



(12)

BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2014 00433**

(22) Data de depozit: **12/06/2014**

(45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: **30/12/2020** BOPI nr. **12/2020**

(41) Data publicării cererii:
30/12/2015 BOPI nr. **12/2015**

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

(72) Inventatori:
• **BURADA MARIAN, STR. STRAJA NR.3,
BL.62 BIS, SC.2, AP.26, SECTOR 4,
BUCUREȘTI, B, RO;**
• **SOARE VASILE, BD.THEODOR PALLADY
NR.29, BL.N3 - N3 A, SC.A, AP.9,
SECTOR 3, BUCUREȘTI, B, RO;**

• **MITRICĂ DUMITRU, BD. 1 DECEMBRIE
NR.30, BL.Z4, SC.6, PARTER, AP.66,
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;**
• **CARAGEA ADRIAN, STR.POIENARI
NR.5 A, COMUNA PERETU, TR, RO;**
• **DUMITRESCU DANIELA VIOLETA,
STR. ANTON COLORIAN NR. 1, BL. 9A,
SC. 2, ET. 4, AP. 38, SECTOR 4,
BUCUREȘTI, B, RO**

(56) Documente din stadiul tehnicii:
**EP 0530560 A1; WO 2010091704 A;
EP 0844311 (A1); JPS 6439341 (A)**

(54) **PROCEDEU DE OBȚINERE A UNEI BARE
DE SEMIFABRICAT SINTERIZAT DIN PULBERI METALICE
DE ALIAJ Al-Mg-Mn-Cr-Ti**



RO 130769 B1

1 Invenția se referă la un procedeu de obținere a unei bare de semifabricat sinterizat din
pulberi metalice de aliaj Al-Mg-Mn-Cr-Ti, (aliaj 5083).

3 Proprietățile tehnologice ale aluminiului și ale aliajelor de aluminiu pot fi mult îmbunătă-
țite prin alierea cu elemente durificatoare și prin utilizarea de tehnici moderne de elaborare și
5 deformare plastică. Astfel, alierea aluminiului cu elemente ultraușoare de tipul magneziului
crește considerabil rezistența mecanică și anticorozivă a pieselor obținute. Magneziul este un
7 metal cu mare reactivitate chimică și datorită densității mici este greu de asimilat în baia de
aluminiu topit. De aceea sunt necesare tehnici noi de elaborare pentru obținerea acestor aliaje
9 în condiții avantajoase din punct de vedere tehnico-economic.

11 Aliajele de aluminiu deformabile au o largă utilizare în practică, în industria aeronautică,
auto, de construcții, alimentară și în alte domenii industriale. Aliajele deformabile din sistemul
Al-Mg-Mn (de exemplu 5083), nu formează faze eutectice, conținând predominant soluții solide
13 și compuși intermetalici înalt finisați. Aliajele cu un conținut de până la 5% Mg nu se pot durifica
prin tratament termic, iar cele care conțin peste 5% Mg pot fi durificate prin tratament termic,
15 însă efectul durificării este foarte mic. Aliajul 5083 prezintă o rezistență mecanică ridicată, cu
o bună deformabilitate la rece, rezistență la coroziune ridicată și sudabilitate.

