



(12)

BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2012 00809**

(22) Data de depozit: **13/11/2012**

(45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: **30/08/2018** BOPI nr. **8/2018**

(41) Data publicării cererii:
30/05/2014 BOPI nr. **5/2014**

(73) Titular:
• **INSTITUTUL NAȚIONAL DE
CERCETARE-DEZVOLTARE PENTRU
METALE NEFEROASE ȘI RARE - IMNR,
BD.BIRUIȚEI 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;**
• **GHIȚĂ MIHAI, BD. 1 DECEMBRIE 1918,
NR. 20, BL. 2, SC. 2, ET.8, AP.70,
SECTOR 3, BUCUREȘTI, B, RO**

(56) Documente din stadiul tehnicii:
**A. KNUUTINEN, K. NOGITA, S. D.
MCDONALD, A. K. DAHLE, "POROSITY
FORMATION IN ALUMINIUM ALLOY A356
MODIFIED WITH Ba, Ca, Y AND Yb"
JOURNAL OF LIGHT METALS 1,
PP.241-249, 2001; T. B. KIM, S. SUZUKI, H.
NAKAJIMA, "FABRICATION OF A
LOTUS-TYPE POPOUS AI-SI ALLOY BY
CONTINUOUS CASTING WITH A
THERMAL DECOMPOSITION METHOD", J.
PHYS.: CONF. SER. VOL.165, NO.1, 2009;
RO 108432 B1; RO 113870 B**

(54) **PROCEDEU DE OBTINERE A UNUI ALIAJ DE ALUMINIU
POROS**



RO 129439 B1

1 Invenția se referă la un procedeu pentru obținerea unui aliaj de aluminiu poros tip Al-
Si-Ca-Mg, cu greutate specifică redusă, prin tratare cu elemente stabilizatoare și insuflare
3 de gaz în topitură.

5 Aliajele poroase sunt cunoscute prin multitudinea de combinații interesante de pro-
prietăți fizice și mecanice, cum ar fi: raport mare rezistență mecanică/densitate, proprietăți
7 ridicate de amortizare acustică și mecanică, conductivitate termică ridicată în regim con-
vectiv, etc. Datorită acestor proprietăți, aliajele poroase se pot utiliza în diverse domenii
9 industriale, de la materiale de construcții până la ornamente. În special datorită densității
reduse, combinate cu o rezistență mecanică superioară, materialele poroase sunt preferate
11 în construcția de aeronave (fuselaj, scaune pasageri), tehnologia spațială (izolare termică,
amortizoare de vibrații), construcția de automobile (amortizoare de șoc, caroserie, protecție
13 la zgomot), industria militară (atenuarea detecției radar, armuri), medicină (proteze), con-
strucții (piloni de structură, pereți), etc.

15 Spre deosebire de spumele metalice, materialele cu porozitate înaltă prezintă densități
mai mari (40...80% față de 10...30% din densitatea materialului turnat), cu proprietăți mecanice
superioare (rezistență mecanică, duritate, rezistență la oboseală, rezistență la șoc).

17 Metodele de obținere a materialelor cu porozitate ridicată sunt asemănătoare celor
destinate obținerii de spume metalice cu pori închiși și se diferențiază doar prin alegerea
19 parametrilor de proces. Un criteriu de clasificare al acestor metode este după starea mate-
rialului metalic (solidă, lichidă, pulberi) și natura agentului de spumare (gaze, elemente chi-
21 mice, hidruri, etc.). În cazul în care materialul precursor este sub formă lichidă, deosebim trei
tipuri de metode de obținere: prin insuflare de gaz inert (argon, azot) sau reactiv (oxigen, aer)
23 în topitura metalică (metoda Metcomb), prin introducere de compuși care, prin disociere,
produc gaze spumante (TiH_2 , $CaCO_3$) (procedeu de firmă Alporas) sau prin precipitarea gazului
25 introdus în prealabil în topitură (metoda Gazar).

