



Wpływ stosunku masy kul do masy proszku oraz czasu mieszania na wybrane charakterystyki mieszanki W-Zn i wykonanych z niej wyprasek

ADAM JACKOWSKI

Wojskowa Akademia Techniczna, Wydział Mechatroniki, Instytut Techniki Uzbrojenia,
00-908 Warszawa, ul. S. Kaliskiego 2

Streszczenie. W pracy przedstawiono wyniki badań procesu homogenizacji mieszanki proszkowej zawierającej 60% cz. wag. wolframu i 40% cz. wag. cynku za pomocą mieszania. Mieszanie proszków prowadzono w mieszalniku bębnowym w obecności kul. Zmiennymi parametrami badań były: stosunek masy kul do masy proszku (w), a mianowicie: 1:2; 1:1 i 5:1 oraz czas mieszania wynoszący 0,5; 2; 4; 6; 8; 10, 20 godzin. Na podstawie badań metalograficznych, dla danych udziałów kul do proszku, oceniano stan mieszanki po kolejnych czasach jej mieszania. Określano medianę rozkładu średniej wartości średnicy cząstek mieszanki proszkowej oraz gęstość wyprasek z niej wykonanych. W wyniku badań stwierdzono, że gęstość wyprasek zależy od wartości współczynnika w i czasu mieszania. Badania jednorodności rozkładu cząstek wolframu wykazały, że wzrost wartości wymienionych wyżej parametrów badań ma istotny wpływ na mikrostrukturę wyprasek. Dla większych wartości w uzyskiwano równomierny rozkład cząstek wolframu w osnowie miedzi po krótszym czasie mieszania. Uzyskane rezultaty badań mogą być wykorzystane do doboru warunków mieszania w próbach technologicznych wytwarzania pocisków modelowych.

Słowa kluczowe: pociski – technologia, metalurgia proszków

Symbole UKD: 623.45

1. Wstęp

Przedstawiona praca jest wynikiem kontynuacji badań dotyczących kompozytów zastępujących ołów, wykonywanych z wykorzystaniem uproszczonych metod metalurgii proszków. Materiały te zawierają wolfram, który jest ich głównym składnikiem oraz drugi składnik charakteryzujący się dużą plastycznością i niską

temperaturą topnienia. Obie wymienione właściwości mają istotny wpływ na konsolidację osnowy kompozytu podczas prasowania mieszanki w temperaturze otoczenia.

W pracach [1-3] przedstawione są wyniki badań wpływu sposobu oraz warunków mieszania kompozycji proszkowych zawierających wolfram i cynę lub miedź na wybrane właściwości otrzymywanych z nich wyprasek. Prezentowane w tym artykule wyniki badań kompozycji proszkowych wolfram-cynk wynikają z przedstawionych w literaturze [1-28] przesłanek i są kontynuacją dotychczasowych prac badawczych [29-30].

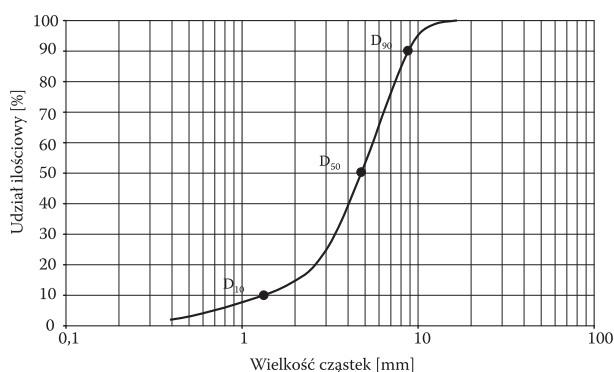
W pracy podjęto próbę określenia wpływu warunków procesu homogenizacji mieszanki proszkowej składającej się z wolframu i cynku na jej wybrane właściwości granulometryczne oraz uzyskanych z niej wyprasek.

2. Badania własne

2.1. Materiały wyjściowe

Do badań użyto mieszanek proszkowych wytwarzanych z następujących proszków:

1. Wolframu produkcji firmy „Baildonit” o charakterystyce granulometrycznej przedstawionej na wykresie (rys. 1).

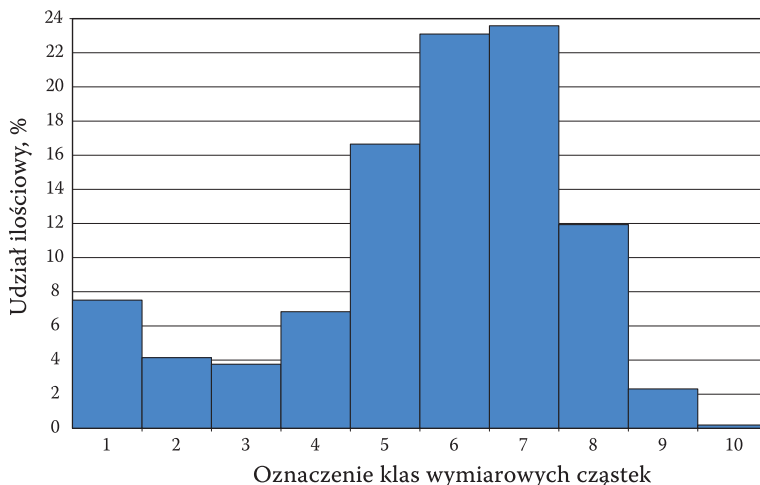


Nr klasy wmiarowej	Wymiary cząstek, μm	
	pow.	do
1		1
2	1	1,4
3	1,4	2
4	2	2,8
5	2,8	4
6	4	5,6
7	5,6	8
8	8	11,2
9	11,2	16,0
10	16,0	22,4

Rys. 1. Rozkład ilościowy cząstek proszku wolframu

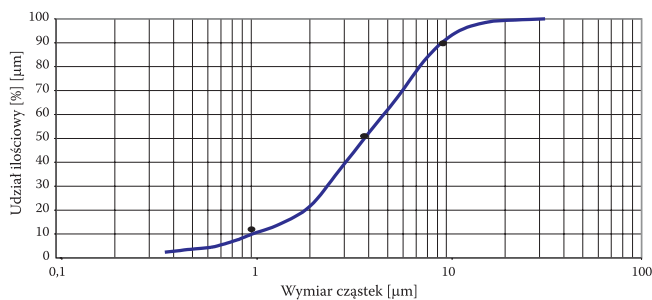
Na podstawie wykresu oszacowano wielkości charakteryzujące proszek, a mianowicie: $D_{10} \approx 1,5 \mu\text{m}$, $D_{50} \approx 4,8 \mu\text{m}$, $D_{90} \approx 8,5 \mu\text{m}$.

Udział ilościowy frakcji wymiarowych proszku przedstawiono na wykresie (rys. 2).



Rys. 2. Rozkład ilościowy frakcji cząstek proszku wolframu

2. Cynku w gatunku RZn 0,063 produkcji firmy „Euromet” o charakterystyce granulometrycznej przedstawionej na wykresie (rys. 3).

