によって計測される。装置横には、一眼タイプのデジタルカメラを配置しており試料側面の撮影が可能である。

2・2 デジタル画像処理によるひずみ計測

本試験では、変形前の試料の画像及び、試験中の各時期における変形後の試料の画像を撮影する。変形前後の画像をデジタル画像相関法のプログラムで処理することで、変位及びひずみの計測を行うことができる。画像処理は図2の概念図に示すように、変形前の画像の一部を切り出して探索用のテンプレート画像とし、変形後の画像の一部とのパターンマッチング処理を実施することで、探索対象領域の変位量が得られる。この処理を順次実施していくことにより、変位の多点計測が可能である。

ひずみの算出は、近接する2つの評価点の変位量と2点間の初期長さとの比をとることで各領域間におけるひずみを取得し、ひずみ分布図として表示することができる。試料に亀裂が生じると、亀裂を跨いで配置された評価点の距離が増大する。亀裂による損傷領域は連続しているため、ひずみ分布図において、連続した高ひずみ領域として可視化される。

rapidly. The hot face temperature is measured by an infrared radiation thermometer. A digital camera is placed beside the equipment to take pictures of the surface side of the specimen.

2・2 Strain measurement using digital image correlation method

Digital images of the specimen before and after deformation are taken at regular intervals during the test. The displacement and strain can be measured by processing the images before and after deformation with DICM. Fig. 2 shows measurement principle of DICM. By cutting out a part of the image before deformation and using it as a template image for search, and by pattern matching with a part of the image after deformation, the displacement of the search area can be obtained. If this process is carried out sequentially, multi-point measurement of displacement is possible.

By taking the ratio of the displacement of two neighboring points to the initial length, the strain between each region can be determined and displayed as a strain distribution diagram. When a crack appears in a specimen, the distance between the evaluation points located across the crack increases. The crack is visualized as a continuous high strain region in the strain distribution diagram because the damaged region is continuous.

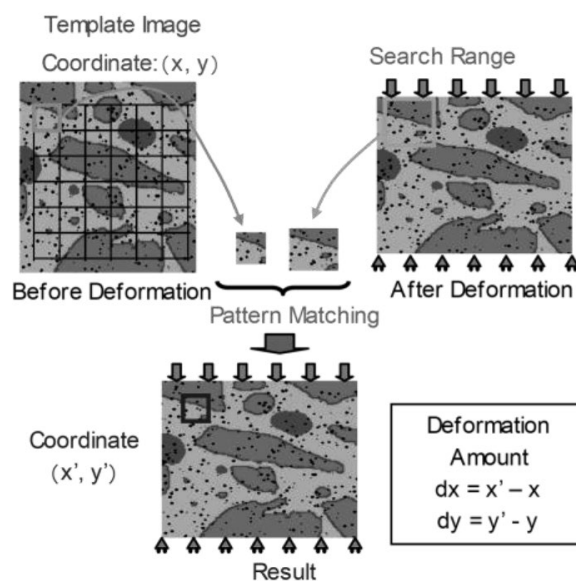


Fig. 2 Measurement principle of digital image correlation method.

Table 1 Raw material, and composition and physical properties of the test bricks

Sample code		15A	15B	5A	5B
Raw material composition	Fused magnesia / mass%	85	85	95	95
	Flake graphite / mass%	15	15	5	5
Antioxidant	Total amount /mass%	1	4	1	4
Physical properties					
After curing	Bulk specific gravity	3.00	2.93	3.15	3.06
	Apparent porosity /%	4.1	4.5	6.2	6.7
After firing at 1400°C	Bulk specific gravity	2.94	2.89	3.10	3.04
	Apparent porosity /%	9.5	11.2	9.5	11.2