27 Procesul de obținere a spumelor metalice prin insuflarea de gaze în topitura metalică
(Cymat/Metcomb) este în prezent exploatat la nivel industrial de către firma Cymat
Aluminium din Canada și a fost brevetat în forma sa inițială de firma Alcan (**I. Jin, L.D.**
29 **Kenny, H. Sang, "Stabilized metal foam bodies", US 5112697/1992**). În acest proces,
materialul metalic este inoculat în prealabil cu particule de carbură de siliciu, oxid de aluminiu
31 sau de magneziu, în procente de greutate de 10...20% și cu dimensiuni de 5...20 μm . În
acest mod, se realizează practic un material compozit cu matrice din aliaj de aluminiu armat
33 cu particule ceramice stabile. Topitura de material compozit astfel formată este barbotată cu
azot pentru a produce spuma metalică. Particulele ceramice introduse în topitură au rolul de
35 a mări viscozitatea topiturii și de a constitui centre de susținere a spumei la suprafața
topiturii. Spuma lichidă astfel formată este transportantă prin intermediul unor benzi transpor-
37 toare speciale și este lăsată să se răcească și să se solidifice. Produsele obținute sunt sub
formă de benzi de 10 cm în grosime. Porozitatea spumelor de aluminiu produse în acest mod
39 variază de la 80 la 98%, ceea ce corespunde cu densități cuprinse între 0,069 și 0,54 g/cm^3 ,
la o dimensiune medie a porilor de 25 până la 3 mm, și grosimi de perete de la 50 la 85 mm.

41 Metoda dezvoltată la compania Shinko Wire Co., Japonia, de către T. Miyoshi, presu-
pune introducerea unui agent de spumare TiH_2 în topitura de aliaj, care a fost adusă în pre-
43 alabil într-o stare de viscozitate ridicată prin adiția de calciu metalic (Alporas). Procesul
constă din încălzirea topiturii la o temperatură de 680°C, introducerea calciului metalic în pro-
45 cente de 1,5...3% în baia de aliaj topit cu formarea de oxizi și compuși intermetalici care
ridică viscozitatea topiturii la valori dorite, urmată de introducerea de pulbere de TiH_2 care,
47 prin disociere, produce gazul necesar formării structurii poroase a materialului; prin această

RO 129439 B1

metodă se pot obține spume metalice (la nivel industrial) cu structură omogenă și cu dimensiuni mici de pori. O metodă similară acesteia a fost propusă și de Nakamura, unde agentul de spumare a fost înlocuit cu particule de CaCO_3 acoperite cu CaF_2 și s-au obținut spume metalice cu densități apropiate de metoda precedentă, dar cu dimensiuni de pori mai mici. 1
3

Metoda Gasar/lotus exploatează diferența dintre limita de solubilitate a gazelor în metalele în stare lichidă sau solidă. Metoda constă în injectarea unui gaz (hidrogen sau azot) în topitura de aliaj la presiuni de 50 bar, urmată de solidificarea materialului cu înglobarea bulelor de gaz și formarea de spumă metalică. Morfologia porilor rezultați este influențată de cantitatea de gaz introdusă, presiunea gazului, viteza de solidificare și compoziția chimică a aliajului. În general, porii rezultați au configurații alungite pe direcția de solidificare a materialului. Dimensiunea porilor obținuți variază între 10 μm ...10 mm în lățime și 100 μm ...300 mm în lungime, iar porozitatea poate ajunge până la 75%. 5
7
9
11

Aceste procedee de obținere a materialelor poroase pe bază de aluminiu sau aliaje de aluminiu prezintă o serie de dificultăți și dezavantaje, între care: costul ridicat al materiilor prime utilizate (particule de ranforsare pre-elaborate și pre-tratate), instalații pretențioase (în special la metoda Alporas), numărul mare de etape tehnologice (obținerea în prealabil a unui material compozit cu dimensiuni de particule scăzute) și calitatea redusă a spumelor produse (fragilitate indusă la interfața particulă ceramică/aliaj, omogenitate scăzută atât în repartizarea porilor, cât și în dimensiunea lor, apariția de tensiuni interne la solidificare). 13
15
17
19

