技術資料

Technical Paper

超清浄軸受鋼製造プロセスの開発

山口智則^{*1}, 新貝 元^{*1}, 狩野 隆^{*2}, 岸 幹根^{*1}

Development of a New Refining and Casting Process to Manufacture Ultra Clean Bearing Steel

Tomonori Yamaguchi, Motoshi Shinkai, Takashi Kano, and Mikine Kishi

Synopsis

For the miniature races and balls in spindle motors of hard disc drives, there have been required the clean bearing steel with infinitesimal oxides, Ti inclusions and sulfides which originate acoustic noises. Chita Plant, Daido Steel, has established the new process, MRAC-SSS (Multi-function Refining and Advanced Casting - Special Solution and Soaking), to manufacture the ultra clean bearing steel. Its features are as follows.

- (1) The tailored multi-functional refining process employing both LF and RH realizes the extremely low [O] and [Ti] levels in the molten steel.
- (2) The tight sealing of the tundish prevents completely the secondary oxidation of the molten steel during continuous casting.
- (3) The optimized reheating schedule for the cast bloom contributes to the significant reduction of Ti inclusions in number and size in the rolled wire or rod.

The ultra clean bearing steel manufactured through the new process proves to possess the remarkably prolonged contact rolling fatigue life.

1. 緒 言

近年、高炭素高クロム軸受鋼は自動車の高出力化、軽量化のための長寿命要求に対する酸化物系介在物低減に加え、ハードディスクドライブスピンドルモータ用途のベアリング静粛性改善のためのチタン系炭窒化物、あるいはサルファイド系介在物低減のニーズが高まっている。大同特殊鋼(株) (以下当社という) 知多工場ではこのニーズに応えるべく、溶鋼段階での低 [O][Ti][S] 化、凝固段階での介在物の微細化技術により大気溶解において介在物を極限まで低減した清浄鋼の製造技術を確立した。以下にその概要を報告する。

2. 超清浄軸受鋼の製造プロセス概要

2.1 製造プロセス

低 [O][Ti] 清浄軸受鋼の製造工程を Fig.1 に示す。製造

工程は電気炉出鋼後、LF 精錬、RH 式真空脱ガスを適用した複合精錬、垂直型丸モールド連続铸造機 No.2CC により溶製を行っている。その後熱間で銑片を加熱炉へ搬送し、適正な拡散焼なまし処理を施し分塊圧延によるピレットの製造、製品サイズに応じた製品圧延を実施する。その後客先の要求に応じ、球状化焼なまし、酸洗、被膜処理を実施する工程となっている。

Fig.1. Manufacturing Process of the Ultra Clean bearing steel

2001 年 10 月 15 日受付

* 1 大同特殊鋼(株)知多工場 (Chita Plant, Daido Steel Co., Ltd.), * 2 大同特殊鋼(株)技術開発研究所 (Research & Development Lab., Daido Steel Co., Ltd.)

2.2 清浄化のポイント

超清浄軸受鋼の清浄化のポイントについて Fig.2 に示す。酸化物系介在物については、LF における強脱酸精錬、RH における脱ガス精錬、介在物浮上分離の促進、No.2CC における再酸化の抑制により低 [O] 化、介在物の微細化を実現している。Ti 系介在物については、電気炉、LF での脱 [Ti] を促進し、添加合金、取鍋耐火物からの Ti 混入源を徹底して排除することにより、低 [Ti] 化を実現した。この低 [Ti]、低 [O] を同時に実現するため、LF 処理の機能を分割した精錬方法を実施していることがポイントである。

また介在物の分布調査を実施した結果、Ti 系介在物は炭室化物として存在しており、粗大なものは銕片での最終凝固段階の偏析部に晶出していることが判明した。当社知多工場はチタン炭室化物の改善のために上記低[Ti]化に加え、低 [N] 化による TiN の晶出温度の低減、および偏析軽減による晶出物の粗大化の抑制、特殊熱処理による TiN の再固溶促進を図るべく精錬・ casting ・加熱分塊プロセスを最適化した。

当社では本プロセスを MRAC-SSS プロセス (Multi-function Refining & Advanced Casting - Special Solution & Soaking) と命名した。以下に MRAC-SSS プロセス法について概要を示す。

