ИЗВЕСТИЯ ВЫСШИХ УЧЕБНЫХ ЗАВЕДЕНИЙ
Т. 57, № 8/2 ФИЗИКА 2014

УДК 621.926:678.053

Ю.А. БИРЮКОВ, В.А. ПОЛЮШКО, А.Ю. ОБЪЕДКОВ, И.В. ИВОНИН, А.А. ГЛАЗУНОВ, А.Н. ИЩЕНКО, С.В. ПОНОМАРЕВ

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ПРОЦЕССОВ ИЗМЕЛЬЧЕНИЯ ПОРОШКОВ ВОЛЬФРАМА[1]

Представлены результаты экспериментальных исследований процессов измельчения порошков вольфрама. Для измельчения и классификации порошков использовался пневмоциркуляционный метод. В ходе исследований менялись следующие параметры процессов переработки порошков: давление рабочего воздуха и скорость вращения сепарационного ротора. В результате из исходных порошков вольфрама выделены наноразмерные и субмикронные фракции.

***Ключевые слова**: порошки вольфрама, измельчение, размер частиц.*

Введение

Исходя из анализа различных источников, можно отметить огромный интерес к работам с таким материалом, как вольфрам и его сплавы, широко используемым во многих областях металлургии и металлообработки. Известно, что улучшение свойств традиционных сплавов идет за счет изменения фазовых составов материалов, а также за счет изменения их зернистости. Изменение зернистости вольфрамовых материалов, как правило, добиваются за счет необходимой дисперсности используемых для их получения порошков, технологического процесса спекания, использования ингибиторов роста зерна.

В ходе производства твердосплавной продукции вольфрам и его смеси используются в виде порошков, размер зерна которых, а также структура и размер агрегатов определяют микроструктуру и качество конечного изделия. Поэтому одной из основных задач повышения качества производимой продукции является измельчение исходного порошка вольфрама до монозерен, т.е. дезагрегация и диспергация. При этом необходимо сохранять химическую чистоту материала.

Цель работы – экспериментальные исследования измельчения исходных порошков вольфрама до субмикронных и наноразмерных порошков пневмоциркуляционным методом.

Экспериментальная часть

В качестве исходного порошка использовался порошок вольфрама производства ОАО «КЗТС» марки W-0,8 [1]. Насыпная плотность порошка 2.12 г/см^3 при среднем размере частиц 0.65 мкм.

Все работы по диспергированию и классификации порошков проводили пневмоциркуляционным методом, который был успешно апробирован в технологии получения и переработки порошков других материалов [2].

Пневмоциркуляционный (газоструйный) метод основан на струйном взаимодействии газа с движущимся насыпным слоем и рециркуляции материала во внутреннем и внешних рециркуляционных контурах аппаратов, что обеспечивает оптимальное распределение времени пребывания частиц в зоне воздействия в зависимости от их параметров [3, 4]. Интенсивность измельчения определяется рабочим давлением, параметрами разгонной камеры и сопел, интенсивностью циркуляционного движения, физико-механическими свойствами исходных порошков.

Экспериментальные работы по получению различных фракций вольфрама производились следующим образом. В пневмоциркуляционный аппарат «К-05» [4] загружался исходный порошок вольфрама в количестве 10 кг и далее происходил процесс его диспергирования и измельчения при следующих параметрах. Давление рабочего воздуха – 0.55–0.7 МПа, диаметр сопла – 3.6 мм, скорость вращения сепарационного ротора – 2000–4000 мин$^{-1}$.

[1] Работа выполнена в рамках Программы повышения конкурентоспособности ТГУ среди ведущих мировых научно-образовательных центров.

Во время работы установки происходило непрерывное фракционирование порошков по размерам частиц на внутренней (ротационный сепаратор) и внешних (циклонные сепараторы) ступенях сепарации.

Анализ размеров частиц полученных материалов выполнялся методами оптической и электронной («JEM-100CX2») микроскопии, анализатора формы и размеров частиц «Morphology 3GS», на лазерном дифракционном анализаторе распределения частиц по размерам «Malvern Mastersizer 2000» и методом динамического светорассеяния для характеризации размеров и дзета-потенциала частиц «Malvern Zetasizer Nano-ZS». Элементный состав определялся на последовательном рентгенофлуоресцентном волнодисперсионном спектрометре «Shimadzu XRF 1800».

Обсуждение результатов

Массовый выход выделенных на внешних ступенях сепарации фракций вольфрама в зависимости от времени работы аппарата представлен на рис. 1.

