



(11) **RO 134559 B1**

(51) **Int.Cl.**

C04B 35/58 (2006.01);

C04B 35/64 (2006.01);

H01L 39/12 (2006.01)

(12)

BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2019 00908**

(22) Data de depozit: **18/12/2019**

(45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: **30/03/2022** BOPI nr. **3/2022**

(41) Data publicării cererii:
27/11/2020 BOPI nr. **11/2020**

(73) Titular:
• **INSTITUTUL NAȚIONAL DE
CERCETARE-DEZVOLTARE PENTRU
FIZICA MATERIALELOR,
STR. ATOMIȘTILOR NR. 405A,
MĂGURELE, IF, RO**

(72) Inventatori:
• **BĂDICĂ PETRE, BD. DINICU GOLESCU
NR. 37, SC. B, ET. 3, AP. 48, SECTOR 1,
BUCUREȘTI, B, RO;**

• **GRIGOROȘCUȚĂ MIHAI - ALEXANDRU,
STR. VALEA OLTULUI, NR.24, BL.D31,
SC.B, ET.1, AP.20, SECTOR 6,
BUCUREȘTI, B, RO;**
• **BURDUȘEL MIHAIL, BD.UNIRII, NR.64,
BL.K4, SC.2, ET.2, AP.39, SECTOR 3,
BUCUREȘTI, B, RO;**
• **ALDICA GHEORGHE VIRGIL,
ALEEA RAMNICEI, NR.2, BL.M6, AP.66,
SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO**

(56) Documente din stadiul tehnicii:
RU 2202515 C2; WO 2006040199 (A1)

(54) **PROCEDEU DE PROCESARE RAPIDĂ PENTRU
FABRICAREA CORPURILOR SOLIDE
SUPRACONDUCTOARE DE MgB₂**



RO 134559 B1

1 Prezentă invenție se referă la un procedeu de procesare rapidă pentru obținerea cor-
purilor solide supraconductoare de MgB_2 , prin sinterizarea pulberilor în câmp electric intens.

3 Corpurile masive de MgB_2 se produc prin diferite metode. Industrial metoda *in situ*,
folosind componentele pe bază de Mg sau B [S. Carencu și colab., Chem. Rev. 113 7981
5 (2013)] este cea mai utilizată și dezvoltată. Aceasta constă în: 1. pulberile din cele două ele-
mente cu și fără adaosuri se amestecă și se introduc într-un spațiu etanș și umplut cu argon;
7 2. se realizează tratamentul termic pentru sinteză; 3. corpul sinterizat este prelucrat prin
diferite tehnologii, cu diferite arhitecturi și cu diferite materiale (de exemplu feromagnetice).

9 În documentul de brevet US 2009156410 A1 se consolidează pulbere de MgB_2 prin
umplerea, presarea și tratarea termică convențională într-un tub de aluminiu; în cererea de
11 brevet WO 02095093 A1 se folosește reacția dintre Mg și B în contact cu un pat de nitrură
de bor hexagonală la 1300-1700°C și 3-6 GPa pentru a obține MgB_2 ; în WO 02069353 A1
13 se consideră un compozit pe bază de MgB_2 în care Mg este înlocuit în diverse proporții cu
Ca, Be, Al, Li, Zn, Cu, Ni, Cr, Ti, Zr, Gd și combinațiile lor, introdus în tub metalic densificat
15 și reacționat termic, la care se folosește nitrura de bor ca distanțor față de peretele tubului
metalic. G. Giunghi și S. Cesara [US 2004/0124086 A1 -01.07.2004] propun obținerea de
17 MgB_2 masiv prin difuzia Mg-lichid în matricea de bor cristalin, la 950°C în atmosferă de
argon, totul etanșat într-un container (metoda *in situ* - a infiltrării).