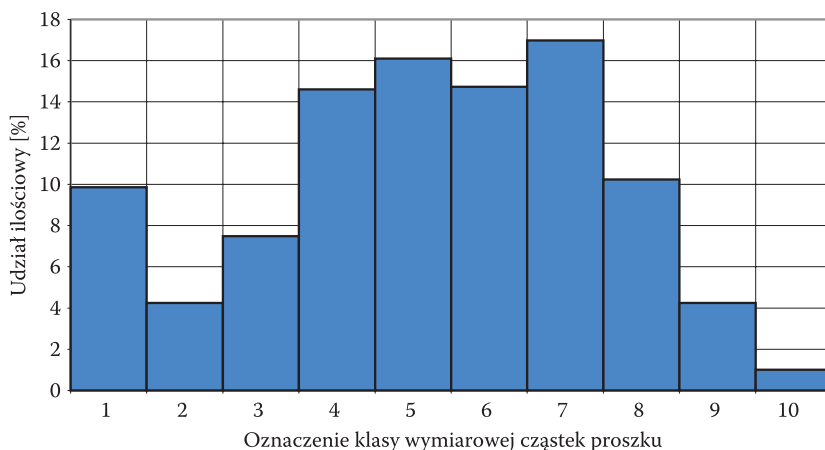


Nr klasy wymiarowej	Wymiary cząstek, μm	
	pow.	do
1		1
2	1	1,4
3	1,4	2
4	2	2,8
5	2,8	4
6	4	5,6
7	5,6	8
8	8	11,2
9	11,2	16,0
10	16,0	22,4

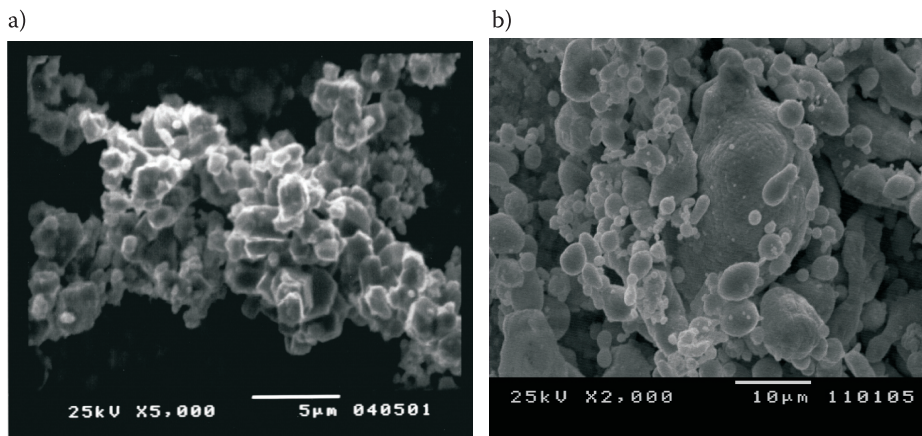
Rys. 3. Rozkład ilościowy cząstek proszku cynku

Na podstawie wykresu oszacowano wielkości charakteryzujące proszek, a mianowicie: $D_{10} \approx 1 \mu\text{m}$, $D_{50} \approx 3,8 \mu\text{m}$, $D_{90} \approx 9,5 \mu\text{m}$

Udział ilościowy frakcji wymiarowych proszku przedstawiono na wykresie (rys. 4).



Rys. 4. Rozkład ilościowy frakcji cząstek proszku cynku



Rys. 5. Kształt cząstek proszków użytych do badań: a — wolframu; b — cynku

Na podstawie przedstawionych zdjęć można zauważyć różnice w morfologii cząstek proszków. Cząstki proszku cynku, otrzymywanego techniką rozpylania, mają charakterystyczny sferoidalny kształt. Proszki wolframu tworzą aglomeraty małych cząstek o nieregularnym, rozwiniętym przestrzennie kształcie. Można przypuszczać, że podczas mieszania nastąpi ich deaglomeracja, w wyniku której powstanie nowa frakcja proszku o małych wymiarach.

Ponadto możliwy jest proces ponownej aglomeracji cząstek proszków polegający na osadzeniu się małych cząstek proszku wolframu na powierzchni dużych cząstek proszku cynku. Powyższe zjawiska, towarzyszące mieszaniu, mogą, zmieniając charakterystykę frakcyjną mieszanki proszkowej, wpływać na jej zagęszczalność [28].

2.2. Przebieg i wyniki badań

Mieszanki proszkowe przygotowywano, stosując poziomy mieszalnik bębnowy kulowy. Proces homogenizacji mieszanek proszków prowadzono w obecności kul wypełniających roboczą przestrzeń pojemników. Badania prowadzono, stosując takie same parametry, jak w przypadku badań mieszanki W-Zn. Badaniom poddano mieszanki o składzie: 60% wag. proszku wolframu i 40% wag. proszku cynku (gęstość teoretyczna wypraski $\rho_t \approx 11,47 \text{ g/cm}^3$).

Zmiennymi parametrami badań były:

- stosunek masy kul do masy proszku w równy 0,5:1; 1:1 i 5:1,
- czas mieszania, a mianowicie: 0,5; 1; 2; 4; 8; 10 i 20 godzin.

Do analizy przebiegu procesu homogenizacji w warunkach odpowiadających przyjętej wartości współczynnika w pobierano próbki mieszanek po różnym czasie mieszania. Pobrane próbki mieszanek proszków poddawano:

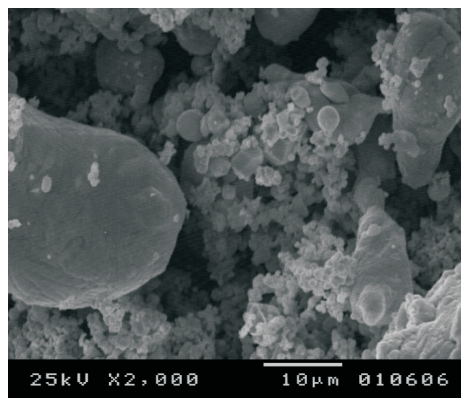
- obserwacji mikroskopowej na mikroskopie skaningowym JOEL,
- analizie granulometrycznej na urządzeniu firmy KAMIKA.

W badaniach oceniano przebieg procesu mieszania, odnosząc uzyskane rezultaty do stanu mieszanek homogenizowanych bez udziału kul przez 0,25 godz. Miało to na celu wstępne, prowadzone w jednakowych warunkach, rozproszenie cząstek składników proszkowych w objętości mieszanki.

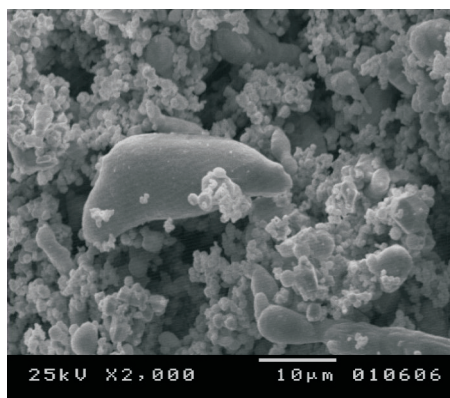
Zamieszczone fotografie (rys. 6) przedstawiają przykładowe próbki mieszanek po różnych czasach mieszania dla różnych wartości współczynnika w .

