



(12)

BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2008 00206**

(22) Data de depozit: **17.03.2008**

(45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: **28.02.2012** BOPI nr. **2/2012**

(41) Data publicării cererii:
30.09.2009 BOPI nr. **9/2009**

(73) Titular:
• **INSTITUTUL NAȚIONAL DE CERCETARE
- DEZVOLTARE PENTRU INGINERIE
ELECTRICĂ ICPE-CA, SPLAIUL UNIRII
NR.313, SECTOR 3, BUCUREȘTI, B, RO**

(72) Inventatori:
• **BARA ADELA, STR.PRELUNGIREA
GHENCEA NR.34, BL.M7, SC.A, AP.19,
SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO;**
• **LUNGU-DODU PAULA, STR.DELTEI
NR.33, SECTOR 3, BUCUREȘTI, B, RO**

(56) Documente din stadiul tehnicii:
RO 118456 B; EP 1876249 A1

(54) **PROCEDEU DE OBTINERE A UNEI PULBERI COMPOZITE
DE GRAFIT ACOPERIT CU CUPRU**

(57) Rezumat:

Invenția se referă la un procedeu de obținere a unei pulberi compozite de grafit acoperit cu cupru, utilizată la obținerea de compozite hibride, cu matrice de aluminiu, pentru piese antifricțiune, din industria transporturilor. Procedeu conform invenției cuprinde următoarele etape: sortarea pulberii de grafit cu granulație între 20...63 μm; curățarea suprafeței particulelor de grafit prin reducere cu hidrogen; sensibilizarea suprafeței particulelor de grafit în soluție de SnCl₂ x 2H₂O, la o temperatură de 70...90°C; activarea suprafeței particulelor

de grafit în soluție de AgNO₃; cementarea la o temperatură de 15...25°C, prin reducerea cuprului dintr-o soluție care conține CuSO₄, folosind, ca agent reductor, aldehida formică; filtrarea pulberii acoperite, urmată de spălare, uscare și tratare termică, cu hidrogen, la 300...350°C, pentru reducerea oxizilor superficiali.

Revendicări: 1
Figuri: 1



RO 123398 B1

1 Inventția se referă la un procedeu de obținere a unei pulberi compozite de grafit
2 acoperit cu cupru, utilizat în obținerea de compozite hibride cu matrice de aluminiu, pentru
3 aplicații la obținerea pieselor antifricțiune, utilizate în industria transporturilor.

4 Sunt cunoscute procedee chimice și electrochimice pentru depunerea straturilor
5 metalice pe miezul pulverulent de grafit, care au ca dezavantaje dependența de conduc-
6 tibilitatea și densitatea miezului pulverulent, ceea ce conduce la depunerea unor straturi
7 metalice neuniforme.

8 Problema tehnică pe care o rezolvă invenția este realizarea unui procedeu de
9 obținere a unei pulberi compozite de grafit acoperit cu cupru, care permite obținerea unor
10 straturi metalice continue, de grosime variabilă, pe suprafața particulelor de grafit.

11 Prin aplicarea compoziției conform invenției, se înlătură dezavantajele menționate,
12 prin aceea că se sortează pulberea de grafit cu granulație între 20 și 63 μm , se curăță
13 suprafața particulelor de grafit prin reducere în curent de hidrogen la 800...900°C, timp de
14 2 h, apoi urmează sensibilizarea suprafeței particulelor de grafit, într-o soluție de $\text{SnCl}_2 \times$
15 $2\text{H}_2\text{O}$ de concentrație 16...30 mg/l, cu accelerator HCl de concentrație 30 g/l, timp de
16 30 s...1 min, la temperatură cuprinsă în intervalul 70...90°C, apoi se face activarea suprafeței
17 particulelor de grafit într-o soluție de AgNO_3 în concentrație de 5...10 g/l într-un amestec
18 etanol:apă 1:1, timp de 30 s...1 min; reacția de cementare are loc la temperatura de 15...25°C,
19 prin reducerea cuprului dintr-o soluție conținând: $\text{CuSO}_4 \times 5\text{H}_2\text{O}$ în concentrație 110...130 g/l,
20 NaOH în concentrație 110...130 g/l, glicerină în concentrație 110...130 g/l și Na_2CO_3 anhidru
21 în concentrație 30...40 g/l, folosind ca agent reducător aldehida formică de concentrație
22 35...37% în exces, sub agitare continuă cu viteza de 300...500 rot/min, pulberea acoperită
23 se filtrează și se spală cu apă distilată pe pânne filtrantă, se usucă în etuva la 70...90°C și
24 se tratează termic în hidrogen la 300...350°C, timp de 60...90 min, pentru reducerea oxizilor
25 superficiali.

26 Prin aplicarea procedurii conform invenției, se obțin următoarele avantaje:

27 - uniformitatea și continuitatea stratului de cupru, ce permite încorporarea grafitului
în structura metalică a matricei compozitelor hibride;

28 - procedeu simplu și necostisitor, care conduce la obținerea de performanțe
superioare la fabricarea pieselor antifricțiune pentru industria de transporturi;

29 - asigură o bună reproductibilitate a produselor finite.

30 Se prezintă, în continuare, un exemplu de realizare a invenției, în legătură cu figura
31 care reprezintă o pulbere compozită grafit-cupru (35:65), conform invenției.

32 Se utilizează o pulbere de grafit cu granulația între 20 și 30 μm .

33 Pentru curățarea suprafeței particulelor, respectiv îndepărtarea impurităților
34 superficiale și a urmelor de grăsimi, pulberea de grafit este supusă unui tratament termic la
35 850°C, în curent de hidrogen, timp de 2 h.