17 Alierea mecanică este una dintre metodele reprezentative ale metalurgiei pulberilor prin
care se pot obține aliaje în condiții de omogenitate structurală și compozițională ridicate. Prin
19 această metodă se pot produce materiale cu structuri greu de obținut prin metodele clasice,
cum ar fi: faze amorfe, compuși intermetalici la temperatura camerei, alierea de metale nemisci-
21 bile, pulberi nanocristaline sau sinteza de carburi sau nitruri la temperaturi joase. În mod uzual,
în șarja supusă alierii mecanice se introduc intenționat compuși duri (dispersoizi) pentru a
23 intensifica procesul de măcinare și pentru a obține aliaje cu proprietăți mecanice superioare.
Adaosul de alumina sub formă de dispersoid se utilizează des în practică cu rezultate deosebite
25 la îmbunătățirea rezistenței mecanice a aliajului. Un tip de material durificat prin dispersie de
oxizi (oxide dispersed strengthened-ODS) este SAP (Sintered Al Powder/Pulbere de Al sinte-
27 rizată). Particulele de Al_2O_3 în aliajele SAP prezintă o distribuție largă de mărimi (de la ~10 nm
la 1 μ m). Valori ridicate ale rezistenței la rupere (241 MPa) au fost obținute chiar și la cantități
29 scăzute de dispersoizi (mai puțin de 5,4% vol). Rezistențe de 310-448 MPa se obțin numai în
produsele SAP cu un conținut mai mare de 7% vol Al_2O_3 , (**N. Hansen, "Oxide Dispersion
31 Strengthening in Sintered Aluminum Products", Metallurgical and Materials Transactions
B, Vol. 1, Nr.2, 1970, pag. 545-547**).

33 Pentru a obține produse finite, pulberile aliate mecanic sunt supuse proceselor de
presare și sinterizare. Acestea sunt urmate de extruziune, care constituie un procedeu modern
35 de prelucrare prin deformare plastică a materialelor metalice. Extrudarea din comprimat sin-
terizat este metoda cea mai utilizată în metalurgia pulberilor. Aliaje de tipul Al-Si-Cu-Mg și
37 Al-Fe-Co au fost studiate pentru utilizarea la construcția pistoanelor de motoare auto. Piesele
au fost obținute prin extrudare la cald din pulberi aliate mecanic și solidificate rapid,
39 (**US 4643780 A**). Rezultatele au indicat o rezistență la cald (300°C) mult superioară produselor
turnate (aproximativ 400 MPa). De asemenea, piese obținute din aliaj Al-Mg-Li prin aliere
41 mecanică, compactare, sinterizare, extrudare și forjare au prezentat proprietăți mecanice ridi-
cate (rezistența mecanică de până la 620 MPa și alungire de 3%, **US 4292079 A**). Printr-un alt
43 procedeu (document **US 3670542 A**) s-a obținut extrudarea cu succes, din pulberi aliate meca-
nic, a unui aliaj de aluminiu cu 3-5% Mg, 0,2-2,5% C și 0,3-4% O. Rezistența mecanică obținută
45 pentru piesele extrudate a fost de peste 620 MPa, cu o alungire de 6-8%. Profile de aliaj 5083
47 au fost realizate până în prezent numai din lingou turnat. Rezultatele au evidențiat dificultăți
deosebite la prevenirea fisurilor și exfolierii aliajului extrudat. De asemenea rezistența la
coroziune a scăzut considerabil.

RO 130769 B1

Prin documentul **EP 0530560 A1** este cunoscut un procedeu pentru producerea unei pulberi de aliaj pe bază de aluminiu de înaltă rezistență, cuprinzând: amestecarea pulberii de Al sau de aliaj de Al cu o pulbere de aliaj Al-T-X, în care T este cel puțin un metal selectat din grupul constând din Cr, Mn, Fe, Co, Mg și Si; X este cel puțin unul selectat din grupul format din Nb, Hf, Ta, La, Ce, Sm, Nd, Zr și Ti și alierea mecanică a amestecului de pulbere format.

De asemenea, documentul **WO 2010091704 A** prezintă o metodă de producere a unui material compozit care cuprinde un metal și nanoparticule, în special nanotuburi de carbon (CNT), cuprinzând etapele de: amestecare și prelucrare a pulberii metalice și a nanoparticulelor menționate prin aliere mecanică, în care metalul menționat este un metal ușor, în special Al, Mg, Ti sau un aliaj care include unul sau mai multe din aceste metale, precum și Cu sau un aliaj Cu, alierea mecanică fiind realizată folosind o moară cu bile, iar documentul **EP 0844311 (A1)** prezintă un material rezistent la căldură și un procedeu de obținere a acestuia prin aliere mecanică a unor pulberi de Al și de elemente de aliere: Si, Mg, Zn, Cu, Ni, Ti, cu dimensiunea de maxim 100 μm, și adăugate în proporție de maxim 25%, pentru alierea mecanică fiind folosit ca dispersoid Al₂O₃, cu dimensiunea particulelor de circa 50 μm, adăugat în proporție de 7,5-50% procente de greutate.