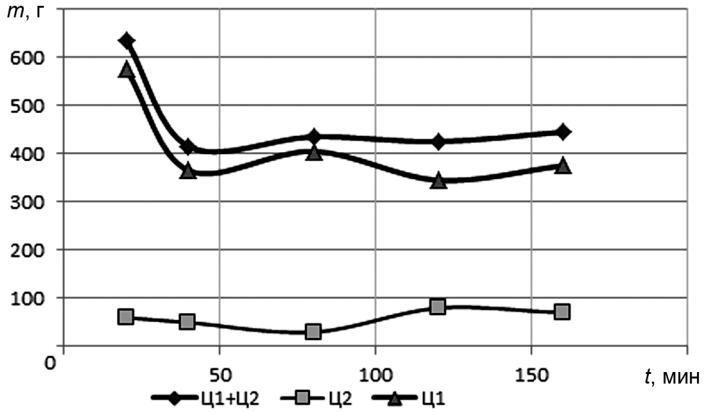

Рис. 1. Зависимости массового выхода выделенных на внешних ступенях сепарации фракций вольфрама от времени работы аппарата (Ц1 – первый циклонный сепаратор, Ц2 – второй циклонный сепаратор, Ц1+Ц2 – суммарный выход)

Из рис. 1 видно, что на начальном этапе работы установки более высокий массовый выход обеспечивается за счет имеющейся в исходном порошке (рис. 2) фракции мелких частиц. Далее по времени массовый выход частиц стабилизируется на примерно одинаковом уровне, так как обеспечивается процессами диспергирования конгломератов и измельчения крупных частиц.

На рис. 2 представлены микрофотография и гранулометрический состав исходного порошка вольфрама W-0,8. Из рис. 2 видно, что распределение частиц по размеру имеет две моды. Конгломераты в крупной части распределения представляют собой многоугольники с острыми гранями, состоящие из более мелких монокристаллов вольфрама, образовавшиеся из триоксида WO_3 в процессе восстановления из рудных концентратов до металлического порошка водородом при температуре 700–900 °С.

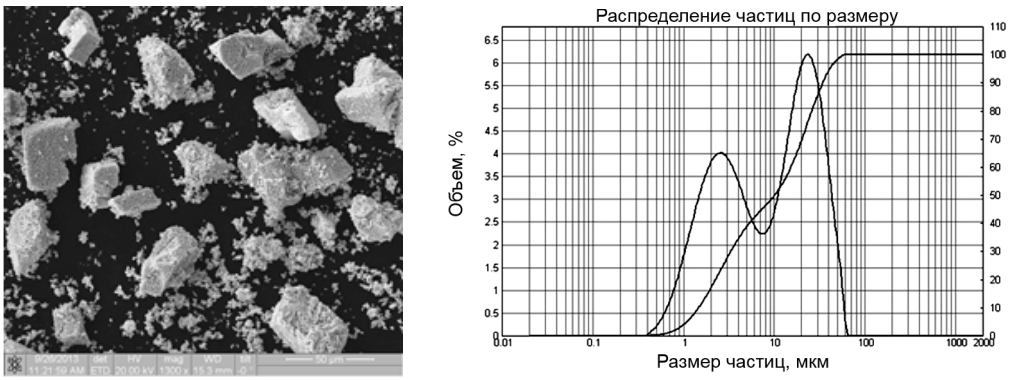

Рис. 2. Микрофотография и гранулометрический состав («Malvern Mastersizer 2000») исходного порошка вольфрама (δ_{50} = 10 мкм)

Ввиду того, что плотности исследуемых материалов имеют большие величины, воздушно-центробежная классификация для таких порошков в отличие от широкого класса других материалов характеризуется высокой остротой разделения, что проявляется в узком диапазоне получаемых фракций.

В ходе исследований менялись следующие параметры процессов переработки порошков в установке: давление рабочего воздуха менялось от 0.55 до 0.7 МПа, скорость вращения сепарационного ротора от 2000 до 4000 мин$^{-1}$.

В результате были получены наноразмерные и субмикронные фракции вольфрама со средними значениями размеров частиц $\delta_{50} = 0.1$ и 0.3 мкм. Микрофотографии и дифференциальные и интегральные кривые распределения размеров частиц полученных фракций представлены на рис. 3 и 4.