19 În brevetul JP 19913056604 se propune un aparat de sinterizare SPS cu un
generator DC în pulsuri de 2-20 kA și celule de presiune de 10-100 tone [M. Tokita, J. Soc.
21 Powder Technol. 30 790 (1993)]. Ca urmare, se standardizează și se comercializează un
aparat SPS având o alimentare în curent pulsant la care trenul de 12 pulsuri de 3,3 ms este
23 urmat de amplitudine zero pentru 2 pulsuri de 3,3 ms, care se suprapune pe o componentă
de curent continuu. Curentul este aplicat pe o matriță, de obicei de grafit, în care se încarcă
25 pulberea/materialul care este procesată/sinterizată prin încălzire și asupra căreia se aplică
și o presiune uniaxială. Această procedură este raportată de atunci ca fiind uzual folosită în
27 tehnica Spark Plasma Sintering (SPS) (denumită și Field Assisted Sintering, FAST) [R. Orru
și colab., Mater. Sci. Eng. R, 63, 127, (2009)]. Căldura necesară pentru procesare/sinte-
29 rizare este căldura Joule produsă prin trecerea curentului electric intens prin poansoane,
matriță și pulbere. Vitezele de încălzire pot atinge uzual maximum 400-500°C/min.

31 În cererea de brevet A 2013 00832 se consideră un material prelucrabil mecanic,
compozit, compus din supraconductorul intermetalic majoritar de diborura de magneziu și
33 adaos de nitrura de bor hexagonală consolidat prin metoda SPS cu viteza de încălzire de
100°C/min. În articolul [G. Aldica și colab. Physica, C, 519, 184, (2015)] autorii au arătat
35 că în intervalul de viteze 20-400°C/min, discurile de MgB_2 obținute prin metoda SPS din
pulbere de MgB_2 în matrițe de grafit convenționale au proprietățile supraconductoare
37 optimizate pentru o viteză de încălzire de 100°C/min, când ceilalți parametri tehnologici de
proces sunt ca în brevetul indicat.

39 În brevetele de invenție [JP 10 053001; JP 19957216409, JP 2001348277, JP
2000063907] matrițele SPS au fost modificate cu scopul de a controla traseul curentului
41 aplicat (trecând sau nu prin proba funcție de materialul acesteia) cu scopul uniformizării
distribuției de curent în ansamblul matriței cu proba, pentru a asigura condiții de procesare
43 cât mai uniforme prevenind supraîncălzirile și gradientii termici în probă.

45 Corpurile solide supraconductoare pot fi utilizate pentru levitație magnetică, limita-
toarele de curent și la fabricarea stocatoarelor de energie magnetică folosite în tomografele
cu rezonanță nucleară, mașini, echipamente și motoare electrice de putere, stocare, transfer
47 sau generare de energie, separare/purificare magnetică, aplicații medicale, de transport,