2・3 供試れんが

表1に今回の試験に供した試料の原料構成及び物性値を示す。前述の通り、耐熱衝撃性には黒鉛含有量及び酸化防止剤添加量が影響すると考えられるため、これらの影響が評価できる4種の試料を準備した。試料は電融マグネシアと鱗状黒鉛を用い、これらの合計を100%とし、バインダーとして用いたフェノール樹脂及び酸化防止材は外掛けで添加した。試料15B、5Bは数種類の酸化防止材を用いており、その合計量を示している。黒鉛量は5と15%を、酸化防止剤は1と4%の試料を準備した。物性値は乾燥後と1400°Cで10時間還元焼成した後の計測値を示している。

3 熱衝撃試験条件及び試験結果

3・1 熱衝撃試験条件

図3に試料形状と積み方を示した。試料は、一軸プレスで成形された並型れんがをz方向が成形方向となるように110×40×100mmの形状に切り出した。MgO-Cれんがは主に矩形れんがを築炉して精錬容器内張り材として使用されるため、使用時は目地を伴う構造体となっている。そこで、今回の評価は110×40mmの面を加熱面、110×100mmの面を観察面とし、空目地で2個の試料を積み重ねた状態で試験した。温度は放射温度計により計測された温度をもとにプログラムコントローラーを用いて加熱面が所定の温度になるように

2・3 Test bricks

Table 1 shows the mixing ratio of raw materials and physical properties of the test bricks. Four types of bricks were prepared by varying the amount of graphite and antioxidant, which have a large impact on thermal shock resistance. Specimens 15B and 5B use several types of antioxidants, and the total amount is shown. Test MgO-C bricks with graphite content of 5% and 15% and antioxidant content of 1% and 4% were prepared.

3 Thermal shock test conditions and results

3・1 Thermal shock test conditions

The specimen shape and stacking manner are shown in Fig. 3. The specimens were cut out of bricks molded using uniaxial pressing with the z direction into 110×40×100 mm pieces. MgO-C brick walls have joints in actual use. Therefore, for this evaluation, the 110×40 mm surface was used as the hot face and the 110×100 mm surface was used as the observation surface, and two specimens were stacked with a joint without using mortar. The temperature was measured by a radiation thermometer, and the gas flow rate was adjusted using a program controller to keep the hot face at a predetermined temperature. An example of the temperature transition during the test is shown in Fig. 4. The temperature was raised to 1600°C at a rate of 200°C·min⁻¹, held for 10 minutes, and then cooled for 10 minutes. Then the heating and cooling were repeated three times. For the first heating, the initial load was set at 5 MPa, and for the second and third heating, the load at the start of heating was adjusted to 10 MPa.

In this study, we experimented with two types

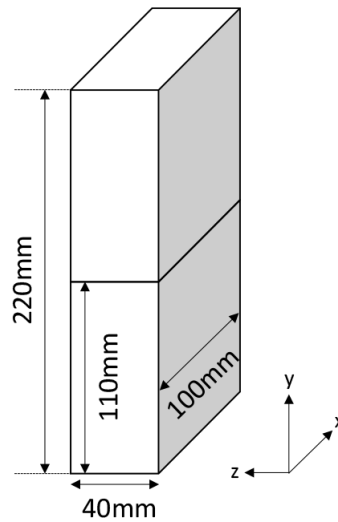


Fig. 3 Schematic figure of sample for thermal shock test.

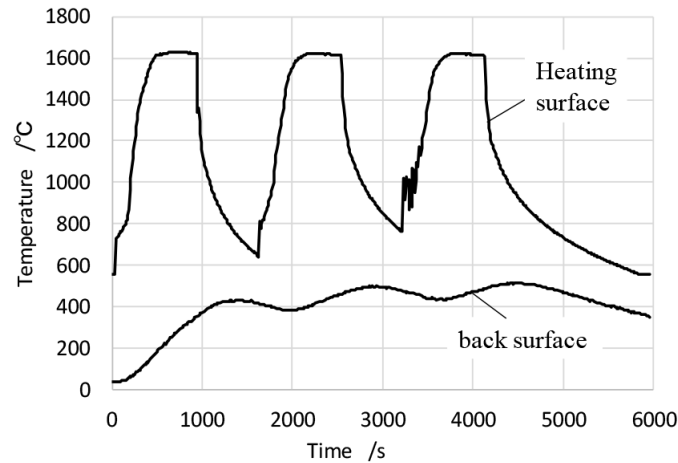


Fig. 4 An example of the temperature transition during the test.

