



(12)

BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2011 00711**

(22) Data de depozit: **20/07/2011**

(45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: **30/08/2017** BOPI nr. **8/2017**

(41) Data publicării cererii:
30/04/2013 BOPI nr. **4/2013**

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

(72) Inventatori:
• **TSAKIRIS VIOLETA,
ȘOS.NICOLAE TITULESCU NR.18, BL.23,
SC.B, ET.4, AP.66, SECTOR 1,
BUCUREȘTI, B, RO;**
• **ENESCU ELENA, DRUMUL TABEREI
NR.64, BL.F 4, SC.5, ET.1, AP.80,
SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO;**

• **LUCACI MARIANA, BD.DINICU GOLESCU
NR.39, BL.5, SC.2, ET.5, AP.54, SECTOR 1,
BUCUREȘTI, B, RO;**
• **ALECU GEORGETA, STR. TOHANI NR. 1,
BL. 29, SC. C, ET. 5, AP. 109, SECTOR 4,
BUCUREȘTI, B, RO;**
• **ALBU FLORENTINA,
DRUMUL GURA SIRIULUI NR. 65A, SC. 1,
AP. 1, SECTOR 3, BUCUREȘTI, B, RO;**
• **LUNGU MAGDALENA VALENTINA,
BD. IULIU MANIU NR. 65, BL. 7P, SC. 7,
ET. 2, AP. 211, SECTOR 6, BUCUREȘTI, B,
RO;**
• **GRIGORE FLORENTINA,
STR.PĂTULULUI NR.6, BL.5, SC.1, AP.43,
SECTOR 3, BUCUREȘTI, B, RO**

(56) Documente din stadiul tehnicii:
GB 2288189 A; GB 2275008

(54) **PROCEDEU DE OBTINERE A UNUI MATERIAL COMPOZIT
PE BAZĂ DE ALUMINIU CU NANOPARTICULE DE ALUMINĂ**



RO 128299 B1

1 Invenția de față se referă la un procedeu de obținere a unui material compozit pe
bază de aluminiu cu nanoparticule de alumină, utilizat pentru componente destinate
3 industriilor auto, aerospațială și de agrement.

 Sunt cunoscute procedee de obținere a diferitelor tipuri de compozite metalice, pe
5 bază de aliaje de aluminiu, atât prin procesarea în fază lichidă, prin topire-turnare, cât și prin
procesare în fază solidă, prin metoda specifică metalurgiei pulberilor (MP). Proprietățile fizice
7 și mecanice ale compozitelor pe bază de aluminiu, obținute prin topire-turnare, sunt depen-
dente de gradul de dispersie a materialelor de ranforsare în matricea de aluminiu, și de trata-
9 mentele termice, de punere în soluție a elementelor de aliere, detensionare și îmbătrânire
artificială sau naturală. Dezavantajele acestor procedee de obținere a materialelor compo-
11 zite, procesate în faza lichidă, sunt temperatura de topire ridicată, reacții nedorite la interfața
între matrice și materialul de ranforsare, efecte de segregare și formare de faze interme-
13 talice, durata și complexitatea tratamentului termic [1, 2]. Comparativ cu procesarea în stare
lichidă, metoda MP constituie o alternativă serioasă pentru producerea componentelor struc-
15 turale pe bază de aluminiu, înlocuindu-se un număr mare de componente pe bază de fier,
din industria auto [3]. Proprietățile mecanice ale materialelor compozite obținute prin MP pot
17 fi îmbunătățite prin descreșterea mărimii particulelor ceramice și/sau granulației matricei de
aluminiu, de la nivel micrometric la nivel nanometric [4]. Mărimea particulelor ceramice la
19 materialele compozite pe bază de aluminiu, de ordin micronic (de la câțiva microni până la
câteva sute de microni), determină susceptibilitatea la fisurare în timpul solicitării mecanice,
21 conducând la rupere prematură și la ductilitate scăzută. Din acest motiv, descreșterea
mărimii particulelor de ranforsare ceramice conduce la îmbunătățiri substanțiale ale proprie-
23 tăților mecanice, cum ar fi îmbunătățirea rezistenței mecanice și ductilității.

 Se mai cunoaște, din documentul **GB 2288189 A**, o metodă de producere a unui
25 compozit ceramic metalic cu matrice armată, care cuprinde etapele de dispersare a unei faze
ceramice (de diborură de titan) într-o folie de aluminiu sau din aliaj de aluminiu lichid, ames-
27 tecarea fazei ceramice cu criolit sau o altă pulbere flux de fluorură, și topirea amestecului
împreună cu faza din aliajul de aluminiu sau aluminiu, la o temperatură cuprinsă între 700
29 și 1000°C.

