



(12)

## BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2011 00385**

(22) Data de depozit: **22/04/2011**

(45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: **28/07/2017** BOPI nr. **7/2017**

(41) Data publicării cererii:  
**29/03/2013** BOPI nr. **3/2013**

(73) Titular:  
• **INSTITUTUL NAȚIONAL DE  
CERCETARE-DEZVOLTARE PENTRU  
METALE NEFEROASE ȘI RARE - IMNR,  
BD.BIRUINȚEI NR.102, PANTELIMON, IF,  
RO**

(72) Inventatori:  
• **MITRICĂ DUMITRU, BD. 1 DECEMBRIE  
NR.30, BL.Z4, SC.6, PARTER, AP.66,  
SECTOR 3, BUCUREȘTI, B, RO;**

• **SOARE VASILE, BD.THEODOR PALLADY  
NR.29, BL.N3 - N3 A, SC.A, AP.9,  
SECTOR 3, BUCUREȘTI, B, RO;**  
• **CONSTANTIN IONUȚ, BD.BASARABIA  
NR.67, BL.A 16, SC.A, ET.3, AP.10,  
SECTOR 2, BUCUREȘTI, B, RO;**  
• **BURADA MARIAN, STR.STRAJA NR.3,  
BL.62 BIS, SC.2, AP.26, SECTOR 4,  
BUCUREȘTI, B, RO**

(56) Documente din stadiul tehnicii:  
**US 6343640 B1; US 4808372**

(54) **PROCEDEU DE OBTINERE *IN SITU* A MATERIALELOR  
COMPOZITE DE TIPUL AI-Si/AI, ȘI INSTALAȚIE  
EXPERIMENTALĂ**



# RO 128216 B1

1 Prezenta invenție se referă la un procedeu și o instalație de obținere a unor materiale  
2 compozite cu matrice metalică din aliaje de aluminiu ranforsate cu particule ceramice din nitrură  
3 de aluminiu, obținute printr-un proces *in situ*, desfășurat în mediu protector de atmosferă inertă,  
4 prin insuflarea de azot introdus în baie de aliaj aluminiu-siliciu și reacția directă între azot și  
5 aluminiu pentru formarea nitrurii de aluminiu.

6 Materialele compozite posedă un complex deosebit de proprietăți mecanice: rezistență  
7 la rupere, rigiditate, duritate și reziliență, stabilitate la temperaturi ridicate, în condițiile unei  
8 mase specifice reduse, cu aplicații atât în domenii de vârf (industria aerospațială, militară,  
9 electronică, etc.), cât și în industria civilă (industria constructoare de autovehicule, materiale  
10 sportive, energetică, etc.). Materialele compozite cu matrice metalică din aliaje de aluminiu ran-  
11 forsate cu particule ceramice prezintă costuri de producție relativ scăzute și proprietăți izotrope,  
12 în special în acele aplicații care nu necesită tensiuni extreme sau condiții termice deosebite.  
13 Cele mai utilizate ranforsări utilizate la obținerea de materiale compozite cu matrice din aliaje  
14 de aluminiu sunt carbura de siliciu și alumina. Prin înlocuirea acestora cu nitrura de aluminiu  
15 se îmbunătățește substanțial conductivitatea termică a compozitului (160...220 W/mK pentru  
16 AlN, față de 90 W/mK pentru SiC și 20 W/mK pentru Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), cu consecințe importante la  
17 utilizarea acestora în piese care necesită atât rezistență mecanică mare, cât și răcire rapidă  
(radiatoare, sisteme de frână, pompe, etc.).

18 Zona de interfață matrice/particulă este caracterizată de interacțiuni fizice sau chimice  
19 care influențează în mod direct forța de frecare interfazică și tensiunile termice, din cauza coefi-  
20 cientului de dilatare termică diferit al matricei și al ranforsării. Înțelegerea și controlul fenome-  
21 nelor de la interfață, care conduc la formarea și stabilitatea structurii compozitului, reprezintă  
22 factorul cheie în îmbunătățirea proprietăților termice, electrice și mecanice ale acestor materiale.  
23 Prin germinarea și creșterea *in situ* a particulelor de ranforsare, se obține o interfață matrice/  
24 particulă stabilă termodinamic și fără impurități, eliminând astfel defectele întâlnite la compo-  
25 zitele formate prin introducerea particulelor pre-sintetizate, și, deci, se prelungește considerabil  
26 rezistența la uzură a acestora.