Podobnie jak dla przypadku badań mieszanek W-Sn, można zaobserwować zależność między czasem mieszania i masą kul biorących udział w procesie homogenizacji a występującymi podczas mieszania zmianami kształtu i wymiarów cząstek składników proszkowych mieszanki. We wszystkich wariantach badawczych zauważono,

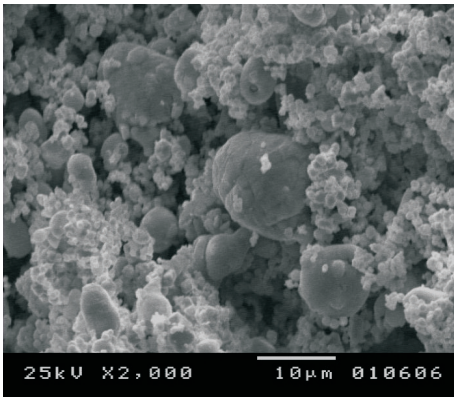
$w = 0,5:1$



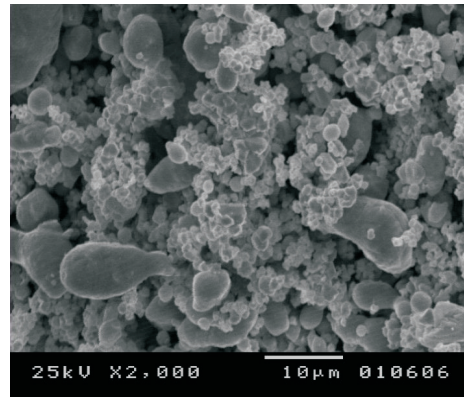
0,5 h



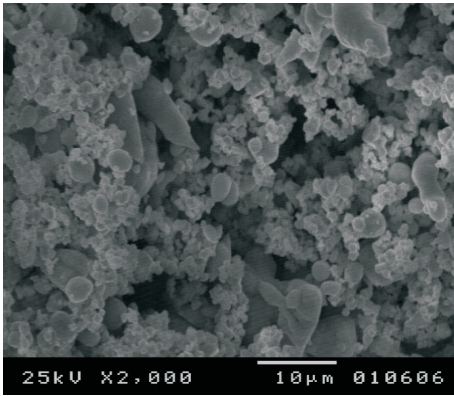
1 h



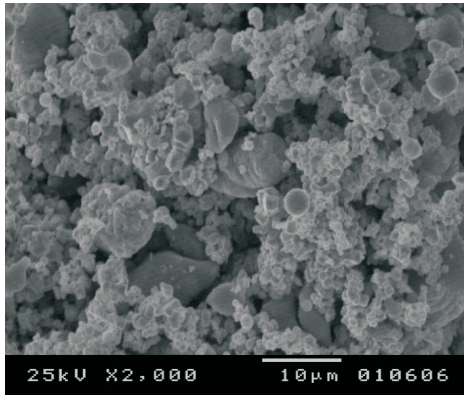
2 h



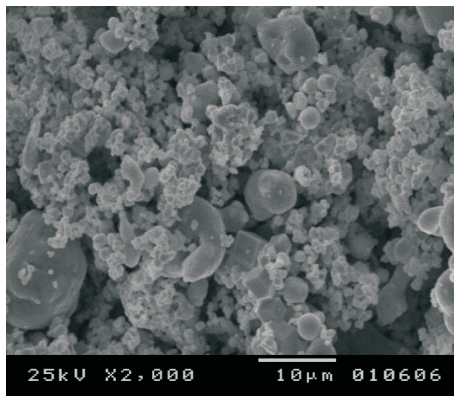
4 h



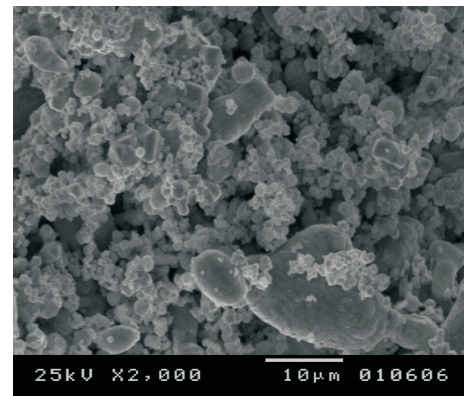
6 h



8 h

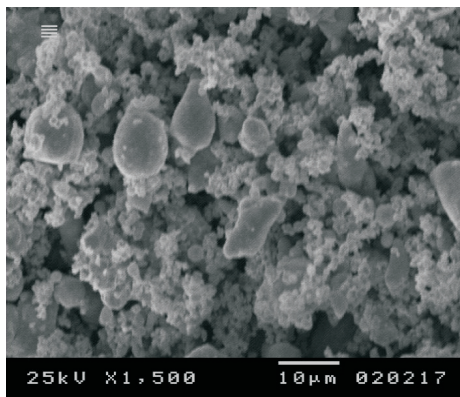


10 h

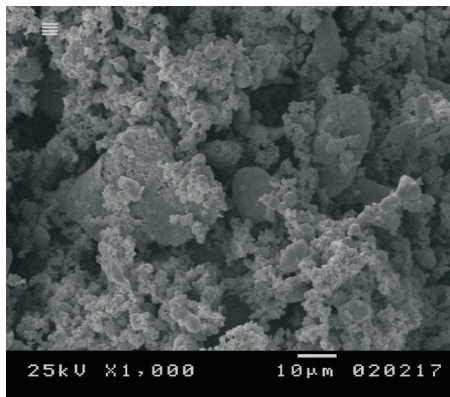


20 h

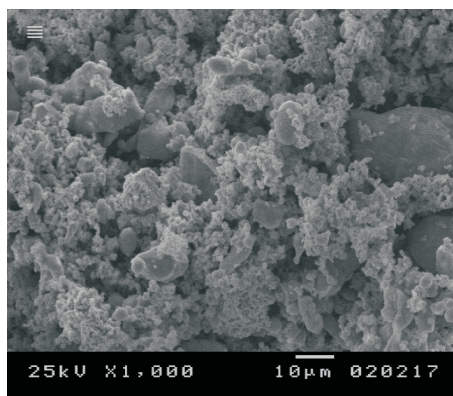
$w = 1:1$