 O altă metodă de fabricare a unui compozit cu matrice metalică va cuprinde operațiile
31 de producere a topiturii primare ce conține un material granulat de ranforsare dintr-un mate-
rial cu matrice metalică, menținând topiturii o temperatură constantă pentru o perioadă de
33 timp suficientă pentru a permite procentul de volum optim al materialului granular în volumul
stabilit care trebuie atins, și îndepărtarea particulelor materialului de rigidizare din porțiunea
35 sărăcită a topiturii. Perioada optimă este determinată printr-un experiment de calibrare ante-
rioară. Materialul cu matrice metalică este preferabil un aliaj de aluminiu/siliciu, și materialul
37 de armare este de preferință carbură de siliciu cu o dimensiune a particulelor în intervalul
15...25 μm. Procentul volumului de material de armare este în mod corespunzător mai mic
39 de 20%, fiind cunoscut din documentul **GB 2275008**.

 Problema tehnică pe care o rezolvă invenția este realizarea unui material compozit
41 pe bază de aluminiu, ranforsat cu nanoparticule ceramice de alumină, 60 nm, utilizat în
industriile auto, aerospațială și de agrement.

 Procedeu de obținere a unui material compozit pe bază de aluminiu cu nanoparticule
43 de alumină, conform invenției, se realizează prin presarea, sinterizarea și extrudarea unui
amestec de pulberi de aluminiu de puritate 99,4%, ranforsat cu 2% vol nanoparticule cera-
45 mice de alumină (50...60 nm), înlătură dezavantajele menționate prin aceea că va cuprinde
următoarele etape: măcinare mecanică a pulberii de aluminiu pur timp de 22 h, în atmosferă
47 controlată de argon, amestecarea componentelor metalice (aluminiu pur) și ceramice

RO 128299 B1

(alumină), măcinarea mecanică a componentelor metalice și ceramice timp de 5 h, în atmosferă controlată de argon, presarea cu o presiune specifică de 5 tf/cm ² a amestecului rezultat, tratarea termică, timp de 10 h, a semifabricatelor cilindrice presate până la temperatura de 620°C, cu menținere pe palier timp de 1 h la această temperatură, și răcire lentă în cuptor până la 20...30°C, în atmosferă de argon, tratare termică de omogenizare în aer, timp de 30 min, la temperatura de 450°C, extrudarea directă la cald la o temperatură de 200 ± 10°C a semifabricatelor cilindrice presate, sinterizate și omogenizate; materialul compozit prezintă densitate (ρ) de 2,700...2,715 g/cm ³ , rezistență mecanică la rupere (R_m) de 360...375 MPa și alungire (A) de 27...30%.	1 3 5 7 9
Prin aplicarea procedurii conform invenției se obțin următoarele avantaje:	
- procedeu de obținere simplificat;	11
- materialul compozit obținut conform procedurii prezintă matrice metalică de aluminiu de puritate 99,4%, durificată cu o fracție volumică mică (2% vol) de nanoparticule ceramice de alumină, și are caracteristici mecanice superioare aliajului de aluminiu, marca 6061, aliaj durificabil prin precipitare, ce conține, ca elemente majoritare, magneziu (0,8...1,2% g) și siliciu (0,40...0,8% g), și care necesită tratamente termice complexe de punere în soluție, detensionare și îmbătrânire naturală sau artificială;	13 15 17
- materialul compozit, obținut conform procedurii, oferă avantajele economiei de material, prin obținerea formei și dimensiunilor dorite, eliminându-se pierderile de material prin prelucrările mecanice inerente compozitelor obținute prin celelalte metode;	19
- materialul compozit, obținut conform procedurii, oferă avantajele economiei de energie datorită presiunii de compactare și temperaturii de tratament termic scăzute;	21
- materialul compozit, obținut conform procedurii, prezintă avantajul unor proprietăți de rezistență mecanică și alungire ridicate, datorită: 1. utilizării dimensiunii nano (60 nm) a pulberilor ceramice de alumină ca material de ranforsare; 2. transformării morfologice, prin măcinare mecanică, a matricei constituită din pulberi de aluminiu sub formă de cristale sferice, cu tendința de alungire și fracție granulometrică de 45...71 μ m, în particule puternic aplatizate, cu dimensiune variabilă, cuprinsă în intervalul 10...150 μ m; 3. dispersiei uniforme a nanoparticulelor de alumină în matricea de aluminiu, și o bună joncțiune la interfața particulă/matrice, ceea ce conduce și la îmbunătățirea nivelului de reproductibilitate al proprietăților;	23 25 27 29
- utilizarea ca material ceramic de ranforsare a aluminei prezintă avantajele reactivității foarte mici și prețului relativ scăzut.	31
Se dă în continuare un exemplu de realizare a invenției în legătură cu fig. 1...5, ce reprezintă:	33
- fig. 1, etapele fluxului tehnologic pentru obținerea materialelor metalice compozite, din sistemul Al 2% vol Al ₂ O ₃ , prin metoda metalurgiei pulberilor;	35
- fig. 2, aspectul morfologic al pulberilor de aluminiu înainte de măcinare mecanică;	37
- fig. 3, aspectul morfologic al pulberilor de aluminiu după măcinare mecanică;	
- fig. 4, aspectul morfologic al particulelor de pulberi compozite Al 2% vol Al ₂ O ₃ , după 5 h de măcinare mecanică, 250x;	39
- fig. 5, aspectul microstructural al materialului metalic compozit Al 2% vol Al ₂ O ₃ , în secțiune transversală, în stare atacată cu 0,5% HF, timp de 10 s, 200x.	41
Conform procedurii din invenție, se obține un material compozit ce prezintă caracteristici mecanice comparabile aliajelor de aluminiu, durificabile prin precipitare în urma tratamentelor termice și extrudării [5, 6].	43 45
Conform procedurii, se obține un material compozit ce prezintă următoarele caracteristici superioare față de aliajele de aluminiu, durificabile prin precipitare, prin tratamente termice [6]:	47
- rezistența mecanică la rupere R_m în stare recoaptă O, tratată termic pentru punere în soluție și îmbătrânire naturală T4 sau artificială T6;	49
- limita de curgere $R_{p0,2}$ în stare recoaptă O, tratată termic pentru punere în soluție și îmbătrânire naturală T4;	51