Mai este cunoscut și documentul **JPS 6439341 (A)**, care prezintă un procedeu de producere a unui aliaj Al-Si cu rezistență excelentă și capacitate de deformare plastică, obținut prin sinterizare a pulberilor din aliaj Al-Si-Mn obținute prin metalurgia pulberilor, produsul final fiind obținut printr-o metodă de extrudare a pulberilor, forjarea pulberilor, etc.

Problema tehnică obiectivă pe care o rezolvă invenția constă în realizarea unui semifabricat tip bară din aliaj de Al-Mg-Mn-Cr-Ti folosind alierea mecanică, astfel încât semifabricatul obținut să aibă caracteristici mecanice superioare de rezistență și tenacitate.

Procedeu conform invenției rezolvă această problemă tehnică prin aceea că pentru obținerea unui aliaj de aluminiu de tip 5083 ranforsat cu dispersoid de alumină (ODS), prin procesele de aliere mecanică, presare, sinterizare și extrudare, este realizat mai întâi un amestec de pulberi de Al, Mg, Mn, Ti, Cr, în proporții corespunzătoare compoziției aliajului, care este măcinat în incinta unei mori de mare energie în atmosferă inertă de Ar, cu o cantitate de pulbere de Al₂O₃ având rol de dispersoid, până la obținerea pulberii de aliaj Al-Mg-Mn-Cr-Ti, presarea unidirecțională la cald a acesteia în amestec cu 1% gr. acid stearic pentru lubrifiere, efectuată cu o forță de 6 tf, sinterizarea comprimatului la o temperatură de 550°C timp de 3 ore și extrudarea la cald a semifabricatului sinterizat, extrudare realizată la 450°C, cu o forță de presare de 25tf și un unghi de presare de 45°, cu reducerea diametrului de la 30 mm la 8 mm, în 2...4 trepte, în vederea obținerii unei bare cu rezistența mecanică de 420...450 Mpa și alungirea relativă de 7...10%.

Procedeu conform invenției, de obținere a unui semifabricat sinterizat din aliaj de aluminiu 5083 prin aliere mecanică, sinterizare, presare și extrudare prezintă următoarele avantaje:

- permite obținerea de aliaj cu un conținut ridicat de elemente reactive;
- adaosul de Mg sau Ti la elaborarea de aliaje de aluminiu, prin topire în cuptor, se realizează cu utilizarea de fluxuri de protecție speciale, alierea mecanică fiind desfășurată în sistem închis și controlat, (comparativ cu metoda de elaborare prin topire directă);
- aliajele obținute prin aliere mecanică sunt ranforsate cu dispersoizi ceramici de dimensiuni mici (nanometrici), în cantități variate și în mod uniform, comparativ cu obținerea de materiale compozite prin topire, care prezintă dificultăți importante odată cu micșorarea dimensiunii ranforsării, dispersarea acesteia în matrice fiind neuniformă;
- alierea mecanică permite obținerea de faze nano sau cvasi cristaline, dificil de obținut prin procedeele clasice, iar finisarea structurii îmbunătățește substanțial proprietățile mecanice ale aliajului;

RO 130769 B1

1 - prin extrudarea produselor sinterizate din aliaj 5083 aliat mecanic și cu adaos de agent
dispersoid (Al_2O_3) se pot obține produse cu caracteristici mecanice superioare produselor din
3 aliaj clasic 5083; aceasta se datorează efectului de frânare a curgerii materialului, sub influența
forței de deformare, exercitat de particulele dure de agent dispersoid aflate la marginea limitelor
5 de grăunte și în interiorul grăunților.