2.2.1 酸化物系介在物の改善

(1) 低 [O] 化

低 [O] 化処理として電気炉出鋼時に若干排出される酸化スラグを 100% 除去し、LF で造滓材としての CaO、CaF₂ 他の投入と Al 添加による強脱酸精錬により LF 処理終了後の溶鋼 [O] レベルを極小化する。その後 RH 式脱ガス装置の徹底した真空度管理の下、通常材より長時間処理を行

い、精錬末での低 [O] 化を実現した。

(2) 溶鋼再酸化の抑制

精錬段階で極限まで清浄化された溶鋼を大気との接触により再酸化されない為に、連続 casting における取鍋からタンディッシュへの溶鋼注入方法はロングノズル方式を採用し、タンディッシュパウダーの使用、かつタンディッシュ蓋の気密性を増し不活性ガスを導入する完全断気 casting を実施している。完全断気 casting 時の効果を Fig.3 に示すが、タンディッシュ内雰囲気酸素を 0.1% 以下と改善している。(1),(2) により製品中 [O] 5ppm を実現した。

(3) 介在物浮上分離の促進

精錬工程においては、RH 真空下での還流時間確保による介在物の浮上分離の促進、連続 casting 工程においては、タンディッシュ堰の適性配置によるタンディッシュ内での介在物浮上分離促進、CC 垂直マシン適用¹⁾、丸モールドによる効率的電磁攪拌¹⁾、 casting 速度の適正化によりモールド内での介在物浮上分離の促進を図っている。

Fig.3. The effect of perfect sealing tundish.

Process		Electric Arc Furnace	Ladle Furnace	RH-type degasser	No.2 Continuous Casting	Bloom Reheating Furnace
Improvement of Oxides (Al ₂ O ₃ -type)	Decreasing Oxygen		●	●		
	Promotion of Inclusion Removal			●		
	Prevention of Secondary Oxidation				●	
Improvement of Ti(C,N)	Decreasing Titanium	●	●			
	Decreasing Nitrogen			●		
	Minimizing Ti inclusion				●	●

Fig.2. The points of MRAC-SSS (Multi-function Refining and Advanced Casting - Special Solution and Soaking) process.

2.2.2 Ti 系介在物の低減

(1) 低 [Ti] 化

徹底した低 [Ti] 化を実現する為に、スクラップ配合段階での低 [Ti] スクラップ厳選使用を実施し、電気炉における酸化精錬でスクラップ中 Ti を TiO_2 とし分離除去し、さらに LF 精錬においてもスラグ組成の適正化により脱 [Ti] を行っている。LF における脱 Ti の為の適正なスラグ組成は、Fig.4 に示す通り脱酸精錬スラグとは異なり低塩基度程有利である。つまり LF 精錬工程においては、2.2.1 項で示した通り強脱酸処理と脱 [Ti] 処理の二つの機能を分離し低 [Ti]、低 [O] を実現している。

また、Ti は合金、耐火物等あらゆる溶鋼接触物に含有している為、それらの含有量を徹底して低減し、Ti のピックアップを抑制し鋼中 [Ti] 5ppm を実現した。

(2) 低 [N] 化

Ti 系介在物はチタン炭窒化物として鋼塊中に存在しているため、Ti 系介在物の改善には低 [N] 化も重要なポイントである。当社知多工場では脱 [N] 反応の阻害要因となる表面活性元素である [S][O] を LF 精錬で徹底的に除去した後、RH の還流時間を充分確保することにより脱 [N] 反応を促進させ、鋼中 [N] 30ppm を安定して達成している。

(3) Ti 系介在物の微細化

先述したが、粗大な Ti 系介在物は最終凝固部に相当する中心部に存在することが判明している。Fig.5 は铸片の中心部から切出したサンプルをアルゴン雰囲気下で 1200 加熱保持した後の Ti 系介在物の存在状態を示している。Ti 系介在物は、黒く変色した中心部に存在しており、変色部分は Cr の濃化層であり、最終凝固部のミクロ偏析部に相当している。このことから粗大な Ti 系介在物を低減

させるためには、偏析を軽減させることが重要であると考えられ、これを当社知多工場 No.2CC では铸造速度を低減させることにより実現した。铸片段階での Ti 系介在物個数、大きさ分布を Fig.6 に示すが、铸造速度の低減による Ti 系介在物の改善を示しており、特に中心部での改善効果が大きいことが示された。

Fig.4. The effect of slag basicity on $(\% \text{TiO}_2)/[\% \text{Ti}]$ during Ladle Furnace process.