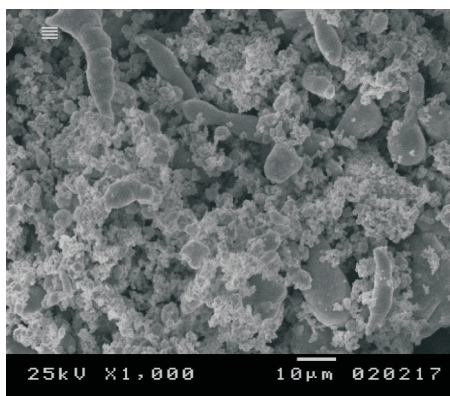
0,5 h



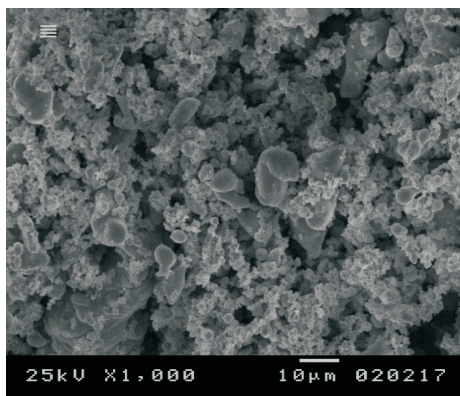
1 h



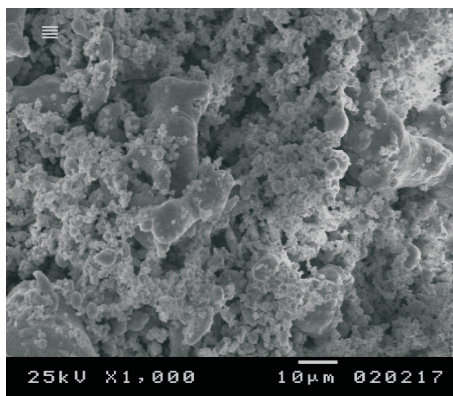
2 h



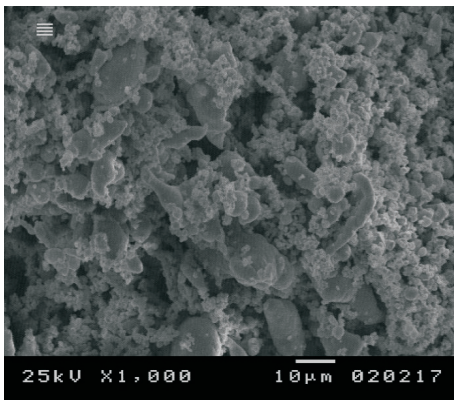
4 h



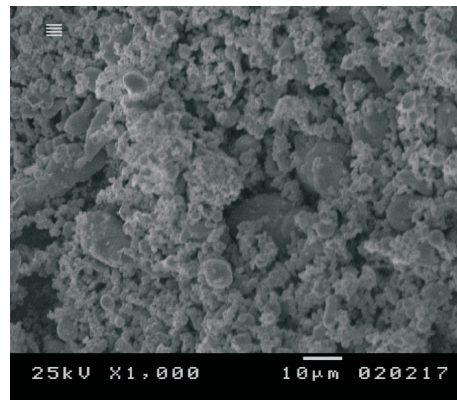
6 h



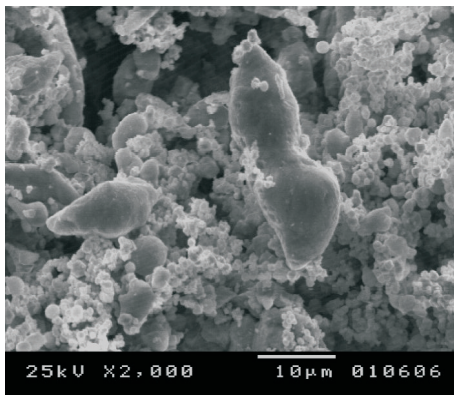
8 h



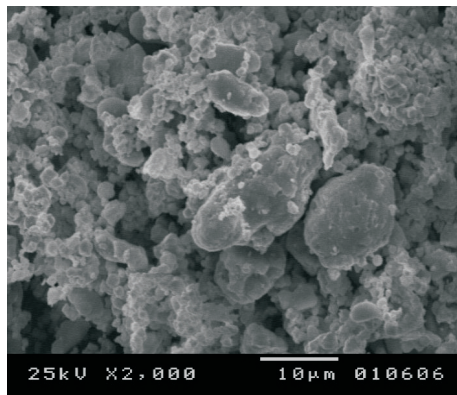
10 h



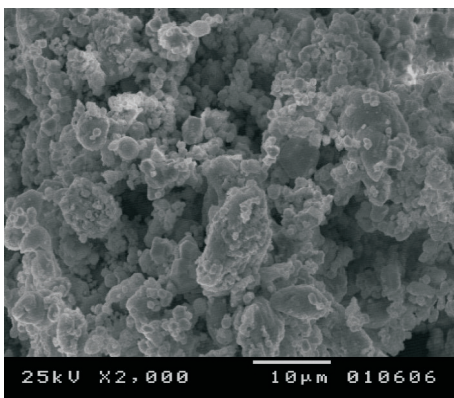
20 h

 $w = 5:1$ 

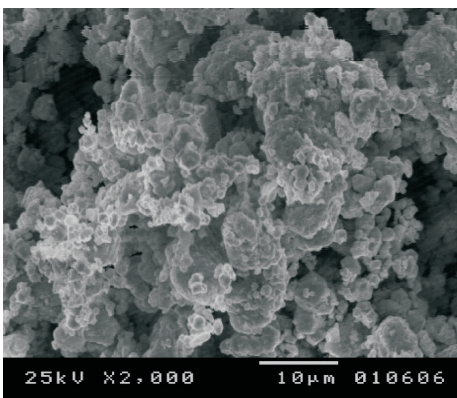
0,5 h



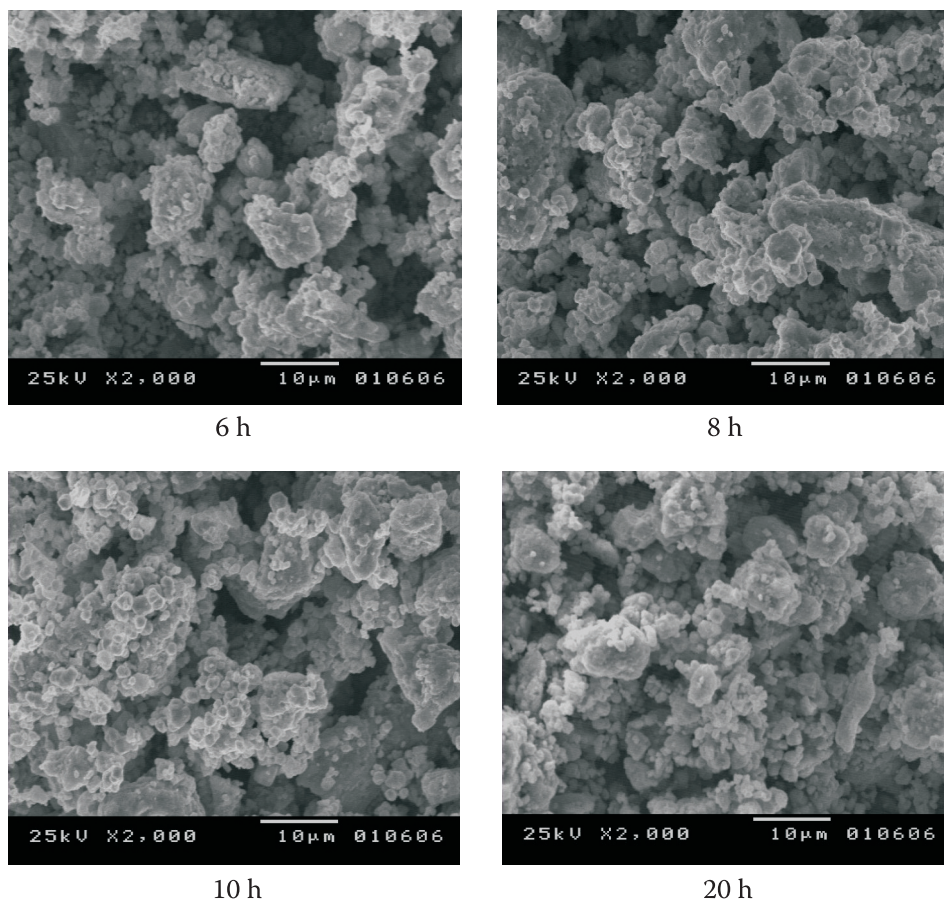
1 h



2 h



4 h



Rys. 6. Przykładowe fotografie mieszanek po różnych czasach mieszania dla różnych wartości współczynnika w

że wzrost czasu mieszania powoduje wyraźne zmniejszenie wymiarów cząstek proszku cynku. W polu obserwacyjnym mikroskopu rośnie ilość małych cząstek cynku i prawdopodobnie wolframu.