ガス流量を調節した。試験中の温度推移の一例を
 図 4 に示す。昇温速度は $200^{\circ}\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$ で 1600°C
 まで昇温し、10 分間保持したのち 10 分間冷却を
 3 回繰り返した。初回加熱時は初期荷重を 5MPa
 とし、2 回目と 3 回目は加熱開始時の荷重を
 10MPa に調整して試験した。

試料の事前処理として、今回は 2 水準で実験し
 た。まず初めに、実炉での立上げ時を想定して
 250°C で乾燥したれんがを試験に供した。次に、
 ある程度稼動が進みれんがが十分に受熱した状態
 を想定して、 1400°C で 10 時間還元焼成したサンプ
 ルを試験に供した。

of pretreated samples. The first was tested on bricks
 after curing at 250°C , assuming the initial start-up of
 the furnace. The second test was conducted on bricks
 after firing at 1400°C , assuming that the bricks had
 received sufficient heat due to actual operation.

3・2 Thermal shock test results

Figure 5 shows strain distribution during
 initial heating (871s) and after the third heating
 cycles (4489s). In the test of after curing bricks, gas
 derived from phenol resin was generated and soot
 adhered to the observation surface. The strains could
 not be calculated because the image processing could
 not be performed in the area where soot adhered.
 Subsequently, as the temperature of the bricks

3-2 熱衝撃試験結果

図5は初回加熱時(871s)と3回加熱後(4489s)のひずみ分布図である。乾燥後のれんがの試験では、フェノール樹脂由来のガスが発生し、観察面にすすが付着していた。すすが付着した部位では、画像解析ができず、ひずみの取得ができなかった。その後、れんがが温度上昇するに伴い、すすが酸化され、塗料が残存した部分では画像解析が可能となった。15Aは2ヒート目にて酸素プロパンバーナーが失火するトラブルがあったため、試験を中断した。図5のひずみ分布図からいずれのれんがにおいても連続した高ひずみ領域は観察されず、つまり亀裂は認められなかった。

increased, the soot was oxidized, and image analysis became possible except in some areas where the paint had peeled off. The test of 15A was interrupted in the second heat due to misfire of the oxy-propane burner. In the strain distribution diagram, there were no continuous high strain regions in any bricks. In other words, there's no crack.

Next, the test results using the samples fired at 1400°C are explained. The 15A brick destroyed in the load direction during the second heat-up of about 2300 seconds. It is thought to have been fractured by compression. From the strain distribution, a continuous high strain region occurred only in 5B brick. As for the experimental fact that cracking occurs in the case of low graphite content and a large amount of antioxidant, there is no difference in the

