



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

ADAM JACKOWSKI, MAREK DĄBROWSKI

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

Streszczenie. W pracy przedstawiono wyniki badań procesu homogenizacji mieszanki proszkowej zawierającej 55% cz. wag. wolframu i 45% cz. wag. miedzi. Mieszanie proszków prowadzono w mieszalniku planetarnym w obecności kul. Zmiennymi parametrami badań były: stosunek masy kul do masy proszku (w), a mianowicie: 1:1; 5:1 i 10:1 oraz czas mieszania wynoszący 0,5; 2; 4; 6; 8; 10, 20 i 30 godzin. Na podstawie badań metalograficznych, dla danych udziałów kul do proszku oceniano stan mieszanki po kolejnych czasach jej mieszania. Oznaczano wartość średniej wartości umownej średnicy cząstek mieszanki proszkowej oraz gęstość wyprasek z niej wykonanych. Na podstawie obserwacji metalograficznych prowadzonych na zglądach wyprasek oceniano jednorodność rozkładu cząstek wolframu w osnowie miedzi. W wyniku badań stwierdzono, że gęstość wyprasek zależy od wartości współczynnika w i czasu mieszania. Zaobserwowano, że przebieg procesu ma charakter cykliczny objawiający się kolejnymi cyklami rozdrabniania i aglomeracji cząstek proszku. Zauważono także, że intensywność przebiegu tych zjawisk zależy od wartości w . Także gęstość wyprasek jest funkcją czasu mieszania i wartości w — maleje wraz ze wzrostem obydwu parametrów. 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: metalurgia proszków, technologia spieków

Symbole UKD: 623.45

1. Wstęp

W pracach [1-11] przedstawiono prezentowane w literaturze koncepcje materiałowo-technologiczne materiałów bezołowiowych, a także wyniki badań wpływu sposobu oraz warunków mieszania kompozycji proszkowych na wybrane właściwości otrzymywanych z nich wyprasek. Na ich podstawie można zauważyć, że przyjęte rozwiązania materiałowe oparte są na wykorzystaniu do wytwarzania kompozytów mieszanek proszków: wolframu i cyny. Uzasadnieniem takiej koncepcji jest to, że dzięki zastosowaniu wolframu możliwe było spełnienie warunku gęstości kompozytu proszkowego zbliżonej do ołowiu, a także zastosowanie cyny jako drugiego składnika dało możliwość konsolidacji proszków podczas fazy prasowania i uniknięcia operacji spiekania wyprasek.

W prezentowanej pracy zaproponowano inne rozwiązanie technologiczne, a mianowicie przyjęto, że materiałem zastępującym ołów będzie spiekany kompozyt wolframu z miedzią. Można się spodziewać, że spiekana osnowa miedziana umożliwi uzyskanie finalnego produktu o wyższych charakterystykach wytrzymałościowych od kompozytów konsolidowanych „na zimno”.

Uwzględnienie powyższego założenia wymaga rozwiązania dwóch podstawowych problemów, tj. uzyskania spieków o wymaganej gęstości i jednorodności jej rozkładu w objętości produktu finalnego. W dostępnych źródłach literaturowych [12-22] oraz poprzednich pracach Autorów [23-25] wykazano, że właściwości wyprasek i spieków zależą od warunków przygotowania mieszanek proszkowych.

W przedstawionej pracy podjęto próbę określenia wpływu warunków procesu homogenizacji mieszanki proszkowej składającej się z wolframu i miedzi na wybrane właściwości granulometryczne proszku oraz uzyskanych z niego wyprasek i spieków.

2. Badania własne

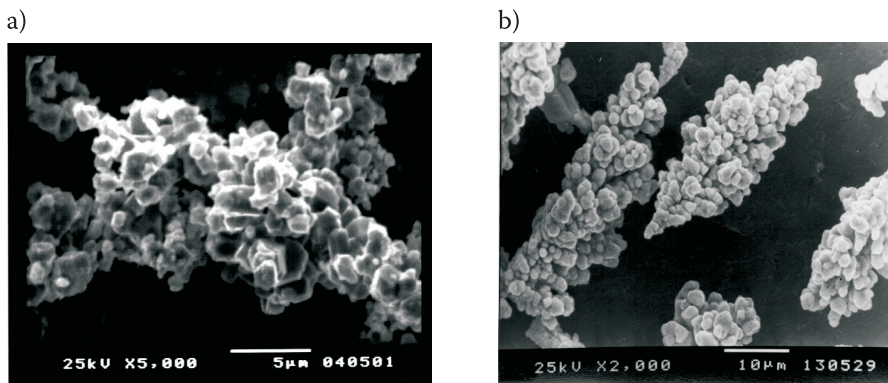
1.1. Materiały użyte do badań

Do przygotowania mieszanki użyto następujących proszków:

- wolframu produkcji firmy „Baildonit” o następującej charakterystyce granulometrycznej: $D_{10} \approx 1,5 \mu\text{m}$, $D_{50} \approx 2,3 \mu\text{m}$, $D_{90} \approx 3,6 \mu\text{m}$;
- miedzi w gatunku ECu/0,040 produkcji firmy „Euromet” o charakterystyce granulometrycznej: $D_{10} \approx 2,8 \mu\text{m}$, $D_{50} \approx 11 \mu\text{m}$, $D_{90} \approx 19,5 \mu\text{m}$.

Kształt cząstek proszków przedstawiono na rysunku 1.

Na fotografiach można zauważyć, że cząstki miedzi i wolframu tworzą nieregularne aglomeracje składające się z drobnych frakcji proszku. Może to ułatwiać ich rozpad podczas mieszania.