Fig.5. Micrographs of $\text{Ti}(\text{C}, \text{N})$ in center position of casting bloom after heat treatment.

Fig.6. Distribution of Ti inclusions in the continuous casting bloom.

Fig.7. The effect of SSS (Special Solution and Soaking) treatment on the number and size of Ti inclusions.

また、鑄片段階で存在した Ti 系介在物をさらに微細にするために、分塊圧延前の加熱炉において鑄片の特殊熱処理（以下 SSS 処理）を実施している。これは Ti 系介在物はチタン炭窒化物であることより Ti(C,N) の固溶温度以上の温度で等温保持させ、マトリックスへ拡散させ Ti 系介在物を微細化させることが狙いである。実験炉により通常軸受鋼の拡散焼なまし処理条件、および SSS 処理による鑄片の Ti 系介在物品位の影響を確認した。供試材として Ti=5ppm, N=30ppm の超清浄精錬を施した連続鑄造鑄片中心部より 50mm × 50mm の角サンプルを切出し、それぞれ鑄造まま、通常熱処理温度 + 通常処理時間、通常熱処理温度 + 処理時間延長、SSS 処理の条件で Ti 系介在物品位を調査した。その結果を Fig.7 に示す。通常熱処理温度においては処理時間を延長しても Ti 系介在物は鑄造ままと比較し改善効果はほとんどないが、SSS 処理により Ti 系介在物は大きさ、個数共に低減することが証明された。

3. 超清浄軸受鋼の清浄度、および転動寿命評価

3.1 酸化物系介在物評価

(1) 鋼中 [O] 値評価

酸素分析方法は表面汚染酸素を除去した微量酸素分析法²⁾を採用し、低 [O] 域を精度良く分析できる体制とした。微量酸素分析法による結果と従来の分析方法により [O] 値の差違を Fig.8 に示すが、従来分析方法の結果は低 [O] 域でばらついており、微量酸素分析方法により、低 [O] 域の [O] 値を精度良く把握できることが示されている。こ

のように微量酸素分析法は MRAC プロセスにより溶製された超清浄軸受鋼を評価する上で極めて重要であり、本分析法により MRAC プロセスにより溶製された鋼中 [O] 5ppm 以下を精度よく評価することが可能となった。

(2) 個数カウント評価

通常溶製の軸受鋼と MRAC プロセスで溶製した超清浄軸受鋼を直径 5.5mm まで線材圧延を実施し清浄度の評価を行った。D/2 断面で縦断マイクロホルダーを作成し、光学顕微鏡による介在物の個数カウント評価を実施した結果を Fig.9,10 に示す。介在物は、クラスター状に連なって存在する Al_2O_3 系主体の介在物と $\text{CaO-Al}_2\text{O}_3$ 系介在物のように伸長した状態で存在する介在物の 2 種類に区分し評価した。 Al_2O_3 系介在物は個数、大きさ共に大幅に改善さ

Fig.8. Relationship between [O] by conventional analysis and [O] by developmental analysis.

Fig.9. Number and size of Al_2O_3 type inclusions.

Fig.10. Number and size of CaO-Al₂O₃ type inclusions. Fig.11. Number and size of Al₂O₃ type inclusions by particle counter.

れ、最大径が $<7.5\mu\text{m}$ となり、CaO-Al₂O₃系介在物はMRACプロセスにより皆無となった。

(3) 酸溶解抽出 - 細孔電気抵抗法評価

(2)項同様の溶製条件を施した軸受鋼の鋼片(155mm.sq.)から切出した小片サンプルを硫酸、および過マンガン酸カリウムにより酸溶解し、Al₂O₃系、およびMgO-Al₂O₃系介在物を抽出した。この介在物について細孔電気抵抗法による介在物体積測定を実施し、大きさ、個数分布を評価した。測定装置は、ベックマンコールター株式会社製マルチサイザーを使用し、介在物は $0.6 \sim 18\mu\text{m}$ の範囲の径のものを測定した。結果をFig.11に示すが、MRAC-SSS処理による超清浄軸受鋼は通常軸受鋼に比べて、クラスターを形成すると考えられる $3\mu\text{m}$ 以下のAl₂O₃介在物個数が大幅に低減している。

