

RZECZPOSPOLITA
POLSKA



Urząd Patentowy
Rzeczypospolitej Polskiej

(12) **OPIS PATENTOWY**

(19) **PL**

(11) **234046**

(13) **B1**

(21) Numer zgłoszenia: **409983**

(22) Data zgłoszenia: **03.11.2014**

(51) Int.Cl.

B22F 3/105 (2006.01)

B22F 3/00 (2006.01)

(54)

Sposób oraz urządzenie do konsolidacji materiałów proszkowych

(43) Zgłoszenie ogłoszono:

09.05.2016 BUP 10/16

(45) O udzieleniu patentu ogłoszono:

31.01.2020 WUP 01/20

(73) Uprawniony z patentu:

**GENICORE SPÓŁKA Z OGRANICZONĄ
ODPOWIEDZIALNOŚCIĄ, Warszawa, PL**

(72) Twórca(y) wynalazku:

MARCIN ROSIŃSKI, Warszawa, PL

(74) Pełnomocnik:

rzecz. pat. Marek Bury

PL 234046 B1

Opis wynalazku

Przedmiotem wynalazku jest urządzenie do elektrycznego spiekania szerokiej grupy materiałów proszkowych nanokrystalicznych, submikronowych i mikronowych, a w szczególności do wytwarzania materiałów kompozytowych z wtrąconymi cząstkami m.in.: diamentu, kubicznego azotku boru, nanorurek, grafenu, Al_2O_3 , SiC, Si_3N_4 , WC, Ta, ReB_2 , ZrO_2 , TiC, TiN, razem lub osobno, w osnowie twardych materiałów takich jak m.in.: węgliki spiekane lub materiałów o wysokim przewodnictwie cieplnym, takich jak wolfram, molibden, aluminium, miedź, razem lub osobno.

W konwencjonalnym spiekaniu, energia cieplna dostarczana jest przez promieniowanie i przewodnictwo cieplne, w wyniku czego spiekany materiał nagrzewany jest od powierzchni spieku do jego rdzenia. Taki sposób nagrzewania stanowi o tym, iż szybkość i efektywność nagrzewania jest mała. Dodatkowo długie spiekanie wiąże się z rozrostem ziarna w konsolidowanym materiale, a w konsekwencji z utratą jego korzystnych właściwości. Ma to miejsce szczególnie po osiągnięciu w konsolidacji gęstości krytycznej wynoszącej około 90% gęstości materiału litego. W rezultacie trudno jest otrzymać materiały o gęstości powyżej 90% i rozmiarze ziaren poniżej 100 nm. W nanokrystalicznych materiałach obserwuje się wzrost twardości ze zmniejszaniem się rozmiaru ziarna. Materiały z nanokrystaliczną strukturą z reguły są bardziej plastyczne i mają większą odporność na pękanie niż klasyczne polikrystały, nawet w przypadku materiałów kruchych.

W stanie techniki znane są liczne sposoby spiekania proszków z wykorzystaniem ich aktywacji polem elektrycznym. Sposoby te pozwalają na przeprowadzenie procesu spiekania w bardzo krótkim czasie, od kilku do kilkunastu minut, ograniczając w ten sposób rozrost ziaren w konsolidowanym materiale. W literaturze określane są one jako: EDC (ang. *Electro Discharge Compaction*). W metodach tych, podobnie jak w konwencjonalnym prasowaniu na gorąco HIP (ang. *Hot Pressing*), proces spiekania realizowany jest przy jednoosiowym nacisku. Istotną różnicę stanowi fakt, że w metodach spiekania aktywowanych polem elektrycznym typu EDC, energia cieplna jest wydzielana bezpośrednio w całej objętości spiekane materiału.

