



(12)

BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2010 01282**

(22) Data de depozit: **07.12.2010**

(45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: **28.08.2015** BOPI nr. **8/2015**

(41) Data publicării cererii:
30.05.2011 BOPI nr. **5/2011**

(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, PRELUNGIREA GHENCEA
NR.34, BL.M 7, SC.A, AP.19, SECTOR 6,
BUCUREȘTI, B, RO;**

• **BANCIU CRISTINA, STR.BALTAGULUI
NR.7 E, ET.1, AP.3, SECTOR 5,
BUCUREȘTI, B, RO;**
• **PĂTROI DELIA, STR.VATRA DORNEI
NR.11, BL.18 B+C, SC.2, ET.1, AP.49,
SECTOR 4, BUCUREȘTI, B, RO;**
• **LEONAT LUCIA NICOLETA,
ȘOS.MIHAI BRAVU NR.33, BL.P 12, ET.9,
AP.34, SECTOR 2, BUCUREȘTI, B, RO;**
• **RIMBU GIMI AURELIAN, BD.DECEBAL
NR.17, BL.S 16, SC.2, ET.1, AP.24,
SECTOR 3, BUCUREȘTI, B, RO**

(56) Documente din stadiul tehnicii:
**RO 125532 B1; US 2003/0039816 A1;
RO 122996 B1**

(54) **PROCEDEU DE OBTINERE A UNUI COMPOZIT DE TIP
CARBON-CARBON**



RO 126305 B1

1 Inventția se referă la un material compozit carbon-carbon ranforsat cu fibre de carbon
și matrice carbonică nanocompozită destinat realizării de componente pentru sistemele de
3 frânare utilizate în industria aeronautică și de transporturi și ca material pentru sistemele de
protecție termică.

5 Se cunoaște din documentul **RO125532** un procedeu și o compoziție pe bază de
smoală de petrol și nanotuburi de carbon, unde se dispersează timp de 30 min nanotuburi
7 de carbon în acetonă, după care se adaugă smoala de petrol, amestecul se omogenizează
prin ultrasonare la o temperatură de 90°C, timp de o oră, se evaporă solventul la 100°C,
9 după care se tratează termic la o temperatură de 440°C, cu viteze de încălzire de 1°C/min
și se menține în regim termic constatnt timp de 30 min, produsul obținut având o densitate
11 de 1...1,35 g/cm³ și un punct de înmuiere de 150...180°C.

Din documentul **US 2003039816 A1**, se cunoaște o metodă de formare a unui
13 material conductor nanocompozit polimeric care încorporează nanofibre de carbon și combi-
narea acestora cu un solvent pentru a forma un amestec, adăugarea unui polimer la respec-
15 tivul amestec de soluție pentru a forma un amestec substanțial omogen, și îndepărtarea
solventul din amestecul menționat. Materialul nanocompozit polimeric prezintă conductivitate
17 electrică și termică ridicată, rezistență mecanică sporită, rezistență la abraziune și stabilitate
dimensională.

19 Se cunoaște din documentul **RO 122996 B1** un material nanocompozit carbonic, care
are o rezistivitate electrică ce este cuprinsă între 4,5...104 și 2,8...10 cm, și care a rezultat
21 prin tratarea termică, la o temperatură de 450...900°C, a unei matrice carbonice pe bază de
smoală de petrol, în care sunt incluse 0,5...1,5% în greutate nanotuburi de carbon cu
23 diametru cuprins între 10...20 nm și lungime 5...15 nm.

Compozitele carbon-carbon sunt materiale esențiale într-o varietate de aplicații de
25 înaltă tehnologie care necesită rezistență la temperaturi foarte ridicate. Timp de decenii,
aceste compozite au fost utilizate pentru realizarea discurilor de frână pentru avioanele de
27 lupta și avioanele mari de pasageri datorită caracteristicilor tribologice excelente, greutatea
scăzută și rezistenței la șoc termic. Alte aplicații includ discurile de frână ale mijloacelor de
29 transport terestre, cum ar fi tancurile, vehiculele speciale, trenurile rapide și mașinile de
curse, structuri pentru utilizări la temperaturi ridicate, cum ar fi părți ale motoarelor cu reacție,
31 ajutajele rachetelor vehiculelor de lansare, suprafețe de reintrare în atmosferă a navetelor
spațiale, pereții reactoarelor nucleare și alte echipamente industriale de temperatură ridicată.

33 Compozitele carbon-carbon cuprind, în general, un substrat din fibră de carbon
(componenta fibre) încorporat într-o matrice de carbon (componenta de umplere). Deși
35 ambele constau din carbon, comportamentul materialului depinde de starea carbonului din
componenta respectivă.