RO 128299 B1

1 - alungire A, în stare tratată termic, pentru punere în soluție și îmbătrânire naturală
T4 sau artificială T6.

3 Conform procedurii, materialul compozit prezintă următoarele caracteristici superioare față de aliajele durificabile prin tratament termic și extrudate [5]:

- 5 - rezistența mecanică la rupere R_m în stare tratată termic și îmbătrânire artificială;
- alungire A, în stare tratată termic și îmbătrânire artificială.

7 Procedul conform invenției cuprinde următoarele etape: măcinarea mecanică a pulberii de aluminiu de puritate 99,4%, timp de 22 h, în atmosferă controlată de argon, amestecarea componentelor pulverulente, metalice (aluminiu) și ceramice (alumină), măcinarea mecanică a acestora, timp de 5 h, în atmosferă controlată de argon, presarea cu o presiune specifică de 5 tf/cm² a amestecului rezultat, tratarea termică timp de 10 h, cu menținere pe palier timp de 1 h, la temperatura de 620°C, a semifabricatelor cilindrice presate, urmată de răcire lentă în cuptor, până la 20...30°C, în atmosferă de argon. Etapa finală constă în tratarea termică, de omogenizare în aer, a semifabricatelor cilindrice presate și sinterizate, timp de 30 min, la temperatura de 450°C, și extrudarea directă la cald, la temperatura de 200 ± 10°C.

15 Etapele principale, de obținere a materialelor compozite conform invenției, sunt prezentate în fig. 1.

17 Pentru obținerea amestecurilor de pulberi din sistemul Al 2% vol Al₂O₃, se utilizează următoarele materii prime:

19 - pulbere de Al, cu rol de matrice cu compoziția chimică: 0,53% Fe, 0,013% Cu, 0,016% Zn, 0,00018% Mg, 0,0055% Mn, rest Al; fracție granulometrică 45...71 μm; forma particulelor: cristale sferice cu tendința de alungire, arătând caracteristici de suprafață specific pulberilor obținute prin pulverizare în gaz; densitate de 2,7 g/cm³ la 20°C; suprafața specifică: 0,35 m²/g; temperatura de topire: 660°C;

25 - pulbere de Al₂O₃ - faza α, cu rol de element de ranforsare: 99%, fracție nanometrică de 60 nm, forma particulelor: lamelară; densitate de 3,97 g/cm³ la 20°C; suprafața specifică: 1,49 m²/g; temperatura de topire: 2045°C;

27 - pulbere de acid stearic, cu rol de agent de măcinare: 98%, fracții granulometrice fine: 20...45 μm; forma particulelor: neregulată; densitate de 0,9408 g/cm³ la 20°C; temperatura de topire: 69...71°C.