W latach 60-tych ubiegłego wieku wprowadzono sposoby, w których do aktywacji spiekane materiału stosuje się w pierwszym okresie nagrzewania proszku prąd impulsowy. Sposoby te pozwalają na przeprowadzenie procesu spiekania w bardzo krótkim czasie, od kilku do kilkunastu minut, ograniczając w ten sposób rozrost ziaren w konsolidowanym materiale. Są one znane pod skrótami metoda PAS (ang. *Plasma Assisted Sintering*), metoda SPS (ang. *Spark Plasma Sintering*), metoda FAST (ang. *Field Assisted Sintering Technique*), EPA (ang. *Electric Pulse Assisted Consolidation*), metoda PEDC (ang. *Pulse Electro-Discharge Consolidation*).

W sposobach z nagrzewaniem prądem impulsowym, podobnie jak i w konwencjonalnym spiekaniu prądem stałym, proszek nagrzewany jest ciepłem Joule'a wydzielanym podczas przepływu prądu przez matrycę zwykle wykonaną z grafitu oraz spiekany proszek. Natomiast w metodach wykorzystujących prąd impulsowy, w zależności od rozwiązania, nagrzewanie realizowane jest prądem impulsowym tylko w pierwszym okresie zagęszczania, lub w pierwszym i drugim etapie spiekania, tak jak w przypadku metody typu SPS.

O ile nagrzewanie matrycy impulsami prądu nie różni się od nagrzewania prądem stałym w metodach konwencjonalnych, to nagrzewanie proszku jest znacznie bardziej złożone. Wynika to z wielu możliwych ścieżek przepływu prądu przez konsolidowany proszek poddany prasowaniu. Przepływ prądu może następować: w wyniku wyładowań łukowych w porach między konsolidowanymi cząstkami proszku, tunelowania przez warstwę tlenków pokrywających powierzchnię proszku w miejscu ich kontaktu lub jej przebicia elektrycznego.

Dla zapewnienia warunków sprzyjających powstawaniu przebicia elektrycznego w obszarach między cząstkami proszku zalecane jest stosowanie niskiego ciśnienia prasowania. Elektryczne przebicie jest wyładowaniem w otaczających szczelinach pomiędzy cząstkami, ujawniającym się przez obecność wyładowań łukowych. Wystąpienie przebicia zależy od wielkości szczeliny d oraz średniej drogi swobodnej gazu λ . Jeśli spełniony jest warunek, że $d > \lambda$, to może mieć miejsce przebicie gazu. Zjawisko to ilustruje krzywa Paschena odzwierciedlająca napięcie przebicia w funkcji iloczynu wielkości szczeliny przez ciśnienie. Krzywa ta nie jest monotoniczna. Przykładowo osiąga minimum: napięcie przebicia równe 300 V dla ciśnienia atmosferycznego przy wielkości szczeliny $d \sim 9 \mu\text{m}$.

Ważnym zjawiskiem towarzyszącym wyładowaniom łukowym jest transport materiału, w wyniku tego mechanizmu następuje transport ładunku wzdłuż szczelin. Dokonuje się to przez odparowywanie powierzchni materiału. W etapie tym ma miejsce oczyszczanie powierzchni z tlenków i zanieczyszczeń.

Są to kluczowe zjawiska decydujące o właściwościach spiekane go materiału, determinujące m.in. stopień zagęszczenia, np. wyrażony procentem wartości gęstości teoretycznej spieku oraz wielkość ziarna, która ma decydujący wpływ na twardość, odporność na kruche pękanie, plastyczność.