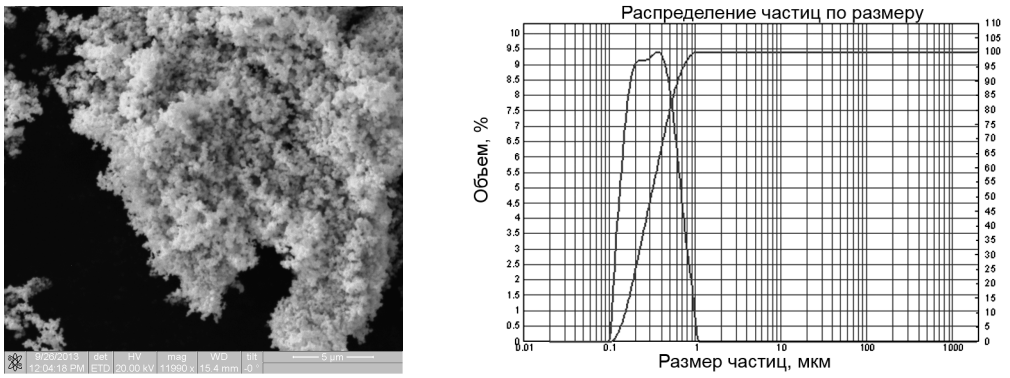

Рис. 3. Микрофотография и гранулометрический состав («Malvern Mastersizer 2000») выделенной пневмоциркуляционным методом субмикронной фракции вольфрама ($\delta_{50} = 0.3$ мкм)

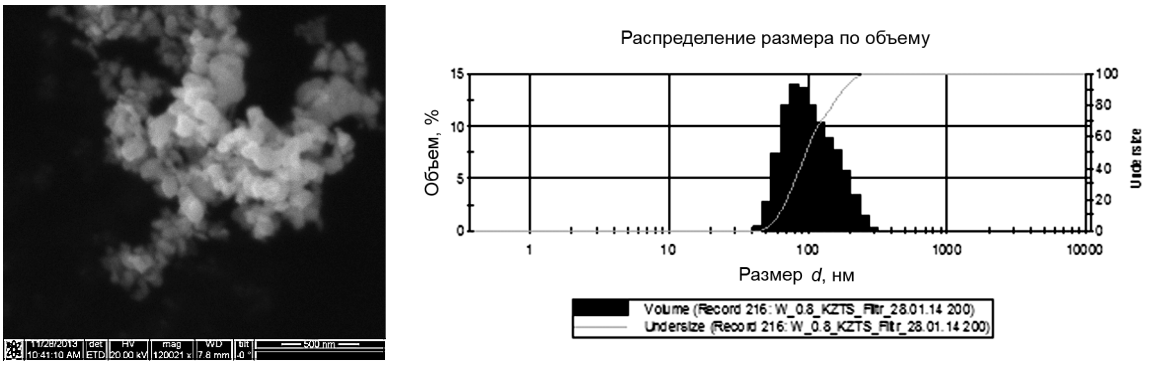

Рис. 4. Микрофотография и гранулометрический состав («Malvern Zetasizer Nano-ZS») выделенной пневмоциркуляционным методом наноразмерной фракции вольфрама ($\delta_{50} = 0.1$ мкм)

Элементный состав материалов определялся на последовательном рентгенофлуоресцентном волнодисперсионном спектрометре «Shimadzu XRF 1800». Результаты исследований порошков вольфрама приведены в таблице.

Элементный состав исходного порошка W-0.8 и полученной фракции вольфрама ($\delta_{50} = 0.3$ мкм)

Элементы	Содержание, мас. %	
	Исходный W-0.8	Фракция вольфрама ($\delta_{50} = 0.3$ мкм)
W	99.0059	98.9523
Ge	0.6478	0.6089
Cr	0.1142	0.1316
S	0.0938	0.1070
Fe	0.0885	0.1055
C	0.0499	0.0523

Исходя из результатов анализа элементного состава порошков (табл. 1), можно отметить, что в процессе измельчения и классификации порошков вольфрама не происходит существенного за-

грязнения порошка. Химическая чистота полученных в ходе экспериментальных исследований фракций вольфрама остается на уровне химической чистоты исходного порошка.

Заключение

Результаты экспериментальных исследований показали, что применение пневмоциркуляционного метода позволяет получать субмикронные и наноразмерные фракции порошков вольфрама.

Из исходных порошков вольфрама марки W-0.8 выделены наноразмерные и субмикронные фракции со средним размером частиц вплоть до 100 нм (0.1 мкм) с сохранением химической чистоты материала на уровне исходного.

