



(12) CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: a 2014 00433

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

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

(71) Solicitant:
• INSTITUTUL NAȚIONAL DE CERCETARE
DEZVOLTARE PENTRU METALE
NEFEROASE ȘI RARE INCDMNR-IMNR,
BD. BIRUIȚEI 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-N3A, 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. A16, SC. A, ET. 3, AP. 10,
SECTOR 2, BUCUREȘTI, B, RO;
• CARAGEA ADRIAN, STR. POIENARI
NR.5A, 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

(54) PROCEDEU DE OBTINERE ALIAJ DE ALUMINIU PRIN
ALIERE MECANICĂ ȘI DEFORMARE PLASTICĂ

(57) Rezumat:

Invenția se referă la un procedeu de obținere a unui aliaj de aluminiu deformabil, cu caracteristici mecanice îmbunătățite, prin aliere mecanică urmată de presare, sinterizare și extrudare, aliajul fiind utilizat în industria aeronautică, industria auto, alimentară, în construcții și în alte asemenea domenii. Procedeu conform invenției constă în alierea mecanică într-o moară planetară de mare energie, cu atmosferă protejată de argon, a unor pulberi de Al, Mg, Ti, Cr, precum și a pulberii de Al_2O_3 ce are rol de dispersoid, urmată de presarea și sinterizarea pulberii de aliaj rezultate în atmosferă

inertă, la o temperatură de 550°C, timp de 8 h, extrudarea la cald a comprimatului sinterizat la o temperatură de 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, obținându-se în final o bară de aliaj cu rezistență mecanică de peste 450 MP și o alungire relativă cuprinsă în intervalul 7...10%.

Revendicări: 2



PROCEDEU DE OBTINERE ALIAJ DE ALUMINIU PRIN ALIERE MECANICĂ ȘI DEFORMARE PLASTICĂ

Prezenta invenție se referă la un procedeu de obținere a unui aliaj de aluminiu cu caracteristici mecanice îmbunătățite, prin aliere mecanică, urmată de presare, sinterizare și extrudare.

Proprietățile tehnologice ale aluminiului și a aliajelor de aluminiu pot fi mult îmbunătățite prin alierea cu elemente durificatoare și prin utilizarea de tehnici moderne de elaborare și deformare plastică. Astfel, alierea aluminiului cu elemente ultraușoare de tipul magneziului crește considerabil rezistența mecanică și anticorozivă a pieselor obținute. Magneziul este un 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 în condiții avantajoase din punct de vedere tehnico-economic [1].

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 ex. 5083), nu formează faze eutectice, conținând predominant soluții solide și compuși intermetalici înalt finisați. Aliajele cu un conținut de până la 5% Mg nu se pot durifica prin tratament termic, iar cele ce conțin peste 5% Mg pot fi durificate prin tratament termic, însă efectul durificării este foarte mic [2]. Aliajul 5083 prezintă o rezistență mecanică ridicată, cu o bună deformabilitate la rece, rezistență la coroziune ridicată și sudabilitate [3].

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 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 nemiscibile, pulberi nanocristaline sau sinteza de carburi sau nitruți la temperaturi joase [4]. În mod uzual, în șarja supusă alierii mecanice se introduc intenționat compuși duri (dispersoizi) pentru a 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 la îmbunătățirea rezistenței mecanice a aliajului (ODS) [5, 6]. Un tip de material durificat prin dispersie de oxizi (ODS) este SAP (Sintered Al Powder/ Pulbere de Al sinterizată) [7]. Particulele de Al_2O_3 în aliajele SAP prezintă o distribuție largă de mărimi (de la ~10nm la 1 μ m). Valori ridicate ale rezistenței la rupere (241MPa) au fost obținute chiar și la cantități scăzute de dispersoizi (mai puțin de 5,4 %vol.) [5]. Rezistențe de 310 - 448 MPa se obțin numai în produsele SAP cu un conținut mai mare de 7 % vol. Al_2O_3 [8].