W znanych metodach typu SPS, jak na przykład ujawniona w opisie zgłoszenia patentowego USA nr US 2010/0139840, wartość stosowanego napięcia najczęściej mieści się w zakresie od 5 do 10 V. Zapewnienie warunków do wystąpienia przebicia można wówczas zapewnić redukując wielkość szczeliny *d*. Można to osiągnąć zwiększając ciśnienie prasowania do kilkudziesięciu MPa w pierwszym etapie procesu spiekania. Napięcie rzędu kilku Voltów często okazuje się być wielkością mniejszą od wartości odpowiadającej minimum krzywej Paschena i nie wywołą przeskoku nawet w przypadku, gdy np. zostanie zmniejszona odległość między cząstkami proszku lub zmniejszone ciśnienie gazu. Dodatkowo, jak się okazuje przy wysokim ciśnieniu prasowania powierzchnia kontaktu staje się większa, utrudnia to powstawanie wyładowań elektrycznych. W związku z tym spiekanie impulsowe z niskimi napięciami często okazuje się zawodne i daje w wyniku spiek o niekorzystnych parametrach.

Znane są również metody nagrzewania prądem impulsowym w warunkach wysokiego napięcia. Źródłem energii jest wówczas kondensator lub bateria kondensatorów o napięciu pracy od kilku tysięcy do kilkudziesięciu tysięcy volt. Tego typu rozwiązania zostały ujawnione m.in. w dokumentach patentowych USA Nr 4,929,415 oraz 5,084,088 w których ujawniono rozwiązanie obejmujące baterię kondensatorów o łącznej pojemności 240 μF . W rozwiązaniu tym zastosowano napięcie robocze z zakresu od 5 do 30 kV. Czas trwania impulsu mieścił się w zakresie od 10 do 200 μs .

Poważną wadą takich rozwiązań jest fakt, że kluczowanie napięć znacząco przekraczających 1 kV jest bardzo kłopotliwe. Stosowane do tego celu iskierniki okazują się zawodne i często ulegają awariom. Co więcej nie zapewniają dostatecznie wysokiej częstotliwości powtarzania impulsów. Rozwiązania z przełącznikami tranzystorowymi jak ujawniony w publikacji zgłoszenia międzynarodowego WO2014155352 umożliwiają przełączanie z wysokimi częstotliwościami – rzędu 100 Hz, oraz są przystosowane do krótkich czasów trwania impulsu, od kilkudziesięciu do kilkuset μs , jednak ich konstrukcja na tak wysoki zakres napięć jest kłopotliwa. Są również podatne na awarie. Stosowanie napięć znacząco przekraczających 1 kV w połączeniu z przepływami prądu przekraczającymi 40 kA powoduje przyspieszoną erozję elektrod i matrycy. Dodatkowo konstrukcja wysokoprądowych i wysokonapięciowych zasilaczy jest bardzo kłopotliwa.

Pewnym rozwiązaniem jest zastosowanie rozwiązania transformatorowego, takiego jak ujawnione w publikacji zgłoszenia międzynarodowego WO2010070623. Jednak zastosowanie elementów indukcyjnych, takich jak transformator wiąże się z wydłużeniem czasu trwania impulsu prądu jakim pobudza się spiekany proszek oraz obniżeniem wartości maksymalnej natężenia prądu, a w konsekwencji przekłada się na mniejszą kontrolę nad procesem konsolidacji.

Celem wynalazku jest rozwiązanie wskazanych powyżej problemów.

Sposób konsolidacji materiałów proszkowych według wynalazku prowadzi się za pomocą urządzenia, wyposażonego w szczelną dla gazów komorę roboczą, prasę połączoną z pierwszą elektrodą i z drugą elektrodą. W matrycy pomiędzy elektrodami mieści się konsolidowany proszek, na który prasa wywiera nacisk za pośrednictwem pierwszej i drugiej elektrody. Do elektrody pierwszej i drugiej jest podłączony obwód zawierający zasilacz tak, że przepływ prądu zasilacza zamyka się przez elektrody pierwszą i drugą oraz konsolidowany proszek, przy czym konsolidowany proszek poddaje się naciskowi przy jednoczesnym pobudzaniu impulsami prądu. Napięcie odkładające się na proszku w szczycie impulsu mieści się w zakresie od 50 V do 900 V, a czas trwania impulsu jest niższy niż 300 μs .