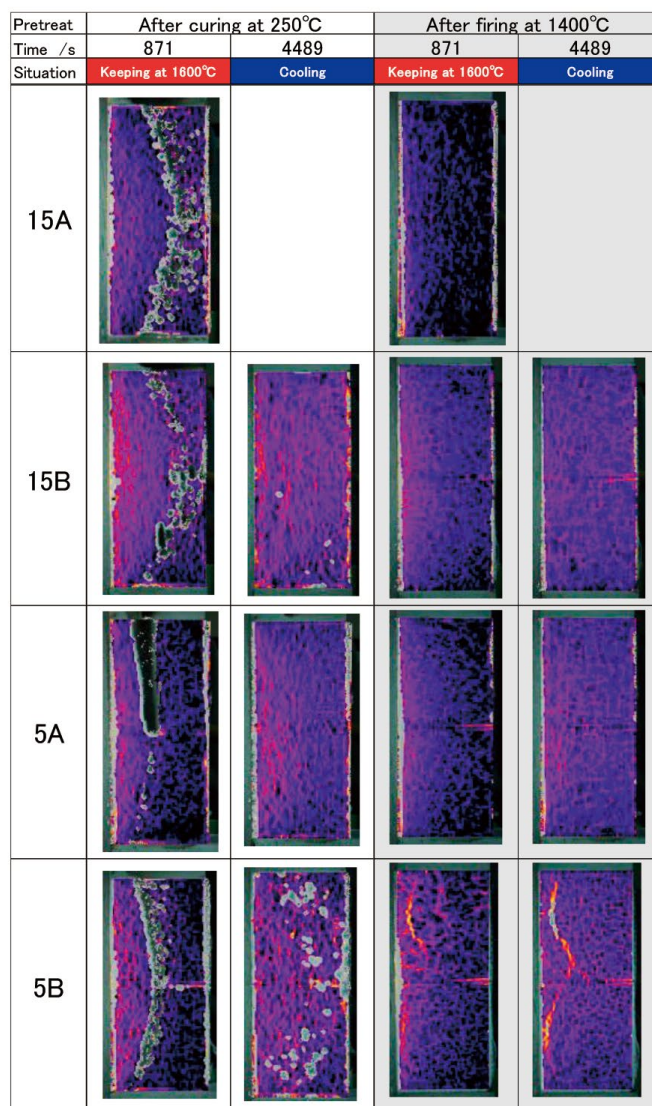


Fig. 5 Strain distribution during initial heating and after three heating cycles.

次に1400℃還元焼成したサンプルによる熱衝撃試験時の結果を説明する。まず、15Aは約2300秒の2ヒート目の昇熱中に荷重方向にれんがが破壊した。圧縮による破壊だと考えられる。次にひずみ分布から、5Bのみ連続した高ひずみ領域が発生した。低黒鉛かつ酸化防止材多量の場合、亀裂が発生するという実験事実に対しては、従来から行われてきた試験方法で評価した場合と比較して結果の序列に相違はない。試験後の5Bれんがの切断面を観察したが、れんが内部においてもひずみ分布図とはほぼ一致する位置に亀裂が確認され加熱面に対して平行な貫通亀裂であることを確認した。なお、本試験においては大気中での試験のため特に加熱面側で脱炭層が認められるが、その厚みは最大約3mm程度であり、亀裂発生には影響を及ぼしていないと考えられる。

4 亀裂発生要因の推定

亀裂の発生状況と各ひずみ量から亀裂の発生要因を推定する。加熱面から平行に発生する亀裂は以下3つの仮説がある。

仮説1: 拘束下での加熱時に加熱面側が塑性変形することによって収縮し、その後の冷却でさらに熱収縮することで発生する応力で亀裂が生じる。¹⁾

仮説2: 加熱側と背面側の膨張差によって、接触部の圧力が不均一となる。この圧力差によって発生する応力で亀裂が生じる。²⁾

仮説3: 加熱面側と背面側の熱ひずみの差によって試料が扇形に変形し亀裂が生じる。³⁾

まず、もし仮説2が亀裂の発生原因の場合、引張り応力発生位置はれんがの接触部となるため亀裂の起点もれんがが接触部になるはずであるが、5Bはれんがが接触部が亀裂発生の起点ではない。そのため、仮説2は主要因ではないと考えられる。次に、仮説1と3の影響を考察するために、y方向のひずみ量を比較した。ひずみ量の計測位置を図6に示す。aからhの8箇所のうち加熱面側はa-b、c-dの平均を、背面側は、e-f、g-hの平均をひずみ量とした。

order of spalling resistance compared to the case of evaluation by other conventional test method. The cross section of brick 5B after the test was observed. The cracks in the bricks were found to be located at a position almost coincident with the strain distribution. It was confirmed that the crack was a through crack parallel to the hot face. Since the test was conducted in air, decarburization layer was observed especially on the heated side, but its thickness was about 3 mm at maximum and it did not affect the crack occurring. We attempted to estimate the cause of crack occurrence in these specimens of different design by measuring the strain generated during thermal shock resistance tests under restraint. In addition, the thermal history of the bricks differs between the early and late stages of operation in the actual furnace. Therefore, we attempted to better understand the phenomena in actual furnace by conducting tests under different heat treatment conditions in advance.