spațiale, instrumente științifice etc., [M. Tomsic și colab., <i>International Journal of Applied Ceramic Technology</i> , 4, 3, (2007), J. H. Durell, și colab., <i>Supracond. Sci. Technol.</i> 31, 103501 (2018)].	1 3
Utilizarea materialului supraconductor de MgB ₂ ca piese masive în aplicațiile implicând levitația magnetică a fost studiată intens în domeniul de temperatură sub 35 K [B. Savaskan și colab., <i>Cryogenics</i> , 80, 108, (2016)]. Domeniul de aplicabilitate al MgB ₂ este apreciat a fi în zona temperaturilor ~ 10-30 K și în câmpuri magnetice până la 10-20 T [C. Buzea și colab., <i>Supercond. Sci. Technol.</i> , 14, (11), R115-R146, (2001)]. Acesta se datorează faptului că pentru condițiile indicate, valorile densității critice de curent sunt superioare celor obținute în supraconductori clasici - LTS (low temperature superconductors). Pe de altă parte, MgB ₂ nu depășește valorile densităților critice de curent ale supraconductoarelor de tip cuprați de temperatură critică înaltă (HTS, high temperature superconductors). Cu toate acestea, MgB ₂ prezintă potențial aplicativ semnificativ datorită:	5 7 9 11 13
(i) densității sale foarte scăzute (2,6 g/cm ³) comparativ cu LTS sau HTS (densități > 6 g/cm ³), fiind, astfel, foarte, util, în aplicațiile portabile;	15
(ii) când este complet densificat, rezistențele mecanice la întindere, încovoiere sau compresiune a MgB ₂ sunt superioare celor ale HTS;	17
(iii) MgB ₂ în formă masivă este folosit în stare policristalină, deoarece curenții persistenți nu depind de orientarea cristalină la granițele de grăunțe [D.C. Larbalestier și colab., <i>Nature</i> , 410, 6825, (2001)] așa cum este cazul HTS. Aceasta este o limitare în cazul HTS pentru care maximizarea caracteristicilor funcționale supraconductoare presupune obținerea unor materiale epitaxiale texturate, ceea ce necesită tehnici sofisticate și scumpe de fabricație;	19 21 23
(iv) MgB ₂ nu conține elemente scumpe, cum ar fi Nb, în cazul LTS și pământuri rare, cum ar fi Y, Sm, Gd, în cazul HTS.	25
Invenția rezolvă problema specifică metodelor de procesare utilizate în prezent [Giunchi G., <i>IEEE Transactions on Applied Superconductivity</i> , 21, 12022666, (2011), Durrell J H și colab., <i>Supercond. Sci. Technol.</i> 25 112002 (2012), Naito T și colab., <i>Supercond. Sci. Technol.</i> , 25, 095012, (2012), Fuchs G și colab., <i>Supercond. Sci. Technol.</i> 26 122002, (2013)] respectiv a limitărilor în obținerea densităților masice mari ale corpului masiv datorate reacțiilor chimice între materiile prime pe bază de Mg și B (metoda "in situ") și datorită volatilității mari a Mg. Utilizarea ca materie primă a compusului MgB ₂ (metoda "ex situ") este avantajoasă, dacă se depășesc problemele legate de necesitatea utilizării unor temperaturi mai ridicate de procesare pentru sinterizarea MgB ₂ dens. Temperaturile ridicate pot duce la interdifuzii puternice și descompunerea MgB ₂ nedorite, astfel ca minimizarea timpului de procesare devine o prioritate.	27 29 31 33 35
Problema tehnică pe care o rezolvă invenția o reprezintă obținerea de densități superioare ale supraconductoarelor prin utilizarea unor temperaturi ridicate de procesare pentru sinterizarea MgB ₂ .	37 39
Prezentul brevet rezolvă problema prezentată prin folosirea unei viteze de încălzire ridicate, de 1000°C /min. Alegerea metodei de procesare (in situ sau ex situ), tratamentul termic (procedeul tehnologic și parametrii tehnologici) sunt esențiali în controlul/îmbunătățirea parametrilor funcționali ai corpului supraconductor. Aplicarea vitezei de încălzire ridicate se realizează în cadrul procedeeului de procesare SPS. Rezultă un corp dens supraconductor de MgB ₂ care prezintă proprietăți deosebite de corpurile de MgB ₂ procesate cu viteze scăzute, ca urmare a specificului tehnologiei propuse: în corpul supraconductor se induc defecte ce joacă rol de centrii de fixare eficienți ai liniilor de flux magnetic a căror mișcare	41 43 45 47