Na zdjęciach cząstek proszku można także zaobserwować występujące, wraz ze zmianą wartości współczynnika w , różnice w strukturze morfologicznej cząstek proszku. Dla wartości $w = 0,5:1$, niezależnie od efektu zmniejszania się wymiarów cząstek cynku, ich kształt pozostaje kulisty.

Zwiększenie stosunku w powoduje zmiany w kształcie cząstek cynku; w strukturze proszku pojawiają aglomeraty zbudowane z cząstek proszków o małych wymiarach. Szczególnie widoczne jest to na zdjęciach mieszanek poddawanych homogenizacji z zastosowaniem największej wartości współczynnika $w = 5:1$. Przy

dłuższym czasie mieszania występuje wyraźny zanik cząstek sferoidalnych. W ich miejsce pojawiają się nieforemne struktury aglomeratowe składające się z drobnych cząstek. Może to być spowodowane przewagą procesów ścierania i aglomeracji drobnych cząstek, występujących podczas mieszania w zastosowanych warunkach nad mechanizmami towarzyszącymi procesom mechanicznej syntezy.

W tej pracy podjęto próbę obiektywizacji oceny procesu homogenizacji badanych mieszanek. Przyjęto, że ilościowa ocena wyników mieszania oparta będzie na analizie granulometrycznej otrzymanej mieszanki. Założono, że parametrem porównawczym będzie umowna średnica cząstek wyznaczana z pomiarów z zastosowaniem metod metalografii ilościowej i automatycznego stanowiska pomiarowego IPSU Kamika.

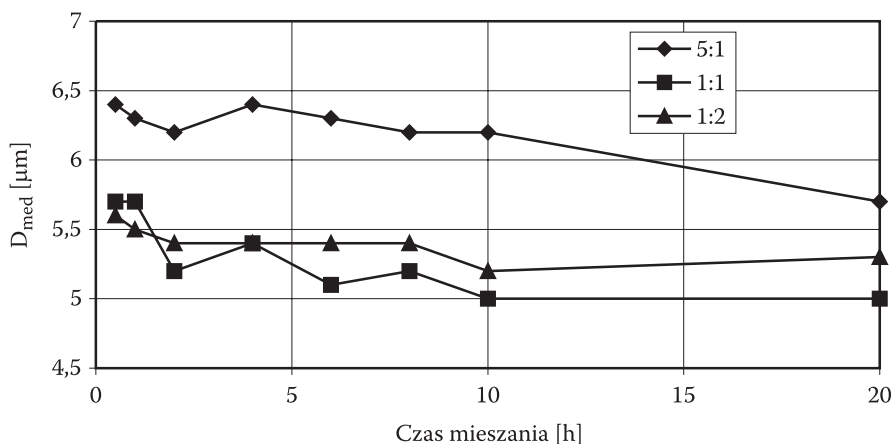
Określano:

1. Pole powierzchni poszczególnych obiektów — S_1, S_2, \dots, S_i ;
2. Liczbę obiektów w polu widzenia — n ;
3. Na podstawie otrzymanych danych wyznaczano:

4. Średnią średnicę populacji obiektów $d_{sr} = \frac{\sum_{i=1}^n d_i}{n}$;

5. Medianę rozkładu średnic cząstek w populacji obiektów d_{med} .

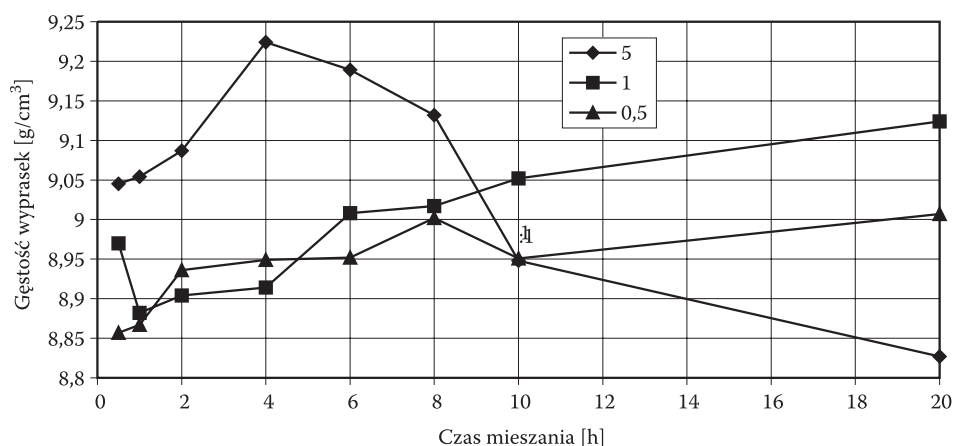
Na podstawie otrzymanych wyników pomiarów wyznaczono wartość mediany rozkładu średnicy badanych proszków po zastosowanych wariantach mieszania. Wyniki zaprezentowano na rysunku 7.



Rys. 7. Mediana rozkładu umownej średnicy cząstek w badanej populacji w zależności od czasu mieszania proszków wolframu i cynku dla przyjętych wartości współczynnika w

Wykres prezentuje zależność rozkładu ilościowego umownej średnicy cząstek w badanej populacji od przyjętych warunków mieszania. Z otrzymanych danych wynika, że efekt aglomeracji cząstek mieszanki widoczny jest w przypadku największej wartości stosunku masy kul do proszku. To zjawisko szczególnie występuje w początkowej fazie procesu, tzn. przy krótkich czasach mieszania. Wzrost czasu mieszania wywołuje efekt rozdrabniania cząstek składników proszkowych mieszanki.

W dalszej części badań wykonano wypraski z mieszanek proszkowych uzyskanych po różnych czasach mieszania dla przyjętych wariantów badawczych mieszania. Cylindryczne wypraski prasowano w formie metalowej pod ciśnieniem 600 MPa, a następnie oznaczano ich gęstość. Wyniki zestawiono na rysunku 8.

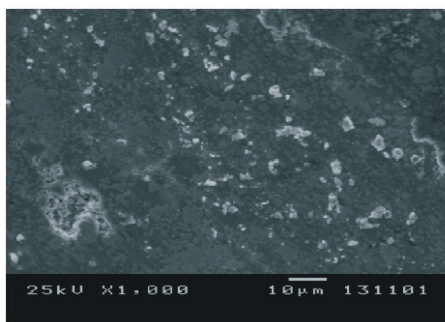


Rys. 8. Zależność gęstości wyprasek prasowanych z mieszanek proszkowych od czasu mieszania dla przyjętych wartości współczynnika w

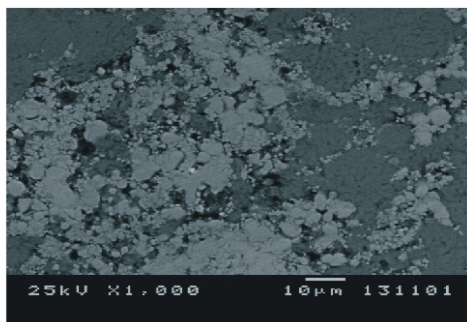
Jeśli weźmie się pod uwagę otrzymane wyniki, można zauważyć, że istnieje zależność gęstości wyprasek od czasu mieszania oraz wartości stosunku masy kul do proszku. Dla wartości współczynnika $w = 0,5:1$ i $1:1$, wraz z czasem mieszania rośnie gęstość wyprasek, osiągając wartość maksymalną dla największej wartości czasu mieszania. Natomiast dla wartości $w = 5:1$ maksymalną wartość gęstości uzyskano dla czasu mieszania wynoszącego 4 h. Wzrost czasu mieszania powodował spadek gęstości wyprasek. Gęstość wyprasek otrzymanych po czasie mieszania wynoszącym 20 h była mniejsza od wartości początkowych dla badanych wariantów mieszania. Efekt ten może być wynikiem zmniejszenia się prasowalności mieszanki proszkowej spowodowanego rozdrobnieniem jej składników, a także umocnieniem wywołanym odkształceniem plastycznym cząstek proszków.

