



## بررسی تاثیر فشار گپ بر مشخصه‌های هندسی پودر تنگستن کاربید تولید شده به روش تخلیه‌الکتریکی

محمد رضا شبگرد<sup>۱\*</sup>، رضا نجاتی ایلخچی<sup>۲</sup>، فرید کبیری‌نیا<sup>۳</sup>

۱- استاد، مهندسی مکانیک، دانشگاه تبریز، تبریز

۲- دانشجوی کارشناسی ارشد، مهندسی مکانیک، دانشگاه تبریز، تبریز

۳- دانشجوی دکترا، مهندسی مکانیک، دانشگاه تبریز، تبریز

\* تبریز، صندوق پستی ۵۱۶۶۴-۱۶۴۷۱ mrshabgard@tabrizu.ac.ir

### چکیده

هدف از این کار بررسی تاثیر فشار گپ جهت بهینه سازی مشخصه‌های هندسی پودر تولید شده به روش تخلیه‌الکتریکی است. روش تخلیه‌الکتریکی یکی از روش‌های مدرن و پرازده برای تولید پودر در ابعاد فوق‌ریز می‌باشد. برای بهبود تولید پودر به روش تخلیه‌الکتریکی در پژوهش حاضر از ایجاد گرادیان فشار در گپ از طریق شست و شوپ پالسی با نرخ جریان‌های مختلف در دی‌الکتریک آب دی‌یونیزه و اتانول بهره برده شد. همچنین، برای تولید پودر حاصل الکترود های گرافیتی و تنگستنی استفاده گردید. بررسی نتایج حاصل از پژوهش تصاویر بدست آمده از میکروسکوپ الکترونی رویشی (SEM) نشان می‌دهد که پودر تولید شده در حدود دی‌الکتریک دارای ذرات کروی در حدود نانو می‌باشد که با افزایش اختلاف فشار میزان کلوخگی پودر نیز باین آمده است. با توجه به نتایج آنالیز اندازه ذرات بدست آمده در هر دو دی‌الکتریک حدود 100 نانومتر می‌باشد که این میانگین اندازه در اتانول کوچکتر از آب دی‌یونیزه است. همچنین، اندازه کریستال‌های تولیدی برای اتانول و آب دی‌یونیزه به ترتیب در حدود 30 و 44 نانومتر می‌باشند. از پراش اشعه ایکس (XRD) نیز مشخص شد که فار غالب در پودر تولید شده در اتانول و آب دی‌یونیزه به ترتیب WC<sub>1-x</sub> و W<sub>2</sub>C می‌باشد. از این رو نتایج بوجود آمده نشان داد که با ایجاد اختلاف فشار بالا در ناحیه گپ می‌توان پودری با مشخصه‌های هندسی مطلوب‌تر و نرخ تولید بالاتر بوجود آورد.

### اطلاعات مقاله

مقاله پژوهشی کامل

دریافت: ۰۳ خداد ۱۳۹۶

پذیرش: ۱۳ تیر ۱۳۹۶

ارائه در سایت: ۱۷ شهریور ۱۳۹۶

کلید واژگان:

تخلیه‌الکتریکی

نانوپودر

تنگستن کاربید

اختلاف فشار

نرخ جریان

## Study on the effect of gap pressure on the geometric characteristics of the tungsten carbide powder produced by electrical discharge

Mohammad Reza Shabgard\*, Reza Najati Ilkhchi, Farid Kabirinia

Department of Mechanical Engineering, Tabriz University, Tabriz, Iran  
\* P.O.B. 51664-16471, Tabriz, Iran, mrshabgard@tabrizu.ac.ir

### ARTICLE INFORMATION

Original Research Paper

Received 24 May 2017

Accepted 04 July 2017

Available Online 08 September 2017

Keywords:

Electrical Discharge

Nanopowder

Tungsten Carbide

Pressure gradient

Flow rate

### ABSTRACT

The aim of the current research was to investigate the effect of pressure gradient in the gap on morphological and geometrical characteristics of the powder synthesized by electrical discharge method and optimizing it. Electrical discharge is a modern and high performance approach towards yielding ultrafine powder. The pressure gradient was induced by pulsed flushing using various current flows of deionized water and ethanol and, two rods of graphite and tungsten were used to yield tungsten carbide powder. Scanning Electron Microscope (SEM) images show that the powder contains both electrodes' material and is within nano range. Furthermore, the SEM images demonstrate that with increasing pressure gradient there is a decline in powder agglomeration. Particle Size Analysis (PSA) results reveal that the mean particle size of the powder produced in deionized water and ethanol is approximately 100nm and the particles produced in ethanol are smaller. Moreover, the size of the crystals of the synthesized particle is within 30-44 nm range. X-ray diffraction showed that the dominant phases of the powder in ethanol and deionized water are WC<sub>1-x</sub> and W<sub>2</sub>C respectively. Overall, the results prove that causing steep gradient in the gap, it is possible to synthesize geometrically uniform powder with decent production rate.

نسبت به حالت بالک آن سختی و چقرمگی بالایی دارد [۶-۷]. همچنین پودر

تنگستن کاربید به دلیل انحلال پذیری پایین در محیط اسیدی، رسانایی

الکتریکی و پایداری حرارتی بالا در حالت نانوکاتالیست کاربید فراوانی دارد

[۷]؛ از جمله به دلیل رفتار کاتالیزوری تزدیک به فلز گرانبهایی نظیر پلاتین

ماده تنگستن کاربید از جمله ترکیبات پرکاربید و مهم صنعتی است. این

ترکیب به دلیل خواص سایشی و حرارتی بالا به طور عمده در ساخت ابزارآلات

و پوشش‌دهی آنها مورد استفاده قرار می‌گیرد [۳-۱]. نانو پودر این ماده

### ۱- مقدمه

Please cite this article using:

M. R. Shabgard, R. Najati Ilkhchi, F. Kabirinia, Study on the effect of gap pressure on the geometric characteristics of the tungsten carbide powder produced by electrical discharge, *Modares Mechanical Engineering*, Vol. 17, No. 9, pp. 207-216, 2017 (in Persian)

برای ارجاع به این مقاله از عبارت ذیل استفاده نمایید:

تخلیه الکتریکی ذرات مس، نیکل و ترکیب مس و نیکل را تولید کردند. دی الکتریک مورد استفاده در این پژوهش گاز نیتروژن بود که با دبی 2 لیتر بر دقیقه ذرات تولیدی را به بیرون از گپ هدایت می‌کرد. آن‌ها نتیجه گرفتند با تغییر درصد ترکیب الکترودها و خاصیت چگالش سریع گاز با نرخ جریان مناسب می‌توان به ذرات بسیار ریز در حدود نانو دست یافت.