Rys. 1. Kształt cząstek proszków użytych do badań: a) wolfram; b) miedź

1.2. Przebieg i wyniki badań

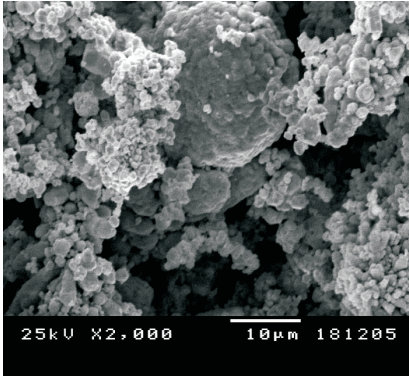
W badaniach zastosowano mieszanki proszkowe o składzie — 55% wag. proszku wolframu i 45% wag. proszku miedzi. Proszki przygotowywano w mieszalniku planetarnym kulowym z pionowymi osiami obrotu pojemników. Proces homogenizacji proszków prowadzono w obecności kul o średnicy 8 mm wypełniających roboczą przestrzeń pojemników. Badania prowadzono przy następujących ustalonych parametrach:

- współczynnik wypełnienia równy stosunkowi sumarycznej objętości proszku i kul do objętości pojemnika młynka — $W \approx 0,5$;
- szybkość obrotowa pojemników młynka — $n \approx 300$ obr./min.

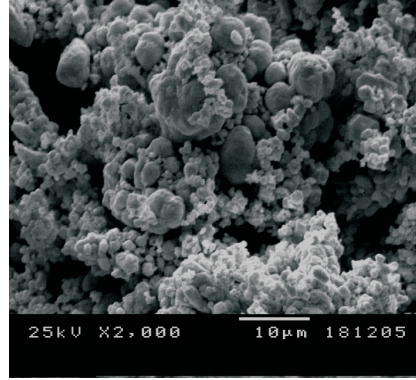
Zmiennymi parametrami badań były:

- stosunek masy kul do masy proszku w równy 1:1, 5:1 i 10:1;
- czas mieszania, a mianowicie: 0,5; 1; 2; 4; 8; 10, 20 i 30 godzin.

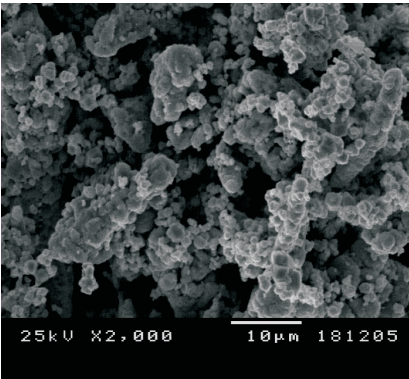
Do analizy przebiegu procesu homogenizacji w warunkach odpowiadających przyjętej wartości współczynnika w pobierano próbki mieszanek po różnym czasie mieszania. Pobrane próbki proszków poddawano obserwacji na mikroskopie skaningowym firmy JEOL. Zamieszczone fotografie (rys. 2) przedstawiają przykładowe próbki mieszanek po różnych czasach mieszania dla różnych wartości współczynnika w .