27 Principalele metode utilizate în practică la obținerea materialelor compozite cu matrice  
28 din aliaje de aluminiu și inserții de particule sunt: procesarea în stare lichidă cu amestecare -  
29 metoda „Vortex”, unde particulele de nitruri pre-sintetizate și tratate superficial sunt amestecate,  
30 prin intermediul unui agitator mecanic, în baie de aliaj topit; procesarea în stare solidă prin  
31 metalurgia pulberilor, utilizând pulberi de metale sau aliaje și pulberi ceramice de ranforsare,  
32 amestecate și prelucrate prin presare, extrudare sau laminare la temperaturi înalte; co-depune-  
33 rea cu pulverizare a matricei lichide și a particulelor solide de ranforsare; infiltrarea sub presiune  
34 a matricei topite în pre-forma poroasă de AlN - „squeeze casting”; turnarea cu agitare accen-  
35 tuată din stare păstoasă - „campocasting”; și procesarea în stare de vapori - „spray deposition”,  
36 prin diferite metode de acoperire a componentelor de ranforsare cu straturi succesive.

37 Aceste procedee de obținere a materialelor compozite cu matrice metalică din aliaje de  
38 aluminiu Al-MMC prezintă o serie de dificultăți și dezavantaje, printre care: numărul mare de  
39 etape tehnologice pentru tratarea superficială a particulelor de ranforsare și consolidarea  
40 compozitului în cazul procesării prin metalurgia pulberilor; procesarea cu dispozitive de ames-  
41 tecare complicate, din materiale speciale, în matrice lichidă corozivă la temperaturi ridicate, rigu-  
42 ros controlate în fazele de amestecare și de solidificare, și utilizarea de ranforsări pre-sintetizate  
43 la metoda „Vortex”; numărul mare de operații și utilaje specifice, cu consumuri mari de energie;  
44 prețul crescut al componentelor de matrice sub formă de benzi table sau pulberi și al particulelor

# RO 128216 B1

de ranforsare tratate superficial; posibilitatea utilizării de particule de ranforsare cu dimensiuni minime limitate ( $\geq 20...40 \mu\text{m}$ ) care limitează caracteristicile fizico-mecanice ale compozitelor; realizarea de interfețe matrice-particule de ranforsare insuficient de aderente și distribuții neomogene ale particulelor de ranforsare în matrice, care limitează caracteristicile fizico-mecanice potențiale ale compozitelor, etc.

În stadiu experimental, de cercetare, se află diverse procedee *in situ* de obținere a compozitelor cu matrice din aliaje de aluminiu și inserții de particule ceramice de nitruri [1]. Astfel de procedee sunt: sinteza, prin reacție lichid-gaz, între topitura metalică (matrice) și azot sub presiune, la suprafața aliajului topit - „DIMOX”; turnarea gravitațională în preforma de ranforsare - „PRIMEX”; sinteza cu reacție în faza lichidă - „XD”; sinteza prin retopire și diluție - „RD”; sinteză prin reacție din fază solidă cu autopropagare - „SHS”; și sinteza în fază solidă prin laminare cu difuzie la temperaturi ridicate între straturi subțiri suprapuse. Aceste procedee au capacitatea de a obține materiale compozite cu procente mari de ranforsare, dar sunt caracterizate de costuri mari de producție datorită numărului ridicat de etape tehnologice și complexității instalațiilor de lucru. Metode cu aport mic de energie din exterior, XD și SHS, produc materiale cu un conținut ridicat de porozitate și impurități, ceea ce implică etape ulterioare de curățire, presare, și sinterizare. Procedeele de tipul PRIMEX și RD implică utilizarea de preforme pre-sintetizate prin procese cu etape multiple, care ridică mult costul final de producție.

Lucrări în domeniu [2, 3, 4] menționează date referitoare la desfășurarea procesului *in situ* de obținere a compozitelor aliaj Al/AlN prin insuflare de gaz reactiv, dar fără precizarea valorilor parametrilor procesului sau descrierea detaliată a configurației instalației utilizate.

Brevetul **US 6343640 B1** se referă la un procedeu de obținere a unui compozit din matrice metalică, ranforsat cu particule ceramice prin barbotarea unui gaz reactiv în topitura de aliaj matrice, procedeu care constă din încălzirea unui aliaj matrice la  $950...1300^\circ\text{C}$ , urmată de barbotarea timp de 1 h a gazului reactiv în topitură, colectarea compozitului format într-un creuzet poziționat sub creuzetul de reacție, și răcirea lentă în cuptor, barbotarea gazului reactiv se realizează printr-un tub ceramic imersat în topitură sau prin conectarea unei surse de gaz la partea inferioară a creuzetului, în ambele variante intrarea gazului în topitură se realizează prin intermediul unor orificii de 1 mm, iar barbotarea aliajului formează o spumă bogată în particule ceramice de ranforsare la suprafața creuzetului de reacție, particule care se formează prin reacția gazului barbotat cu unul din elementele metalice sau nemetalice conținute în topitură.