31 Pentru elaborarea matricei de aluminiu și a materialului compozit Al 2% vol Al₂O₃, se utilizează următorii parametri tehnologici, conform tabelului 1, care conține parametri tehnologici utilizați în etapa de măcinare mecanică, pentru elaborarea matricei de aluminiu și a materialului compozit Al 2% vol Al₂O₃.

Tabelul 1

37	Elaborarea matricei de Al	Elaborarea materialului compozit Al 2% vol Al ₂ O ₃
39	- masă amestec total de pulbere: 87,4154 g; - masă pulbere Al: 86,1237 g; - masă acid stearic: 1,2917 g.	- masă amestec total de pulbere: 90 g; - masă pulbere Al: 86,1237 g; - masă pulbere de Al ₂ O ₃ : 2,5843 g.
41	- mediul de măcinare: bile din oțel austenitic durificat, de dimensiuni diferite: 19 mm, 14 mm, 10 mm și 5 mm;	- masă acid stearic: 1,2917 g;
43	- masă mediu de măcinare: 900 g;	- raport bile/pulbere: 10:1;
45	- capacitate incintă moară: 500 ml;	- mediul de măcinare: bile din oțel austenitic durificat, de dimensiuni diferite: 19 mm, 14 mm, 10 mm și 5 mm;
47	- viteza de măcinare: 250 rot/min cu 1 min pauză la fiecare 15 min, și cu schimbarea sensului de rotație;	- masă mediu de măcinare: 900 g;
49	- timp de măcinare matrice (Al + acid stearic): 22 h;	- capacitate incintă moară: 500 ml;
51	- masă agent de măcinare uscat (acid stearic): 1,4...1,5% g;	- viteza de măcinare: 250 rot/min cu 1 min pauză la fiecare 15 min, și cu schimbarea sensului de rotație;
	- atmosfera de măcinare: argon.	- timp de măcinare material compozit Al 2% vol. Al ₂ O ₃ : 4...6 h;
		- atmosfera de măcinare: argon.

Elaborarea matricei de aluminiu, conform tabelului 1, conduce la obținerea de particule cu morfologie neregulată și dimensiune variabilă de 10...150 μm, puternic aplatizate (fig. 3). Elaborarea materialului compozit, conform tabelului 1, conduce la obținerea de particule cu granulație uniformă de 30...40 μm (fig. 4), stabilindu-se un echilibru între procesele de deformare plastică repetată, sudare la rece și fragmentare, induse prin măcinare mecanică. Presarea amestecurilor de pulberi din sistemul Al 2% vol Al₂O₃ în semifabricate cilindrice se realizează la o presiune specifică de presare de 5 tf/cm², urmată de un tratament termic de sinterizare la temperatura de 620 ± 5°C, cu o viteză de maximum 5°C/min, menținere 1 h în atmosferă de argon, și răcire cu cuptorul în atmosferă de argon. Compactele cilindrice sinterizate se omogenizează în aer, la 450 ± 5°C, timp de 30 min, și se deformează plastic la cald, prin extrudare directă la temperatura de 220 ± 5°C și grad de deformare de 78%. Materialul compozit extrudat, conform invenției, prezintă structură omogenă și grad ridicat de compactitate (porozitate remanentă sub 0,5%) (fig. 5).

Caracteristicile fizice și mecanice ale materialului compozit Al 2% vol Al₂O₃, conform invenției, sunt prezentate în tabelul 2, comparativ cu aliaje de aluminiu destinate componentelor din industriile auto, aerospațială și de agrement.

Tabelul 2

Caracteristici fizice și mecanice pentru materialul compozit Al 2% vol Al₂O₃

Material	ρ [g/cm ³]	R _m [MPa]	R _{p0,2} [MPa]	A [%]
6061-O ¹	2,70	125	55	30
6061-T4 ²	2,70	207	110	16
6061-T6 ³	2,70	290	241	8
SF Alcoa, T6S9;T6S10 ⁴	2,70	241	206	8
SF Alcoa T6S2; T6S15 ⁵	2,70	262	241	8
Material compozit Al 2% vol Al ₂ O ₃	2,712	370,62	123,33	29,62

¹ - recopt [6],

² - tratat termic pentru punere în soluție și îmbătrânit natural [6];

³ - tratat termic pentru punere în soluție și îmbătrânit artificial [6];

^{4,5} - aliaje 6061 tratate termic și îmbătrânite artificial - Standard de Firmă ALCOA [5]

Materialul compozit, conform invenției, prezintă densitate (ρ) de 2,700...2,715 g/cm³, rezistență mecanică la rupere (R_m) de 360...375 MPa și alungire (A) de 27...30%.