RO 134559 B1

1 necontrolată produce fenomene nedorite de disipare (materialul este în stare supracon-
ductoare, dar apar pierderi prin mișcarea liniilor de flux). Procedul propus, respectiv invenția,
3 rezultă în fabricarea unui corp solid supraconductor de MgB_2 cu caracteristici funcționale
controlate/îmbunătățite. Procedul de procesare a pulberii de MgB_2 cu sau fără aditivi este
5 de tip *ex situ* având specific faptul că invenția aplică la tratamentul termic final prin metoda
Spark Plasma Sintering (SPS) sau Field Assisted Sintering Technique (FAST), pentru
7 obținerea (sinterizarea) corpului solid de MgB_2 supraconductor, o viteză de încălzire ridicată,
anume până la $1000^\circ C/min$ care este limitată de puterea instalației și aranjamentul matriței.
9 Matrița propusă pentru a realiza prin SPS procesarea cu viteze ridicate este modificată în
sensul forțării curentului să curgă prin poansoane și prin proba de MgB_2 , evitând trecerea
11 curentului prin corpul matriței.

Procedul de procesare rapidă pentru obținerea corpurilor solide supraconductoare
13 de MgB_2 prin sinterizarea pulberilor în câmp electric intens, înlătură dezavantajele de mai sus
prin aceea că are următoarele etape: încărcarea de pulbere de MgB_2 într-o matriță de grafit
15 modificată cu cilindru izolator din material dielectric din Al_2O_3 , astfel încât matrița permite
trecerea curentului aplicat în timpul sinterizării doar prin probă, presarea cu o forță de 5 kN,
17 sinterizarea pulberii presate în câmp electric în vid la 35...60 Pa, cu încălzire rapidă cu o
viteză de $1000^\circ C/min$, durata de sinterizare pe palierul de $1150^\circ C$ de 3 min, aplicarea unei
19 presiuni crescătoare de 95 MPa, răcirea sinterizatului făcându-se exponențial prin oprirea
bruscă a curentului în ansamblul matrița cu proba, în timpul scăderii presiunii până la 15 MPa
21 timp de 5 min.

Avantajele invenției în raport cu stadiul tehnicii sunt:

23 - alegerea unui procedeu convenabil pentru producerea corpului supraconductor,
care permite obținerea unor caracteristici funcționale optimizate/îmbunătățite. Procedul de
25 obținere (a corpului supraconductor cu simetrie cilindrică, dens și cu proprietățile supracon-
ductoare optimizate ca urmare a defectelor induse prin procesarea rapidă) din acest brevet
27 este metoda *ex situ*, care presupune folosirea compusului MgB_2 sub formă de pulbere.
Procedul se poate aplica și la amestecuri de pulberi de MgB_2 și aditivi cu formare de centrii
29 de fixare adiționali și creșterea/controlul în continuare a caracteristicilor supraconductoare
(densitatea critică de curent, J_c , câmpul de ireversibilitate H_{ir} , câmpul stocat B_{st} care depind
31 de defecte și de eficiența acestora în fixarea liniilor de flux magnetic) [G. Aldica și colab.,
Physica C, **477**, 43-50, (2012); P. Bădica și colab., **Correlated Functional Oxides:
33 Composites and Heterostructures**, Eds. H. Nishikawa, N. Iwata, T. Endo, Y. Takamura,
G-H Lee, P. Mele, Springer, 75-116, (2017)];

35 - alegerea vitezei de încălzire spre palier este esențială, ținând cont de temperatura
de descompunere a MgB_2 , de $890^\circ C$ [J. Schmidt și colab., **Solid State Sci.** **5**, 535, (2003)].
37 În același timp este necesară o durată de palier rezonabilă pentru obținerea unor densități
masice apropiate de 100%. O densitate mare favorizează pe lângă proprietățile mecanice
39 bune atingerea unei conectivități ridicate a supraconductorului, rezultând J_c mai mari. Cum
este de dorit ca descompunerea MgB_2 cât și interdifuzia (de exemplu: cu matrița sau reacțiile
41 cu adaosurile) să fie controlate/minimizate, invenția propune un segment de încălzire a
ciclului de fabricare cât mai scurt posibil (în cazul nostru până la $1000^\circ C/min$). Scurtarea
43 timpului de procesare poate aduce și beneficii economice.