Częstotliwość powtarzania impulsów mieści się w zakresie od 1 kHz do 5 kHz a współczynnik wypełnienia od 0,1 do 0,9, co zapewnia możliwość precyzyjnej regulacji temperatury.

Konsolidację proszku prowadzi się przynajmniej dwuetapowo. Pierwszy etap służy oczyszczeniu proszku. Stosuje się w nim nacisk prasy odpowiadający ciśnieniu na proszek mieszczącemu się w zakresie od 2 MPa do 15 MPa zaś wartości prądu w impulsie, współczynnik wypełnienia impulsów oraz częstotliwość powtarzania dobiera się tak aby temperatura proszku mieściła się stale w zakresie od 0,05 do 0,3 temperatury topnienia proszku. W etapie tym dzięki relatywnie niewielkiemu ciśnieniu prasy przestrzenie między cząstkami proszku są dość duże by powstawały częste wyładowania łukowe. Przy zachowaniu relatywnie niewielkiej temperatury procesu nie dochodzi do konsolidacji dużych ziaren.

W drugim etapie dochodzi do właściwej konsolidacji. Stosuje się w nim nacisk prasy odpowiadający ciśnieniu na proszek mieszczącemu się w zakresie od 15 MPa do 200 MPa. Wartości prądu w impulsie, współczynnik wypełnienia impulsów oraz częstotliwość powtarzania dobiera się tak aby temperatura proszku mieściła się stale w zakresie od 0,6 do 0,9 temperatury topnienia proszku. Ponieważ

spiekaniu poddaje się proszek o bardzo wysokiej czystości uzyskanej dzięki czyszczeniu w etapie jeden, drugi etap zapewnia spiek o małym ziarnie i wysokiej gęstości.

Korzystnie przed wykonaniem pierwszego etapu gaz z komory roboczej odsysa się tak długo aż ciśnienie gazu w komorze roboczej będzie nie wyższe niż 10^{-5} Pa. Następnie rozpoczyna się etap pierwszy stale odsysając gaz i mierząc jego ciśnienie. Po początkowym wzroście ciśnienia spowodowanym gazowaniem wynikającym z czyszczenia proszku ciśnienie wraca do poprzedniego poziomu poniżej 10^{-5} . Wówczas etap pierwszy kończy się.

Etap drugi korzystnie prowadzi się przy jednoczesnym pomiarze skurczu proszku i przerywa się go po tym jak w ciągu ustalonego czasu skurcz będzie niższy niż pewna progowa wartość. Brak skurczu przez jakiś czas oznacza, że dalsza konsolidacja nie przyniesie już znaczących efektów. Kryterium pomiaru skurczu zapewnia redukcję czasu konsolidacji.

Progową wartość korzystnie dobiera się na podstawie przebiegu skurczu w drugim etapie. Relatywizacja tej wartości umożliwia bardziej precyzyjne dobranie kryterium stopu i w konsekwencji optymalny kompromis pomiędzy czasem konsolidacji a gęstością skonsolidowanego proszku.

Czas pomiaru skurczu każdorazowo korzystnie mieści się w zakresie od 15 do 60 sekund a pewna progowa wartość skurczu jest niższa niż $10\ \mu\text{m}$.

Korzystnie sposób według wynalazku obejmuje trzeci etap, w którym studzi się konsolidowany proszek stopniowo zmniejszając natężenie prądu i/lub współczynnik wypełnienia impulsów. Zabieg ten zapobiega pękaniu skonsolidowanego materiału, które niekiedy ma miejsce przy zbyt szybkim studzeniu.