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 de prelucrare prin deformare plastică a materialelor metalice. Extrudarea din comprimat sinterizat este metoda cea mai utilizată în metalurgia pulberilor. Aliaje de tipul Al-Si-Cu-Mg și 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 [9]. Rezultatele au indicat o rezistență la cald (300°C) mult superioară produselor turnate (aprox. 400MPa). De asemenea, piese obținute din aliaj AL-Mg-Li prin aliere mecanică, compactare, sinterizare, extrudare și forjare au prezentat proprietăți mecanice ridicate (rezistența mecanică de până la 620MPa și alungire de 3%) [10]. Într-un alt brevet [11] s-a

obținut extrudarea cu succes, din pulberi aliate mecanic, a unui aliaj de aluminiu cu 3 - 5% Mg, 0,2-2,5% C , și 0,3 - 4% O. Rezistența mecanică obținută pentru piesele extrudate a fost de peste 620MPa, cu o alungire de 6-8%. Profile de aliaj 5083 au fost realizate până în prezent numai din lingou turnat [12, 13]. Rezultatele au evidențiat dificultăți deosebite la prevenirea fisurilor și exfolierii aliajului extrudat. De asemenea rezistența la coroziune a scăzut considerabil.

Procesul conform invenției constă în obținerea unui aliaj de aluminiu de tip 5083 ranforsat cu dispersoid de alumină (ODS), prin procesele de aliere mecanică, presare, sinterizare și extrudare.

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). 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 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 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 aliate mecanic se separă de bilele morii prin sitare și se stochează în recipiente vidate sau în atmosferă inertă.

Procesul de presare are loc cu o presă unidirecțională și se desfășoară în atmosferă inertă. Pereții matriței de presare se acoperă în prealabil cu un lubrifian compus din acid stearic și alcool tehnic (5g/100ml). Procesul de presare are loc la temperatura camerei, iar probele obținute sunt cântărite pentru determinări de porozitate.

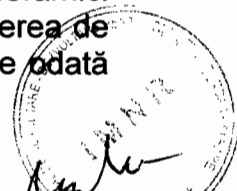
Sinterizarea comprimatelor de aliaj are loc într-un cuptor prevăzut cu atmosferă inertă, după un ciclu specific sinterizării aliajelor de aluminiu. Comprimatele se încălzesc la aproximativ 400°C timp de 20 minute pentru a elimina substanțele volatile. Temperatura se ridică apoi la 550 - 620°C pentru sinterizare, timp de 1 oră. După răcirea în cuptor, șarja se extrage și se prelucrează mecanic pentru operația următoare de extrudare.

Comprimatele sinterizate se prelucrează prin strunjire la un diametru de 30 mm și o 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 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 poansonul preseii, prin pulverizare sau cu pensula. Comprimatul sinterizat, încălzit la temperatura de lucru, este introdus în containerul preseii, cu începerea procesului de extrudare prin coborârea poansonului și aplicarea graduală a forței de presare asupra materialului. Materialul extrudat se prelucrează mecanic prin tăiere și strunjire.

Conform invenției, procedeul de elaborare a aliajului de aluminiu 5083 prin aliere mecanică, sinterizare, presare, extrudare prezintă următoarele avantaje:

- Obținerea de aliaje cu un conținut ridicat de elemente reactive. Adăosul de Mg sau Ti la elaborarea de aliaje de aluminiu, prin topire în cuptor, se realizează cu utilizarea de fluxuri de protecție speciale. Spre deosebire de elaborarea prin topire,, alierea mecanică se desfășoară în sistem închis și controlat

- Aliajele obținute prin aliere mecanică sunt ranforsate cu dispersoizi ceramici de dimensiuni mici (nanometrici), în cantități variate și în mod uniform. Obținerea de materiale compozite prin metode în stare topită prezintă dificultăți importante odată





cu micșorarea dimensiunii ranforsării, iar dispersarea acesteia în matrice este neuniformă.