Se utilizează o gamă variată de aliaje matrice, conținând aluminiu, siliciu, magneziu, titan sau beriliu și gaze reactive de tipul diboran ( $\text{B}_2\text{H}_6$ ), metan ( $\text{CH}_4$ ), amoniac ( $\text{NH}_3$ ), apă ( $\text{H}_2\text{O}$ ), silan ( $\text{SiH}_4$ ) și tetraclorură de titan ( $\text{TiCl}_4$ ). De asemenea, gazul reactiv poate avea în componența sa siliciu sau metale tranziționale. O atenție deosebită a fost acordată obținerii de materiale compozite cu matrice din aliaj de Al-Si ranforsate cu particule de SiC, prin barbotare de metan ( $\text{CH}_4$ ) în topitură. Metanul se introduce în amestec cu argonul în proporție de 10% vol. Materialul compozit obținut conține 20...25% gr SiC, cu o dimensiune medie a particulelor de ranforsare de  $10 \mu\text{m}$ .

Din analiza microstructurilor prezentate în brevet, se observă o distribuție neomogenă a particulelor de SiC în matricea de aliaj, cu aglomerări pronunțate în vecinătatea formațiunilor de siliciu. De asemenea, spuma de material compozit prezintă porozitate ridicată și neomogenități structurale însemnate.

Brevetul **US 4808372** prezintă un procedeu *in situ* pentru obținerea unui compozit din material refractar dispersat într-o matrice metalică, prin reacția directă dintre topitura metalică și un gaz reactiv introdus în topitură. În mod similar cu brevetul **US 6343640 B1**, se menționează obținerea unei game largi de materiale compozite, plecând de la natura gazului reactiv

# RO 128216 B1

1 și compoziția matricei. Matricea poate fi orice tip de aliaj neferos, de exemplu aliaje pe bază de:  
2 aluminiu, cupru, nichel, beriliu sau magneziu. Compoziția matricei este alcătuită în așa fel încât  
3 să conțină elementul sau elementele care vor intra în reacție cu gazul reactiv pentru formarea  
4 ranforsării refractare. Elementele reactive trebuie să aibă o solubilitate ridicată în matricea de  
5 aliaj. Dintre acestea, se specifică tantal, niobiu, titan sau compuși ai acestora cu aluminiul. De  
6 asemenea, hidruri sau cloruri ale metalelor pot fi utilizate. Compoziția gazelor care intră în  
7 reacție depinde de compoziția dorită a produsului de reacție. Astfel, pentru obținerea de carburi  
8 se pot utiliza gaze cu un conținut ridicat de carbon (metan, etan, propan, butan, monoxid de  
9 carbon, dioxid de carbon, etc.), pentru obținerea de nitruri se pot utiliza orice gaze care conțin  
10 azot, iar pentru obținerea de ranforsări complexe se pot introduce amestecuri de gaze. Gazele  
11 reactive se pot dilua cu un gaz inert (argon) pentru a scădea pericolul de explozie în timpul  
12 reacției și pentru a crește eficiența procesului.

13 Instalația de lucru este descrisă în două variante, cu introducerea gazului prin inter-  
14 mediul unui tub ceramic imersat în topitură sau cu introducerea gazului printr-o duză, la partea  
15 inferioară a creuzetului. Se specifică imersarea tubului ceramic cât mai aproape de fundul  
16 creuzetului și se menționează barbotarea gazului reactiv la partea inferioară a tubului prevăzut  
17 cu o sită fină sau cu unul sau mai multe orificii de dimensiuni reduse. S-a obținut un material  
18 compozit cu matrice de aliaj de aluminiu ranforsat cu particule de carbură de tantal, prin  
19 amestecarea unor pulberi de aluminiu și tantal, într-un creuzet ceramic din alumină; încălzirea  
20 amestecului la 1200°C, în cuptor cu inducție în vid; barbotarea unui gaz reactiv (amestec de  
21 90% argon și 10% metan) prin intermediul unui tub din alumină, deschis la capătul inferior, cu  
22 un debit de 0,47 l/min, timp de 60 min; și răcirea rapidă a topiturii pentru reținerea omogenității  
23 compozitului în stare solidă. Se menționează obținerea unui material compozit ranforsat cu  
24 particule de carbură de tantal de dimensiuni cuprinse între 3 și 7 μm.