با توجه به اهمیت فرآیند شستشو و نقش انکارناپذیر آن در تولید پودر به روش تخلیه الکتریکی در این پژوهه از نرخ جریان‌های مختلفی از دی الکتریک‌های آب دی‌یونیزه و اتانول استفاده شده است تا اختلاف فشار موردنظر را در ناحیه گپ ایجاد کنند. مشخصه‌های هندسی و مورفوگلوبی پودر تولید شده نظیر شکل ذرات و میانگین اندازه ذرات در پروژه حاضر مورد بررسی قرار گرفته است روش شستشوی رفت و برگشتی (پالسی) با فرکانس پایین مورد استفاده قرار گرفته تا اختلاف فشار ایجاد شده صرفاً به خاطر تغییر ارتفاع گپ باشد و چون فرکانس اعمال شده در محدوده اولتراسونیک نمی‌باشد، لذا اثرات مافوق‌صوت بر مکانیسم برداشت ماده از سطح الکترودها دخیل نیست.

## 2- تئوری و فرضیات مسئله

### 2-1- شرح مسئله

همان‌طور که از "شکل 1" مشخص است در این روش تولید پودر، دو الکترود با سطح مقطع یکسان با فاصله مشخصی از هم در مقابل یکدیگر قرار می‌گیرند. نازل با سطح مقطع مشخصی سیال را نرخ جریان معین به فاصله گپ می‌پاشد. لذا سیال با سرعت مشخصی در ورودی گپ قرار می‌گیرد. زمانی که سیال وارد منطقه متراکم بین دو الکترود می‌شود به دلیل غیرقابل تراکم بودن سیال مایع، اندازه سرعت و مقدار فشار در هر مقطع از گپ متفاوت خواهد بود. برای تحلیل شرایط سیال در گپ از تئوری جریان در مجاری غیرمدور استفاده می‌شود. جریان سیال بین دو صفحه موازی که از سطح مقطع الکترودها ایجاد شده است، برقرار می‌شود. بدليل احتمال ایجاد جریان آرام و آشفته در گپ باقیتی برای تحلیل هر یک از این شرایط، از تئوری حرکت آن بهره برد. در جریان‌های آرام از معادلات دقیق پیوستگی و اندازه حرکت و در جریان‌های آشفته از قانون لکاریتمی پروفیل سرعت استفاده می‌شود [26].

### 2-2- حل مسئله

در "شکل 1" پروفیل سرعت مشخص شده است و با توجه به بزرگ بودن نسبت قطر ( $D$ ) به فاصله گپ ( $h$ ) گسترش سرعت در راستای محور  $x$  بوده و با جابجایی در راستای  $y$  مقدار سرعت تغییر خواهد کرد؛ لذا:

$$V = u(y) \quad (1)$$

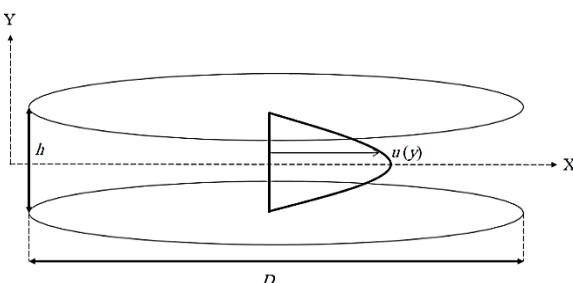


Fig.1 Schematic view of the velocity profile between two parallel plates in a non-circular channel [26]

شکل 1 تصویر شماتیک پروفیل سرعت در یک کanal غیرمدور با دو صفحه موازی

[26]

[9,8] به عنوان تسريع‌کننده اکسید شدن هیدروژن در راکتور کاهنده شیمیایی و فوتوكاتالیست‌ها به کار گرفته می‌شود [13-7].

تولید پودر بهوسیله تخلیه الکتریکی از روش‌های نوین تولید پودر بهشمار می‌رود [14-17] و برای تمامی مواد رسانای الکتریسیته کاربرد دارد. این روش نسبت به سایر روش‌ها نظری آلیاژسازی مکانیکی یا رسوب بخار شیمیایی به دلیل سیستم تولید ساده و همچنین عدم وجود مواد افزودنی که منجر به تولید پودری خالص می‌گردد؛ صرفه اقتصادی بالایی دارد [18]. در این روش به دلیل ایجاد کانال پلاسما با دمای بسیار بالا مواد به حالت بخار درآمده و هنگام چگالش سریع آن ترکیبات مختلف و سایزینگ‌های متعددی از این پودر تولید خواهد شد [15]. از این‌رو برای تولید پودر یک‌دست باستی شرایط تنظیمی طوری کنترل شود که علاوه بر تولید اینبو و اقتصادی این ماده بازه اندازه‌های آن نیز در یک محدوده مشخصی باشد.