Mai este cunoscut, prin lucrarea autorilor **A. Knuutinen, K. Nogita, S.D. McDonald, A.K. Dahle**, "**Porosity formation in aluminium alloy A356 modified with Ba, Ca, Y and Yb**", (**Journal of Light Metals 1 (2001) 241-249**), un procedeu de producere a unui aliaj tip Al-7%Si-Mg cu porozitate mărită prin adăugarea unei cantități de Ca, realizat prin topirea aliajului de bază într-un creuzet introdus într-un cuptor cu inducție, menținerea topiturii la circa 730°C, apoi barbotarea de argon în topitura metalică timp de 10 min printr-un miez de grafit imersat în topitură, curățarea periodică a suprafeței băii metalice de spuma metalică și adăugarea de calciu ca modificador, curățarea suprafeței băii și apoi turnarea aliajului în forme din oțel preîncălzite, acoperite cu nitrură de bor. 21
23
25
27

De asemenea, în lucrarea: **T.B. Kim, S. Suzuki, H. Nakajima**, "**Fabrication of a lotus-type porous Al-Si alloy by continuous casting with a thermal decomposition method**", (**J. Phys.: Conf. Ser. Vol. 165, No.1 (2009)**), se prezintă producerea unui aliaj poros tip Al-14% Si prin topirea aliajului de bază în vid și adăugarea de pulbere sau peleți de Ca(OH)_2 . 29
31
33

Părți specifice instalației de realizare a unui astfel de procedeu sunt prezentate în documentele: **RO 108432 B1** și **RO 113870 B**, care descriu un procedeu de tratare a metalului lichid în oala de turnare prin insuflare pe la partea inferioară a oalei a unui gaz inert preîncălzit, printr-un dop poros, respectiv un procedeu și o instalație de tratare a metalului lichid în oala de turnare prin introducerea de aluminiu ca dezoxidant, sub formă de țeavă, prin care este introdus un gaz inert, distribuirea uniformă a aluminiului în metalul lichid fiind realizată printr-o coloană prevăzută cu un dispozitiv de imersare rotativ, cu îmbrăcăminte ceramică și niște palete la partea inferioară. 35
37
39
41

Problema tehnică pe care o rezolvă invenția constă în obținerea unui aliaj Al-Si poros, cu densitate scăzută, omogen și rezistent la solicitări mecanice. 43

Procedeu propus pentru obținerea de materiale metalice poroase pe bază de aliaj de aluminiu prin barbotare de gaz în topitură rezolvă această problemă tehnică prin aceea că presupune crearea în topitură de compuși intermetalici și oxizi stabili termodinamic, care contribuie la formarea structurii poroase a aliajului. 45
47

RO 129439 B1

1 Mai concret, procedeul realizează obținerea unui aliaj de aluminiu poros, tip Al-Si-Ca-
Mg, prin fazele de producere a unui aliaj intermediar tip Al-Si-Mg, menținerea topiturii pentru
3 omogenizare, adăugarea de calciu ca modificador, barbotarea de argon în topitura metalică
și apoi colectarea spumei metalice de pe suprafața băii și răcirea acesteia. Aliajul intermediar
5 tip Al-Si-Mg este obținut dintr-un aliaj de bază AlSi12 topit, încălzit la 650°C, prin adăugare
de prealiaj AlMg10, calciul se adaugă în proporție de 3-5% sub agitare, iar barbotarea de gaz
7 inert se realizează prin introducere de azot gazos în aliajul topit AlSi12Ca1,5Mg obținut, la
650...700°C, după menținerea acestuia timp de 10...15 min pentru omogenizare, spuma
9 metalică formată la suprafața topiturii fiind colectată la intervale de circa 5 min și solidificată
la temperatura camerei.