4 Estimation of crack occurring factors

The crack occurring factors were estimated from the crack occurring status and the amount of each strain. There are three hypotheses for the factor of cracks that occur parallel to the heating surface.

Hypothesis 1: Since the heated side shrinks due to plastic deformation and further shrinks during cooling, stress is generated at the boundary between the heated side and the back side where shrinkage is small, resulting in cracks.¹⁾

Hypothesis 2: Due to the difference in expansion between the heating side and the back side, the pressure on the contact surface between the bricks becomes uneven. The stress generated by this pressure difference causes cracks to occur.²⁾

Hypothesis 3: The cracks are caused by the stress generated by the fan-shaped deformation of the bricks due to the temperature difference between the heated and back sides.³⁾

If hypothesis 2 is the cause of crack occurring, the origination of crack should also be contact area because the tensile stress originates from the brick contact area, but in case of 5B, the brick contact area is not the origin of the cracks. The cracks occur inside the brick. Therefore, Hypothesis 2 is not considered to be the main factor. In order to evaluate the influence of hypothesis 1 and 3, the strain in the y-direction was compared. The position of the strain

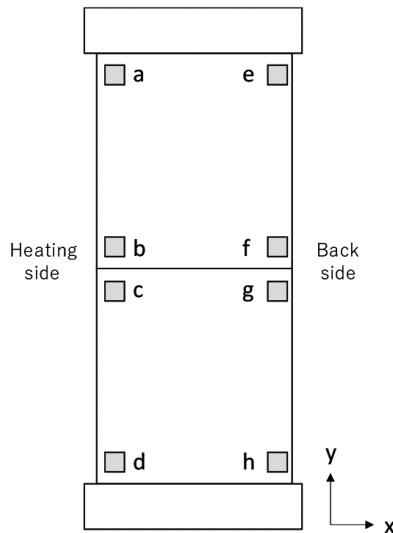


Fig. 6 Displacement measurement position.

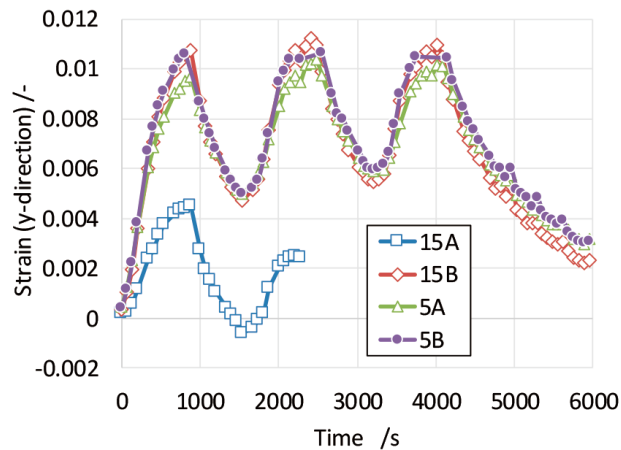


Fig. 7 Transition of heating surface side strain during the test under constrain.

図7に1400℃焼成後試料での試験時の加熱面側のひずみ量を示す。圧縮により破壊した15Aのみひずみが小さい。もし、仮説1が主要因であるならば、平行亀裂が発生した5Bの加熱面側のひずみは小さくなるはずであるが、亀裂の発生していない15Bと差が無い。つまり、加熱面側の塑性変形が原因の仮説1は平行亀裂の発生要因として関与していないと考えられる。仮説3を検証するために、背面側のひずみ量を図8に示す。15Aのみひずみ量が小さいことは稼働面のひずみ量と変わらないが、その他の3材質間では高黒鉛量の15Bが最も大きく低黒鉛の5A、5Bが小さい傾向にある。

measurement is shown in Fig. 6. Among the eight measurement points from a to h, the average of a-b, c-d was taken as the strain amount on the heated side, and the average of e-f, g-h was taken as the strain amount on the back side.