شستشو و نرخ جریان مناسب سیال دی الکتریک به دلیل ایجاد اختلاف فشار مناسب باعث می‌شود عمر حباب بوجود آمده پایین‌تر بوده و منجر به انهدام سریع و شدید حباب ایجاد شده گشته و ذرات موجود در کانال پلاسما با سرعت از گپ تخلیه می‌گردد [20,19,15]. همچنین به دلیل نرخ انتقال حرارت بالای ایجاد شده در اثر گردش سیال از چسبیدن ذرات و کلوخه شدن آن‌ها جلوگیری شده و ذرات ریزتری تولید می‌شود [21] و با تخلیه مناسب گپ و ورود دی الکتریک تازه جرقه‌های بعدی با پایداری لازم ایجاد می‌شود. در این زمینه پژوهش‌های متعددی انجام شده است. یان و همکاران [22] اثر شستشوی گپ را روی ماده کامپوزیتی  $Al_2O_3/6061Al$  مطالعه کردند. ایشان با تغییر فشار تزریق دی الکتریک میزان نرخ براده‌برداری افزایش می‌یابد. بوراکف و همکاران [23] با تغییر دی الکتریک آب دی‌یونیزه به اتانول و تغییر شرایط تنظیمی دستگاه نانوکریستال‌هایی از تنگستن کاربید تولید کردند و خواص کاتالیزوری آن را مورد بررسی قرار دادند. آن‌ها از روش شستشوی غوطه‌وری استفاده کردند که پودر تولید شده همراه با 100 میلی‌لیتر اتانول به خارج از محفظه انتقال داده می‌شد. مجدداً سیال به همان مقدار از طرف دیگر وارد محفظه جرقه می‌شد. سلمان تبریزی و همکاران [21] از دی الکتریک گاز استفاده کردند؛ تا اثر سیالیت و سرعت آن را بر روی ذرات تولیدی بررسی کنند. ایشان همچنین تأثیر عوامل مختلف مانند نرخ جریان روی نانوذرات به وجود آمده از روش اسپارک را مورد مطالعه قرار دادند. آن‌ها با افزایش فشار و نرخ جریان دی الکتریک گازی به این نتیجه رسیدند که ذرات تولید شده به دلیل چگالش سریع و خروج از ناحیه پرتراکم گپ دارای اندازه ریزتر و کلوخگی کمتری می‌باشند. لی و همکاران [24] اثر شستشو را از طریق الکترود خوش‌های بررسی کردند. ابزار و قطعه استفاده شده به ترتیب از جنس مس و فولاد کربنی بودند. با افزایش سرعت دی الکتریک از 0.17 تا 0.51 متر بر ثانیه میزان نرخ براده‌برداری افزایش و سایش ابزار کاهش یافت. ولی از محدوده‌ای به بعد شاهد کاهش نرخ براده‌برداری به دلیل کاهش انرژی جرقه بودند. شبگرد و همکاران [18] اثر نوع دی الکتریک بر روی نانو ساختار کارباید تنگستن به وجود آمده از روش EDM را مورد بررسی قرار دادند. آن‌ها دی الکتریک‌های نفت سفید و آب دی‌یونیزه را مورد آزمایش قرار داده و به این نتیجه رسیدند که در دی الکتریک نفتی اندازه ذرات (قریباً 30 نانومتر) کوچک‌تر از اندازه آن در دی الکتریک آب (قریباً 50 نانومتر) می‌باشد. در این آزمایش سیال آن‌ها چرخشی نداشت و به صورت غوطه‌وری انجام شده است. آن‌ها همچنین نشان دادند که توزیع یکنواخت ذرات در دی الکتریک نفتی بهتر از دی الکتریک آب می‌باشد. مونتن و همکاران [25] با استفاده از فرآیند

با توجه به پارامترهای رابطه برونلی (رابطه 11) در دو مقطع متفاوت می‌توان سرعت در هر فاصله در راستای مشخصی را بدست آورد. در این مسئله به دلیل کوچک بودن اندازه گپ ( $h$ ) اختلاف هد ارتفاع ( $z$ ) قابل صرفنظر کردن است. بنابراین از رابطه (12) سرعت در هر مقطع بدست می‌آید.

$$\frac{P_1}{\rho g} + \frac{V_1^2}{2g} + z_1 = \frac{P_2}{\rho g} + \frac{V_2^2}{2g} + z_2 \quad (11)$$

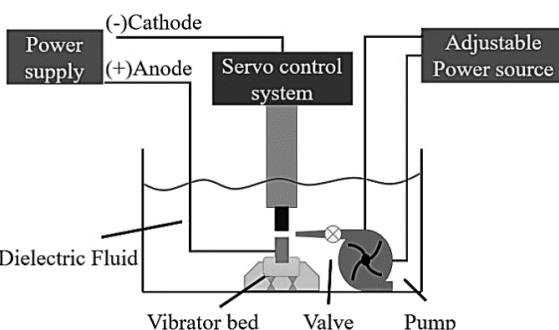
$$V_0 = \sqrt{2 \frac{\Delta P}{\rho} + V_{in}^2} \quad (12)$$

با جایگزینی  $V_0$  در رابطه (2) و تکرار مراحل تا رابطه (12) می‌توان اختلاف فشار را در هر مقطعی از گپ محاسبه نمود.

### 3- مواد و تجهیزات آزمایش

در این پژوهش مفتوحه‌های تنگستن (گرید 10) و گرافیت (چگالی 2.21 g/cm<sup>3</sup>) با قطر 12 میلی‌متر به عنوان مواد اولیه آمده شده است. الکترود تنگستنی در داخل یک مفتوحه مسی به قطر 22 mm رزو شده و الکترود گرافیتی به منظور موازی کردن سطوح متقابل الکترودها به صورت انطباقی در مفتوحه مسی با سوراخ داخلی 12 mm جا زده شد. برای تزریق الکتریک به فاصله گپ یک پمپ گریز از مرکز به کار گرفته شده است که با تنظیم جریان ولتاژ کاری پمپ میزان دبی خروجی آن قابل کنترل است. حداکثر میزان تامین فشار پمپ 9 bar می‌باشد که جریانی A 9.8 نیاز دارد. فاصله نازل از موضع ماشین کاری به صورت تقریبی 0.5 cm می‌باشد. به طوری که مانع حرکت عمودی الکترود نگردد. همچنین نازل روی یک پایه که در ته ظرف تولید ثابت شده است، کاملاً مقید گشته که تا پایان عملیات تغییری در وضعیت آن بیش نیاید. برای اندازه‌گیری دقیق مقدار دبی از یک فلومتر الکترومغنتیک<sup>1</sup> در مسیر ورود سیال به گپ استفاده شده است. فلومتر دارای محدوده 16 bar می‌باشد که به خوبی و بادقت 0.01 لیتر بر دقیقه دبی خروجی را نمایش می‌دهد. همچنین برای ایجاد حرکات رفت و برگشتی عمودی الکترودها و مدل کردن حالت پالسی از یک دستگاه ویبراتور فرکانس پایین استفاده شده است. "شکل 3" نمای شماتیکی از مونتاژ سیستم دستگاه تولید پودر می‌باشد.