11 Procedeul conform invenției prezintă următoarele avantaje:

13 - realizează obținerea unui aliaj Al-Si poros cu densitate scăzută, omogen și rezistent
la solicitări mecanice;

15 - nu necesită prezența de particule ceramice pentru stabilizarea spumei metalice;

17 - nu necesită adăugarea de compuși gazeificanți de tipul TiH₂, care pot dăuna asupra
proprietăților mecanice ale materialului poros rezultat;

19 - utilizează materii prime uzuale și ieftine, aliaje convenționale în stare turnată, în loc
de semifabricate deformate sau sub formă de pulberi;

21 - elimină necesitatea introducerii de particule ceramice stabilizatoare care impun
tratamente superficiale preliminare de îmbunătățire a umectării particulă/aliaj și care sunt
complicate și costisitoare;

23 - magneziul prezent în procente ridicate (>1%) determină apariția de particule oxidice
de dimensiuni mici și tensiuni superficiale scăzute, care contribuie la stabilizarea de spume
metalice cu pori mici (< 500 μm) și cu o distribuție omogenă în aliaj, ce constituie o premisă
25 a unui raport proprietăți mecanice/densitate ridicat;

27 - implică un număr mic de operații, cu durate reduse și cu consumuri energetice
scăzute.

29 Invenția este prezentată pe larg în continuare, în legătură și cu figura, care prezintă
o secțiune verticală prin instalația de aplicare a procedului.

31 Procedeul conform invenției, de obținere a unui aliaj de aluminiu poros tip Al-Si-Ca-
Mg, conține următoarele etape principale:

33 - topirea aliajului în cuptor; menținerea la 650°C pentru omogenizare;

35 - introducerea de magneziu (1...2%) sub formă de prealiaj în topitură și menținere cu
amestecare;

37 - introducerea de calciu metalic (1...2%) pentru crearea unei topituri vâscoase și
menținere cu amestecare;

39 - barbotarea de gaz în topitură cu formare de spumă metalică; colectarea spumei
metalice de la suprafața topiturii și solidificarea materialului poros.

41 Barbotarea topiturii se realizează la partea inferioară a creuzetului. În timpul barbotării
se procedează la agitarea topiturii cu un agitator mecanic cu elice, pentru dispersarea mai
43 bună a bulelor în masa de aliaj. Parametrii procesului sunt: temperatura de lucru, debitul de
gaz barbotat, durata de barbotare și conținutul de magneziu din aliaj. Eficiența procesului
este estimată prin proprietățile materialului produs (densitate aparentă, omogenitate) cu un
consum minim de materiale și energie.

45 Materiile prime utilizate pentru obținerea materialului poros AlSi12Ca1,5Mg sunt: aliaj
AlSi12, prealiaj AlMg30 și Ca de puritate 99,99%.

RO 129439 B1

De exemplu, pentru obținerea unui material poros de tipul AlSi12Ca1,5Mg , aliajul precursor în stare lichidă se barbotează, la temperaturi de $650\text{...}700^\circ\text{C}$ cu N_2 gazos; bulele produse sunt dispersate uniform în masa de aliaj prin agitare și formează o spumă metalică densă la suprafața topiturii. Spuma rezultată se colectează de la suprafața topiturii cu solidificare la temperatura camerei.

Instalația propusă (figura), pentru obținerea unui material poros pe bază de AlSi12Ca1,5Mg prin barbotare de azot în baia metalică, este compusă dintr-un cuptor electric vertical **1**, un creuzet **2**, un agitator mecanic **3** și un dispozitiv de barbotare a gazului **4**.

