مجله مهندسی مکانیک مدرس، آذر 1396، دوره 17، شماره 9، ص‌ص 254-260

ماهنامه علمی پژوهشی

مهندسی مکانیک مدرس

mme.modares.ac.ir

بررسی تاثیر فشارگپ بر مشخصه‌های هندسی پودر تنگستن‌کاربید تولید شده به روش تخلیه‌الکتریکی

محمدرضا شبگرد[1*]، رضا نجاتی ایلخچی[2]، فرید کبیری‌نیا[3]

1- استاد، مهندسی مکانیک، دانشگاه تبریز، تبریز

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

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

* تبریز، صندوق پستی 51664-16471، mrshabgard@tabrizu.ac.ir

اطلاعات مقاله

مقاله پژوهشی کامل

دریافت: 03 خرداد 1396

پذیرش: 13 تیر 1396

ارائه در سایت: 17 شهریور 1396

کلید واژگان:

تخلیه‌الکتریکی

نانوپودر

تنگستن‌کاربید

اختلاف فشار

نرخ‌جریان

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 پربازده 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 شست‌وشوی پالسی با نرخ‌جریان‌های مختلف در دی‌الکتریک آب دی‌یونیزه و اتانول بهره برده شد. همچنین، برای تولید پودر حاصل الکترودهای گرافیتی و تنگستنی استفاده گردید. بررسی نتایج حاصل از پژوهش تصاویر به‌دست آمده از میکروسکوپ الکترونی روبشی(SEM) نشان می‌دهد که پودر تولید شده در هردو دی‌الکتریک دارای ذرات کروی در حدود نانو می‌باشد که با افزایش اختلاف فشار میزان کلوخگی پودر نیز پایین آمده است. با توجه به نتایج آنالیز اندازه ذرات (PSA) میانگین اندازه ذرات به‌دست 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 فاز غالب در پودر تولید شده در اتانول و آب دی‌یونیزه به ترتیب WC_{1-x} و W_2C می‌باشد. از این‌رو 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.

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 inducted 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_{1-x} and W_2C respectively. Overall, the results prove that causing steep gradient in the gap, it is possible to synthesize geometrically uniform powder with decent production rate.

1- مقدمه

ماده تنگستن‌کاربید از جمله ترکیبات پرکاربرد و مهم صنعتی است. این ترکیب به دلیل خواص سایشی و حرارتی بالا به‌طور عمده در ساخت ابزارآلات و پوشش‌دهی آن‌ها مورد استفاده قرار می‌گیرد [1-3]. نانو پودر این ماده نسبت به حالت بالک آن سختی و چقرمگی بالایی دارد [4-6]. همچنین پودر تنگستن کاربید به دلیل انحلال‌پذیری پایین در محیط اسیدی، رسانایی الکتریکی و پایداری حرارتی بالا در حالت نانوکاتالیست کاربرد فراوانی دارد [7]؛ از جمله به دلیل رفتار کاتالیزوری نزدیک به فلز گرانبهایی نظیر پلاتین

برای ارجاع به این مقاله از عبارت ذیل استفاده نمایید:

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)

[9,8] به‌عنوان تسریع‌کننده اکسید شدن هیدروژن در راکتور کاهنده شیمیایی و فوتوکاتالیست‌ها به کار گرفته می‌شود [7-13].

تولید پودر به‌وسیله تخلیه‌الکتریکی از روش‌های نوین تولید پودر به‌شمار می‌رود [14-17] و برای تمامی مواد رسانای الکتریسیته کاربرد دارد. این روش نسبت به سایر روش‌ها نظیر 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 سایزبندی‌های متنوعی از این پودر تولید خواهد شد [15]. از این‌رو برای تولید پودر یک‌دست بایستی شرایط تنظیمی طوری کنترل شود که علاوه بر تولید انبوه و اقتصادی این ماده بازه اندازه‌های آن نیز در یک محدوده مشخصی باشد.