$w = 1:1$ 

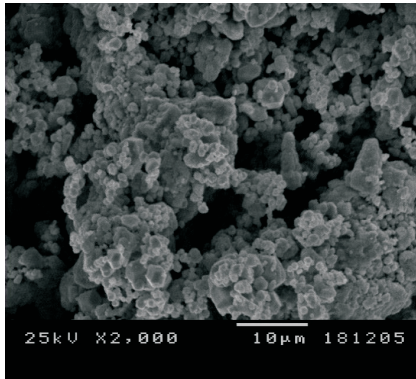
0,5 h



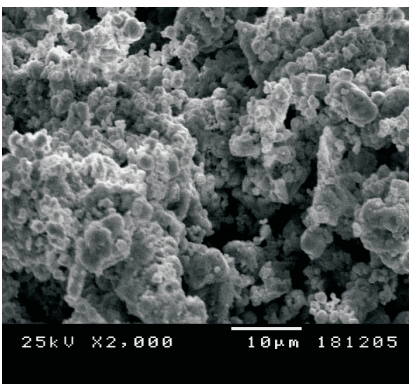
1 h



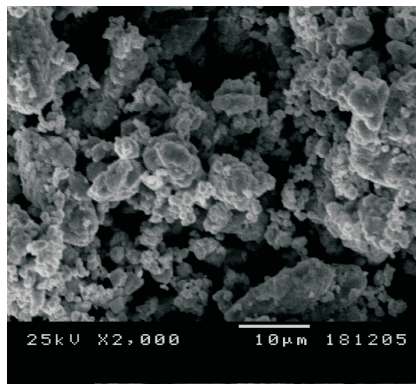
2 h



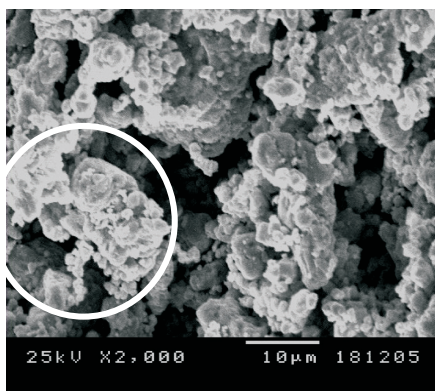
4 h



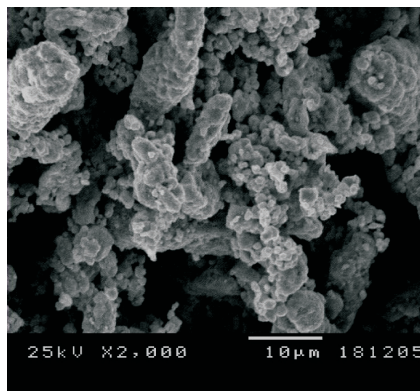
6 h



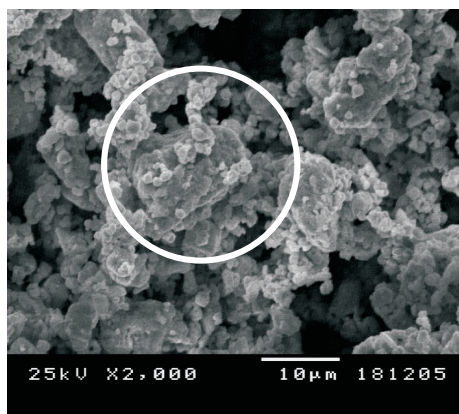
8 h



10 h

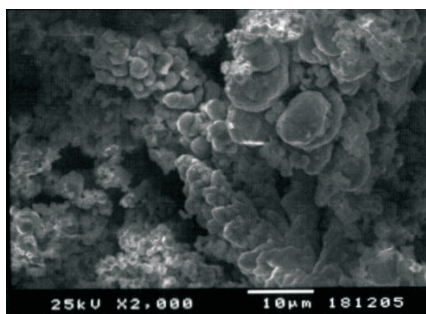


20 h

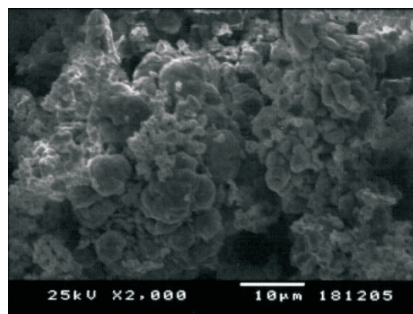


30 h

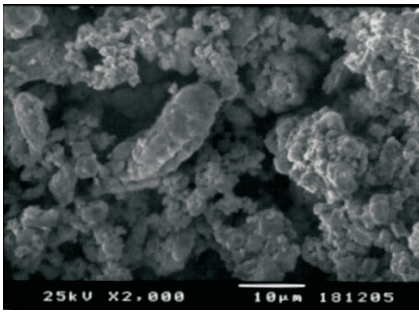
$w = 5:1$



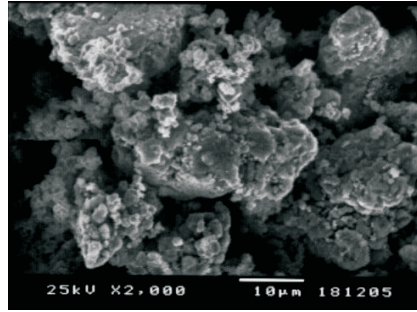
0,5 h



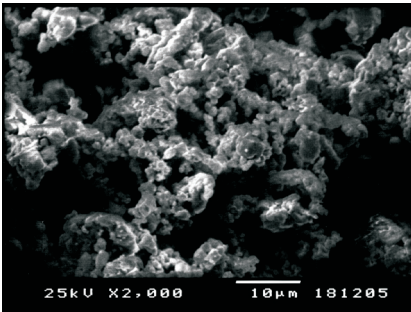
1 h



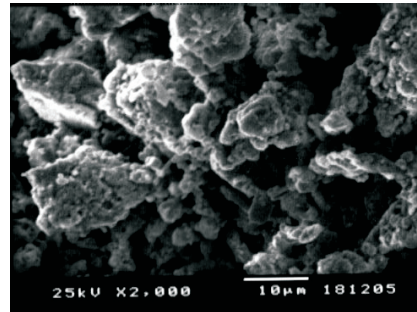
2 h



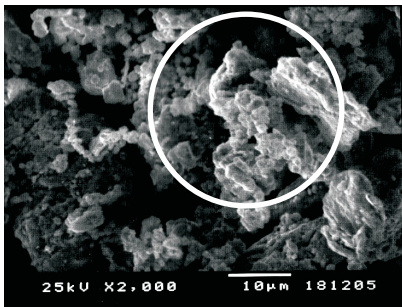
4 h



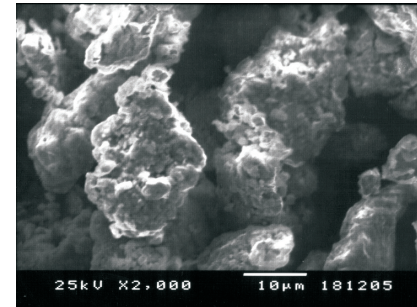
6 h



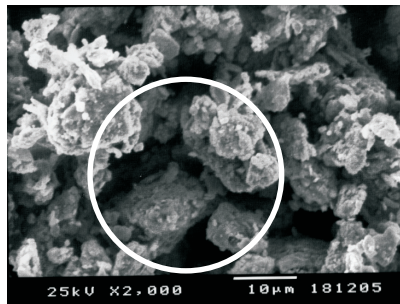
8 h



10 h

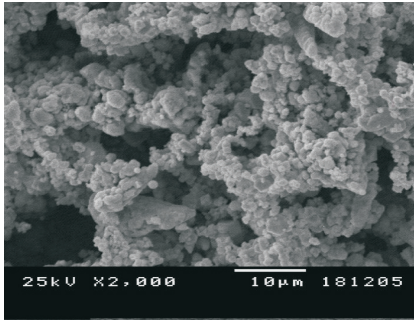


20 h

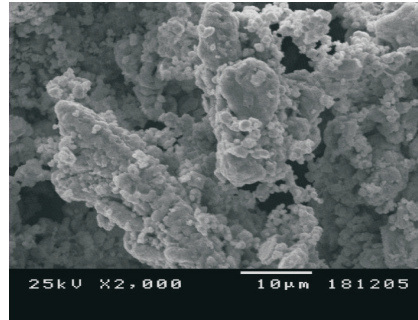


30 h

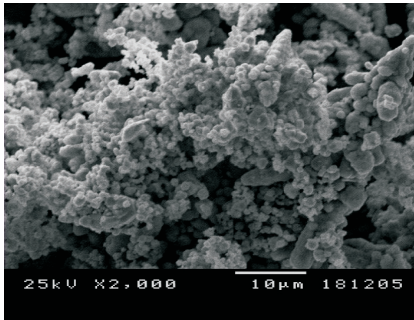
$w = 10:1$



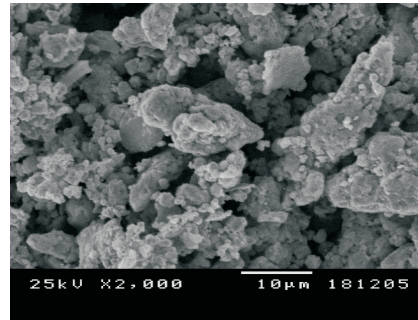
0,5 h



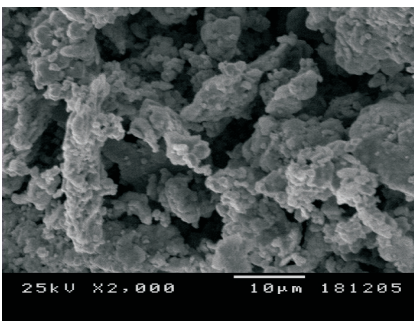
1 h



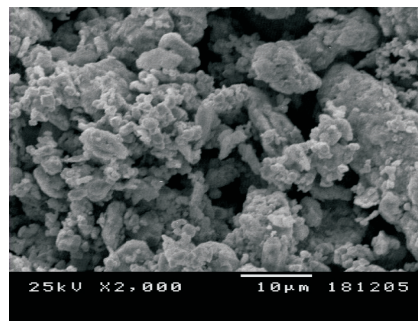
2 h



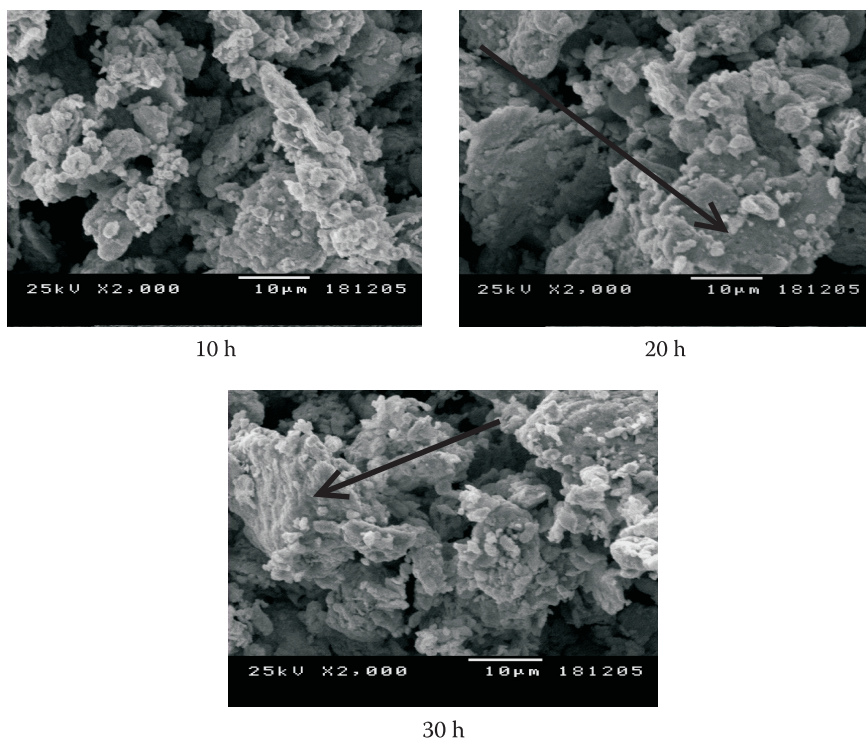
4 h



6 h



8 h



Rys. 2. Fotografie cząstek składników proszkowych badanych mieszanek po różnym czasie mieszania dla badanych wartości współczynnika w

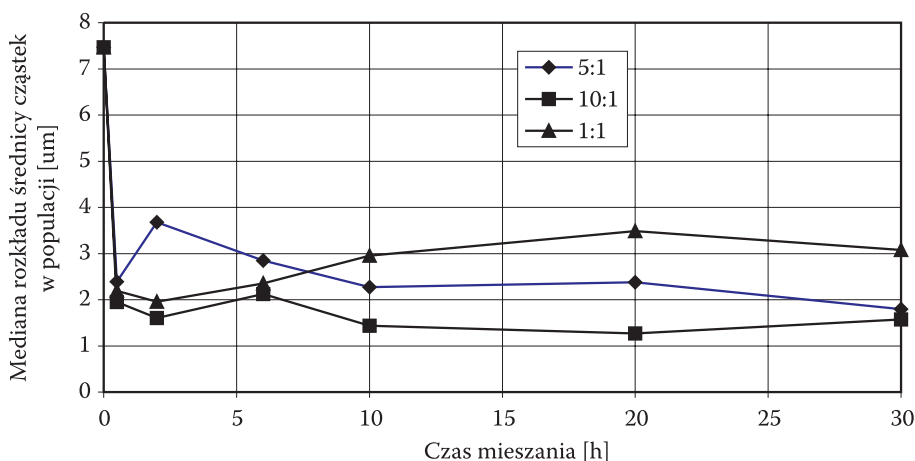
Na przedstawionych fotografiach można rozróżnić cząstki proszku miedzi oraz cząstki proszku wolframu tylko dla przypadków najkrótszych czasów mieszania. Jedynie po mieszaniu w czasie 0,5 h widoczne są charakterystyczne struktury dendrytyczne cząstek elektrolitycznego proszku miedzi. Wzrost czasu mieszania powoduje