Jednorodność rozkładu cząstek wolframu w osnowie cynkowej oceniano jakościowo, biorąc pod uwagę wyniki obserwacji mikrostruktury zglądów metalograficznych osiowych wzdłużnych przekrojów cylindrycznych wyprasek. Przykładowe fotografie mikrostruktur przedstawiono na rysunku 9 (jasne pola — cząstki wolframu).

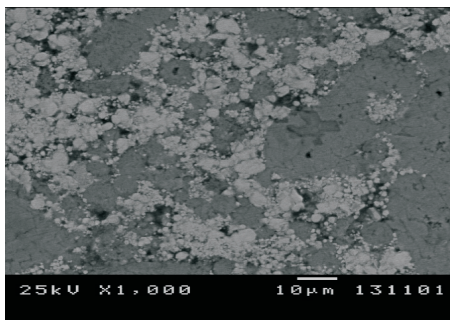
$w = 0,5:1$



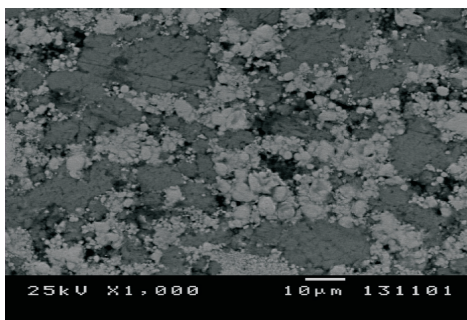
0,5 h



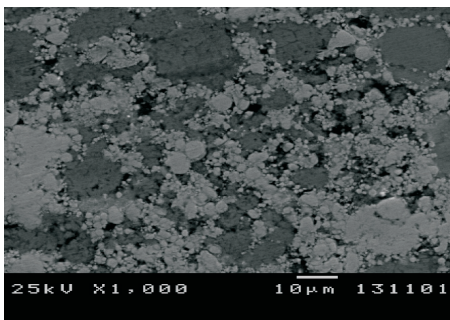
1 h



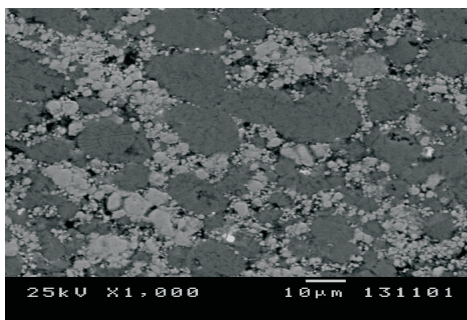
2 h



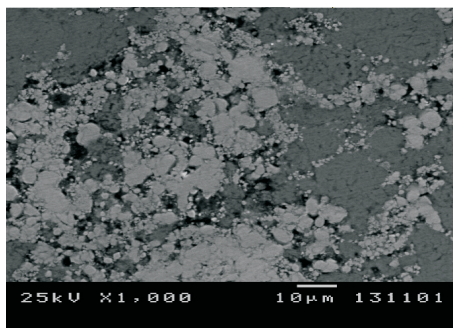
4 h



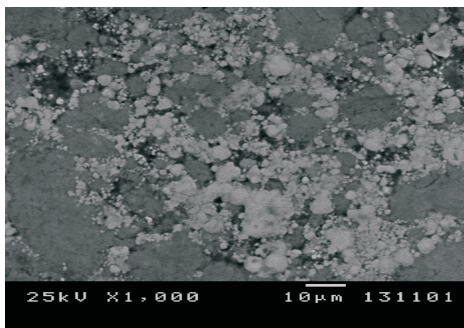
6 h



8 h

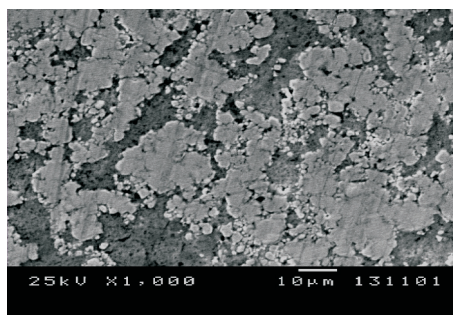


10 h

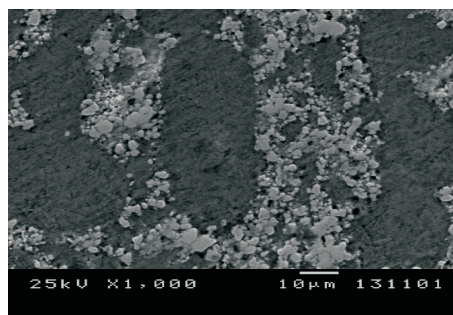


20 h

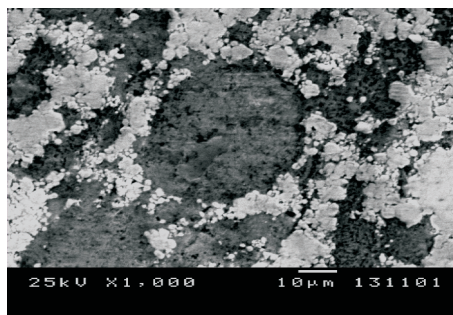
$w = 1:1$



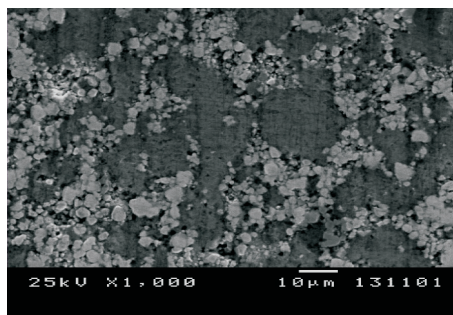
0,5 h



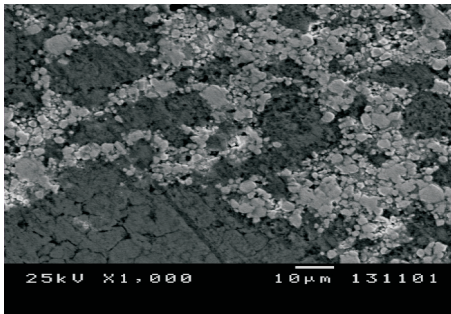
1 h



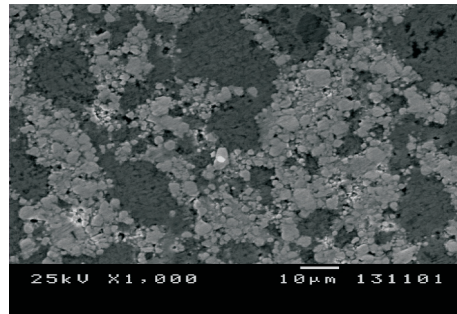
2 h



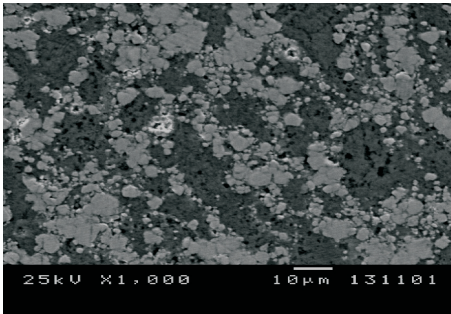
4 h



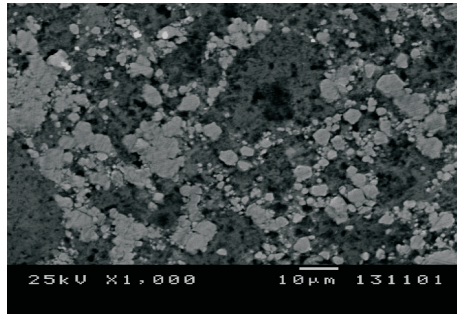
6 h



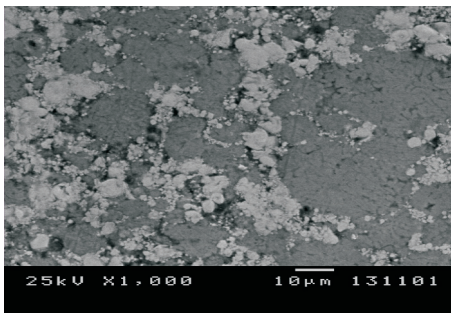
8 h



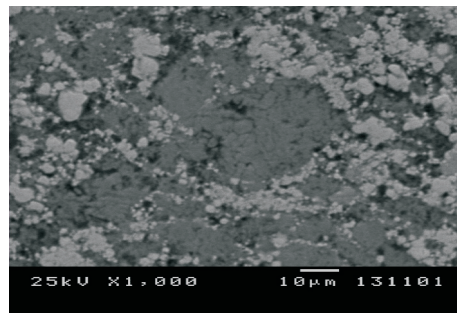
10 h



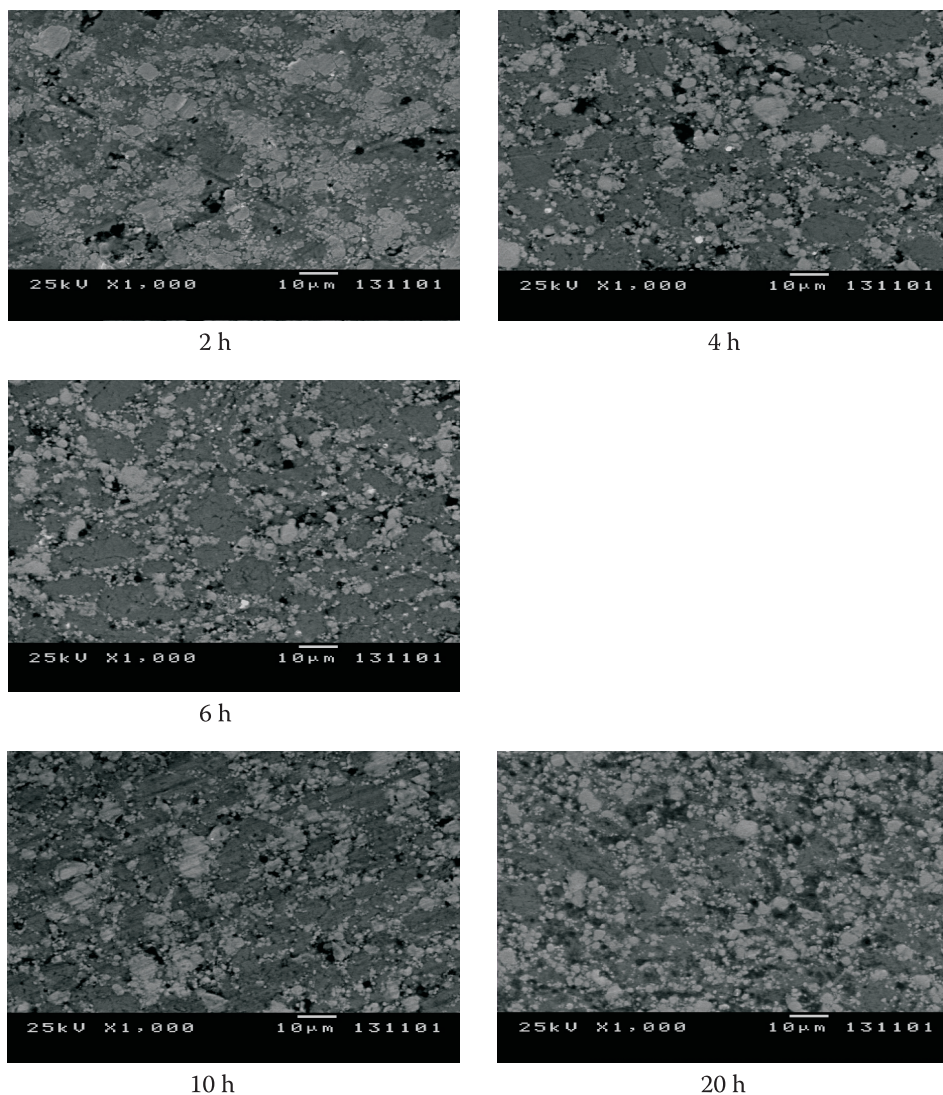
20 h

 $w = 5:1$ 

0,5 h



1 h



Rys. 9. Fotografie mikrostruktur wyprasek wykonanych z mieszanek wykonywanych zgodnie z przyjętymi wariantami badawczymi

Na podstawie zdjęć (rys. 9) można zauważyć, że rozkład cząstek wolframu i ich rozmiary w osnowie cynku zależą od warunków przygotowania mieszanki, a mianowicie:

1. W przypadku mieszania przy $w = 0,5:1$ oraz $1:1$, praktycznie w całym zakresie czasu mieszania, mikrostruktura struktura wyprasek jest niejednorodna. Charakteryzuje się nieregularnymi „wyspami” drobnych cząstek

wolframu (jasne pola) rozdzielonymi osnową cynkową. Jedynie w przypadku $w = 1:1$, po dziesięciu godz. mieszania można zauważyć początek zmian w charakterystyce rozkładu cząstek wolframu w osnowie cynkowej — rozkład staje się bardziej jednorodny. Cząstki wolframu cechuje duża dyspersja wymiarowa.

2. W przypadku mieszania przy $w = 5:1$, w badanym zakresie czasów mieszania następuje, wyraźnie widoczna, zmiana w rozkładzie cząstek wolframu w osnowie. Po czasie mieszania wynoszącym 0,5 godz. na fotografii można zaobserwować duże aglomeracje cząstek wolframu, które zanikają po mieszananiu przez 4 i więcej godzin.

3. Podsumowanie

Wyniki przeprowadzonych badań umożliwiają sformułowanie wniosku, że wzrost czasu mieszania powodując zmniejszanie rozmiarów cząstek proszkowych korzystnie wpływa na poprawę jednorodności ich rozkładu w objętości wyprasek.

Najlepsze rezultaty w tym zakresie uzyskano dla proszków mieszanych w warunkach odpowiadających wartości współczynnika $w = 5:1$. Widoczny efekt wzrostu jednorodności rozkładu cząstek wolframu w objętości wypraski uzyskiwano dla czasów mieszania 4 h i większych.