37 Pentru componenta fibre sunt utilizate de obicei fibre, benzi și țesături. Cea mai mare
rezistență este realizată printr-o orientare dreaptă a fibrelor. Pentru cele mai multe aplicații
39 tehnice sunt utilizate țesăturile bidimensionale (2-D). Dacă este necesară o rezistență
ridicată în toate cele trei direcții este posibilă utilizarea materialelor care sunt țesute în trei
41 direcții ale spațiului, adică țesături 3-D. Matricea carbonică sau componenta de umplere
constă din smoală, rășină fenolică, rășina furanică sau carbon pirolitic obținut prin metoda
43 de depunere chimică din stare de vapori.

Metoda de fabricație a compozitelor carbon-carbon poate fi practic împărțită într-un
45 proces de producere a unei preforme, folosind fibre de carbon sau țesături și un proces de
densificare a preformei pentru a satisface criteriile de aplicare.

47 Există necesitatea continuă de a îmbunătăți performanța la frecare și uzură a
materialelor de fricțiune din compozite carbon-carbon utilizate la fabricarea frânelor.

RO 126305 B1

Comparativ cu fibrele de carbon, nanotuburile de carbon prezintă proprietăți mecanice mai bune. Împreună cu proprietățile termice și electrice, nanotuburile de carbon reprezintă un substitut al fibrelor de carbon în multe domenii. Pentru a satisface necesitățile în continuare creșterea a compozitelor carbon-carbon pentru aplicații tribologice, nanotuburi de carbon au fost adăugate în preformele din fibre carbonice înainte de densificarea acestora. Proprietățile mecanice și tribologice ale compozitelor carbon-carbon cu nanotuburi de carbon nu au fost atât de bune pe cât se aștepta datorită adeziunii slabe dintre matrice și nanotuburile de carbon.	1 3 5 7
Problema tehnică pe care urmărește să o rezolve invenția constă în îmbunătățirea performanțelor la frecare și uzură a materialelor de fricțiune obținute din material compozit de tip carbon-carbon.	9 11
Procedeele de obținere a unui compozit de tip carbon-carbon constituit dintr-o matrice carbonică nanocompozită ranforsat cu fibre de carbon conform invenției înlătură dezavantajele de mai sus, prin aceea că se obține materialul pentru matricea carbonică nanocompozită dintr-o smoală de petrol cu punct de înmuiere de 90°C, aditivată cu nanotuburi de carbon în proporție de 0,5...2% procente masice, prin amestecare, dispersare ultrasonică, uscare la 100°C și tratare termică la 440...460°C, se obține compozitul carbon-carbon prin suprapunerea succesivă de straturi de țesătură de carbon și material pentru matricea carbonică în proporție de 30...50% procente masice, urmată de presarea la cald până la o temperatură maximă de 350°C și se carbonizează semifabricatul obținut la o temperatură de 900...1000°C în atmosferă inertă cu o viteză de 1°C/min.	13 15 17 19 21
În continuare, se prezintă un exemplu de realizare materialului constituit dintr-o matrice carbonică nanocompozită, ranforsat cu fibre de carbon conform invenției, în legătură și cu fig. 1, 2 și 3, care reprezintă:	23
- fig. 1, aspect optic microstructural al smoalei speciale nanocompozite, obținută prin tratarea termică la 440°C a amestecului cu compoziția 1,5% nanotuburi de carbon și 98,5% smoală de petrol;	25 27
- fig. 2, imaginea smoalei speciale nanocompozite ce arată legarea intimă a nanotuburi lor de carbon cu matricea de smoală anizotropică;	29
- fig. 3, aspect microstructural al materialului compozit carbon-carbon obținut.	
Se utilizează o smoală de petrol cu granulația 0...30 μm, având punct de înmuiere de 90°C și nanotuburi de carbon multistrat având diametrul între 10...20 nm și lungimea între 5...15 μm.	31 33
Nanotuburile de carbon se dispersează ultrasonic într-un solvent polar, după care se adaugă smoala astfel încât să se formeze un amestec fluid, care se omogenizează în continuare prin ultrasonare la temperatura de 90°C, timp de 1 h. Amestecul obținut se usucă în etuvă la 100°C până la evaporarea completă a solventului și apoi se supune unui tratament termic la temperatura de 440...460°C, în atmosfera inertă, cu viteza de încălzire de 1°C/min și menținerea în regim termic constant timp de 30...120 min la temperatura finală.	35 37 39
După tratamentul termic, se obține un reziduu solid, de culoare neagră, cu densitatea de 1,3...1,35 g/cm ³ și punct de înmuiere de 140...155°C, ce conține pachete de cristalite grafitice ordonate sub formă de sfere vizibile prin microscopie optică în lumina polarizată.	41
Analiza microscopică confirmă prezența în structura amorfă a smoalei de petrol aditivată cu nanotuburi de carbon a unor structuri anizotrope sferice, prin creșterea și ordonarea de plane cristaline grafitice (fig. 1, 2).	43 45
Smoala specială astfel obținută este adusă la o granulație < 160 μm și apoi utilizată ca matrice carbonică în proporție de 30...50% procente masice pentru realizarea materialului compozit carbon-carbon, conform invenției. Compozitul carbon-carbon este obținut prin	47