Cuptorul **1** este electric, de formă tubulară la interior, cu o putere adecvată asigurării unei temperaturi de minim 800°C . Creuzetul **2**, din grafit dens, este special construit pentru a permite injectarea gazului la partea inferioară și suficient de înalt pentru a permite agitarea mecanică a topiturii. Agitatorul mecanic **3**, din grafit dens, este constituit dintr-o tijă suficient de lungă pentru a ajunge la mijlocul creuzetului și o elice dimensionată la jumătatea diametrului secțiunii corespunzătoare din incinta creuzetului. Dispozitivul de barbotare a gazului **4** este plasat la partea inferioară a creuzetului și conține tubul de dirijare a gazului și un dop poros din material ceramic cu dimensiunea porilor sub 1 mm.

Procedeul pentru obținerea unui material poros pe bază de AlSi12Ca1,5Mg prin barbotare de azot în baia metalică se bazează pe realizarea unei topituri **5** cu viscozitate ridicată prin adăugarea de calciu metalic și barbotarea topiturii vâscoase cu un gaz inert de masă moleculară scăzută. Agitarea mecanică a băii de aliaj topit produce o mai bună dispersie a bulelor **6** în topitură, măbind astfel eficiența procesului, și obținând spume metalice **7** omogene, cu pori mici.

Procedeul conform invenției înlătură unele din dezavantajele procedeelor cunoscute prin aceea că: nu necesită prezența de particule ceramice pentru stabilizarea spumei metalice, nu necesită adăugarea de compuși gazeificanți de tipul TiH_2 , care pot dăuna asupra proprietăților mecanice ale materialului poros rezultat; produce pori de dimensiuni mici ($< 500\ \mu\text{m}$); magneziul prezent în procente ridicate ($> 1\%$) determină apariția de particule oxidice de dimensiuni mici și tensiuni superficiale scăzute, care contribuie la stabilizarea de spume metalice cu pori mici. Aceste avantaje îmbunătățesc proprietățile mecanice ale materialului obținut, consumul energetic al procesului și, implicit, costul produsului final.

Instalația, conform invenției, înlătură unele din dezavantajele instalațiilor uzuale prin aceea că: insuflarea gazului în topitură se realizează la partea inferioară a creuzetului prin intermediul unui dop ceramic cu pori $< 1\ \text{mm}$, iar dispersarea bulelor produse se realizează prin intermediul unui agitator mecanic. Astfel, se asigură un debit corespunzător de gaz, o dimensiune scăzută a bulelor de gaz și o suprafață de contact gaz/topitură mărită, pentru obținerea de aliaje poroase cu dimensiuni de pori mici și repartizați omogen în structură.

Se dă, în continuare, un exemplu de aplicare a procedeeului:

Pentru obținerea unei șarje de 100 g material poros AlSi12\%/Ca1,5Mg , se pornește de la o cantitate de 314 g aliaj precursor AlSi12 , plasat în creuzetul de grafit, în interiorul cuptorului. Se încălzește șarja până la temperatura de 650°C și se adaugă 35 g prealiaj AMg10 (conține Mg în exces de 15%, cu formarea de particule spinel și pierderi prin vaporizare) cu menținere 15 min. Se adaugă 5% Ca metalic (conține pierderi de 10% calciu cu formarea de oxizi) cu agitare ușoară și menținere 10 min. Se începe procesul de barbotare cu azot la un debit de 2,4 l/min. În cinci etape, la un interval de 4 min una de alta, se colectează eșantioane de 20 g de material poros de la suprafața topiturii. Astfel, se obține o cantitate de 100 g de aliaj de aluminiu cu porozitate înaltă (20...30%), densitate aparentă de $1,8\text{...}2,2\ \text{g/cm}^3$ și dimensiuni de pori de $300\text{...}500\ \mu\text{m}$, repartizați uniform în material.