rozbicie tych struktur. Można także zauważyć obecność w badanych próbkach proszku dużych nieregularnych cząstek nie wykazujących struktur typowych dla aglomeratów zbudowanych z małych cząstek (na fotografiach wskazano przykładowe cząstki). Można także zauważyć, że powstawanie podczas mieszania nowych zwartych cząstek proszku zależy od czasu mieszania i wartości współczynnika w — wzrost wartości tych parametrów powoduje powstawanie w tym samym czasie cząstek o większych rozmiarach w krótszym czasie

Wpływ czasu i stosunku masy kul do proszku na przebieg procesu jest związany z układem energetycznym mieszania. Statystyczna liczba zderzeń kul z cząsteczkami proszku podczas mieszania jest rosnącą funkcją czasu trwania procesu i liczby kul wypełniających przestrzeń roboczą mieszalnika. Wraz z ich wzrostem rośnie ilość energii dostarczanej do strefy kolizji „kula — cząstki proszku”, w której następuje

łączenie ze sobą cząstek wolframu, cząstek miedzi, a także cząstek wolframu z miedzią. Można przyjąć, że wzrost czasu mieszania będzie powodował wzrost wymiarów cząstek. Natomiast wzrost współczynnika w może intensyfikować ten proces.

Do obserwacji przebiegu tego procesu wykorzystano charakterystyki granulometryczne badanych mieszanek proszkowych. Wyznaczano je, wykorzystując wskaźniki stosowane w metalografii ilościowej. Do pomiarów obiektów zastosowano metodę mikroskopową. Uzyskane dane posłużyły do wyznaczania średniej umownej średnicy cząstek d_{sr} .

Wyniki w postaci wykresu zależności wartości d_{sr} od czasu mieszania dla przyjętych wartości współczynnika w przedstawiono na rysunku 3.