25 Problema tehnică propusă spre rezolvare de prezenta invenție constă în obținerea unui  
26 material compozit ranforsat cu particule de nitrură de aluminiu, cu o dimensiune redusă și  
27 dispersare uniformă a particulelor de nitrură, și un randament ridicat al procesului.

28 Procedeu propus pentru obținerea prin sinteză *in situ* a unui material compozit cu  
29 matrice din aliaje de aluminiu ce conține minimum 0,5% Mg, pentru înlăturarea chemosorbției  
30 oxigenului și creșterea cantității de AlN, și inserții de particule ceramice din nitrură de aluminiu  
31 de dimensiuni 1...5 μm, dispuse omogen, constă din topirea aliajului în cuptor electric vertical  
32 cu menținerea la 1100...1200°C pentru omogenizare, insuflarea azotului de puritate 99,999 vpm  
33 care se desfășoară timp de 10...12 h, la o rată de formare de 0,04 grame AlN/min, răcirea și  
34 apoi retopirea compozitului primar la 700...800°C, în atmosferă de Ar, la presiunea de  
35 1,5...2,5 mbar, cu menținerea timp de 5...10 min pentru omogenizare și turnarea compozitului  
36 în forma de turnare.

37 Materiile prime utilizate pentru obținerea materialului compozit AlSi6...7/10...12 AlN<sub>particule</sub>  
38 sunt: aluminiu primar, siliciu primar, magneziu primar și azot purificat (99,9999 vpm). Aliajul  
39 precursor AlSi6...7Mg0,7...1, care conține magneziul sub formă de element tensioactiv con-  
40 sumabil, se elaborează separat. Se introduce cantitatea de aliaj solid în creuzetul reactorului,  
41 se topește în atmosferă de Ar și se aduce la temperatura de 1100...1200°C. Se insuflă ame-  
42 stecul de gaz reactiv purificat, preîncălzit, cu un debit corespunzător, și o durată stabilită în raport  
43 cu cinetica procesului, pentru asigurarea desfășurării procesului la parametrii optimi și pentru  
44 formarea particulelor de AlN de mărimea și cantitatea necesară.

45 De exemplu, pentru obținerea materialelor compozite de tipul AlSi6...7/10...12 AlN<sub>particule</sub>,  
46 matricea metalică lichidă din aliaj de aluminiu se barbotează, la temperaturi de 1100...1200°C,  
47 cu N<sub>2</sub> gazos; reacția directă, de tip gaz-lichid, are loc între azotul molecular și aluminiu.  
Germinarea și creșterea *in situ* a particulelor de AlN produce ranforsări de dimensiuni reduse

# RO 128216 B1

(1...5  $\mu\text{m}$ ), stabile termodinamic și dispersate uniform în masa de aliaj topit. Prin retopire și turnare-solidificare, se obține un material compozit aliaj de aluminiu/nitrură de aluminiu particule sub formă de semifabricat turnat. 1  
3

Procedeele, conform invenției, înlătură unele din dezavantajele procedeelelor cunoscute prin aceea că: prin barbotarea matricei lichide de aliaj de aluminiu AlSi cu azot, la temperaturi de 1100...1200°C, are loc o reacția chimică de formare a nitrurii de aluminiu, sub formă de particule de ranforsare, de dimensiuni reduse (1...5  $\mu\text{m}$ ), stabile termodinamic și dispersate uniform în masa de aliaj topit; după solidificare, interfața matrice-particulă prezintă omogenitate, umectare superioară, tensiuni superficiale minime, fără a fi necesare tratamente superficiale de acoperiri prealabile ale materialelor de ranforsare, ca în cazul altor procedee de obținere a compozitelor. Prin introducerea în aliajul de matrice a unei cantități procentuale de 0,7...1% g Mg, se suprimă chemosorbția oxigenului remanent din gazul reactiv și se îmbunătățește randamentul procesului. Siliciul tensioactiv prezent în aliajul de aluminiu crește viteza de chemosorbție a azotului la interfața gaz/topitură prin reducerea energiei de activare a acesteia. Aceste avantaje îmbunătățesc proprietățile mecanice ale materialului obținut, consumul energetic al procesului și, implicit, costul produsului final. 5  
7  
9  
11  
13  
15

Instalația propusă pentru obținerea prin sinteză *in situ* a unui material compozit cu matrice din aliaje de aluminiu și inserții de particule ceramice AlN este compusă dintr-un cuptor electric vertical, un reactor închis etanș, construit din oțel refractar, și o instalație de alimentare cu gaze. 17  
19