Figure 7 shows the transition of heating side strain during the test under constrain. 15A is considered to have a smaller strain due to the progressive compressive destruction. If hypothesis 1 was the main factor, the strain on the heated side of 5B, which the crack occurred, should be smaller, but there was no difference from 15B. This means that hypothesis 1, which is caused by plastic deformation on the heated side, is not the main factor in the occurrence of parallel cracks. In order to verify

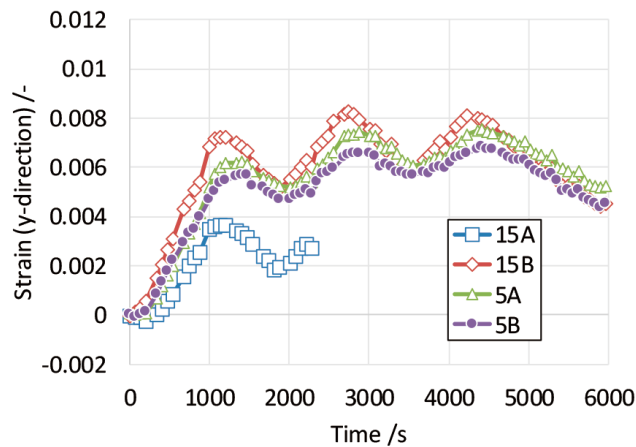


Fig. 8 Transition of Back surface side strain during the test under constrain.

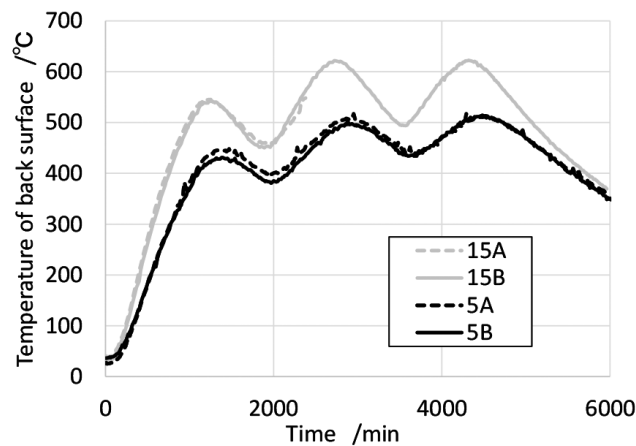


Fig. 9 Measurement result example of back surface temperature.

図 9 には、背面の温度を示す。黒鉛量がより多い材質ほど熱伝導率が高いため、背面側の温度が高い。そのため、黒鉛量が多いほどひずみ量が増大したと考えられる。5A と 5B でも若干の背面側の温度差が認められる。金属を外掛けで添加したことによる実質黒鉛量の差と発生した亀裂が断熱層となり温度差が発生したことが温度差の要因と考えられる。これが背面側のひずみ量に若干の違いを与えたと考える。加熱側と背面側の y 方向のひずみ差を図 10 に示す。その結果、最大ひずみ差は 5B の試料が最も大きく、かつ亀裂が発生したタイミングとひずみ差が急激に増大したタイミングが一致した。このことより、1400°C 焼成後のサンプル

hypothesis 3, the strain on the back side is shown in Fig. 8. The strain of 15A is small, which is the same as the result of the heating side, but among the other three bricks, the strain of 15B with high graphite content tends to be the largest and that of 5A and 5B with low graphite content tends to be small. Fig. 9 shows the temperature of the cold face. Materials with higher graphite content have higher thermal conductivity and therefore higher temperature on the back side. Therefore, it is considered that the strain increased with the amount of graphite. The strain difference in the y-direction between the heated side and the back side is shown in Fig. 10. As a result, the maximum strain difference was the highest in 5B. The timing of the crack occurred coincided with the timing of the rapid increase in the strain difference.