Rys. 3. Zależność wartości mediany rozkładu umownej średnicy cząstek mieszanek od czasu mieszania dla różnych wartości współczynnika w

Z przedstawionych danych wynika, że wartość d_{sr} zależy od czasu mieszania. Zauważalna jest cykliczność zmiany średniej wartości średnicy cząstek proszku, a mianowicie podczas mieszania występują cykle zmniejszania i wzrostu wartości d_{sr} . W każdym przypadku wartości w w pierwszym cyklu występuje rozdrobienie mieszanki proszkowej. Dalszy przebieg zmian zależy od wartości współczynnika w , a mianowicie wraz ze wzrostem jego wartości proces rozdrobnienia zaczyna dominować nad konsolidacją cząstek w wyniku tego maleje wartość d_{sr} .

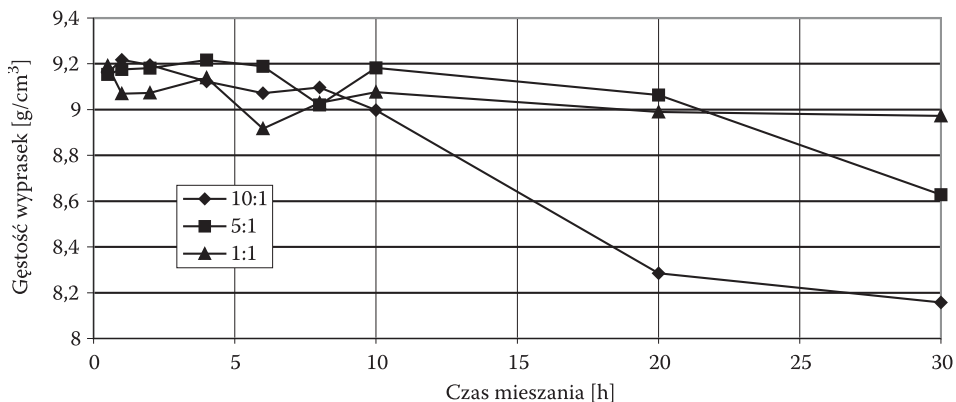
Zjawiska te mogą wynikać z tego, że procesom konsolidacji cząstek proszku towarzyszy umocnienie ich materiału spowodowane odkształceniem plastycznym cząstek. Kumulacja ich odkształcenia trwałego prowadzi do pogorszenia się właściwości plastycznych materiału cząstek i osiągnięcia stanu odpowiadającego pękaniu rozdzielczemu materiału.

Podsumowanie tego etapu badań zawiera się w stwierdzeniu, że charakterystyki granulometryczne mieszanki proszkowej zależą od warunków mieszania, a mianowicie m.in. od czasu mieszania oraz wartości stosunku masy kul do proszku.

W ramach dalszych badań określono wpływ zastosowanych warunków mieszania proszków na gęstość uzyskanych wyprasek oraz na podstawie jakościowych badań metalograficznych dokonano oceny równomierności rozkładu cząstek wolframu w osnowie miedzianej.

Badania przeprowadzono na cylindrycznych próbkach o średnicy ok. 6 mm i długości 12 mm. Próbkę prasowano jednostronnie w formie stalowej pod ciśnieniem 600 MPa.

Gęstość wyprasek oznaczano metodą hydrostatyczną. Wyniki badań w postaci wykresu przedstawiono na rysunku 4.



Rys. 4. Zależność gęstości wyprasek od czasu mieszania proszków dla różnych wartości współczynnika w

Uzyskane rezultaty wskazują na istnienie zależności pomiędzy badanymi parametrami mieszania a gęstością wyprasek. Można zauważyć, że gęstość wyprasek maleje wraz ze wzrostem czasu mieszania dla badanych wartości współczynnika w . Największe zmiany dotyczą wartości w równej 5:1 i 10:1, głównie dla dłuższych czasów mieszania (pow. 6 h dla $w = 5:1$ i 2 h dla $w = 10:1$). Efekt ten może być wynikiem m.in.:

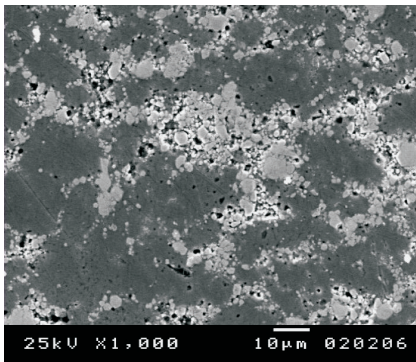
- zależności między prasowalnością proszków a rozkładem wymiarowym cząstek,
- zdolności do odkształceń plastycznych (twardością) cząstek.

Na podstawie danych literaturowych [25-30] dotyczących metalurgii proszków wiadomo, że wraz ze zmniejszaniem się wymiarów cząstek proszków maleje ich zdolność do zagęszczania podczas prasowania na zimno. Wpływ umocnienia zgniotem metalicznego materiału cząstek proszku można zaobserwować także

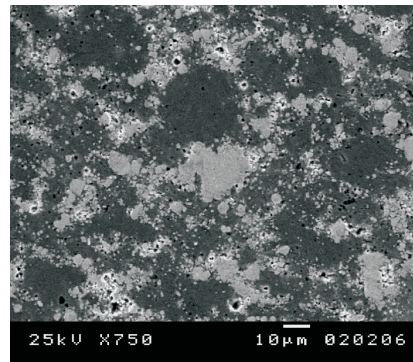
w przypadku prasowania twardych, np. proszków ceramicznych — większość z nich daje się zagęszczać jedynie warunkach pasowania izostatycznego na gorąco.

Ponadto określono wpływ warunków mieszania na rozkład cząstek wolframu w osnowie miedzianej, oceniając jakościowo rozmiary cząstek oraz ich rozłożenie na zglądzie metalograficznym wykonanym na przekroju wzdłużnym wyprasek. Fotografie mikrostruktury wyprasek wykonanych z mieszanek po różnym czasie mieszania dla badanych wartości współczynnika w przedstawiono na rysunku 5 (wolfram — jasne pola na zdjęciach).