بعد از اتمام فرآیند تولید ظرف حاوی پودر و سیال از محفظه دستگاه اسپارک جدا شده و محتویات آن به ظرف دیگر منتقل شد. سپس جهت تهییه پودر لازم برای بررسی آزمایش‌های مربوط به مشخصه‌های هندسی و مورفوولوژی، سیال حاوی پودر در داخل کوره خلا قرار داده شد تا تحت حرارت 60 °C به آن گرمای اعمال گردد. بعد از مدت زمان مشخصی سیال آن



شکل 3 سیستم مونتاژ دستگاه برای تولید پودر در شستشوی پالسی

<sup>1</sup> Electromagnetic

برای یافتن سرعت ورودی از رابطه (2) استفاده می‌شود. بعد از مشخص شدن مقدار سرعت ورودی عدد رینولدز به دست می‌آید. اگر مقدار عدد رینولدز کمتر از 2300 باشد جریان آرام و اگر بیشتر از 2300 باشد جریان آشفته می‌باشد [26]. در محاسبه عدد رینولدز در رابطه (3) از قطر هیدرولیک (رابطه 4) استفاده می‌شود.

$$V_{in} = \frac{Q}{A_n} \quad (2)$$

$$Re_D = \frac{\rho V_{in} D_h}{\mu} \quad (3)$$

$$D_h = \frac{4A}{\emptyset} = \frac{4 \times D \times h}{2 \times \pi D} = \frac{2h}{\pi} \quad (4)$$

در محاسبه قطر هیدرولیک مشخص می‌شود که این پارامتر رابطه مستقیمی با فاصله دو الکترود از هم دارد. با توجه به این که به طور پیوسته و هارمونیک در حال تغییر می‌باشد لذا بایستی تابعی از زمان باشد. از این رو  $D_h$  و به واسطه رابطه (3) عدد رینولدز نیز تابعی از زمان خواهد بود. با توجه به مرجع [27] مدل ارتعاشی حرکت الکترودها از رابطه (5) تعیین می‌گردد.

$$h(t) = A_0 \sin(2\pi ft) \quad (5)$$

"شکل 2" نمای شماتیک حرکت ارتعاشی است. همان‌طور که از "شکل 2" مشخص است مقدار  $h(t)$  مقادیر مثبت و منفی را اختیار می‌کند. ولی با توجه به این که در عمل امکان فرو رفتن صفحات در هم وجود ندارد لذا مقدار ثابتی ( $h$ ) را به آن اضافه می‌شود تا از برخورد بین دو صفحه جلوگیری گردد. از این‌رو فاصله گپ طبق مدل ارتعاشی (رابطه (6)) به دست می‌آید [28].

$$h(t) = h + A_0 \sin(2\pi ft) \quad (6)$$

بعد از مشخص شدن عدد رینولدز مقدار ضریب اصطکاک از روابط (7) و (8) به ترتیب برای جریان آرام و جریان آشفته حاصل می‌شود [26].

$$f_{lam} = \frac{96}{\pi^2 Re_D} \quad (7)$$

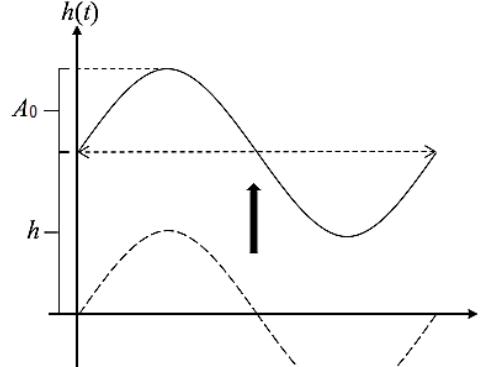
$$\frac{1}{f_{Tur}^{1/2}} \approx -1.8 \log[\frac{6.9}{Re_D}] + (\frac{\epsilon/D}{3.7})^{1.11} \quad (8)$$

بعد از مشخص شدن مقدار ضریب اصطکاک از رابطه (9) مقدار افت هد اصطکاکی به دست می‌آید.

$$h_f \approx f \frac{D}{D_h} \frac{V_{in}^2}{2g} \quad (9)$$

از روی هد اصطکاکی به دست آمده می‌توان اختلاف فشار به وجود آمده را از رابطه (10) محاسبه نمود.

$$\Delta P = \rho g h_f \quad (10)$$



شکل 2 تصویر شماتیک رفتار سینوسی الکترود پایینی

<sup>2</sup> شکل 2 تصویر شماتیک رفتار سینوسی الکترود پایینی

فوق سریع دیالکتریک است [30]. همان‌طوری که از "شکل 4" مشخص است پودر تولید شده در این فرآیند در هر دو دیالکتریک از کریستال‌های بسیار ریزتری در ابعاد نانو تشکیل شده‌اند که این مطلب نشان می‌دهد پودر تولید شده توسعه این روش دارای ساختار نانو می‌باشد. بدليل شرایط خاص پلاسما (دمای بالا) ذرات بسیار ریز هنگام انجام و چگالش به هم چسبیده و منجمد می‌شوند در حالی که ذرات جدا شده اولیه دارای ابعادی در حد نانو می‌باشند. نکته قابل توجه، وجود ذرات درشت در زمینه پودر تولیدی در دیالکتریک اتانول است (b) و (d) شکل 4. علت این امر تولید آرک در دیالکتریک اتانول و بالا بودن انرژی جرقه‌ها نامتعارف با توزیع غیریکنواخت می‌باشد. با مقایسه قسمت a و c با b و d "شکل 4" ذرات ریزتر در اتانول بیشتر از آب دی‌یونیزه می‌باشد. همچنین به دلیل وجود پالس آرک بیشتر در اتانول باعث می‌شود روی ذرات موجود در گپ جرقه زده شده و این ذرات به چندین قسمت تقسیم شوند؛ به همین دلیل ذرات اولیه تشکیل شده قبل از کلخه شدن کوچک‌تر از نانوکریستال‌های تشکیل شده توسعه آب دی‌یونیزه است. به علاوه در اتانول بدليل وجود عامل‌های کربنی تنش حرارتی به صورت موضوعی و نامتوازن در نقاطی بالا رفته و احتمال شکست ترد الکترودها افزایش می‌یابد [31].

در حالت پالسی تغییرات نوسانی فشار گپ که در "شکل 5" نشان داده شده است به ازای دبی‌های پایین‌تر نسبت اختلاف فشار در اتانول نسبت به آب دی‌یونیزه بیشتر است. و همچنین زمانی که اختلاف فشار داخل و خارج حباب تشکیل شده افزایش می‌یابد، عمر حباب کمتر شده [27] و با سرعت بیشتری منهدم می‌گردد از این‌رو ذرات به صورت فوق سریع چگالیده شده و از ناحیه گپ خارج می‌شوند یعنی هنگامی که جوانه‌های اولیه تشکیل شد فرصت کمتری برای پیوستن به هم‌دیگر و انعقاد با هم را دارند از این‌رو سایز کریستال‌های به وجود آمده به مراتب ریزتر از حالت ثابت است.