Urządzenie dla konsolidacji materiałów proszkowych według wynalazku jest wyposażone w szczelną komorę roboczą, prasę połączoną z pierwszą elektrodą i z drugą elektrodą, pomiędzy którymi w matrycy mieści się konsolidowany proszek, na który praca wywiera nacisk za pośrednictwem tej pierwszej i drugiej elektrody. Do elektrod pierwszej i drugiej jest podłączony obwód zawierający zasilacz, oraz środki kluczujące tak, że przepływ prądu zasilacza zamyka się przez elektrody pierwszą i drugą, konsolidowany proszek oraz środki kluczujące. Urządzenie to jest wyposażone ponadto w pompę próżniową oraz środki do pomiaru temperatury konsolidowanego proszku. Cechą szczególną tego urządzenia jest to, że napięcie zasilacza (9) mieści się w zakresie od 50 V do 900 V, zaś środki zasilacz oraz kluczujące są skonfigurowane do zamykania obwodu przepływu prądu na czas krótszy niż 300 μs .

Zasilacz oraz środki kluczujące korzystnie są przystosowane do generowania impulsów z częstotliwością w zakresie od 1 kHz do 5 kHz i współczynnikiem wypełnienia od 0,1 do 0,9, co zapewnia możliwość precyzyjnej regulacji temperatury.

Szczytowe napięcie zasilacza w impulsie mieści się korzystnie w zakresie od 50 V do 150 V.

Korzystnie środki kluczujące są zintegrowane z zasilaczem dając w wyniku zasilacz impulsowy.

Urządzenie według wynalazku korzystnie jest wyposażone w środki do pomiaru ciśnienia gazu w komorze roboczej zapewniające dogodne kryterium zakończenia etapu pierwszego sposobu według wynalazku.

Urządzenie to jest korzystnie wyposażone w środki do pomiaru skurczu konsolidowanego proszku zapewniające dogodne kryterium stopu dla etapu drugiego sposobu według wynalazku.

Prasę urządzenia korzystnie stanowi prasa hydroelektryczna zapewniająca wysoką precyzję nastawiania nacisku w całym zakresie pracy, a w szczególności przy wartości nacisku $\leq 10\%$ wartości maksymalnej wartości nacisku prasy oraz zapewniające szybką reakcję na sygnały sterujące.

Twórca wynalazku zaobserwował, że spiekanie jako proces kontrolowany powierzchniowo jest bardzo uzależniony od stanu powierzchni cząstek. W skład materiałów nanokrystalicznych w około 50% objętości – dla materiału z ziarnem 5 nm – wchodzi atomy o podwyższonym stanie energetycznym, znajdujące się w obszarze granic ziaren, w których nie obserwuje się uporządkowania dalekiego zasięgu, czyli w przebiegu procesu spiekania dominującą rolę zaczynają odgrywać granice ziaren, a nie ziarna. Stan powierzchni cząstki wpływa nie tylko na odrębne właściwości cząstek i przebieg procesu spiekania, ale również na końcowe właściwości mechaniczne.

Wyniki wskazują, że ultra-czyste nanocząstki spiekają się szybciej przy niższych temperaturach. Rozrost szyjek zachodzi przez dyfuzję powierzchniową, ruch dyslokacji i obrót ziaren. Odmiennie przebiegają procesy spiekania nanocząstek w warunkach kontrolowanej ilości tlenu. Obserwuje się wtedy bardzo niewielki rozrost szyjek, lub nawet jego brak. Zanieczyszczenie tlenem zmniejsza energię powierzchniową i spowalnia kinetykę procesu spiekania.

W związku z tym dwuetapowy sposób konsolidacji według wynalazku, w którym etap pierwszy służy czyszczeniu cząstek, zaś etap drugi stanowi właściwą konsolidację, pozwala na uzyskanie spieków o niezmiennych parametrach przy zasadniczej redukcji napięcia w porównaniu do klasycznych metod wysokonapięciowych. To pozwala na uproszczenie urządzenia i działanie w korzystnym zakresie napięć i prądów zapewniających dłuższą bezawaryjną pracę urządzenia.

Przedmiot wynalazku został ukazany w przykładach wykonania na rysunku, na którym Fig. 1 przedstawia urządzenie według wynalazku.