Проведенные исследования показали возможность использования пневмоциркуляционного метода как простого и надежного способа получения субмикронных порошков вольфрама с необходимым гранулометрическим и химическим составом.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. СТО 00196144-0713-2010 "СМК. Процессы жизненного цикла продукции. Вольфрам порошкообразный".
2. Бирюков Ю.А., Бузник В.М., А.Н. Ищенко, Ивонин И.В. и др. Ультрадисперсные и наноразмерные порошки: создание, строение, производство и применение / под ред. акад. В.М. Бузника. – Томск: Изд-во НТЛ, 2009. – 192 с.
3. Росляк А.Т., Бирюков Ю.А., Пачин В.Н. Пневматические методы и аппараты порошковой технологии. – Томск: Изд-во Том. ун-та, 1990. – 257 с.
4. Бирюков Ю.А., Богданов Л.Н., Объедков А.Ю., Полюшко В.А. и др. Эффективное выделение ультрадисперсных порошков пневмоциркуляционными методами // Изв. вузов. Физика. – 2012. – Т. 55. – № 7/2. – С. 34–37.

Национальный исследовательский Томский государственный университет,
г. Томск, Россия
E-mail: powder@niipmm.tsu.ru

Поступила в редакцию 12.09.14.

Бирюков Юрий Александрович, зав. лабораторией НИИ ПММ ТГУ;
Полюшко Владимир Анатольевич, науч. сотр. НИИ ПММ ТГУ;
Объедков Александр Ювинальевич, науч. сотр. НИИ ПММ ТГУ;
Ивонин Иван Варфоломеевич, д.ф.-м.н., профессор, проректор по НР ТГУ;
Глазунов Анатолий Алексеевич, д.ф.-м.н., профессор, директор НИИ ПММ ТГУ;
Ищенко Александр Николаевич, д.ф.-м.н., профессор, зам. директора НИИ ПММ ТГУ по НР;
Пономарев Сергей Васильевич, д.ф.-м.н., ст. науч. сотр., ведущ. науч. сотр. НИИ ПММ ТГУ.

Y.A. BIRYUKOV, V.A. POLYUSHKO, A.Yu. OBYEDKOV, I.V. IVONIN, A.A. GLAZUNOV, A.N. ISCHENKO, S.V. PONOMAREV

EXPERIMENTAL RESEARCHES OF THE PROCESSES OF SIZE REDUCTION OF TUNGSTEN POWDERS

The results of experimental researches of the processes of size reduction of tungsten powders are presented. For size reduction and classification of powders were used air circulation method. As the original powder was used powder tungsten W-0.8. In the course of the research I have been following parameters processing of powders: the pressure of air and the speed of motor rotation of the separating rotor. Nanoscale and submicron fraction are obtained from raw tungsten powders with average values of particle sizes δ_{50}=0.1 μm and δ_{50} =0.3 μm. It is established that at the initial stage of operation higher mass output is provided by existing in the source powder fraction of small particles. Next time the mass yield of particles is stabilized at approximately the same level, because it is provided by the processes of dispersion of conglomerates and size reduction of large particles. The results of the analysis of elemental composition of the powders shown, that in the process of size reduction and classification of tungsten powders there is no significant contamination of the powder. The chemical purity of the obtained experimental studies tungsten fractions remains at the level of chemical purity of the raw powder. Results of researches have shown the possibility of using air-circulation method as a simple and reliable method of producing of submicron powders of tungsten with the required particle size distribution and chemical composition.

Keywords: *powders of tungsten, size reduction, particle size.*

REFERENCES

1. STO 00196144-0713-2010 “SMK. Processy jiznennogo ciklaprodukcii. Volfram poroshkoobraznyy ["QMS. The processes of the product life cycle. Tungsten powder"].
2. Y.A. Biryukov, V.M. Buznik, A.N. Ischenko, I.C. Ivonin, eds. Ultradispersnye I nanorazmernye poroshki: sozdanie, stroenie, proizvodstvo i primenenie [Ul-trafine and nanosized powders: creation, structure, production and application] / pod red. Acad. V.M. Buznika. Tomsk: Izd-vo NTL, 2009. 192 s.
3. Roslyak A.T., Biryukov Y.A., Pachin V.N. Pnevmaticheskie metody I apparaty poroshkovoy tehnologii [Air methods and apparatus of powder technologies]. Tomsk: Izd. Tom. Un-ta, 1990. 257 s.
4. Biryukov Y.A., Bogdanov L.N., Obyedkov A.Y., Polyushko V.A., eds. Effektivnoe vydelenie ultradispersnyh poroshkov pnevmocirkulyacionnymi metodami [Effective allocation of ultradispersed powders pneumatisation methods] // Izvestiya vuzov. Fizika. 2012, T. 55, No. 7/2. S. 34-37.