شست‌وشو و نرخ‌جریان مناسب سیال دی‌الکتریک 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 دی‌الکتریک تازه جرقه‌های بعدی با پایداری لازم ایجاد می‌شود. در این زمینه پژوهش‌های متعددی انجام شده است. یان و همکاران [22] اثر شست‌وشوی گپ را روی ماده کامپوزیتی Al2O3/6061Al مطالعه کردند. ایشان با تغییر فشار شست‌وشو تا 0.03 مگا پاسکال به این نتیجه رسیدند که با افزایش فشار تزریق دی‌الکتریک میزان نرخ براده‌برداری افزایش می‌یابد. بوراکف و همکاران [23] با تغییر دی‌الکتریک آب دی‌یونیزه به اتانول و تغییر شرایط تنظیمی دستگاه نانوکریستال‌هایی از تنگستن‌کاربید تولید کردند و خواص کاتالیزوری آن را مورد بررسی قرار دادند. آن‌ها از روش شست‌وشوی غوطه‌وری استفاده کردند که پودر تولید شده همراه با 100 میلی‌لیتر اتانول به خارج از محفظه انتقال داده می‌شد. مجددا سیال به همان مقدار از طرف دیگر وارد محفظه جرقه می‌شد. سلمان تبریزی و همکاران [21] از دی‌الکتریک گاز استفاده کردند؛ تا اثر سیالیت و سرعت آن را بر روی ذرات تولیدی بررسی کنند. ایشان همچنین تأثیر عوامل مختلف مانند نرخ‌جریان روی نانوذرات به وجود آمده از روش اسپارک را مورد مطالعه قرار دادند. آن‌ها با افزایش فشار و نرخ‌جریان دی‌الکتریک گازی به این نتیجه رسیدند که ذرات تولیدشده به دلیل چگالش سریع و خروج از ناحیه پرتراکم گپ دارای اندازه ریزتر و کلوخگی کمتری می‌باشند. لی و همکاران [24] اثر شست‌وشو را از طریق الکترود خوشه‌ای بررسی کردند. ابزار و قطعه استفاده‌شده به ترتیب از جنس مس و فولاد کربنی بودند. با افزایش سرعت دی‌الکتریک 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 دی‌الکتریک بر روی نانو ساختار کاربایدتنگستن به وجود آمده از روش EDM را مورد بررسی قرار دادند. آن‌ها دی‌الکتریک‌های نفت سفید و آب دی‌یونیزه را مورد آزمایش قرار داده و به این نتیجه رسیدند که در دی‌الکتریک نفتی اندازه ذرات (تقریباً 30 نانومتر) کوچک‌تر از اندازه آن در دی‌الکتریک آب (تقریباً 50 نانومتر) می‌باشد. در این آزمایش سیال آن‌ها چرخشی نداشت و به‌صورت غوطه‌وری انجام شده است. آن‌ها همچنین نشان دادند که توزیع یکنواخت ذرات در دی‌الکتریک نفتی بهتر از دی‌الکتریک آب می‌باشد. مونتن و همکاران [25] با استفاده از فرآیند تخلیه‌الکتریکی ذرات مس، نیکل و ترکیب مس و نیکل را تولید کردند. دی‌الکتریک 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 نرخ‌جریان مناسب می‌توان به ذرات بسیار ریز در حدود نانو دست یافت.

با توجه به اهمیت فرآیند شست‌وشو و نقش انکارناپذیر آن در تولید پودر به روش تخلیه‌الکتریکی در این پروژه از نرخ جریان‌های مختلفی از دی‌الکتریک‌های آب دی‌یونیزه و اتانول استفاده شده است تا اختلاف فشار موردنظر را در ناحیه گپ ایجاد کنند. مشخصه‌های هندسی و مورفولوژی پودر تولید شده نظیر شکل ذرات و میانگین اندازه ذرات در پروژه حاضر مورد بررسی قرار گرفته است روش شست‌وشوی رفت و برگشتی (پالسی) با فرکانس پایین مورد استفاده قرار گرفته تا اختلاف فشار ایجاد شده صرفا به خاطر تغییر ارتفاع گپ باشد و چون فرکانس اعمال شده در محدوده اولتراسونیک نمی باشد، 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 با نرخ‌جریان 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. به‌دلیل احتمال ایجاد جریان آرام و آشفته در گپ بایستی برای تحلیل هر یک از این شرایط، از تئوری لازم آن بهره برد. در جریان‌های آرام از معادلات دقیق پیوستگی و اندازه حرکت و در جریان‌های آشفته از قانون لگاریتمی 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 خواهدکرد؛ لذا:

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

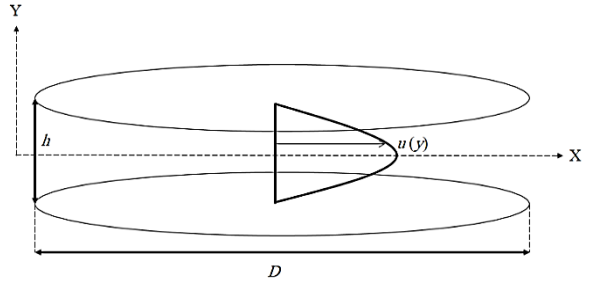

Fig.1 Schematic view of the velocity profile between two parallel plates in a non-circular channel [26]

شکل 1 تصویر شماتیک پروفیل سرعت در یک کانال غیرمدور با دو صفحه موازی [26]

برای یافتن سرعت ورودی از رابطه (2) استفاده می‌شود. بعد از مشخص شدن مقدار سرعت ورودی عدد رینولدز به‌دست 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.

$$V_{\mathrm{in}} = \frac{Q}{A_{\mathrm{n}}} \tag{2}$$

$$\mathrm{Re_D} = \frac{\rho V_{\mathrm{in}} D_h}{\mu} \tag{3}$$

$$D_h = \frac{4A}{\emptyset} = \frac{4 \times D \times h}{2 \times \pi D} = \frac{2h}{\pi} \tag{4}$$

در محاسبه قطر هیدرولیک مشخص می‌شود که این پارامتر رابطه مستقیمی با فاصله دو الکترود از هم دارد. با توجه به این که h به‌طور پیوسته و هارمونیک در حال تغییر می‌باشد لذا بایستی تابعی از زمان باشد. از این‌رو 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.

$$h(t) = A_0 \sin(2\pi f t) \tag{5}$$

"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)) به‌دست می‌آید [28].

$$h(t) = h + A_0 \sin(2\pi f t) \tag{6}$$

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].

$$\mathrm{f_{lam}} = \frac{96}{\pi^2 \mathrm{Re_D}} \tag{7}$$

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

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

$$h_{\mathrm{f}} \approx \mathrm{f} \frac{D}{D_h} \frac{V_{\mathrm{in}}^2}{2\mathrm{g}} \tag{9}$$

از روی هد اصطکاکی به‌دست آمده می‌توان اختلاف فشار به‌وجود آمده را از رابطه (10) محاسبه نمود.

$$\Delta P = \rho g h_{\mathrm{f}} \tag{10}$$

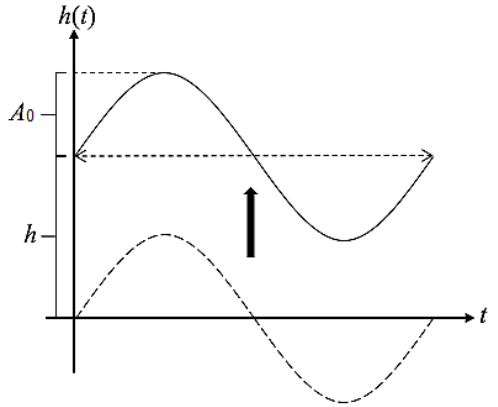

Fig. 2 Schematic view of the sinusoidal behavior of the lower electrode

شکل 2 تصویر شماتیک رفتار سینوسی الکترود پایینی

با توجه به پارامترهای رابطه برنولی (رابطه 11) در دو مقطع متفاوت می توان سرعت در هر فاصله در راستای مشخصی را به‌دست 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 به‌دست می‌آید.