W pierwszym przykładzie wykonania niniejszego wynalazku sposób konsolidacji materiałów proszkowych prowadzi się za pomocą urządzenia według wynalazku przedstawionego schematycznie na Fig. 1. Urządzenie to jest wyposażone w próżniową komorę roboczą 1, w której umieszcza się matrycę grafitową 4 zawierającą konsolidowany proszek 5. Urządzenie jest wyposażone w prasę 11 z napędem hydrauliczno-elektrycznym połączoną z pierwszą elektrodą 3 i z drugą elektrodą 6. Elektrody te współpracują z umieszczoną w komorze matrycą 4, przekazując na umieszczony w niej konsolidowany proszek 5 nacisk z prasy 11. Do elektrody pierwszej 3 i drugiej 6 jest podłączony obwód z zawierający zasilacz 9. Prąd zasilacza 9 zamyka równoległe połączenie pięciu modułów. Nadrzędny sterownik kontroluje sumaryczny prąd wyjściowy i, zależnie od zadanej wartości prądu, aktywuje wybraną liczbę modułów pracujących na ograniczeniu prądowym i stabilizuje tę zadaną wartość prądu „doregulowując” ją prądem jednego wybranego modułu. Wyjścia prądowe wszystkich modułów połączone są wspólnymi szynami Cu. Zasilacz może pracować z mniejszą liczbą modułów ograniczając, stosownie do ich liczby, moc wyjściową.

Tym samym paradoksalnie rozwiązanie o niższej sprawności i bardziej skomplikowanej w konstrukcji okazało się korzystne. Zastosowanie urządzenia wg. wynalazku prowadzi do aktywacji szybkiego spiekania w fazie stałej poniżej 0,75 temperatury topnienia. Okazało się, że bowiem, że skrócenie impulsów skutkuje wystąpieniem łuku, ze względu na skuteczne usuwanie warstwy tlenkowej i warstwy zaadsorbowanych gazów. Okazało się również, iż czas impulsu jest wystarczająco długi dla procesu zagęszczania, ale jeszcze za krótki dla obszernego rozrostu ziarna, co ma miejsce dla technik typu SPS.

Dla specjalisty z dziedziny po lekturze niniejszej dokumentacji oczywistym jest, że zasilacz, w urządzeniu według wynalazku można skonstruować na wiele różnych sposobów obejmujących zarówno rozwiązania z zewnętrznym układem kluczującym jak i zasilacze generujące od razu pożądane impulsy. Jasnym jest również że etapy pierwszy i drugi można uzupełnić o dodatkowe fazy lub też pomiędzy nimi poddać konsolidowany proszek dodatkowym zabiegom. Oczywistym jest to, że to czy etap chłodzenia jest konieczny, czy nie zależy od składu konsolidowanego proszku i że specjalista z dziedziny powziąwszy informację niniejszego opisu iż to zbyt szybkie wychładzanie może być przyczyną pęknięć jest w stanie zaplanować stosowny przebieg tego etapu właściwy dla danego składu proszku i warunków końcowych etapu drugiego procesu konsolidacji.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób konsolidacji materiałów proszkowych za pomocą urządzenia, wyposażonego w szczelną dla gazów komorę roboczą (1), prasę połączoną (11) z pierwszą elektrodą (3) i z drugą elektrodą (6), pomiędzy którymi w matrycy (4) mieści się konsolidowany proszek (5), na który prasa (11) wywiera nacisk za pośrednictwem elektrod pierwszej (3) i drugiej (6), przy czym do elektrody pierwszej (3) i drugiej (6) jest podłączony obwód z zawierający zasilacz (9) tak, że przepływ prądu zasilacza (9) zamyka się przez elektrody pierwszą (3) i drugą (6) oraz konsolidowany proszek (5), przy czym konsolidowany proszek (5) poddaje się naciskowi przy jednoczesnym pobudzaniu impulsami prądu,
znamienny tym, że
napięcie odkładające się na proszku (5) w szczycie impulsu mieści się w zakresie od 50 V do 900 V, a czas trwania impulsu jest niższy niż 300 μ s, częstotliwość powtarzania impulsu mieści się w zakresie od 1 kHz do 5 kHz a współczynnik wypełnienia impulsu mieści się w zakresie od 0,1 do 0,9, zaś konsolidację proszku (5) prowadzi się przynajmniej dwuetapowo, przy czym, w pierwszym etapie stosuje się nacisk prasy (11) odpowiadający ciśnieniu na proszek (5) mieszczącemu się w zakresie od 2 MPa do 15 MPa zaś wartości prądu w impulsie, współczynnik wypełnienia impulsów oraz częstotliwość powtarzania dobiera się tak