3.2 Ti系介在物評価

(1) 個数カウント評価

Ti系介在物についても酸化物系介在物同様に通常溶製の軸受鋼とMRAC-SSSプロセスで溶製した超清浄軸受鋼を線材圧延(5.5mm)しD/2断面で縦断マイクロホルダーを作成し、光学顕微鏡による介在物個数カウント評価を実施した。結果をFig.12に示すが、横軸に[Ti][N]の溶解度積から算出したTiN平衡析出温度(式1)をとり、縦軸に介在物個数を評価した。

$$\log K = \log[\text{Ti}] \times [\text{N}] = -16189/T + 4.72 \quad (\text{式1})^{3)}$$

K : 平衡定数, T : 温度, K

[Ti] : 鋼中チタン含有量, mass%,

[N] : 鋼中窒素含有量, mass%

TiN析出温度が低下すると、すなわち[Ti] × [N]が低下するとTi系介在物個数は低減傾向にある。さらにSSS処理により同一[Ti][N]含有量における個数の低減効果があることが示された。またFig.13に溶製条件別のTi個数カ

Fig.12. Relationship between TiN precipitation temperature and number of Ti inclusions.

Fig.13. Number and size of Ti inclusions.

ウント評価を示したが、Fig.12 で示された個数低減と同時に $7\mu\text{m}$ 以上の粗大な Ti 系介在物が皆無となっており、SSS 処理により凝固偏析部に晶出した粗大な Ti 系介在物が母相中へ再固溶していることが推定される。

3.3 転動寿命評価

MRAC-SSS プロセスにより製造した超清浄軸受鋼と従来プロセスの清浄鋼の転動寿命評価を行った。また参考として MRAC プロセスにて溶製した鋳片を母材とした 2 次溶解材もあわせて評価した。

(1) 供試材

Table 1 に供試材の成分を示す。ここで示された [O] 値は、表面汚染影響を除去した微量酸素分析法により分析された値である。A 鋼は MRAC-SSS プロセスで溶製された超清浄鋼である。B ~ D 鋼は従来の清浄鋼、E 鋼は MRAC プロセスで溶製された鋳片を母材とし当社浜川工場で特殊溶解真空 ESR-VAR 処理を施した究極の清浄鋼である。供試材は各条件で溶製された鋼片を 65 まで鍛伸し、球状化焼なまし - 焼入れ焼戻し処理を施した後、機械加工により 62 の供試材を作製した。

(2) 試験条件

スラスト型転動寿命疲労試験条件を Table 2 に示す。

(3) 寿命結果

Fig.14 に L_{10} 寿命を評価した結果を示すが、微量酸素分析法による [O] 値でよく整理され、従来清浄鋼と比較し、MRAC-SSS プロセスにより、約 25% L_{10} 寿命が向上することが確認された。また本結果により転動寿命に影響する因子として [O] 値の影響が大きく [Ti] 値の影響は小さいことが推察される。

Table 1. Chemical compositions of high-C bearing steel for rolling fatigue test.

Mark	C	S	Cr	O	N	Ti
A	0.99	0.001	1.48	3.4	30	3
B	1.01	0.003	1.46	6.1	35	5
C	1.00	0.003	1.45	5.7	60	19
D	1.00	0.007	1.48	6.5	60	14
E	1.01	0.001	1.42	1.6	25	6

mass%([O],[Ti],[N] in ppm)

Table 2. Experimental conditions of rolling fatigue test (thrust disk specimen).

Specimen diameter	mm	62
Max. Stress	GPa	4.9
Speed	rpm	1800
Lubricant		Turbine Oil #68

Fig.14. The effect of L_{10} life on [O] by development analysis.

4. 結 言

当社知多工場で開発された超清浄軸受鋼溶製方法である MRAC-SSS プロセスにより、以下に示す改善効果が得られた。

- (1) LF-RH の複合精錬、連続鋳造、分塊圧延前加熱処理を最適化したことにより低 [O]、低 [Ti] を実現し、さらに酸化物系、Ti 系介在物の個数を半減し、 $7.5\mu\text{m}$ 以上の介在物を皆無とした。
- (2) 転動寿命が通常清浄鋼対比、約 25% 向上した。

今後は本プロセスの効果として期待できる音響特性の評価、および客先清浄度要求のある他鋼種、他用途へ適用拡大を図っていく所存である。

(文 献)

- 1) 森井、早川、稲垣、高橋、横山、鈴木：電気製鋼、64(1993)、13。
- 2) 伊藤、小池：CAMP-ISIJ、13(2000)、510。
- 3) 沢村、盛、鉄と鋼、43(1963)、31。