Invenția prezintă următoarele avantaje economice și tehnologice generale: se utilizează materii prime uzuale și ieftine, aliaje de matrice în stare turnată, în loc de semifabricate deformate sau sub formă de pulberi; se elimină necesitatea tratamentelor superficiale de acoperiri cu straturi subțiri de elemente care asigură umectabilitatea în fază lichidă și aderența cu matricea în fază solidă, și care sunt complicate și costisitoare; procedeul implică un număr mic de operații, cu durate reduse și cu consumuri energetice scăzute; permite obținerea de materiale compozite cu o distribuție omogenă a particulelor de ranforsare ceramice în matricea metalică; se obține o stabilitate înaltă a îmbinării matrice-ranforsare, datorită interfeței formate *in situ*, permisă a unor caracteristici fizico-mecanice înalte. 21  
23  
25  
27  
29

În cele ce urmează, este prezentat un exemplu de realizare a invenției, în legătură și cu fig. 1 și 2 care reprezintă: 31

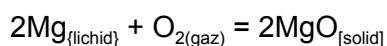
- fig. 1, secțiune a instalației utilizate pentru realizarea procedeeului conform invenției;
- fig. 2, secțiunea A-A prin instalație. 33

Procedeul de obținere a compozitelor de aliaje de aluminiu Al-Si/AlN<sub>p</sub>, conform invenției, are ca fundament procesul chimic de reacție între azotul molecular și aluminiul din aliajul lichid. 35



Reacția chimică este posibilă termodinamic la temperaturi de 1100...1200°C. 37

Datorită vitezei ridicate de chemosorbție a oxigenului în topitură, gazul reactiv intrat în sistem prezintă o puritate avansată. Adaosul de magneziu în topitură scade tensiunea superficială gaz/lichid și reacționează energic cu oxigenul remanent din bula de gaz, eliminându-l astfel din proces. 39  
41



Procedeul, conform invenției, constă în barbotarea matricei lichide de aliaj de aluminiu AlSi cu azot, la temperaturi de 1100...1200°C, unde are loc o reacția chimică de formare a nitrurii de aluminiu, sub formă de particule de ranforsare, de dimensiuni reduse (1...5  $\mu\text{m}$ ), stabile termodinamic și dispersate uniform în masa de aliaj topit; după solidificare, interfața matrice-particulă prezintă omogenitate, umectare superioară, tensiuni superficiale minime, fără a fi necesare tratamente superficiale de acoperiri prealabile ale materialelor de ranforsare, ca 43  
45  
47

# RO 128216 B1

1 în cazul altor procedee de obținere a compozitelor. Se introduce în aliajul de matrice o cantitate  
procentuală de 0,7...1% g Mg, care suprimă chemosorbția oxigenului remanent din gazul reactiv  
3 și îmbunătățește randamentul procesului. Siliciul tensioactiv prezent în aliajul de aluminiu crește  
viteza de chemosorbție a azotului la interfața gaz/topitură, prin reducerea energiei de activare  
5 a acesteia. Astfel se îmbunătățesc proprietățile mecanice ale materialului obținut, consumul  
energetic al procesului și, implicit, costul produsului final.

7 Instalația, conform invenției, are în componență un reactor care este compus din corpul  
1 al reactorului, capacul 2 al reactorului, tubul 3 de insuflare a gazului reactiv, și creuzetul 4 de  
9 reacție. Corpul 1 al reactorului, construit din oțel refractar, este prevăzut cu o flanșă pentru  
cuplarea capacului și mânere de manipulare la partea superioară. Capacul 2 al reactorului este  
11 prevăzut cu o cameră interioară 5 de răcire cu apă; o flanșă de fixare pe corp; țevi racord 6 și  
7 pentru circulația apei de răcire, țevi racord 8 pentru introducerea gazului de protecție Ar, și  
13 țevi 9 pentru evacuarea gazelor din incintă; mânere pentru manipulare și fixare; dispozitiv de  
ridicare/coborâre a tubului de insuflare cu gaz reactiv; vizor de observare a procesului 10; pre-  
15 cum și un adaptor 11 pentru termocuplu. Tubul 3 de insuflare a gazului reactiv este reprezentat  
de un tub din grafit dens, racordat la o țevă 12 din oțel refractar, cu trecere filetată prin capacul  
17 reactorului. Creuzetul 4 este confecționat din grafit dens, cu un raport înălțime/ diametru de 2,5,  
care permite un timp de contact gaz reactiv-topitură suficient de lung. Lungimea tubului 3 de  
19 insuflare a gazului reactiv, azot ( $N_2$ ), este suficient de mare pentru a da posibilitatea gazului de  
a ajunge în timpul cel mai scurt la temperatura de reacție, un randament maxim de utilizare a  
21 gazului reactiv cu obținerea de particule de ranforsare de AlN, germinate *in situ*, cu dimensiuni  
de 1...5  $\mu m$ , distribuite uniform în topitura de aliaj. Instalația de alimentare cu gaze este com-  
23 pusă din: butelia de argon necesară atmosferei inerte din reactor, butelia de azot necesară ali-  
mentării cu gaz reactiv, echipamentul de filtrare a gazului reactiv - la 99,9999 vpm, reductoare,  
25 debitmetre, racorduri de circulație a gazelor, nereprezentate.