$$\frac{P_1}{\rho \mathrm{g}} + \frac{V_1^2}{2\mathrm{g}} + z_1 = \frac{P_2}{\rho \mathrm{g}} + \frac{V_2^2}{2\mathrm{g}} + z_2 \tag{11}$$

$$V_0 = \sqrt{2\frac{\Delta P}{\rho} + V_{\mathrm{in}}^2} \tag{12}$$

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

3- مواد و تجهیزات آزمایش

در این پژوهش مفتول‌های تنگستن (گرید 10) و گرافیت (چگالی $2.21\ \mathrm{g/cm^3}$) با قطر 12 میلی‌متر به عنوان مواد اولیه آماده شده است. الکترود تنگستنی در داخل یک مفتول مسی به قطر 22 mm رزوه شده و الکترود گرافیتی به منظور موازی کردن سطوح متقابل الکترودها به‌صورت انطباقی در مفتول مسی با سوراخ داخلی 12 mm جا زده شد. برای تزریق دی‌الکتریک به فاصله گپ یک پمپ گریز از مرکز به کار گرفته شده‌است که با تنظیم جریان و ولتاژکاری پمپ میزان دبی خروجی آن قابل کنترل است. حداکثر میزان تامین فشار پمپ 9 bar می‌باشد که جریانی 9.8 A نیاز دارد. فاصله نازل از موضع ماشین‌کاری به‌صورت تقریبی 0.5 cm می‌باشد. به‌طوری که مانع حرکت عمودی الکترود نگردد. همچنین نازل روی یک پایه که در ته ظرف تولید ثابت شده است، کاملا مقید گشته که تا پایان عملیات تغییری در وضعیت آن پیش نیاید. برای اندازه‌گیری دقیق مقدار دبی از یک فلومتر الکترومگنتیک[1] در مسیر ورود سیال به گپ استفاده شده است. فلومتر دارای محدوده 16 bar می‌باشد که به‌خوبی 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 دیگری منتقل شد. سپس جهت تهیه پودر لازم برای بررسی آزمایش‌های مربوط به مشخصه‌های هندسی و مورفولوژی، سیال حاوی پودر در داخل کوره خلا قرار داده شد تا تحت حرارت 60 °C به آن گرما اعمال گردد. بعد از مدت زمان مشخصی سیال آن

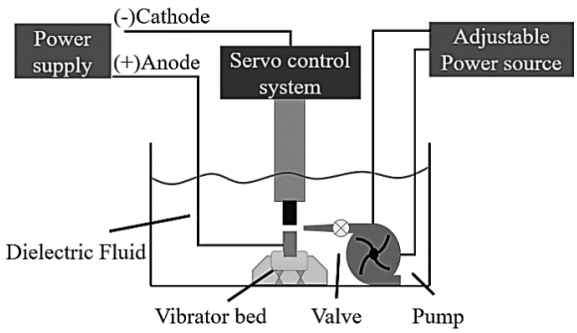

Fig. 3 System assembly of powder generation in pulsed flushing

شکل 3 سیستم مونتاژ دستگاه برای تولید پودر در شست‌وشوی پالسی

[1] Electromagnetic

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، مورفولوژی و شکل کریستال ذرات 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) به‌دست 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 بردقیقه 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 متفاوت 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 به‌دلیل 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 تنش‌سطحی و نیروهای هیدرودینامیکی وارد بر ذرات در حین منجمد شدن شکل کروی می‌گیرند [19]. علت وجود ذرات با شکل غیرکروی که در عکس SEM دیده می‌شوند، به‌دلیل نیروی لحظه‌ای و انفجاری ناشی از تبخیر 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 توسط این روش دارای ساختار نانو می‌باشد. به‌دلیل شرایط خاص پلاسما (دمای بالا) ذرات بسیار ریز هنگام انجماد و چگالش به هم چسبیده و منجمد می‌شوند در حالی‌که 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 کلوخه شدن کوچک‌تر از نانوکریستال‌های تشکیل شده توسط آب دی‌یونیزه است. به‌علاوه در اتانول به‌دلیل وجود عامل‌های کربنی تنش‌حرارتی به صورت موضعی 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 به‌صورت 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 به‌وجود 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