36 Sulfatul de cupru, hidroxidul de sodiu, glicerina, carbonatul de sodiu etc. sunt reactivi
37 pentru analiză, cu o puritate de minimum 99%.

38 Se calculează mai întâi cantitățile stoichiometrice de grafit și reactivi chimici necesari
39 pentru obținerea pulberii finale. Astfel, pentru o cantitate de 100 g pulbere acoperită, sunt
40 necesare 35 g pulbere de grafit și 65 g cupru depus pe suprafața ei. Cele 65 g de Cu provin
41 dintr-o soluție ce conține 255 g $\text{CuSO}_4 \times 5\text{H}_2\text{O}$, 255 g glicerină și 76,5 Na_2CO_3 anhidru, într-un
42 volum de 2320 ml.

43 Prepararea soluției se face prin dizolvarea în apă distilată a substanțelor menționate,
44 întrucât reacția este exotermă, vasul este ținut sub apă rece, timp de cel puțin o oră, până
45 la răcirea soluției la 20°C. Aceasta deoarece se constată că temperatura este un parametru
46 important în depunerea chimică. Astfel, o temperatură ridicată duce la o depunere rapidă și
47

RO 123398 B1

o acoperire neuniformă a pulberii. Scăderea temperaturii de placare ajută la creșterea mai uniformă a depunerilor metalice, totuși dacă temperatura este prea scăzută, reacția redox superficială va avea o perioadă lungă de demarare.	1 3
Înainte de introducerea în baia de depunere, pulberea de grafit tratată termic în hidrogen la 850°C timp de 2 h și este prelucrată prin sensibilizare și activare superficială.	5
Sensibilizarea se face în soluție de clorură stanoasă $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 16 g/l, cu accelerator HCl concentrat, 30 ml/l.	7
Soluția este proaspăt preparată de fiecare dată, pentru a nu se produce oxidarea în timp a Sn^{2+} la Sn^{4+} .	9
După o perioadă de sensibilizare de 1 min, pulberea de grafit este spălată ușor cu apă distilată și introdusă în soluția de activare, formată din azotat de argint dizolvat în proporție de 5 g/l într-un amestec etanol:apă 1:1. Perioada de activare este de 1 min, urmată de o spălare ușoară cu apă distilată.	11 13
Apoi, pulberea este introdusă în soluția de depunere (având 20°C), aproape simultan cu adăugarea reductorului, sub agitare continuă cu viteza de 400 rot/min.	15
Reducătorul folosit este aldehida formică cu o concentrație de 37%, volumul adăugat este de 250 ml, pentru a asigura un exces suficient de reductor.	17
Reacția durează ½ h, timp în care soluția, care inițial era albastru deschis, devine incoloră, demonstrând depunerea totală a cuprului din soluție. Acest fapt este confirmat și de reacția de identificare cu amoniac a ionului de cupru în filtrat.	19
Pulberea obținută, de culoare roșu sclipitor, este filtrată și spălată cu apă distilată pe pâlnie filtrantă. După uscarea la etuvă la 80°C, au rezultat 102 g pulbere de culoare roșu închis. Întrucât această culoare este un indiciu al oxidării superficiale a cuprului depus, pulberea este tratată termic în hidrogen la 350°C, 1 h, pentru reducerea oxizilor, căpătând, în final, un aspect roșcat strălucitor. La cântărire, se obțin 99,8 g pulbere acoperită, ceea ce demonstrează că depunerea cuprului din soluție s-a produs integral. De altfel, acest lucru este confirmat și de analiza chimică efectuată pe pulbere cu rezultatul: grafit 35,1%; Cu 64,9%.	21 23 25
Pentru verificarea calității depunerii, pulberea obținută se studiază la microscopul optic în lumină polarizată, la o mărire de 600 ori. Analiza metalografică arată că stratul de cupru depus este continuu și uniform, cu o grosime medie de 2 μm, asigurând acoperirea completă a particulelor de grafit (figura).	27 29 31

RO 123398 B1

1

Revendicare

3

Procedeu de obținere a unei pulberi compozite de grafit acoperit cu cupru, **caracterizat prin aceea că** acesta cuprinde următoarele etape:

5

- sortarea particulelor de pulbere de grafit cu o dimensiune de 20...63 μm ;

7

temperatură de 800...900°C, timp de 2 h;

9

- sensibilizarea particulelor de grafit, într-o soluție de $\text{SnCl}_2 \times 2\text{H}_2\text{O}$ de concentrație 16...30 mg/l, cu accelerator HCl de concentrație 30 g/l, timp de 30 s...1 min, la o temperatură de 70...90°C;

11

- activarea particulelor de grafit într-o soluție de AgNO_3 de concentrație 5...10 g/l, într-un amestec etanol:apă de 1:1, timp de 30 s...1 min;

13

- uscarea particulelor filtrate și spălate în etuvă la o temperatură de 70...90°C și tratarea termică a acestora în atmosferă de hidrogen la o temperatură de 300...350°C, timp

15

de 60...90 min;

17

- cementarea cu o soluție de $\text{CuSO}_4 \times 5\text{H}_2\text{O}$ de concentrație 110...130 g/l și Na_2CO_3 anhidru de concentrație 30...40 g/l, utilizând ca agent reducător aldehida formică de concentrație 35...37%, la o temperatură de 15...25°C, sub agitare continuă cu o viteză de

19

300...500 rot/min.