Invenția este prezentată pe larg în continuare în legătură cu două exemple de realizare.

7 Conform procedurii propus, aliajul de aluminiu ranforsat cu dispersoizi se realizează
prin aliere mecanică din pulberi elementare pure (Al, Mg, Mn, Cr, Ti) și pulberi ceramice (Al_2O_3).
9 Pulberile cântărite și dozate se introduc în incintele de măcinare împreună cu agentul de control
al procesului (metanol) și bilele de măcinare. Incintele de măcinare sunt închise etanș și purjate
11 cu argon prin intermediul unor ventile de aerare speciale. Incintele de măcinare sunt fixate în
postul de măcinare de pe platanul central al morii planetare și se începe procesul propriu zis
13 de aliere mecanică. După expirarea timpului de măcinare, incintele se răcesc la temperatura
camerei și se deschid în atmosferă controlată, pentru a preveni aprinderea pulberilor. Pulberile
15 aliate mecanic se separă de bilele morii prin sitare și se stochează în recipiente vidate sau în
atmosferă inertă.

17 Procesul de presare se efectuează pe o presă unidirecțională și se desfășoară în
atmosferă inertă. Pereții matriței de presare se acoperă în prealabil cu un lubrifian compus din
19 acid stearic și alcool tehnic (5 g/100 ml). Procesul de presare are loc la temperatura camerei,
iar probele obținute sunt cântărite pentru determinări de porozitate. Sinterizarea comprimatelor
21 de aliaj are loc într-un cuptor prevăzut cu atmosferă inertă, după un ciclu specific sinterizării
aliajelor de aluminiu. Comprimatele se încălzesc la aproximativ 400°C timp de 20 minute pentru
23 a elimina substanțele volatile. Temperatura se ridică apoi la $550\text{-}620^\circ\text{C}$ pentru sinterizare, timp
de 1...5 ore. După răcirea în cuptor, șarja se extrage și se prelucrează mecanic pentru operația
25 următoare de extrudare.

Comprimatele sinterizate se prelucrează prin strunjire la un diametru de 30 mm și o
27 înălțime de 20 mm. Încălzirea probelor la temperatura de lucru se efectuează într-un cuptor
electric în aer. Timpul de încălzire a probelor este de 30 min. După montarea ansamblului de
29 extrudare pe batiul preseii, acesta se încălzește la o temperatură de cca. 200°C prin radiație.
Lubrifianul se aplică în zona de lucru a matriței, pe peretele interior al containerului și pe
31 poansonul preseii, prin pulverizare sau cu pensula. Comprimatul sinterizat, încălzit la tempe-
ratura de lucru, este introdus în containerul preseii, cu începerea procesului de extrudare prin
33 coborârea poansonului și aplicarea graduală a forței de presare asupra materialului. Materialul
extrudat se prelucrează mecanic prin tăiere și strunjire.

35 Se dau în continuare două exemple de aplicare a procedurii conform invenției:

Exemplul 1: Pentru realizarea unei șarje de aliaj 5083 ranforsat cu 5% dispersoid cera-
37 mic, se utilizează un amestec de pulberi de Al (Alfa Aesar, 40-400 μm), Mg (Merk, < 100 μm),
Mn (Merk, 100 μm), Ti (Alfa Aesar, 40 μm), Cr (Merk, < 100 μm) și Al_2O_3 (Sigma Aldrich, 10 μm)
39 în proporție specifică, dată de compoziția aliajului 5083 (4,9% Mg; 1% Mn; 0,25% Cr; 0,15% Ti;
în rest- Al) și adaosul de dispersoid (5% Al_2O_3). Amestecul de pulberi se introduce în incinte de
41 măcinare, împreună cu 1ml metanol, sub atmosferă inertă (Ar), cu un raport masic bile/șarjă de
10/1, acționate de o moară planetară de mare energie (Retsch PM - 400). Alierea mecanică are
43 loc sub atmosferă inertă, timp de 8 ore.