Bibliografie

[1] Salvo, L., L'Esperance, G., Suery, M., Legoux, J. G., *Interfacial reactions and age hardening in Al-Mg-Si metal matrix composites reinforced with SiC particles*, Materials Science and Engineering A, Vol. 177, pp. 173-183, 1994.

[2] Akhlaghi, F., Lajevardi, A., Maghanaki, H. M., *Effects of casting temperature on the microstructure and wear resistance of compocast A 356/SiCp composites: a comparison between SS and SL routes*, Journal of Materials Processing Technology, Vol. 155-156, pp. 1874-1880, 2004.

RO 128299 B1

- 1 [3] G. Popescu, P. Moldovan - Cap. 28, *Tratat de Știința și Ingineria Materialelor*
2 *Metalice*, vol 3 - Metale. Aliaje. Materiale Speciale. Materiale Compozite, Editura AGIR, p.
3 1636, București, 2009.
- 4 [4] Sie Chin Tjong, *Novel Nanoparticle-Reinforced Metal Matrix composites with*
5 *Enhanced Mechanical Properties*, *Advanced Engineering Materials*, 2007, 9, No 8, pp. 639-
6 652;
- 7 [5] http://www.galcit.caltech.edu/~tongc/html/data/elastic/Extruded_Alloy_6061.pdf
8 Standard de firma "ALLOY 606", Alcoa Distribution and Industrial Products.
- 9 [6] *** http://en.wikipedia.org/wiki/6061_aluminium_alloy

RO 128299 B1

Revendicare

1

Procedeu de obținere a unui material compozit pe bază de aluminiu cu nanoparticule de alumină, prin presarea, sinterizarea și extrudarea unui amestec de pulberi de aluminiu de puritate 99,4%, ranforsat cu 2% vol nanoparticule ceramice de alumină (50...60 μm), **caracterizat prin aceea că** va cuprinde următoarele etape: măcinare mecanică a pulberii de aluminiu pur timp de 22 h, în atmosferă controlată de argon, amestecarea componentelor metalice (aluminiu pur) și ceramice (alumină), măcinarea mecanică a componentelor metalice și ceramice timp de 5 h, în atmosferă controlată de argon, presarea cu o presiune specifică de 5 tf/cm^2 a amestecului rezultat, tratarea termică, timp de 10 h, a semifabricatelor cilindrice presate, până la temperatura de 620°C, cu menținere pe palier timp de 1 h la această temperatură, și răcire lentă în cuptor până la 20...30°C, în atmosferă de argon, tratare termică de omogenizare în aer, timp de 30 min, la temperatura de 450°C, extrudarea directă la cald, la o temperatură de 200 \pm 10°C a semifabricatelor cilindrice presate, sinterizate și omogenizate; materialul compozit prezintă densitate (ρ) de 2,700...2,715 g/cm^3 , rezistență mecanică la rupere (R_m) de 360...375 MPa și alungire (A) de 27...30%.