جدول 1 تنظیمات دستگاه و شرایط آزمایش

Table 1 Experimental conditions and process variables

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

جدول 2 مواد دی‌الکتریک و خواص آن [26]

Table 2 Dielectric materials and properties [26]

نام دی‌الکتریک	اتانول	آب دی‌یونیزه
چگالی (kg/m^3)	789	998.2
ویسکوزیته دینامیک (mPas)	1.2596	1.0016

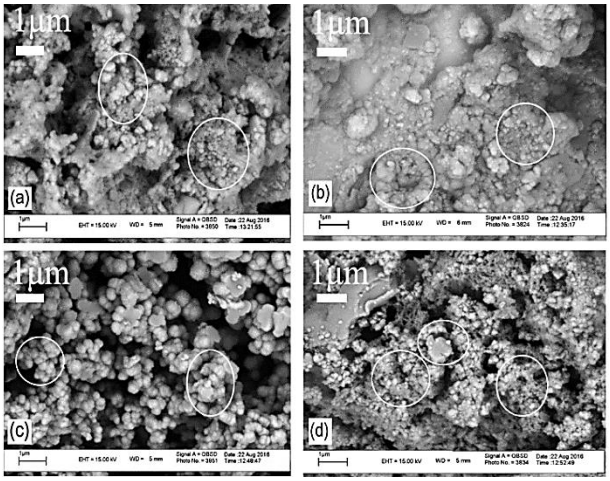

Fig. 4 SEM images with 30000X magnification of powder produced in (a) Q=2 lpm-Di.water, (b) Q=2 lpm-Ethanol, (c) Q=4 lpm- Di.water, (d) Q=4 lpm-Ethanol

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

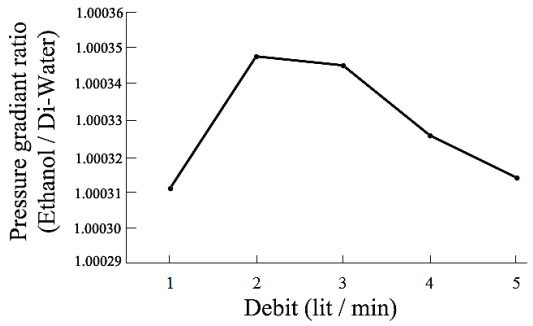

Fig. 5 of Ethanol per Deionized water in different debits by pulsed flushing

شکل 5 نسبت تغییرات فشار اتانول بر آب دی‌یونیزه به ازای دبی‌های مختلف در شست‌وشوی پالسی

می‌شود که میانگین اندازه ذرات تولید شده با افزایش نرخ‌جریان و اختلاف فشار در ناحیه گپ کوچک‌تر است. علت این امر چگالش سریع ذرات از فاز بخار بوده که با انتقال حرارت بالا به‌وجود آمده است. سرعت خروج ذره از گپ و چگالش سریع آن باعث می‌شود تا اندازه ذرات به‌وجود آمده کوچک‌تر باشد و همچنین چون افت دمای ذرات بسیار سریع اتفاق می‌افتد لذا از کلوخه شدن ذرات و تشکیل خوشه‌های بزرگ‌تر جلوگیری می‌شود [31,20]. سرعت خروج ذرات از ناحیه پرتراکم گپ علاوه بر این که متاثر از انهدام سریع حباب می‌باشد، به‌دلیل حرکت رفت و برگشتی الکترود، هنگامی که دو صفحه از هم دور می‌شود، عمل مکش سیال دی‌الکتریک اتفاق می‌افتد و در مرحله بعدی که دو صفحه به کمترین فاصله از هم می‌رسند یک عمل پاشش مضاعف به‌وجود می‌آید که به کمک نیروی پاششی نازل فاصله گپ را با سرعت بالایی تخلیه کرده و ذرات را به ناحیه‌ای با مقدار دمای پایین انتقال می‌دهد.