Se oferă, în continuare, un exemplu de aplicare a procedurii:

27 Pentru obținerea unei șarje de 300 g material compozit  $AlSi_7/10\%AlN_p$ , se introduce  
o cantitate de 314 g aliaj precursor  $AlSi_6...7\%Mg_0,9...1\%$  (conține Al în exces pentru formarea  
29 de AlN, magneziul necesar îmbunătățirii cineticii procesului, și pierderi de material 7%), elaborat  
în prealabil, plasat în creuzetul de grafit, în interiorul reactorului. La calculul cantității de șarjă  
31 necesare se adaugă pierderi de material inerente, datorate procesului și instalației (în cazul de  
față, 7%). Se încălzește șarja până la temperatura de proces de 1200°C, sub atmosferă de  
33 argon, și se menține 25 min pentru omogenizare. Se începe procesul de barbotare cu gaz  
reactiv la un debit de 0,4 l/min sub atmosferă protectoare de argon. După 12 h, se oprește  
35 barbotarea topiturii și se răcește șarja de material compozit primar obținut, în camera de  
topire-reacție, sub atmosferă protectoare de argon. Se obține astfel o viteză de formare de  
37 0,04 g AlN/min. Materialul compozit primar obținut se retopește în cuptor electric cu inducție  
pentru omogenizare, în atmosferă de argon la presiunea de 1,5...2,5 mbar, la temperatura de  
39 700...800 °C, se menține topitura o durată de 5...10 min, și se toarnă în formă de turnare, sub  
atmosfera de Ar.

41 Se obține un material compozit cu matricea din aliaj de aluminiu  $AlSi_7$ , ranforsat cu  
10% gr particule de AlN, cu dimensiuni de particule de 1...5  $\mu m$ , sub formă de semifabricat  
43 turnat.

# RO 128216 B1

Bibliografie	1
1. C. Cup, Y. Shen and F. Meng, „Review on fabrication methods of <i>in situ</i> metal matrix composites”, Journal of Mater. Sc. and Eng. vol. 16 no.6 (2000) pp. 619-626.	3
2. Q. Zheng, dizertație: “Manufacturing of Al composites reinforced with SiC and AlN”, University of Alabama, Tuscaloosa, USA.	5
3. Q. Zheng, R. G. Reddy: „Kinetics of <i>in situ</i> formation of AlN in Al alloy melts by bubbling ammonia gas”, Metallurgical and Materials Transactions B" vol. 34B, (2003), pag. 793.	7
4. Q. Zheng, R. G. Reddy, „Mechanism of <i>in situ</i> formation of AlN in al melt using nitrogen gas, Journal of Materials Science”, vol. 39 (2004) 141-149.	9

# RO 128216 B1

## Revendicări

1

3

5

7

9

11

13

15

1. Procedeu de obținere a unui material compozit, cu matrice metalică din aliaj de aluminiu ranforsat cu particule ceramice din nitrură de aluminiu, obținut printr-un proces *in situ*, desfășurat în mediu protector de atmosferă inertă, prin insuflarea de azot în baia de aliaj de aluminiu, cu reacția directă între azot și aluminiu pentru formarea nitrurii de aluminiu, **caracterizat prin aceea că**, pentru obținerea compozitelor cu matrice din aliaje de aluminiu-siliciu și particule de ranforsare de AlN de dimensiuni mici (1...5 μm), dispuse omogen, se topește aliajul solid în atmosferă de Ar și se aduce la temperatura de 1100...1200°C, unde matricea de aliaj lichid conține minimum 0,5% Mg pentru înlăturarea chemosorbției oxigenului și creșterea cantității de AlN și, implicit, a randamentului procesului, se insuflă azot de puritate 99,999 vpm care se desfășoară timp de 10...12 h, la o rată de formare de 0,04 g AlN/min, se răcește șarja și apoi se retopește compozitului primar la 700...800°C, în atmosferă de Ar, la presiunea de 1,5...2,5 mbar, cu menținerea timp de 5...10 min pentru omogenizare, urmată de turnarea compozitului în forma de turnare.