RO 129439 B1

Revendicare

1

3

5

7

9

11

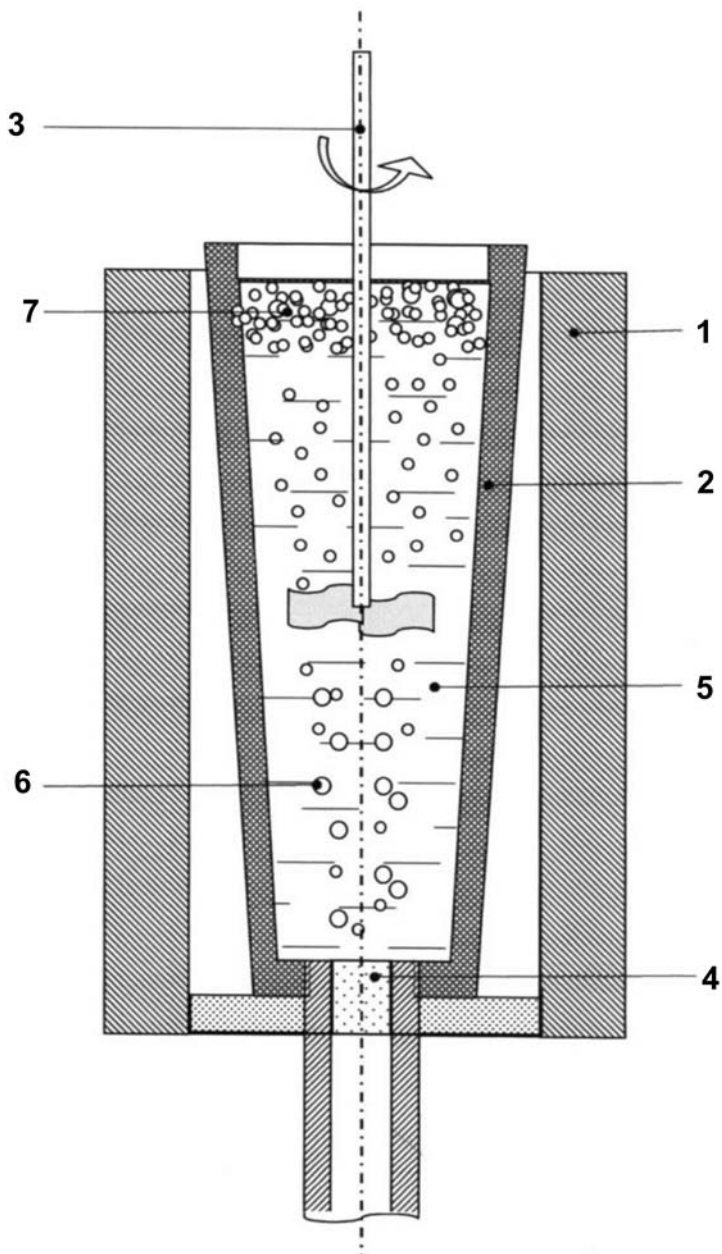
Procedeu de obținere a unui aliaj de aluminiu poros, tip Al-Si-Ca-Mg, realizat prin fazele de producere a unui aliaj intermediar tip Al-Si-Mg, menținerea topiturii pentru omogenizare, adăugarea de calciu ca modificador, barbotarea de argon în topitura metalică, colectarea spumei metalice de pe suprafața băii și răcirea acesteia, **caracterizat prin aceea că** aliajul intermediar tip Al-Si-Mg este obținut dintr-un aliaj de bază AlSi12 topit, încălzit la 650°C, prin adăugare de prealiaj AlMg10, calciul se adaugă în proporție de 3...5% sub agitare, iar barbotarea de gaz inert se realizează prin introducerea de azot gazos în aliajul topit AlSi12Ca1,5Mg, obținut la 650...700°C, după menținerea acestuia timp de 10...15 min pentru omogenizare, spuma metalică formată la suprafața topiturii fiind colectată la intervale de circa 5 min și solidificată la temperatura camerei.

(51) Int.Cl.

C22C 1/08 (2006.01);

C22C 21/04 (2006.01);

B22D 27/13 (2006.01)



Editare și tehnoredactare computerizată - OSIM
Tipărit la: Oficiul de Stat pentru Invenții și Mărci
sub comanda nr. 375/2018