Pulberea de aliaj 5083-ODS este compactată cu o presă unidirecțională la 6tf, cu un
45 adaos de lubrifian (acid stearic) de până la 1%. Sinterizarea comprimatului este realizată sub
atmosferă inertă, la o temperatură de 550°C , timp de 3 ore. Comprimatul obținut în stare de
47 presat/sinterizat are o densitate aparentă de $2,33\text{ g/cm}^3$.

RO 130769 B1

Procesul de extrudare a comprimatelor sinterizate are loc la cald (450°C), cu o forță de presare de 25 tf, pentru trecerea de la un diametru de 30 mm la 8 mm în 2 trepte. Unghiul de presare este de 45 de grade. Bara de aliaj 5083 extrudat în 2 trepte, cu un conținut de 5% dispersoid ceramic prezintă o rezistență mecanică de circa 420MPa, la o alungire relativă de 9%.

Exemplu 2. Pulberi elementare de Al (Alfa Aesar, 40-400 μm), Mg (Merk, < 100 μm), Mn (Merk, 100 μm), Ti (Alfa Aesar, 40 μm), Cr (Merk, < 100 μm) și Al₂O₃ (Sigma Aldrich, 10 μm) sunt introduse într-o moară planetară de mare energie Retsch PM - 400, sub atmosferă inertă. Compoziția șarjei se calculează funcție de compoziția aliajului 5083 (4,9% Mg; 1% Mn; 0,25% Cr; 0,15% Ti; rest Al) cu adaos de 10% dispersoid (Al₂O₃).

Alierea mecanică s-a realizat timp de 8 ore, cu un raport bile/pulbere de 10/1 și adaos de 1 ml metanol. Presarea pulberilor de aliaj obținute se realizează unidirecțional cu o forță de 6 tf și cu un adaos de 1% acid stearic, sub formă de lubrifianț.

După sinterizarea la o temperatură de 550°C, timp de 3 ore, se obține un comprimat cu densitate aparentă de 2,32 g/cm³.

Comprimatul sinterizat rezultat, cu diametrul de 30 mm, este extrudat în 4 trepte la cald, la o temperatură de 450°C, cu o forță de presare de 25 tf și unghi de presare de 45 de grade, pentru a produce o bară extrudată de 08 mm. Bara de aliaj 5083 extrudat în 4 trepte cu un conținut de 10% dispersoid prezintă o rezistență mecanică de circa 480 MPa și alungire relativă de 7%.

RO 130769 B1

Revendicare

1

3

5

7

9

11

13

Procedeu de obținere a unei bare de semifabricat sinterizat din pulberi metalice de aliaj Al-Mg-Mn-Cr-Ti, (aliaj 5083), prin fazele de realizare a unui amestec de pulberi de Al, Mg, Mn, Ti, Cr, în proporții corespunzătoare compoziției aliajului, măcinare în incinta unei mori de mare energie în atmosferă inertă de Ar, cu o cantitate de pulbere de Al_2O_3 având rol de dispersoid, până la obținerea pulberii de aliaj Al-Mg-Mn-Cr-Ti, presarea unidirecțională a pulberii de aliaj în amestec cu 1% din masa pulberii lubrifianț soluție alcoolică de acid stearic (5g/100ml), sinterizarea comprimatului și extrudarea comprimatului sinterizat, **caracterizat prin aceea că**, presarea este realizată cu o presiune de 6tf, sinterizarea este efectuată la 550°C timp de 3 ore în atmosferă inertă (Ar) iar pentru obținerea unei bare cu rezistența mecanică de 420...450 MPa și alungirea relativă de 7...10%, semifabricatul sinterizat este extrudat la cald, la 450°C, cu o forță de presare de 25 tf și un unghi de presare de 45°, cu reducerea diametrului de la 30 mm la 8 mm, în 2...4 trepte.



Editare și tehnoredactare computerizată - OSIM
Tipărit la Oficiul de Stat pentru Invenții și Mărci
sub comanda nr. 521/2020