17

19

21

23

2. Instalație de obținere a unui material compozit cu matrice din aliaje de aluminiu, ranforsată cu particule ceramice din nitruri prin proces *in situ*, constituită dintr-un reactor închis etanș, în care este dispus un creuzet din grafit și un tub de insuflare a gazului reactiv în topitură, **caracterizată prin aceea că**, se închide etanș corpul (1) reactorului cu un capac (2), răcit cu apă și prevăzut cu o cameră interioară (5) și niște racorduri (6, 7) pentru circulația apei de răcire, admisia gazului de protecție și evacuarea gazelor din incintă realizându-se prin niște racorduri (8, 9), creuzetul (4) de grafit dens având un raport înălțime/diametru de 2,5 care permite un timp de contact gaz reactiv-topitură mare și un randament ridicat al procesului de sinteză a materialului compozit.



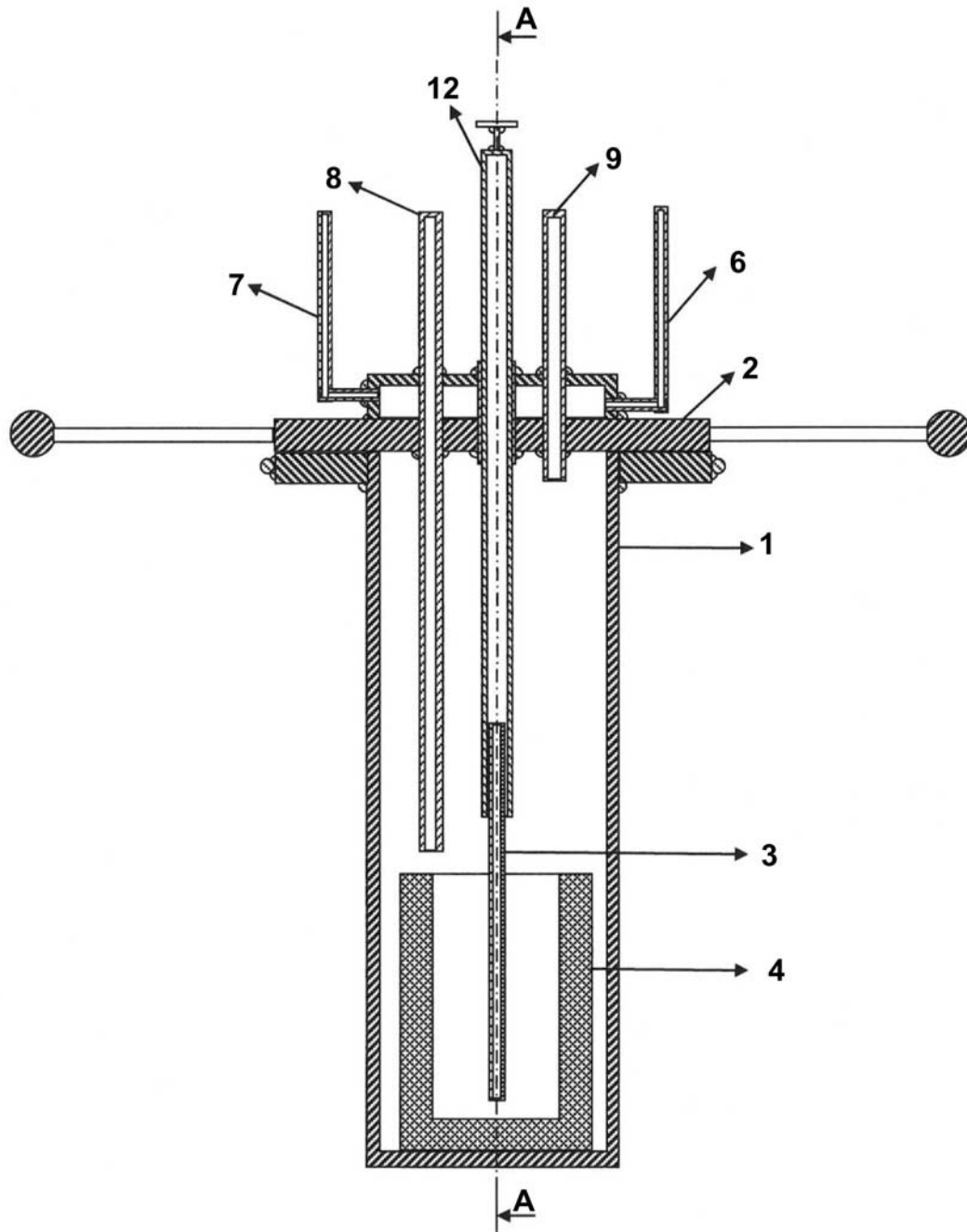


Fig. 1

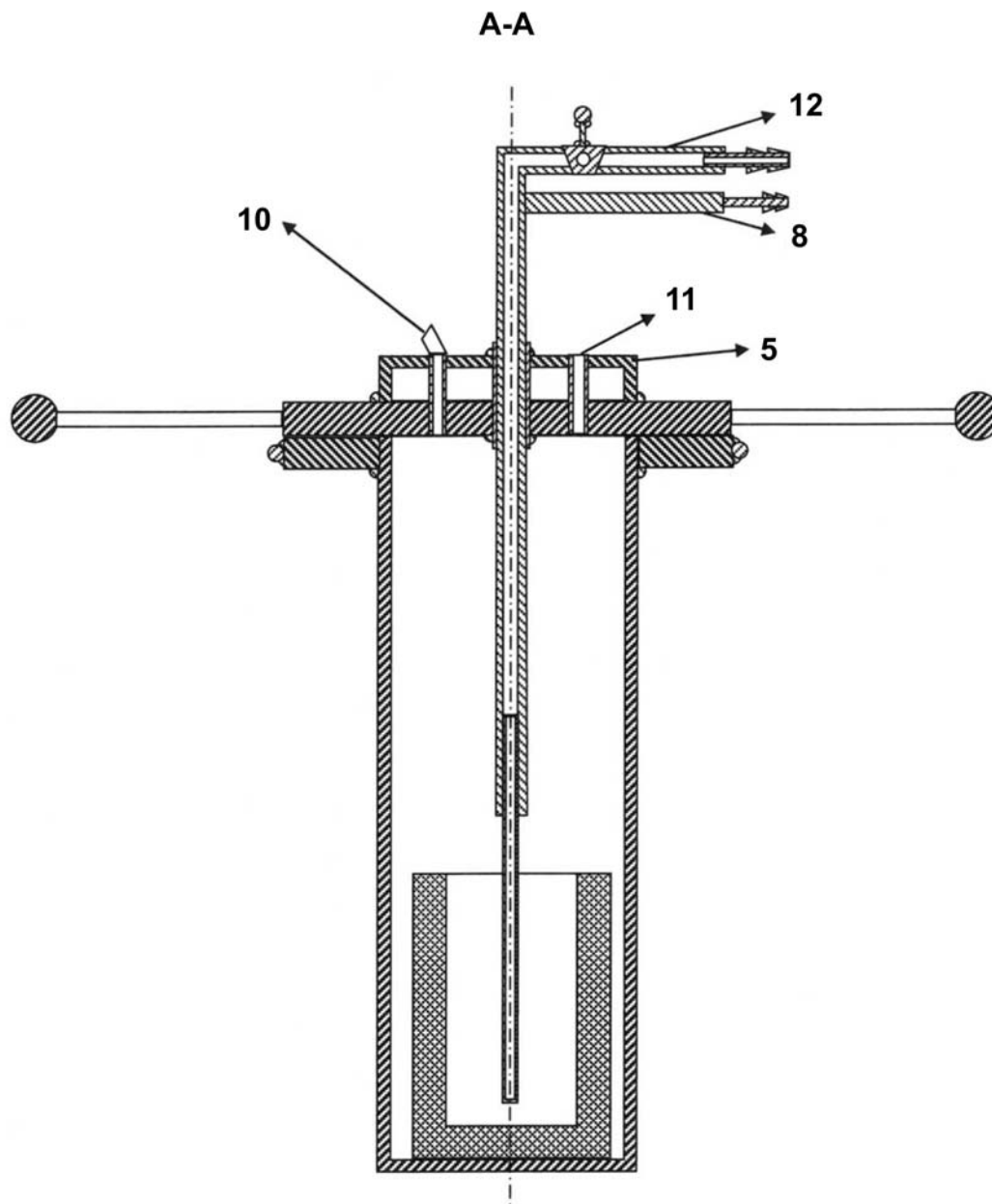


Fig. 2