**4-2- تاثیر اختلاف فشار بر میانگین اندازه ذرات تولید شده**  
"شکل 6" میانگین توزیع اندازه ذرات را در دو نرخ جریان 2 و 4 لیتر بر دقیقه، در دیالکتریک‌های آب دی‌یونیزه و اتانول نشان می‌دهد. با مقایسه در قسمت‌های مختلف "شکل 6" برای جریان 2 و 4 لیتر بر دقیقه مشخص

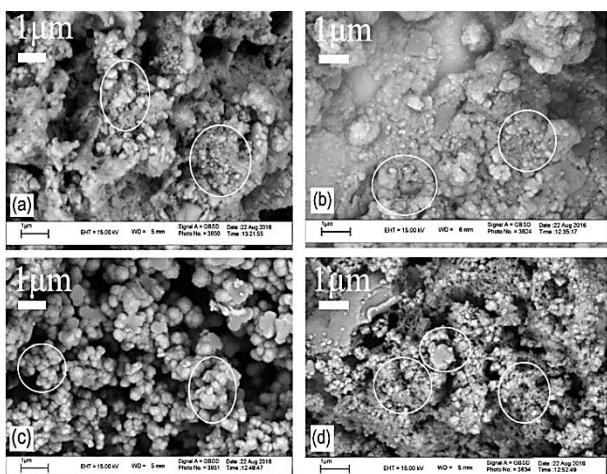


Fig. 4 SEM images with 30000X magnification of powder produced in (a) Q=2 lpm-Di.water, (b) Q=2 lpm-Ethanol, (c) Q=4 lpm-Di.water, (d) Q=4 lpm-Ethanol

شکل 4 تصاویر SEM مربوط به پودر تولید شده در (a) آب دی‌یونیزه - Q=2 lpm (b) آب دی‌یونیزه - Q=4 lpm (c) آب دی‌یونیزه - Q=2 lpm (d) آب دی‌یونیزه - Q=4 lpm

تبخیر شده و پودر نهایی در داخل ظرف باقی می‌ماند. دمای اعمال شده برای تبخیر سیال بایستی در محدوده کمتر از 60 °C باشد تا در اثر حرارت خاصیت کشش سطحی پودر تغییر نکند و ذرات مجدد به هم نچسبند. سایر تنظیمات مربوط به دستگاه، شرایط آزمایش و خواص دیالکتریک در جدول 1 و خواص سیال‌های دیالکتریک در جدول 2 آمده است.

پس از انجام آزمایش‌ها، میانگین اندازه ذرات تولید شده توسط دستگاه SEM مدل (Leo 1430VP)، میانگین اندازه ذرات تولید شده توسط دستگاه PSA مدل (Shimadzu SALD-2101) و فازهای موجود در پودر تنگستن کاربید تولید شده از دستگاه XRD مدل (Siemens D5000) به دست آمد.

#### 4- نتایج و بحث

##### 4-1- تاثیر اختلاف فشار بر مورفولوژی پودر تولید شده

"شکل 4" تصاویر SEM مربوط به دبی‌های 1 و 3 لیتر بر دقیقه در دو نوع دیالکتریک مختلف را نشان می‌دهد. SEM گرفته شده از پودر تولید شده با بزرگنمایی 30000 برابر، برای دو نرخ جریان در دو دیالکتریک مختلف را نمایش می‌دهند. همان‌طور که از شکل‌ها مشخص است، اغلب ذرات تشکیل شده با این روش شکل کروی دارند. علت این امر به مکانیسم جدا شدن ذرات از الکترودها در این روش بر می‌گردد. در این روش حدود 80٪ ذرات به صورت فاز مایع و 10٪ در اثر شکست ترد ناشی از تنش حرارتی بدون ذوب یا تبخیر شدن از قطعه جدا می‌شوند و 10٪ باقی مانده نیز بدليل بالا بودن موضعی انرژی جرقه به صورت مستقیم از فاز جامد تبدیل به بخار شده و وارد دیالکتریک می‌شوند [29]. 80٪ جدا شده در فاز مایع با مکانیزم جوشش حجمی از الکترودها برداشته می‌شوند، این مایع وارد دیالکتریک شده و در اثر تنش سطحی و نیروهای هیدرودینامیکی وارد بر ذرات در حین منجمد شدن شکل کروی می‌گیرند [19]. علت وجود ذرات با شکل غیرگروی که در عکس SEM دیده می‌شوند، بدليل نیروی لحظه‌ای و انفارجی ناشی از تبخیر

جدول 1 تنظیمات دستگاه و شرایط آزمایش

Table 1 Experimental conditions and process variables

توضیحات	شرایط آزمایش و متغیرها
ایزوپالس	نوع ژنراتور
منفی (تنگستن +)	پلاریته
آب دی‌یونیزه، اتانول	دیالکتریک
64	شدت جریان
200	زمان روشنی پالس (μs)
200	ولتاژ (v)
6.4	زمان خاموشی پالس (μs)
1,2,3,4,5	دبی (lit/min)
5000	فرکانس و بیبراتور (Hz)
70	ضریب بزرگنمایی حداکثر (μm)
0.1	فاصله اولیه گپ (mm)
1.5	قطر نازل (mm)
60	زمان آزمایش (min)

جدول 2 مواد دیالکتریک و خواص آن [26]

Table 2 Dielectric materials and properties [26]

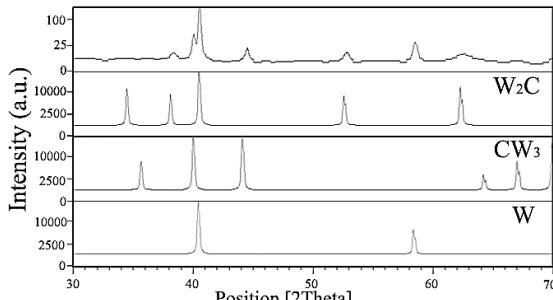
نام دیالکتریک	آب دی‌یونیزه	اتanol
چگالی (kg/m <sup>3</sup> )	998.2	789
ویسکوزیتete دینامیک (mPas)	1.0016	1.2596

اتانول نسبت به آب دی یونیزه پایین است، ا atanول به نقطه جوش رسیده و شروع به تبخیر می کند. رسیدن به نقطه جوش و مداوم بودن عملیات جرقه زنی منجر به افزایش دمای سیال به دلیل غلبه حرارت بر گرمای نهان تبخیر ا atanول می گردد و این عامل باعث می شود چسبندگی ذرات در ا atanول بیشتر از آب دی یونیزه بوده و ذرات درشت تر نیز به وجود آید [32].