aby temperatura proszku mieściła się stale w zakresie od 0,05 do 0,3 temperatury topnienia proszku,

w drugim etapie stosuje się nacisk prasy (11) odpowiadający ciśnieniu na proszek (5) mieszczącemu się w zakresie od 15 MPa do 200 MPa, zaś wartości prądu w impulsie, współczynnik wypełnienia impulsów oraz częstotliwość powtarzania dobiera się tak aby temperatura proszku (5) mieściła się stale w zakresie od 0,6 do 0,9 temperatury topnienia proszku (5).

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że przed wykonaniem pierwszego etapu gaz z komory roboczej (1) odsysa się tak długo aż ciśnienie gazu w komorze roboczej (1) będzie nie wyższe niż 10^{-5} Pa po czym rozpoczyna się etap pierwszy stale odsysając gaz i mierząc jego ciśnienie, zaś etap pierwszy kończy się gdy, po początkowym wzroście ciśnienie gazu osiągnie ponownie wartość nie wyższą niż 10^{-3} Pa.
3. Sposób według zastrz. 1 albo 2, **znamienny tym**, że etap drugi prowadzi się przy jednoczesnym pomiarze skurczu proszku i przerywa się go po tym jak w ciągu ustalonego czasu skurcz będzie niższy niż pewna progowa wartość.
4. Sposób według zastrz. 3, **znamienny tym**, że pewną progową wartość dobiera się na podstawie przebiegu skurczu w drugim etapie.
5. Sposób według zastrz. 3, **znamienny tym**, że ustalony czas mieści się w zakresie od 15 do 60 sekund a pewna progowa wartość skurczu jest niższa niż $10\ \mu\text{m}$.
6. Sposób według zastrz. 3, **znamienny tym**, że stosuje się zasilacz o napięciu zasilacza mieszczącym się w zakresie od 50 V do 150 V.
7. Sposób według dowolnego z zastrz. od 1 do 6, **znamienny tym**, że obejmuje trzeci etap, w którym studzi się konsolidowany proszek (5) stopniowo zmniejszając natężenie prądu i/lub współczynnik wypełnienia impulsów.
8. Urządzenie dla konsolidacji materiałów proszkowych, wyposażone w szczelną komorę roboczą (1), prasę (11) połączoną z pierwszą elektrodą (3) i z drugą elektrodą (6), pomiędzy którymi w matrycy mieści się konsolidowany proszek (5), na który praca (11) wywiera nacisk za pośrednictwem elektrod pierwszej (3) i drugiej (6), przy czym do elektrody pierwszej (3) i drugiej (6) jest podłączony obwód z zawierający zasilacz (9), oraz środki kluczujące tak, że przepływ prądu zasilacza (9) zamyka się przez elektrody pierwszą (3) i drugą (6), konsolidowany proszek (5) oraz środki kluczujące, przy czym urządzenie to jest wyposażone ponadto w pompę próżniową oraz środki do pomiaru temperatury (8) konsolidowanego proszku, **znamiennie tym**, że napięcie zasilacza (9) mieści się w zakresie od 50 V do 900 V, zaś szerokość impulsu napięcia generowanego przez zasilacz ze środkami kluczującymi jest mniejsza lub równa $300\ \mu\text{s}$, natomiast zasilacz (9) oraz środki kluczujące są przystosowane do generowania impulsów z częstotliwością w zakresie od 1 kHz do 5 kHz i współczynnikiem wypełnienia od 0,1 do 0,9.
9. Urządzenie według zastrz. 8, **znamiennie tym**, że szczytowe napięcie zasilacza (9) w impulsie mieści się w zakresie od 50 V do 150 V.
10. Urządzenie według dowolnego z zastrz. od 8 do 9, **znamiennie tym**, że środki kluczujące są zintegrowane z zasilaczem.
11. Urządzenie według dowolnego z zastrz. od 8 do 10, **znamiennie tym**, że jest wyposażone w środki do pomiaru ciśnienia gazu w komorze roboczej.
12. Urządzenie według dowolnego z zastrz. od 8 do 11, **znamiennie tym**, że jest wyposażone w środki do pomiaru skurczu konsolidowanego proszku.
13. Urządzenie według dowolnego z zastrz. od 8 do 12, **znamiennie tym**, że prasa (11) stanowi prasę hydroelektryczną.