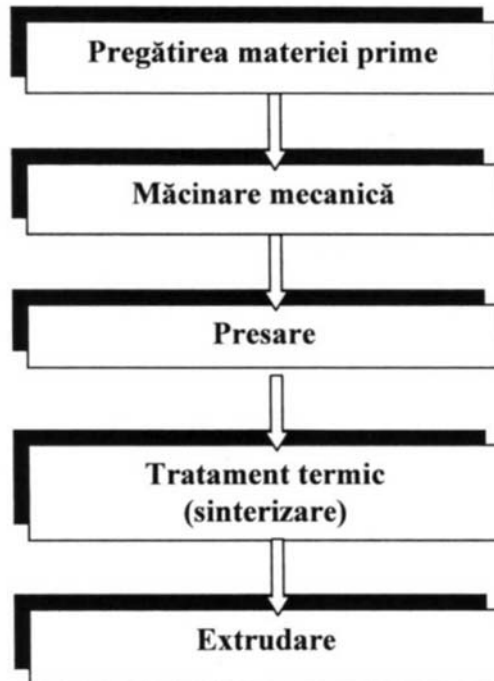


Fig. 1

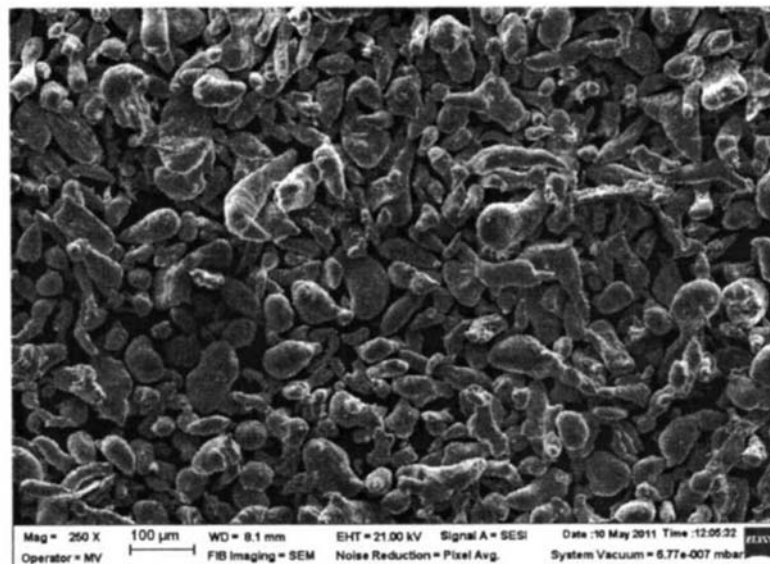


Fig. 2

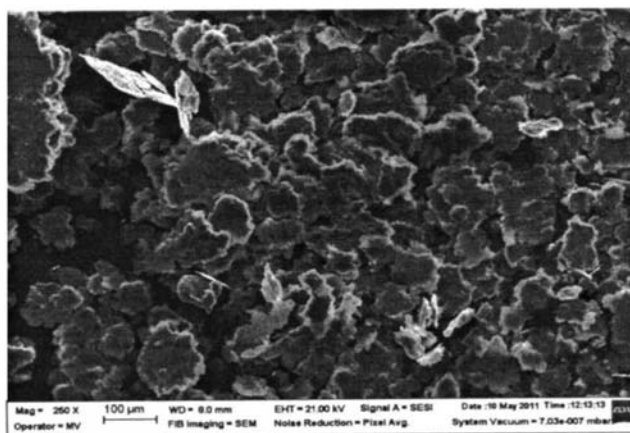


Fig. 3

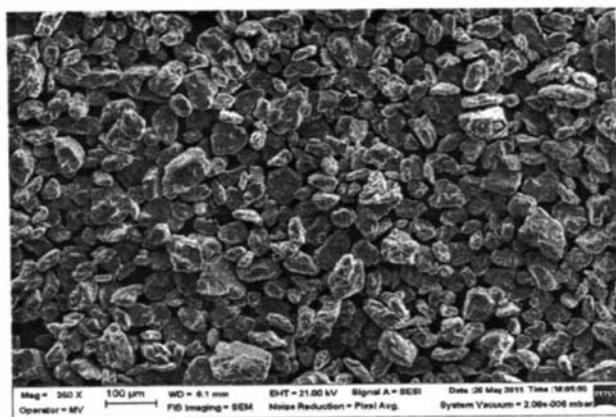


Fig. 4

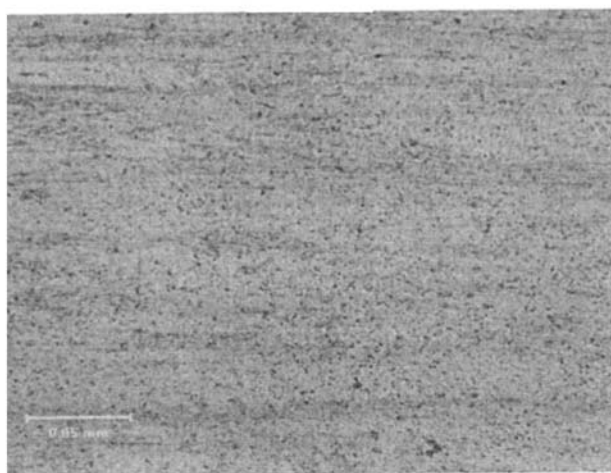


Fig. 5