با توجه به "شکل 6-d" مشاهده می‌شود که با وجود ذرات بسیار ریز در اتانول ذرات درشت‌تری نیز وجود دارد. علت این پدیده را نیز می‌توان در ساختار اتانول جست‌وجو کرد. در ساختار اتانول به دلیل وجود پایه کربن، با تجزیه تحت حرارت بالای کانال پلاسما، میزان کربن موجود در دی‌الکتریک افزایش می‌یابد. لذا وجود این کربن موجب ایجاد پالس‌های آرک می‌شود که پیرو آن توالی پالس‌های آرک در یک منطقه باعث بالا رفتن انرژی شده و ذرات با اندازه درشت از سطح الکترودها کنده می‌شود. همچنین دمای محیط دی‌الکتریک بر اثر جرقه‌های با انرژی بالا، بیشتر می‌شود و چون نقطه‌جوش

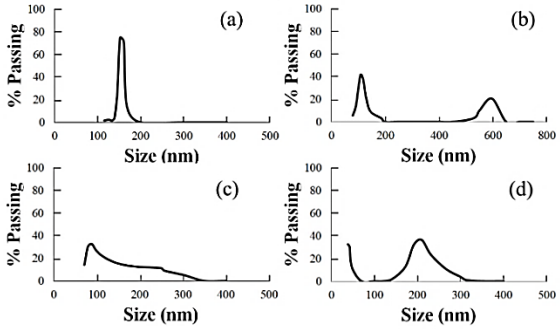

Fig. 6 Particle Size Distribution Histograms of powder produced in (a) Q=2 lpm-Di.water, (b) Q=4 lpm-Di.water, (c) Q=2 lpm- Ethanol, (d) Q=4 lpm-Ethanol

شکل 6 هیستوگرام توزیع اندازه ذرات مربوط به پودر تولید شده در (a) Q=2 lpm - آب دی‌یونیزه، (b) Q=4 lpm- آب دی‌یونیزه، (c) Q=2 lpm- اتانول، (d) Q=4 lpm- اتانول

اتانول نسبت به آب دی‌یونیزه پایین است، اتانول به نقطه جوش رسیده و شروع به تبخیر می‌کند. رسیدن به نقطه‌جوش و مداوم بودن عملیات جرقه زنی منجر به افزایش دمای سیال به دلیل غلبه حرارت بر گرمای نهان‌تبخیر اتانول می‌گردد و این عامل باعث می‌شود چسبندگی ذرات در اتانول بیشتر از آب دی‌یونیزه بوده و ذرات درشت‌تری نیز به‌وجود آید [32].

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

"شکل 7 و شکل 8" دیاگرام‌های XRD حاصل از دو نوع پودر تولید شده در دی‌الکتریک آب دی‌یونیزه و اتانول با نرخ جریان 3 لیتر بر دقیقه را نشان می‌دهد. طبق "شکل 7" پودر به‌دست آمده در آب دی‌یونیزه عمدتاً از تنگستن و W_2C تشکیل شده است. سایر فازهای تولید شده شامل کاربایدهای ساده تنگستن یعنی WC و CW_3 است. وجود دمای بالا و فاز بخار عناصر تنگستن و کربن ترکیبات متنوعی با آرایش‌های گوناگون را به‌وجود می‌آورد که در دیاگرام XRD این به وضوح دیده می‌شود. "شکل 8" نشان می‌دهد به‌دلیل وجود کربن در ساختار اتانول و تجزیه آن در هنگام ایجاد اسپارک مقدار کمتری W به صورت عنصر در قیاس با آب دی‌یونیزه تولید شده و تنگستن عمدتاً به صورت کاربایدتنگستن WC_{1-x} و W_2C تولید شده است. همچنین ترکیباتی نظیر W_6C_2 نیز بوجود آمده‌اند که حاصل ترکیب دو عنصر کربن و تنگستن با فازهای مختلف و حالت‌های پایدار متعدد می‌باشد. برای خالص سازی فازهای بوجود آمده تنگست کاربید از کوره تحت گاز نیتروژون استفاده می‌شود که طی این عملیات حرارتی فازها و کاربیدهای ناپایدار بوجود آمده تبدیل به حالت پایدار و خالص WC می گردد [18].