Rysunek

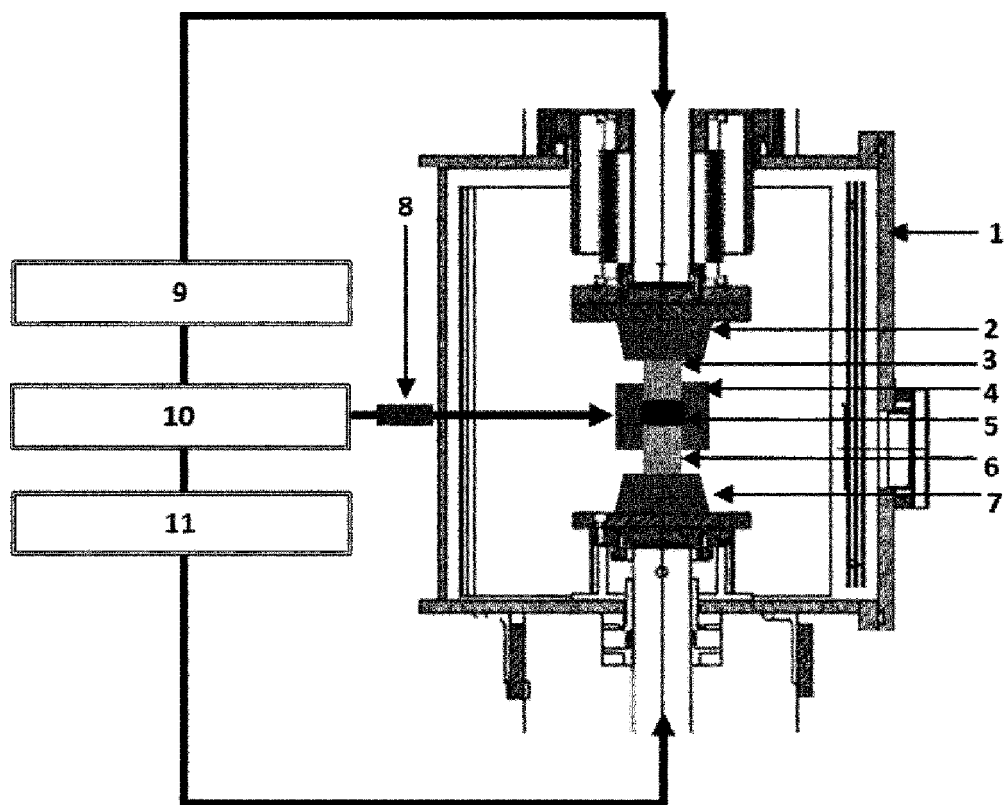


Fig. 1