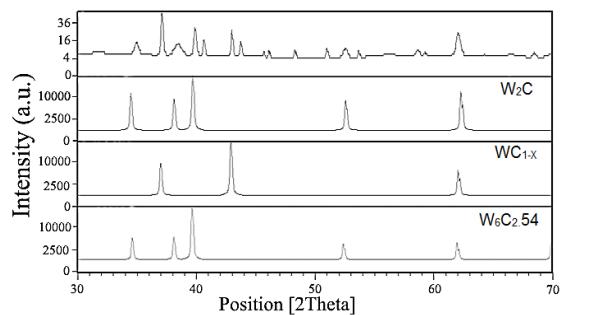
**3-4- فاز پودر تولید شده و اندازه کریستال ذرات تولید شده**

"شکل 7 و شکل 8" دیاگرام های XRD حاصل از دو نوع پودر تولید شده در دی الکتریک آب دی یونیزه و ا atanول با نرخ جریان 3 لیتر بر دقیقه را نشان می دهد. طبق "شکل 7" پودر به دست آمده در آب دی یونیزه عمده ا از تنگستن و W<sub>2</sub>C تشکیل شده است. سایر فازهای تولید شده شامل کارباید های ساده تنگستن یعنی WC و CW<sub>3</sub> است. وجود دمای بالا و فاز بخار عناصر تنگستن و کربن ترکیبات متعددی با آرایش های گوناگون را به وجود می آورد که در دیاگرام XRD این به وضوح دیده می شود. "شکل 8" نشان می دهد بد دلیل وجود کربن در ساختار ا atanول و تجزیه آن در هنگام ایجاد اسپارک مقدار کمتری W به صورت عنصر در قیاس با آب دی یونیزه تولید شده و تنگستن عمده ا به صورت کارباید تنگستن WC و WC<sub>1-x</sub> و W<sub>2</sub>C تولید شده است. همچنین ترکیباتی نظری W<sub>6</sub>C<sub>2</sub> نیز به وجود آمده اند که حاصل ترکیب دو عنصر کربن و تنگستن با فازهای مختلف و حالت های پایدار متعدد می باشد. برای خالص سازی فازهای موجود آمده تنگست کاربید از کوره تحت گاز نیتروژن استفاده می شود که طی این عملیات حرارتی فازها و کاربید های ناپایدار موجود آمده تبدیل به حالت پایدار و خالص WC می گردد [18].

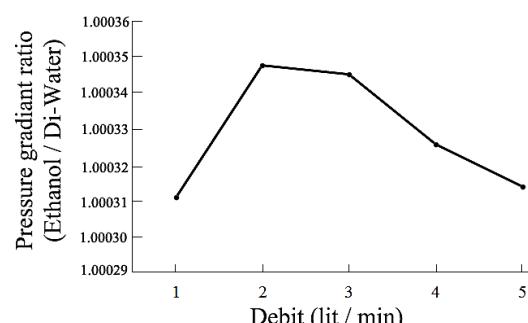
با توجه به رابطه شر<sup>1</sup> (رابطه (13)) اندازه پودر به دست آمده برای آب



**شکل 7** دیاگرام XRD فاز و ترکیب مواد در پودر به دست آمده در آب دی یونیزه (Q=3 lpm)



**شکل 8** دیاگرام XRD فاز و ترکیب مواد در پودر به دست آمده در ا atanول (Q=3 lpm)

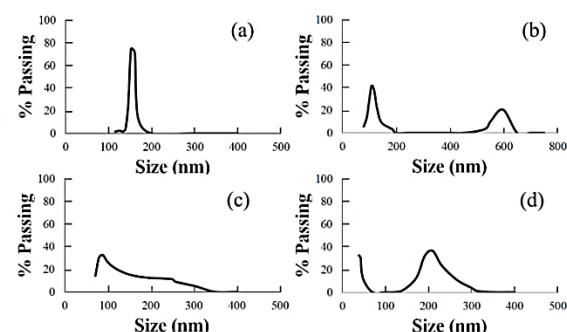


**شکل 5** نسبت تغییرات فشار ا atanول بر آب دی یونیزه به ازای دمای مختلف در

شست و شوی بالسی

می شود که میانگین اندازه ذرات تولید شده با افزایش نرخ جریان و اختلاف فشار در ناحیه گپ کوچکتر است. علت این امر چگالش سریع ذرات از فاز بخار بوده که با انتقال حرارت بالا به وجود آمده است. سرعت خروج ذره از گپ و چگالش سریع آن باعث می شود تا اندازه ذرات به وجود آمده کوچکتر باشد و همچنین چون افت دمای ذرات بسیار سریع اتفاق می افتد لذا از کلوخه شدن ذرات و تشکیل خوشه های بزرگ تر جلوگیری می شود [31,20]. سرعت خروج ذرات از ناحیه پرتراکم گپ علاوه بر این که متأثر از انهدام سریع حباب می باشد، به دلیل حرکت رفت و برگشتی الکترود، هنگامی که دو صفحه از هم دور می شود، عمل مکش سیال دی الکتریک اتفاق می افتد و در مرحله بعدی که دو صفحه به کمترین فاصله از هم می رساند یک عمل پاشش مضاعف به وجود می آید که به کمک نیروی پاششی نازل فاصله گپ را با سرعت بالایی تخلیه کرده و ذرات را به ناحیه ای با مقدار دمای پایین انتقال می دهد.