RO 126305 B1

- 1 suprapunerea succesivă de straturi din țesătura de carbon și smoala specială, urmată de
- presarea la cald până la o temperatură maximă de 350°C. Presarea se face cu creșterea
- 3 treptată a temperaturii într-un interval de timp de 45...60 min la o presiune de 30...40 kg/cm.
Răcirea se face lent cu menținerea presiunii.
- 5 Semifabricatul astfel obținut este carbonizat la o temperatură de 900...1000°C, în
atmosfera inertă, cu o viteză de 1°C/min.
- 7 După tratamentul termic, se obține materialul compozit carbon-carbon cu o densitate
- de 1,2..1,4 g/cm³, coeficient de frecare 0,25...0,4, rezistența mecanică 150...220 MPa, modul
- 9 de elasticitate 10...30 GPa și rezistența la temperaturi ridicate de lucru.

RO 126305 B1

Revendicări

1. Procedeu de obținere a unui compozit de tip carbon-carbon, constituit dintr-o matrice carbonică nanocompozită, ranforsat cu fibre de carbon, **caracterizat prin aceea că** acesta cuprinde următoarele etape:
 - a) obținerea materialului pentru matricea carbonică nanocompozită dintr-o smoală de petrol cu punct de înmuiere de 90°C, aditivată cu nanotuburi de carbon în proporție de 0,5...2% procente masice, prin amestecare, dispersare ultrasonică, uscare la 100°C și tratare termică la 440...460°C;
 - b) obținerea compozitului carbon-carbon prin suprapunerea succesivă de straturi de țesătură de carbon și material pentru matricea carbonică în proporție de 30...50% procente masice, urmată de presarea la cald până la o temperatură maximă de 350° C;
 - c) carbonizarea semifabricatului obținut la o temperatură de 900...1000°C în atmosferă inertă cu o viteză de 1°C/min.
2. Procedeu conform revendicării 1, **caracterizat prin aceea că** presarea se face cu creșterea treptată a temperaturii într-un interval de timp de 45...60 min, la o presiune de 30...40 kg/cm².
3. Procedeu conform revendicării 1, **caracterizat prin aceea că** materialul compozit carbon-carbon obținut are o densitate de 1,2...1,4 g/cm³, un coeficient de frecare de 0,25...0,4, o rezistență mecanică de 150...220 Mpa, un modul de elasticitate de 10...30 Gpa și rezistență la temperaturi ridicate de lucru.

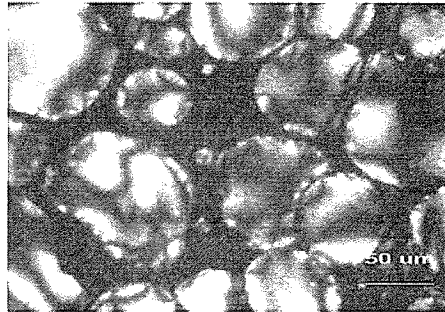


Fig. 1

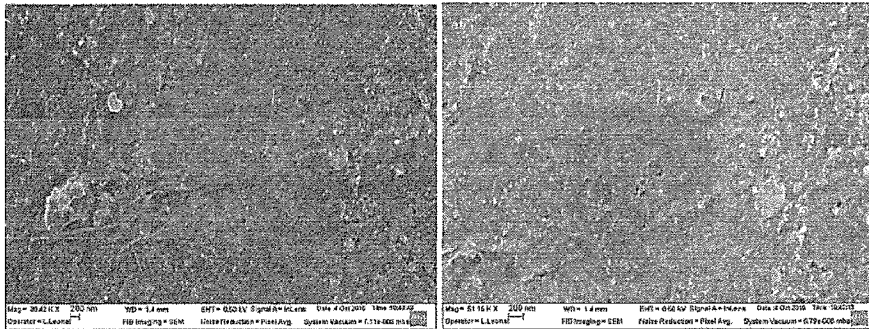


Fig. 2

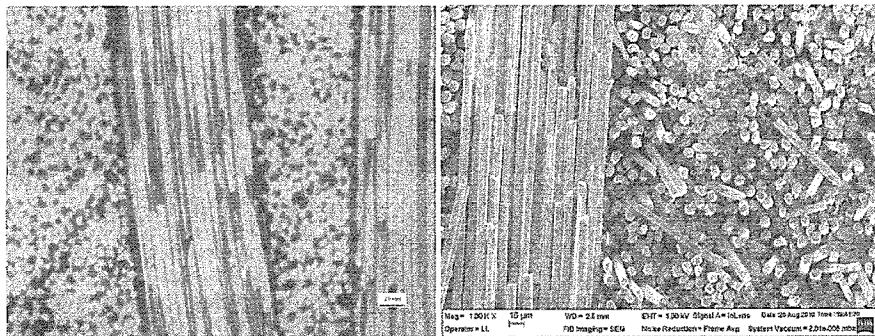


Fig. 3