Procesul de procesare (procedul) propus în această invenție beneficiază de
45 avantajele impuse de specificul/unicitatea SPS. Această tehnică de procesare termică sub
presiune și în câmp electric a materialelor este recunoscută pentru flexibilitate și efectele
47 de activare a proceselor fizico-chimice [S. Grasso și colab., **Sci. Technol. Adv. Mater.** **10**
053001 (2009); Z. A. Munir, **J. Mater. Sci.** **41(3)** 763-777 (2006), R. Chaim și colab., **J.
49 Mater. Sci.** **53**, 3087, (2018)]. Consecințele acestor aspecte constau în faptul că metoda

RO 134559 B1

produce piese de MgB_2 pur sau cu diferite adaosuri cu densități mari și uniforme, apropiate de valorile teoretice și permite obținerea unor microstructuri unice. Ambele aspecte, densitatea și microstructura duc la maximizarea proprietăților supraconductoare și a celor mecanice. Aceste rezultate nu se regăsesc în cazul multor altor metode de procesare a pulberii de MgB_2 pură sau cu adaosuri.

Invenția, pentru a produce o procesare rapidă folosind instalații comerciale (nemodificate), propune un nou tip de matrițe cu modificări minime prin introducerea unei piese adiționale de ceramică izolate electric (cilindru de Al_2O_3), ce presupune costuri reduse.

Se dă în continuare un exemplu de realizare a invenției pe baza fig. 1...4 în care:

- fig. 1, reprezintă fotografiile semifabricatelor și ale produsului finit sub formă de disc de MgB_2 pur sau aditivat: (a) - nanopulbere din compusul de MgB_2 ; (b) - produs finit: disc supraconductor după procesarea termică finală sub presiune și încălzire rapidă prin metoda SPS;

- fig. 2, reprezintă desenul schematic ce ilustrează montajul: 1- matrița de grafit, 2 - folii de grafit, 3 - poansoane de grafit, 4 - cilindrul de alumina și 5 - pulberea de MgB_2 supusă procesării SPS; Pentru realizarea etapei (finale) de procesare termică, sub presiune mecanică uniaxială și prin încălzire rapidă se aplică: P = presiune, I = curent;

- fig. 3, reprezintă diagrama de difracție a radiației X pe un eșantion decupat din corpul solid supraconductor prezentat în fig. 1b; notațiile fazelor cristaline sunt următoarele: 1 - MgB_2 , 2 - MgO, 3 - MgB_4 ;

- fig. 4a, reprezintă graficul densității critice de curent la diverse temperaturi (5 K - 35 K) în funcție de câmpul magnetic aplicat al unui eșantion de $1,5 \times 1,5 \times 1 \text{ mm}^3$ din centrul discului supraconductor, produsul finit;

- fig. 4b, arată variația magnetizării cu creșterea temperaturii între 5 și 42 K la un câmp static de 0,01 T a aceluiași eșantion;

- fig. 4c, arată forța de fixare maximă a liniilor de flux magnetic, iar în 'inset' este prezentată forța de fixare normalizată în funcție de câmpul redus la 20 K.

Exemplu

Se folosește nanopulbere comercială din compusul diborură de magneziu pentru a fabrica probe masive prin metoda rapidă de sinterizare.

a. O cantitate de 3 g de pulbere este încărcată într-o matriță de grafit modificată cu cilindru izolator electric de alumina cu diametru 20 mm. Matrița cu pulbere se etanșează cu două poansoane din grafit. În jurul pulberii există folii de grafit separatoare față de elementele de alumina și grafit.

b. Se introduce matrița într-o presă hidraulică și se presează la 5 kN, câteva zeci de secunde.