با توجه به "شکل 6" مشاهده می شود که با وجود ذرات بسیار ریز در ا atanول ذرات درشت تر نیز وجود دارد. علت این پدیده را نیز می توان در ساختار ا atanول جست و جو کرد. در ساختار ا atanول به دلیل وجود پایه کربن، با تجزیه تحت حرارت بالای کانال پلاسماء، میزان کربن موجود در دی الکتریک افزایش می یابد. لذا وجود این کربن موجب ایجاد پالس های آرک می شود که پیرو آن توالی پالس های آرک در یک منطقه باعث بالا رفتن انرژی شده و ذرات با اندازه درشت از سطح الکترودها کنده می شود. همچنین دمای محیط دی الکتریک بر اثر جرقه های با انرژی بالا، بیشتر می شود و چون نقطه جوش



**شکل 6** هیستوگرام توزیع اندازه ذرات مربوط به پودر تولید شده در (a) Q=2 lpm-Di water, (b) Q=4 lpm-Di water, (c) Q=2 lpm-Ethanol, (d) Q=4 lpm-Ethanol

- Q=2 lpm (a) آب دی یونیزه، (b)- آب دی یونیزه، (c)- ا atanول، (d)- ا atanول - 1 lpm

<sup>1</sup> Scherrer

ضریب بزرگنمایی (m)

 $A_0$ 

فرکانس دستگاه ویبراتور (Hz)

 $f$ 

زمان (s)

 $t$ 

## 7- مراجع

- [1] J. Gurland, New scientific approaches to development of tool materials, *International Materials Reviews*, Vol. 33, No. 1, pp. 151-166, 1988.
- [2] D. A. Stewart, P. H. Shipway, D. G. McCartney, Abrasive wear behaviour of conventional and nanocomposite HVOF-sprayed WC-Co coatings, *Wear*, Vol. 225-229, Part 2, No. 0, pp. 789-798, 1999.
- [3] Z. Z. Fang, X. Wang, T. Ryu, K. S. Hwang, H. Y. Sohn, Synthesis, Sintering, and mechanical properties of nanocrystalline cemented tungsten carbide – A review, *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, Vol. 27, No. 2, pp. 288-299, 2009.
- [4] J. C. Kim, B. K. Kim, Synthesis of nanosized tungsten carbide powder by the chemical vapor condensation process, *Scripta Materialia*, Vol. 50, No. 7, pp. 969-972, 2004.
- [5] L. Ming-Hong, Synthesis of nanophasse tungsten carbide by electrical discharge machining, *Ceramics International*, Vol. 31, No. 8, pp. 1109-1115, 2005.
- [6] P. M. Ajayan, L. S. Schadler, P. V. Braun, *Nanocomposite Science and Technology*, 1 edition ed, John Wiley & Sons, pp. 70-72, 2006.
- [7] H. Chhina, S. Campbell, O. Kesler, Thermal and electrochemical stability of tungsten carbide catalyst supports, *Journal of Power Sources*, Vol. 164, No. 2, pp. 431-440, 2007.
- [8] A. T. Garcia-Esparza, D. Cha, Y. Ou, J. Kubota, K. Domen, K. Takanabe, Tungsten carbide nanoparticles as efficient cocatalysts for photocatalytic overall water splitting, *ChemSusChem*, Vol. 6, No. 1, pp. 168-81, 2013. Eng
- [9] P. Vijayakumar, M. Senthil Pandian, S. P. Lim, A. Pandikumar, N. M. Huang, S. Mukhopadhyay, P. Ramasamy, Investigations of tungsten carbide nanostructures treated with different temperatures as counter electrodes for dye sensitized solar cells (DSSC) applications, *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, Vol. 26, No. 10, pp. 7977-7986, 2015.
- [10] W. Zhu, A. Ignaszak, C. Song, R. Baker, R. Hui, J. Zhang, F. Nan, G. Botton, S. Ye, S. Campbell, Nanocrystalline tungsten carbide (WC) synthesis/characterization and its possible application as a PEM fuel cell catalyst support, *Electrochimica Acta*, Vol. 61, No. 2, pp. 198-206 , 2012.
- [11] X. G. Yang, C. Y. Wang, Nanostructured tungsten carbide catalysts for polymer electrolyte fuel cells, *Applied Physics Letters*, Vol. 86, No. 22, pp. 224104, 2005.
- [12] M. D. Obradović, S. L. Gojković, N. R. Elezović, P. Ercius, V. R. Radmilović, L. D. Vračar, N. V. Krstajić, The kinetics of the hydrogen oxidation reaction on WC/Pt catalyst with low content of Pt nano-particles, *Journal of Electroanalytical Chemistry*, Vol. 671, No. 4, pp. 24-32, 2012.
- [13] C. Kok Poh, S. Hua Lim, Z. Tian, L. Lai, Y. Ping Feng, Z. Shen, J. Lin, Pt-WxC nano-composites as an efficient electrochemical catalyst for oxygen reduction reaction, *Nano Energy*, Vol. 2, No. 1, pp. 28-39, 2013.
- [14] V. I. Marusina, G. A. Iskhakova, K. M. Rakhiyanov, Phase and particle size composition of carbides formed during electric spark erosion machining of tungsten, *Soviet Powder Metallurgy and Metal Ceramics*, Vol. 31, No. 10, pp. 870-873, 1992. English
- [15] N. Tabrizi, Q. Xu, N. van der Pers, U. Lafont, A. Schmidt-Ott, Synthesis of mixed metallic nanoparticles by spark discharge, *Journal of Nanoparticle Research*, Vol. 11, No. 5, pp. 1209-1218, 2009.
- [16] A. Khanra, L. Pathak, M. Godkhind, Microanalysis of debris formed during electrical discharge machining (EDM), *Journal of Materials Science*, Vol. 42, No. 3, pp. 872-877, 2007.
- [17] E. Cabanillas, TEM observations of particles obtained by electro-erosion in kerosene, *Journal of Materials Science*, Vol. 42, No. 9, pp. 3155-3160, 2007.
- [18] M. R. Shabgard, A. F. Najafabadi, The influence of dielectric media on nano-structured tungsten carbide (WC) powder synthesized by electro-discharge process, *Advanced Powder Technology*, Vol. 25, No. 3, pp. 937-945 , 2014.
- [19] M. T. Shervani-Tabar, A. Abdullah, M. R. Shabgard, Numerical study on the dynamics of an electrical discharge generated bubble in EDM, *Engineering Analysis with Boundary Elements*, Vol. 30, No. 6, pp. 503-514, 2006.
- [20] N. Tabrizi, Q. Xu, N. van der Pers, A. Schmidt-Ott, Generation of mixed metallic nanoparticles from immiscible metals by spark discharge, *Journal of Nanoparticle Research*, Vol. 12, No. 1, pp. 247-259, 2010.
- [21] N. S. Tabrizi, M. Ullmann, V. A. Vons, U. Lafont, A. Schmidt-Ott, Generation of nanoparticles by spark discharge, *Journal of Nanoparticle Research*, Vol. 11, No. 2, pp. 315-332, 2009. English
- [22] B. Hwa Yan, C. Chung Wang, The machining characteristics of Al2O3/6061Al composite using rotary electro-discharge machining with a tube electrode, *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 95, No. 1-3, pp. 222-231, 1999.
- [23] V. Burakov, N. Savastenko, N. Tarasenko, E. Nevar, Synthesis of nanoparticles using a pulsed electrical discharge in a liquid, *Journal of Applied Spectroscopy*, Vol. 75, No. 1, pp. 114-124, 2008.
- [24] L. Li, L. Gu, X. Xi, W. Zhao, Influence of flushing on performance of EDM with bunched electrode, *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, Vol. 58, No. 1, pp. 187-194, 2012.
- [25] A. Muntean, M. Wagner, J. Meyer, M. Seipenbusch, Generation of copper,