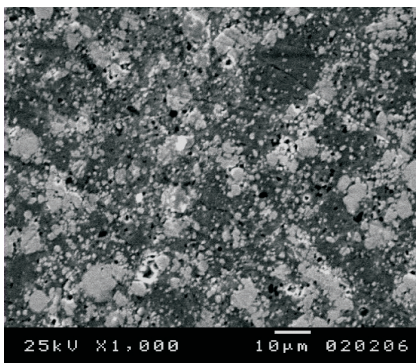
$w = 1:1$



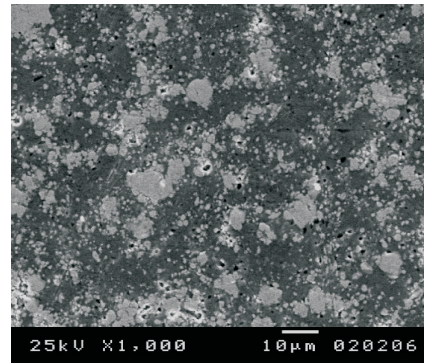
0,5 h



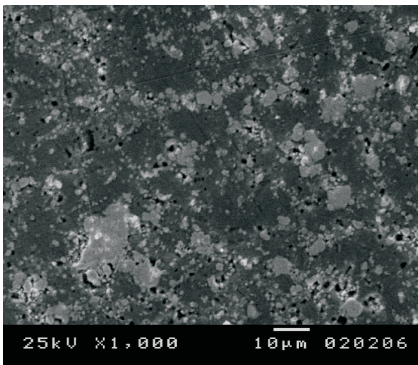
1 h



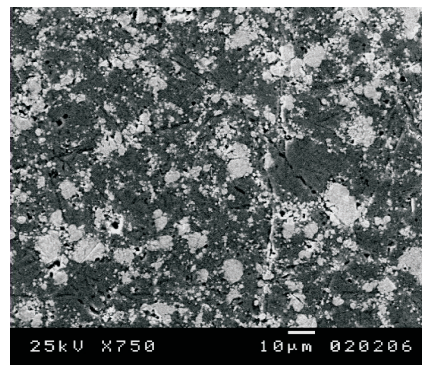
2 h



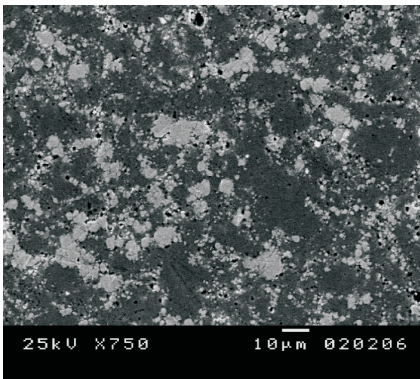
4 h



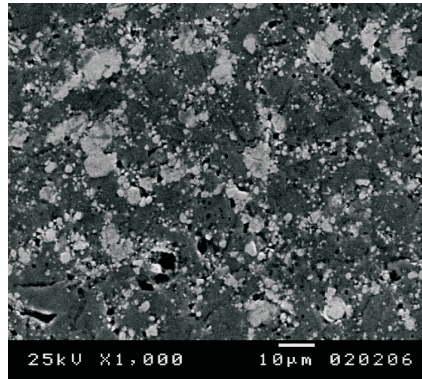
6 h



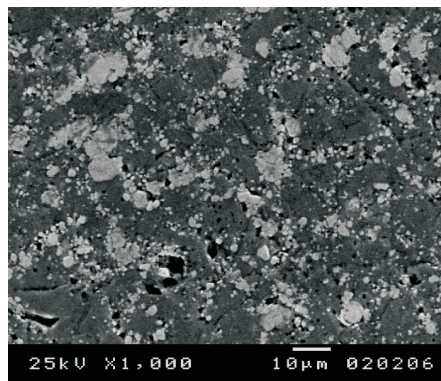
8 h



10 h

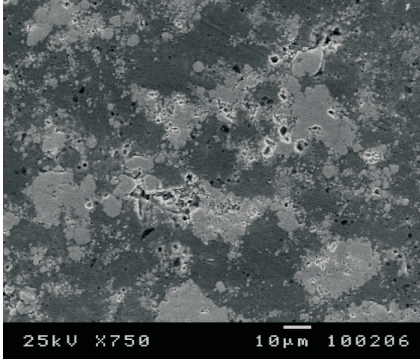


20 h

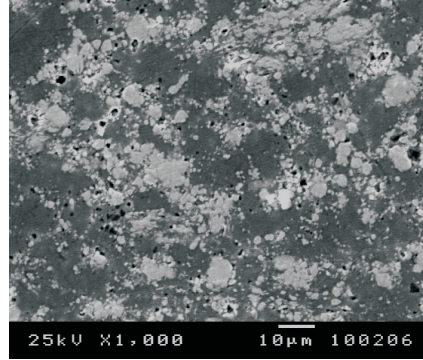


30 h

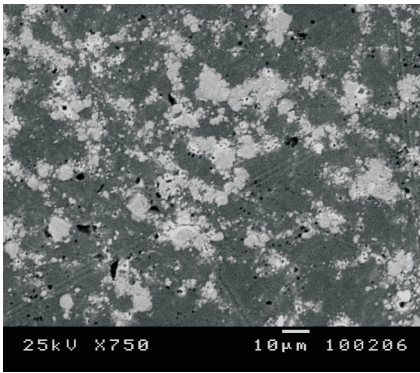
$w = 5:1$



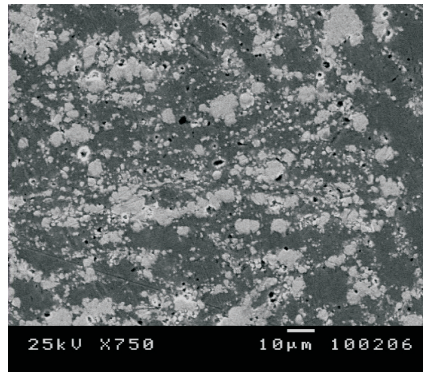
0,5 h



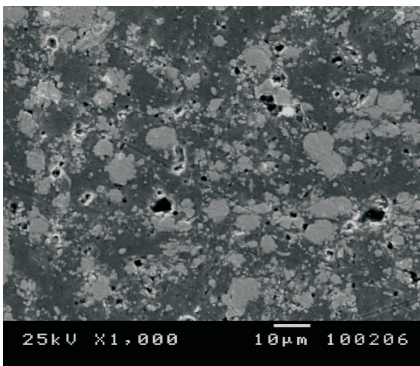
1 h



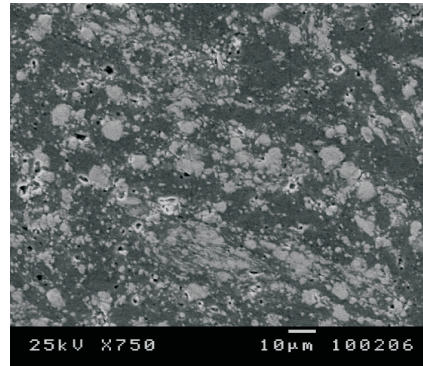
2 h



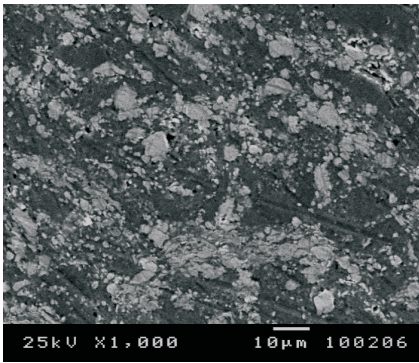
4 h



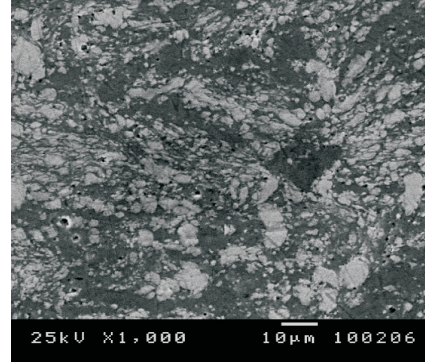
6 h



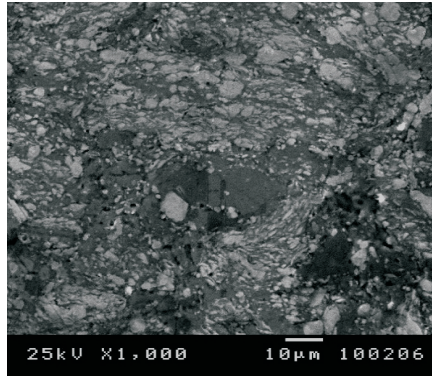
8 h