Praca naukowa finansowana ze środków Komitetu Badań Naukowych w latach 2004-2006 jako projekt badawczy 0T00B 015 26.

Artykuł wpłynął do redakcji 8.02.2007 r. Zweryfikowaną wersję po recenzji otrzymano w marcu 2007 r.

LITERATURA

- [1] A. JACKOWSKI, *Zależność gęstości i porowatości wyprasek od sposobu przygotowania mieszanki proszkowej*, Biul. WAT, vol. LIII, nr 9, 2004, 75-85.
- [2] E. WŁODARCZYK, J. MICHAŁOWSKI, M. MICHAŁOWSKI, J. PIĘTASZEWSKI, *Wpływ sposobu przygotowania mieszanek proszkowych na mikrostrukturę i wybrane właściwości spieków W-Ni-Fe-Re*, Biul. WAT, nr 5-6, 2003.
- [3] A. JACKOWSKI, J. MICHAŁOWSKI, *Badanie procesu homogenizacji mieszanek proszków metali w mieszalnikach kulowych. Część I. Wpływ stosunku masy kul do masy proszku oraz czasu mieszania na wybrane charakterystyki mieszanki W-Sn i wykonanych z niej wyprasek*, Biul. WAT, 54, nr 12, 2005, 97-110.
- [4] R. R. DURKEE, D. W. DOUGLAS, *Development of lead-free 5.56 mm ammunition using a tungsten/nylon composite material*, Tungsten, Hard Metals, and Refractory alloys 5, Metal Powder Industries Federation, Princeton, 2000, 9-12.
- [5] J. R. MIDDLETON, *Elimination of toxic/hazardous materials from small caliber ammunition*, Tungsten, Hard Metals, and Refractory alloys 5, Metal Powder Industries Federation, Princeton, 2000, 3-8.

-
- [6] L. S. MAGNESS, DEEPAK KAPOOR, *Tungsten composite materials with alternative matrices for ballistic applications*, Tungsten, Hard Metals, and Refractory alloys 5, Metal Powder Industries Federation, Princeton, 2000, 15-23.
- [7] M. R. MARBY, *Lead-free 5.56 mm ammunition*, Joint Services Small Arms Symposium, Session VII — Ammunition and the Environment, August 2000.
- [8] K. J. A. BROOKES, *PM materials take aim at wast munitions markets*, Metal Powder Review, Marzec 2001 (dostępne on-line w www.elsevier.com).
- [9] J. L. JONES, *Frangible and non-toxic ammunition*, (dostępne on-line w www.policeandsecurity-news).
- [10] R. KELLY, *Advantages in lead-free frangible bullets for training ammunition*, Joint Services Small Arms Symposium, Session VII — Ammunition, August 2001.
- [11] *BMP for lead at Outdoor Shooting Ranges*, Appendix B: Lead Shot Alternatives, (dostępne on-line w www.epa.gov).
- [12] N. VAUGHN, R. LOWDEN, *Powder metallurgy replacements for lead in small calibre bullets*, NDIA 1998 Small Arms Systems Section, Annual Conference, Culumbus, Georgia, 1998 (dostępne on-line www.dtic.mil).
- [13] R. LOWDEN, U.S. Military “Green Bullet” (dostępne on-line w www.firearmsid.com).
- [14] R. LOWDEN and al., *Non-lead environmentally safe projectiles and method of making same*, United States Patent N^o 5,760,331.
- [15] N. T. ROCHMAN, S. KURAMOTO, R. FUJIMOTO, H. SUEYOSHI, *Effect of milling speed on an Fe-C-Mn system alloy prepared by mechanical alloying*, J. of Materials Processing Technology, 138, 2003, 41-46.
- [16] F. ALVES DA COSTA, A. G. P. DA SILVA, U. U. GOMES, *The influence of the dispersion technique on the characteristics of the W-Cu powders and on sintering behavior*, Powder Technology 134, 2003, 123-132.
- [17] F. BINCZYK, W. POLECHOŃSKI, S. J. SKRZYPEK, *Intensive grinding of powders in an electro-magneto-mechanical mill*, Powder Technology 114, 2001, 237-243.
- [18] C. SURYANARAYANA, E. IVANOV, V. V. BOLDYREV, *The science and technology of mechanical alloying*, Materials Science and Engineering A, 304-306, 2001, 151-158.
- [19] R. B. SCHWARZ, *Introduction to the Viewpoint set on: mechanical alloying*, Scripta Materialia, vol. 34, no. 1, 1996, 1-4.
- [20] LI LU, M.O LAI, *Formation of new materials in the solid state by mechanical alloying*, Materials & Design, vol. 16, no. 1, 1995, 33-39.
- [21] L. LÜ, M. O. LAI, S. ZHANG, *Modeling of the mechanical-alloying process*, J. of Materials Processing Technology, 52, 1995, 539-546.
- [22] S. EROGLU, T. BAYAKARA, *Effects of powder mixing technique and tungsten powder size on the properties of tungsten heavy alloys*, J. of Materials Processing Technology, 103, 2000, 288-292.
- [23] T. H. COURTNEY, D. MAURICE, *Process modeling of the mechanics of mechanical alloying*, Scripta Materialia, vol. 34, no. 1, 1996, 5-11.
- [24] W. SCHATZ, K.-P. WIETERS, *Powder metallurgy — processing and materials*, EPMA, 1997.
- [25] J. LEŻAŃSKI, *Proszki metali i wysokotopliwych faz. Metody wytwarzania*, AGH, Kraków, 1994.
- [26] *Powder Metallurgy Equipment Manual*, Metal Powder Industries Federation, USA, 1986.
- [27] *Compaction and Other Consolidation Processes*, Metal Powder Industries Federation, USA, 1992.
- [28] R. M. GERMAN, *Powder Metallurgy Science*, Metal Powder Industries Federation, USA, 1994.

- [29] A. JACKOWSKI, *Zależność gęstości i porowatości wyprasek od sposobu przygotowania mieszanki proszkowej wolfram-cyna*, Biul. WAT, nr 10, 2004.
- [30] A. JACKOWSKI, M. DĄBROWSKI, *Wpływ stosunku masy kul do proszku oraz czasu mieszania na wybrane charakterystyki mieszanki W-Cu i wyprasek z niej wykonanych*, VI Międzynarodowa Konferencja Uzbrojeniowa „Naukowe aspekty techniki uzbrojenia”, WAPLEWO 2006.

A. JACKOWSKI

Effect of ball-to-powder weight ratio and mixing time on selected characteristics of W-Zn mixture and made from it greens

Abstract. The investigation results of homogenization powder composition containing 60% w/w of tungsten and 40% w/w of zinc are presented in this paper. Mixing of the powders was realised in a drum mill with balls. Variable parameters of investigations were: ball-to-powder weight ratio (w), namely: 0.5:1; 1:1, and 5:1 and mixing time, namely 0.5; 2; 4; 6; 8; 10 and 20 hours. The state of the mixture, after following the time of mixing for the investigated ball-to-powder weight ratio, was estimated on the basis of metallographic investigations. Also mediane of distribution of particles size and density of the compacts that depend on ball-to-powder weight ratio and mixing time of the powder was determined. The homogeneity of distribution of tungsten particles in zinc matrix was estimated, too. It results from the investigations that density of greens depends on a value of the coefficient w and the mixing time. Increase in a value of the said parameters has got influence on a microstructure of compacts.

Keywords: projectiles — technology, powder metallurgy

Universal Decimal Classification: 623.45