دی‌بونیزه حدود 43.9 نانومتر و اتanol 30 نانومتر است که نشان می‌دهد پودر تولید شده در هر دو سیال در سایز نانو می‌باشد. که با توجه به مرجع [18] اندازه کریستال‌های تولید شده در پروژه حاضر 6 نانومتر کوچکتر از پودر تولید شده در آن می‌باشد.

$$t = \frac{0.9\lambda}{B\cos(\theta)} \quad (13)$$

در رابطه (13)  $t$  اندازه کریستال ذره،  $\lambda$  طول موج اشعه ایکس (در دستگاه استفاده شده این مقدار برابر  $1.54^{\text{Å}}$  می‌باشد)،  $B$  برابر پهنای باند بزرگترین پیک به دست آمده از پراش اشعه ایکس در نصف طول آن و  $\theta$  زاویه پراش می‌باشد [32].

## 5- نتیجه گیری

(a) استفاده از شستشوی پالسی به دلیل ایجاد اختلاف فشارهای بزرگتر نسبت به حالت غوطه‌وری بسیار مناسب بوده و منجر به تولید پودر یکدست از لحاظ مورفولوژی و هندسه ذرات می‌گردد.

(b) میزان اختلاف فشار به وجود آمده در هر دو دی‌الکتریک نزدیک به هم می‌باشد و اختلاف چندانی ندارد.

(c) اندازه کریستال‌های تولید شده در اتanol 0.68 برابر آب دی‌بونیزه است.

(d) فاز غالب تولید شده با این روش فاز مطلوب پودر تنگستن کاربید می‌باشد.

(e) افزایش نرخ جریان سیال منجر به تولید پودر با میزان کلوخگی پایین شده و حتی در اختلاف فشارهای بالا با وجود کلوخه شدن، ذراتی در حدود نانو تولید شده است.

(f) ذراتی که کلوخه شده‌اند، دارای اندازه‌هایی در حدود نانو می‌باشند و این با مقادیر به دست آمده از معادله شر هم‌خوانی دارد.

## 6- فهرست علامت

$Q$	نرخ جریان ( $\text{m}^3/\text{s}$ )
$V_{in}$	سرعت ورودی ( $\text{m}/\text{s}$ )
$V_0$	سرعت در هر مقطع از گپ ( $\text{m}/\text{s}$ )
$A_n$	سطح مقطع نازل ( $\text{m}^2$ )
$A$	سطح مقطع تصویر شده از فاصله گپ با دید جانی ( $\text{m}^2$ )
$Red$	عدد رینولدز
$\rho$	چگالی ( $\text{kg}/\text{m}^3$ )
$D$	قطر الکترود ( $\text{m}$ )
$D_h$	قطر هیدرولیک کاتال (m)
$P$	فشار (Pa)
$\mu$	ویسکوزیته دینامیک (kg/ms)
$f_{Lam}$	ضریب اصطکاک دیواره در جریان آرام
$f_{Tur}$	ضریب اصطکاک دیواره در جریان آشفته
$h$	فاصله گپ (m)
$h_f$	افت هد اصطکاکی (m)
$g$	شتاب گرانش ( $\text{m}/\text{s}^2$ )
$\Delta P$	اختلاف فشار (Pa)
$z$	هد ارتفاع (m)
$\epsilon$	زبری سطح میانگین (m)
$h(t)$	فاصله گپ متغیر با زمان (m)

- [30] Y.-C. Lin, Y.-F. Chen, C.-T. Lin, H.-J. Tzeng, Electrical Discharge Machining (EDM) Characteristics Associated with Electrical Discharge Energy on Machining of Cemented Tungsten Carbide, *Materials and Manufacturing Processes*, Vol. 23, No. 4, pp. 391-399, 2008/04/04, 2008.
- [31] N. S. Tabrizi, A. Schmidt-Ott, THE EFFECT OF OPERATING CONDITIONS ON THE SPARK GENERATED Au-PD NANOPARTICLES, *International Journal of Modern Physics: Conference Series*, Vol. 05, No. 1, pp. 291-298, 2012.
- [32] M. R. Shabgard, F. Kabirinia, Effect of Dielectric Liquid on Characteristics of WC-Co Powder Synthesized Using EDM Process, *Materials and Manufacturing Processes*, Vol. 29, No. 10, pp. 1269-1276, 2013.
- nickel, and CuNi alloy nanoparticles by spark discharge, *Journal of Nanoparticle Research*, Vol. 18, No. 8, pp. 229, 2016.
- [26] F. M. White, *Fluid Mechanic*, McGraw-Hill, pp. 359-362, 2003.
- [27] M. T. Shervani-Tabar, N. Mobadersany, Numerical study of the dielectric liquid around an electrical discharge generated vapor bubble in ultrasonic assisted EDM, *Ultrasonics*, Vol. 53, No. 5, pp. 943-955, 2013.
- [28] J. Thompson, *Theory of Vibrations with Applications*, Pearson Education, pp. 114-123, 2008.
- [29] D. M. I, Nanostructured WC-Co particles produced by carbonization of spark eroded powder: Synthesis and characterization, *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, Vol. 28, No. 4, pp. 523-528, 2010.