- Alierea mecanică permite obținerea de faze nano or cvasi cristaline, dificil de obținut prin procedeele clasice. Finisarea structurii îmbunătățește substanțial proprietățile mecanice ale aliajului.

- Prin extrudarea produselor sinterizate din aliaj AA5083 aliat mecanic și cu adaos de agent dispersoid (Al_2O_3) se pot obține produse cu caracteristici mecanice superioare produselor din aliaj clasic AA5083. 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 de grăunte și în interiorul grăunților.

Se dau în continuare două exemple de aplicare a procedurii pentru fiecare aliaj în parte:

Exemplul 1: Pentru realizarea unei șarje de aliaj 5083 ranforsat cu 5% dispersoid ceramic, se utilizează un amestec de pulberi de Al (Alfa Aesar, 40-400 μ m), Mg (Merk, < 100 μ m), Mn (Merk, 100 μ m), Ti (Alfa Aesar, 40 μ m), Cr (Merk, <100 μ m) și Al_2O_3 (Sigma Aldrich, 10 μ m) în proporție specifică, dată de compoziția aliajului 5083 (4,9%Mg; 1%Mn; 0,25%Cr; 0,15%Ti; rest Al) și adaosul de dispersoid (5% Al_2O_3).

Amestecul de pulberi se introduce în incinte de 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 loc sub atmosferă inertă, timp de 8 ore.

Pulberea de aliaj 5083-ODS este compactată cu o presă unidirecțională la 6tf, cu un adaos de lubrifianț (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 presat/sinterizată are o densitate aparentă de 2,33 g/cm³.

Procesul de extrudare a comprimatelor sinterizate are loc la cald (450°C), cu o forță de presare de 25tf, 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 450MPa, la o alungire relativă de 9%.

Exemplul 2. Pulberi elementare de Al (Alfa Aesar, 40-400 μ m), Mg (Merk, < 100 μ m), Mn (Merk, 100 μ m), Ti (Alfa Aesar, 40 μ m), Cr (Merk, <100 μ m) și Al_2O_3 (Sigma Aldrich, 10 μ m) 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 ceramic (Al_2O_3).

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 6tf 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.

Produsul rezultat cu diametrul de 30 mm, urmează o operație de extrudare în 4 trepte la cald, la o temperatură de 450°C, cu o forță de presare de 25tf și unghi de presare de 45 de grade, pentru a produce o bară extrudată de Ø8mmx. Bara de aliaj 5083 extrudat în 4 trepte cu un conținut de 10% dispersoid prezintă o rezistență mecanică de 480MPa și alungire relativă de 7%.



REVENDICĂRI

1. Procedeu nou de obținere a unui aliaj de aluminiu din clasa 5083 prin aliere mecanică , caracterizat prin aceea că pulberile de Al, Mg, Ti, Cr sunt alimentate în proporții corespunzătoare compoziției aliajului în incinta de măcinare a unei mori de mare energie, împreună cu pulberea de Al_2O_3 , având rol de dispersoid, și măcinate timp de 8 ore în atmosferă inertă (Ar), iar pulberea de aliaj 5083 rezultată este amestecată în proporție de 1% cu un agent lubrifiant (acid stearic), presată unidirecțional cu o presiune de 6tf și sinterizată la o temperatură de $550^{\circ}C$, sub atmosferă inertă, timp de 3 ore, cu obținerea unui comprimat cu densitatea aparentă de $2,33\text{ g/cm}^3$.

2. Un procedeu conform revendicării 1, caracterizat prin aceea că, pentru îmbunătățirea caracteristicilor mecanice ale aliajului obținut, comprimatul sinterizat a fost supus unor tratamente termo-mecanice prin extrudare la cald ($450^{\circ}C$), cu o forță de presare de 25tf și un unghi de presare de 45 de grade, cu reducerea diametrului de la 30mm la 8 mm, în 2-4 trepte și cu obținerea unei bare de aliaj cu o rezistență mecanică de peste 450MP și o alungire relativă de 7-10%.