で熱衝撃試験により5Bに発生した平行亀裂の発生要因としては、仮説3の可能性が高いと考えられる。

次に、乾燥後れんがでいずれの試料でも亀裂が入らなかった要因を述べる。図11に稼働面側y方向のひずみ量，図12に背面側y方向のひずみ量を示す。焼成後で亀裂が発生した5Bのみで、焼成後と乾燥後の結果を比較した。加熱側及び背面側共に乾燥後でのひずみが小さくなる。これは、フェノール樹脂の重縮合によってれんがが収縮するためだと考えられる。図13に加熱面側と背面側のy方向のひずみ差を示す。乾燥後のほうがひずみ差が大幅に低ことから、平行亀裂発生するほどの応力が発生しなかったと考えられる。

Therefore, Hypothesis 3 is the most likely factor of the parallel crack formation that occurred in 5B by the thermal shock test on the sample after firing at 1400°C.

Next, we discuss the reasons why no cracks occurred in any bricks after curing at 250°C. Fig. 11 and Fig. 12 show the strains in the y-direction on the heating side and the back side, respectively. Only in 5B, in which cracks occurred after firing, the results after firing and curing were compared. Both the heating side and the back side will have less strain after curing. This is thought to be due to the shrinkage of the bricks caused by the polycondensation of the phenolic resin in bricks after curing. Fig. 13 shows difference of the strain from the heating said and back side in y-direction. Since the difference between the strain in the heating side and back side is much

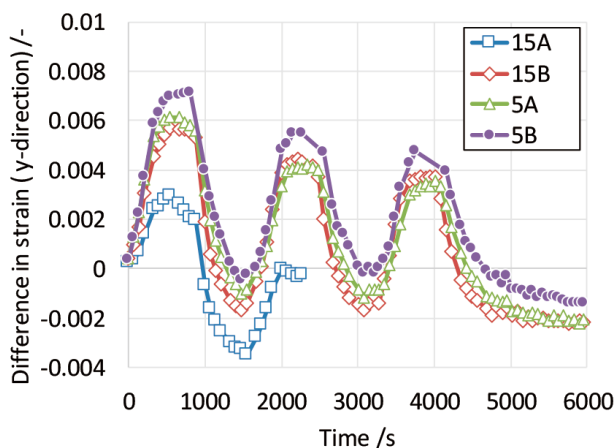


Fig. 10 Difference in strain between heating side and back side.

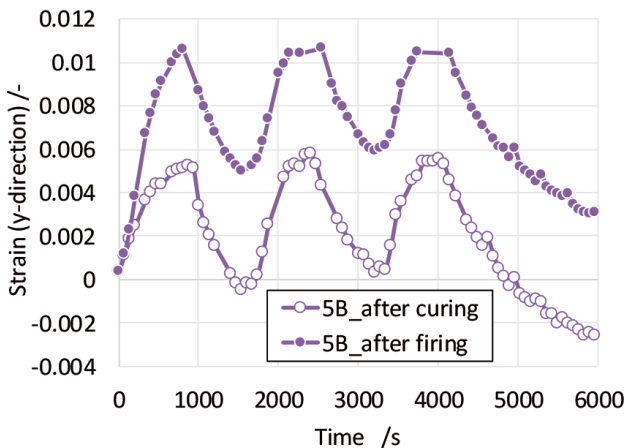


Fig. 11 Transition of heating side strain during the test under constrain.