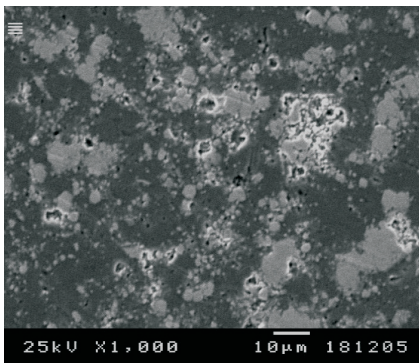
10 h



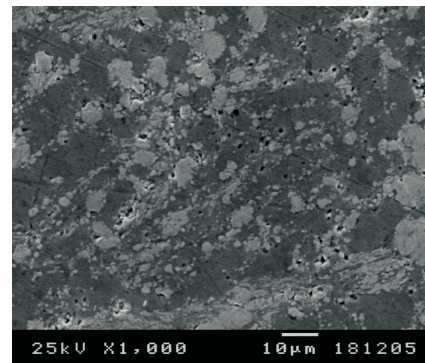
20 h



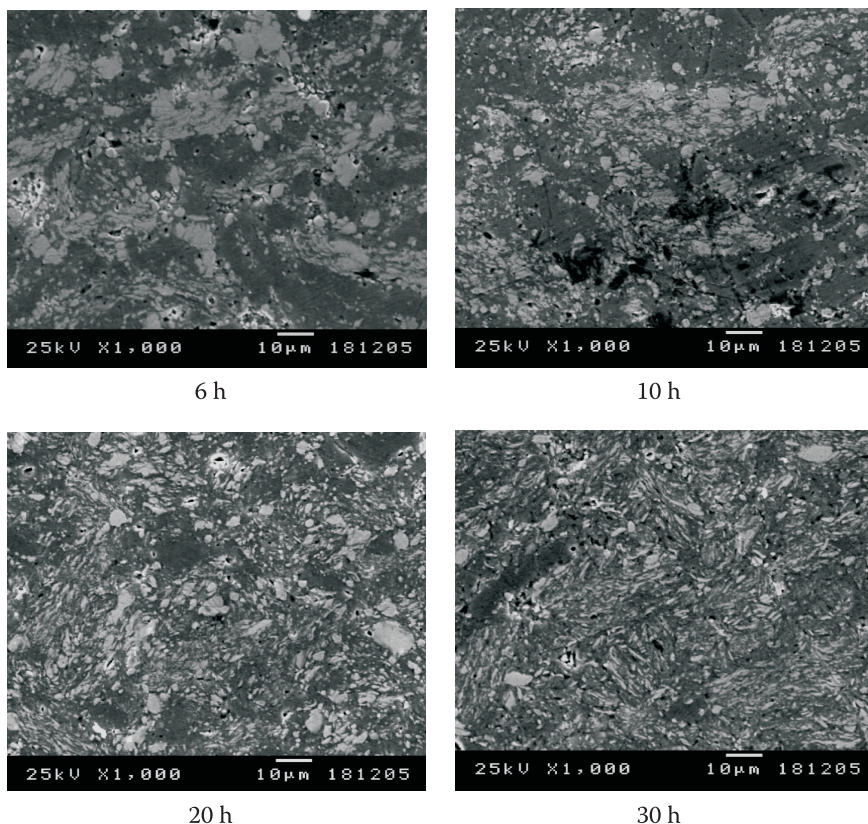
30 h

 $w = 10:1$ 

0,5 h



2 h



Rys. 5. Fotografie mikrostruktury wyprasek otrzymywanych z mieszanek proszkowych po różnym czasie mieszania dla badanych wartości współczynnika w

Z porównania wyników obserwacji mikroskopowej wynika, że zarówno czas mieszania, jak i przyjęta wartość współczynnika w mają wpływ na cechy strukturalne wyprasek — rozmiary cząstek wolframu i ich rozkład w osnowie miedzianej. Dla wszystkich badanych przypadków stosunku masy kul do proszku można zauważyć, że zwiększanie czasu mieszania proszków prowadzi do uzyskania wyprasek o mniejszych rozmiarach cząstek. Wynikiem tego jest uzyskiwanie wyprasek o jednorodnym rozkładzie cząstek wolframu w osnowie miedzi.