با توجه به رابطه شرر[1] (رابطه (13)) اندازه پودر به‌دست آمده برای آب

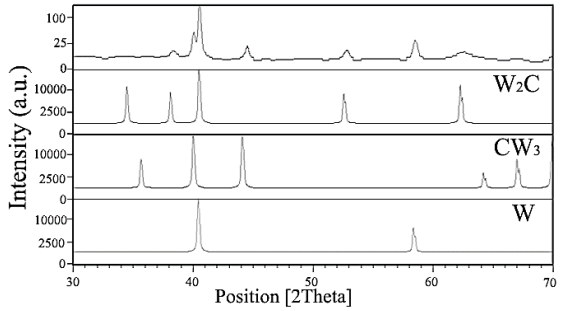

Fig. 7 XRD diagram of the phase and material content analysis of the powder synthesized in deionized water (Q= 3 lpm)

شکل 7 دیاگرام XRD فاز و ترکیب مواد در پودر به‌دست آمده در آب دی‌یونیزه (Q=3 lpm)

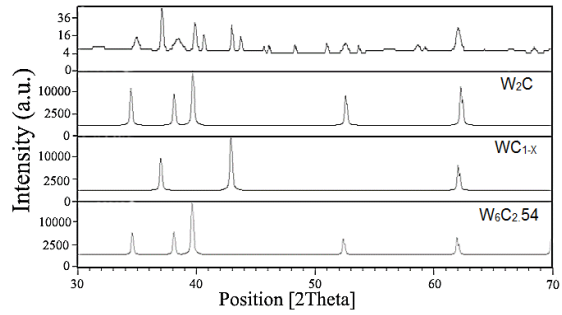

Fig.8 XRD diagram of the phase and material content analysis of the powder synthesized in Ethanol (Q= 3 lpm)

شکل 8 دیاگرام XRD فاز و ترکیب مواد در پودر به‌دست آمده در اتانول (Q=3 lpm)

[1] Scherrer

دی‌یونیزه حدود 43.9 نانومتر و اتانول 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.

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

در رابطه (13) t اندازه کریستال ذره، λ طول موج اشعه ایکس (در دستگاه استفاده شده این مقدار برابر $1.54\ ^0$A می‌باشد)، B برابر پهنای باند بزرگترین پیک به‌دست آمده از پراش اشعه ایکس در نصف طول آن و θ زاویه پراش می‌باشد [32].

5- نتیجه گیری

a) استفاده از شست‌وشوی 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 به‌وجود آمده در هر دو دی‌الکتریک نزدیک به هم می‌باشد و اختلاف چندانی ندارد.

c) اندازه کریستال‌های تولید شده در اتانول 0.68 برابر آب دی‌یونیزه است.

d) فاز غالب تولید شده با این روش فاز مطلوب پودر تنگستن‌کاربید می‌باشد.

e) افزایش نرخ‌جریان 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 به‌دست آمده از معادله شرر هم‌خوانی دارد.

6- فهرست علائم

Q	نرخ جریان (m^3/s)
V_{in}	سرعت ورودی (m/s)
V_0	سرعت در هر مقطع از گپ (m/s)
A_n	سطح مقطع نازل (m^2)
A	سطح مقطع تصویر شده از فاصله گپ با دید جانبی (m^2)
Re_D	عدد رینولدز
ρ	چگالی (kg/m^3)
D	قطر الکترود (m)
D_h	قطر هیدرولیک کانال (m)
P	فشار (Pa)
μ	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 (m/s^2)
ΔP	اختلاف فشار (Pa)
z	هد ارتفاع (m)
ϵ	زبری سطح میانگین (m)
$h(t)$	فاصله گپ متغییر با زمان (m)
A_0	ضریب بزرگنمایی (m)
f	فرکانس دستگاه ویبراتور (Hz)
t	زمان (s)

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 nanophase 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. Rakhimyanov, 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,

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.
[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 .