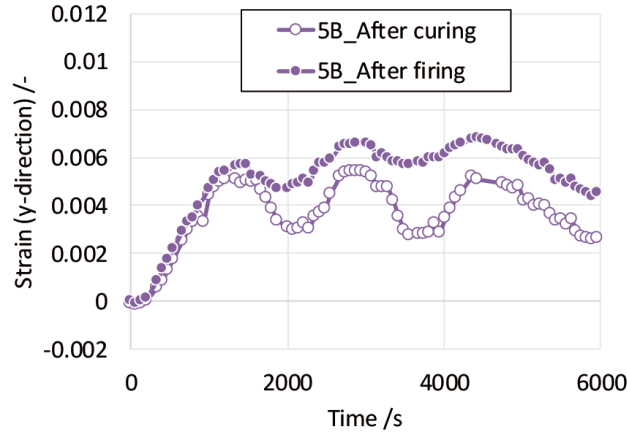


Fig. 12 Transition of back side strain during the test under constrain.

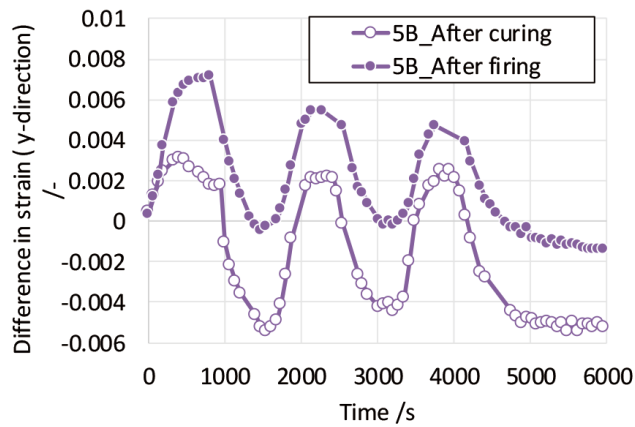


Fig. 13 Difference in strain between heating side and back side.

5 結論

実操業に則した挙動をより正確に把握するために、試験装置を構築し、MgO-C れんがの熱衝撃試験を、デジタル画像相関法 (DICM) を応用したシステムを用いて機械的拘束下で行った。結果として、実炉操業における挙動を再現して加熱面と平行な方向に亀裂が発生した。DICM により、亀裂の発生要因は加熱側と背面側のひずみ差による熱応力であることを明らかにできた。この手法を応用することにより、実炉におけるスポーリングの予測精度が大幅に向上した。

lower after curing, it is considered that the stress was not high enough to cause parallel cracks.

5 Conclusion

In order to grasp the behavior of the bricks more accurately to simulate the actual operation, the testing system was constructed and the thermal shock tests of the MgO-C brick were performed under mechanical constraints using the system with application of the digital image correlation method (DICM). As the results, cracking occurred parallel direction to the heating surface with reproducing the behavior in the actual furnace operation. DICM revealed that the crack was formed by thermal stress due to the strain difference between the heated side and the back side. By applying this method, the

文 献

- 1) 久保田裕, 瓜田祐輔, 菅原光男, 片岡実, 萩原世也: 耐火物, **51** [9] 474-483 (1999).
- 2) Hidetoshi Kamio, Ryota Hosogi, Yoichi Tsuji, Koji Goda and Katsumi Morikawa: Proceedings of UNITECR 2019, 16-E-2.
- 3) Sigismund Kienow: Ber. Dt. Keram. Ges., **47** [7] 426-430 (1970).

本論文は以下の報文を翻訳・加筆・再構成して
転載したものである。

Michiharu Shiohama et al.: Proceedings of
UNITECR 2022, 104.

prediction accuracy of spalling in actual operation is
greatly improved.

References

- 1) Hiroshi Kubota, Yusuke Urita, Mitsuo Sugawara, Minoru Kataoka, Seiya Hagihara and Michihiro Nakagaki: Taikabutsu, **51** [9] 474-483 (1999).
- 2) Hidetoshi Kamio, Ryota Hosogi, Yoichi Tsuji, Koji Goda and Katsumi Morikawa: Proceedings of UNITECR 2019, 16-E-2.
- 3) Sigismund Kienow: Ber. Dt. Keram. Ges., **47** [7] 426-430 (1970).

This paper is reprinted with some additions and
reconstructions to the following papers:
Michiharu Shiohama et al.: Proceedings of
UNITECR 2022, 104.