3. Podsumowanie

W pracy przedstawiono wyniki badań wpływu warunków mieszania proszków na wybrane właściwości proszków i wyprasek. Badania dotyczyły mieszania w młynku planetarnym proszków wolframu i miedzi stanowiących mieszanek

w proporcjach wagowych: 55% W i 45% Cu. W badaniach zmieniano czas mieszania oraz stosunek masy kul do proszku.

Otrzymane wyniki potwierdzają występowanie relacji wiążących warunki mieszania proszków z wybranymi właściwościami mikrostruktury wyprasek. Zwiększenie czasu mieszania proszków prowadzi do ich coraz większego rozdrobnienia, natomiast obecność kul podczas mieszania intensyfikuje ten proces.

Przedstawiona praca nie wyczerpuje zagadnień związanych z wpływem warunków mieszania na mikrostrukturę i właściwości spieków, nawet tych, które dotyczą badanego sposobu mieszania czy zastosowanych proszków wyjściowych oraz mieszanki.

Zaobserwowany, znaczny wpływ stosunku masy kul do proszku na intensywność procesu rozdrabniania wskazuje kierunek dalszych badań mieszania z zastosowaniem większych wartości współczynnika w . Zauważony cykliczny mechanizm rozdrabniania i agregacji cząstek proszku w warunkach mieszania „na sucho” przypuszczalnie może być zintensyfikowany w warunkach mieszania „na mokro” — wymaga to zbadania.

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

Artykuł wpłynął do redakcji 28.03.2007 r. Zweryfikowaną wersję po recenzji otrzymano w maju 2007 r.

LITERATURA

- [1] 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.
- [2] 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.
- [3] 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.
- [4] M. R. MARBY, *Lead-free 5.56 mm ammunition*, Joint Services Small Arms Symposium, Session VII — Ammunition and the Environment, August 2000.
- [5] K. J. A. BROOKES, *PM materials take aim at wast munitions markets*, Metal Powder Review, Marzec 2001 (dostępne on-line w www.elsevier.com).
- [6] J. L. JONES, *Frangible and non-toxic ammunition* (dostępne on-line w www.policeandsecuritynews).
- [7] R. KELLY, *Advantages in lead-free frangible bullets for training ammunition*, Joint Services Small Arms Symposium, Session VII — Ammunition, August 2001.
- [8] *BMP for lead at Outdoor Shooting Ranges*, Appendix B: Lead Shot Alternatives, (dostępne on-line w www.epa.gov).

- [9] 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).
- [10] R. LOWDEN, *U.S. Military "Green Bullet"*, (dostępne on-line w www.firearmsid.com).
- [11] R. LOWDEN and al., *Non-lead environmentally safe projectiles and method of making same*, United States Patent N^o 5,760,331.
- [12] 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.
- [13] 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.
- [14] 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 the sintering behavior*, Powder Technology, 134, 2003, 123-132.
- [15] F. ALVES DA COSTA, A. G. PEREIRA 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.
- [16] C. SURYANARAYANA, E. IVANOV, V. V. BOLDYREV, *The science and technology of mechanical alloying*, Materials Science and Engineering A, 304-306, 2001, 151-158.
- [17] F. BINCYK, W. POLECHOŃSKI, S. J. SKRZYPEK, *Intensive grinding of powders in an electro-magneto-mechanical mill*, Powder Technology 114, 2001, 237-243.
- [18] R. B. SCHWARZ, *Introduction to the Viewpoint set on: mechanical alloying*, Scripta Materialia, vol. 34, no. 1, 1996, 1-4.
- [19] 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.
- [20] L. LÜ, M. O. LAI, S. ZHANG, *Modeling of the mechanical-alloying process*, J. of Materials Processing Technology, 52, 1995, 539-546.
- [21] 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.
- [22] T. H. COURTNEY, D. MAURICE, *Process modeling of the mechanics of mechanical alloying*, Scripta Materialia, vol. 34, no. 1, 1996, 5-11.
- [23] A. JACKOWSKI, *Zależność gęstości i porowatości wyprasek od sposobu przygotowania mieszanki proszkowej*, Biul. WAT, vol. LIII, nr 9, 2004, 75-85.
- [24] 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, LIV, nr 12, 2005, 97-110.
- [25] A. JACKOWSKI, *Wpływ stosunku masy kul do masy proszku oraz czasu mieszania na wybrane charakterystyki mieszanki W-Zn i wykonanych z niej wyprasek*. Biul. WAT, LVI, nr 2, 2007, 59-76.
- [26] W. SCHATT, K.-P. WIETERS, *Powder metallurgy — processing and materials*, EPMA, 1997.
- [27] J. LEŻAŃSKI, *Proszki metali i wysokotopliwych faz. Metody wytwarzania*, AGH, Kraków, 1994.
- [28] *Powder Metallurgy Equipment Manual*, Metal Powder Industries Federation, USA, 1986.
- [29] *Compaction and Other Consolidation Processes*, Metal Powder Industries Federation, USA, 1992.
- [30] R. M. GERMAN, *Powder Metallurgy Science*, Metal Powder Industries Federation, USA, 1994.

A. JACKOWSKI, M. DĄBROWSKI

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

Abstract. The investigation results of homogenization powder composition containing 55% w/w of tungsten and 45% w/w of copper are presented in this paper. Mixing of the powders was realised in planetary mill with balls. Variable parameters of research were: ball-to-powder weight ratio namely: 1:1, 5:1, and 10:1 and mixing time namely: 0.5, 2, 4, 6, 8, 10, 20, and 30 hours. For researched ball-to-powder weight ratio, the mixture state after the finished mixing process was estimated on the basis of metallographic investigations. Median of distribution of particles size and density of the compacts depend on ball-to-powder weight ratio and mixing time of the powder was determined. The homogeneity of distribution of tungsten particles in tin matrix was estimated, too. It was stated 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 microstructure of compacts.

Keywords: powder metallurgy, sintering technology

Universal Decimal Classification: 623.45