c. După depresare se plasează ansamblul într-o instalație de sinterizare asistată de câmp electric (SPS) produsă de FCT Systeme GmbH, Germania. Eșantioanele de produs final (disc) se obțin urmând un ciclu de încălzire-răcire după cum urmează: viteza de încălzire este de $1000^\circ\text{C}/\text{min}$, durata de sinterizare pe palierul de 1150°C este de 3 min, iar răcirea se face exponențial prin oprirea bruscă a curentului, I (fig. 2), prin ansamblul matrița cu probă. În timpul încălzirii se aplică asupra poansoanelor matriței o presiune uniaxială crescătoare ce atinge o valoare maximă de 95 MPa la începutul palierului de la temperatura maximă de procesare. La răcire presiunea este scăzută treptat în 5 min până la - 15 MPa. Atmosfera de sinterizare este de vid (ce variază în timpul procesului între 35 și 60 Pa) realizat dintr-o atmosferă de argon, încălzirea se obține folosind curenți electrici foarte intensi (peste 1300 A), ce au o componentă continuă peste care se suprapune o componentă pulsată, formată din trenuri de 12 pulsuri de 40 ms cu o pauză de 2 pulsuri de 6,6 ms între ele. Intensitatea trenurilor pulsate este comparabilă cu intensitatea componentei continue.

RO 134559 B1

1 Regimul de lucru poate fi selectat și adaptat în funcție de tipul de piesă (arhitectură,
materiale, deformarea plastică etc).

3 d. Extragerea eșantionelor este precedată de scoaterea prin depresare a încărcăturii
din matrița de grafit și eliminarea mecanică prin îndepărtare a resturilor din foliile de grafit.
5 Rezultă corpul solid dens (disc) de MgB_2 supraconductor (aditivat sau nu).

7 Discul supraconductor este caracterizat structural prin difracție de raze X (Bruker-
AXS D8 ADVANCE, radiația $CuK_{\alpha 1}$, $\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$). Conform fig. 3, materialul este compus
din faza principală MgB_2 (supraconductoare), și fazele secundare (MgO , MgB_4 , plus alte faze
9 reziduale, depinzând de aditivii folosiți).

11 Măsurătorile magnetice (fig. 4a, 4b) pentru caracterizarea corpurilor din fig. 1b au fost
efectuate între 0-7 T și 5-42 K, folosind un sistem de măsura MPMS (Quantum Design,
SUA).

13 (i) În cazul măsurătorilor magnetice pentru determinarea densității critice de curent,
 J_c , s-a decupat o bucată de circa $1,5-3,0 \times 1-3 \times 1,0 \text{ mm}^3$, care a fost fixată în capul de
15 măsură al instalației pe un suport nemagnetic din plexiglas. Câmpul magnetic a fost aplicat
perpendicular pe suprafața cea mai mare a eșantionului și a fost variat crescător și
17 descrescător cu $0,0005 \text{ T/s}$ în domeniul de măsură corespunzător. Pentru fiecare curbă de
histerezis $M(B)$, temperatura a fost fixată cu eroarea de $0,01 \text{ K}$. În fig. 4a este reprezentată
19 densitatea critică de curent funcție de câmpul magnetic aplicat la diverse temperaturi.
Aceasta este o mărime derivată a magnetizării $M(B)$, proporțională cu valorile diferenței între
21 valorile măsurate la același câmp pentru câmpul aplicat crescător și descrescător (**modelul
Bean [C. P. Bean, Phys. Rev. Lett. 8 250 (1962)]**).

23 (ii) În cazul măsurării magnetice pentru determinarea temperaturii critice, T_c , după
montarea în MPMS proba a fost adusă la 5 K , în câmp magnetic nul. De aici a început
25 măsurarea magnetizării ridicând temperatura până la 42 K și folosind un câmp magnetic
static de $0,01 \text{ T}$ (fig. 4b). Se observă tranziția abruptă în stare supraconductoare la o
27 temperatură de început a tranziției de $38,9 \text{ K}$.

29 (iii) Pentru determinarea variației forței ($F_p = J_c \times H_{\text{aplic}}$) maxime de fixare a liniilor de
flux magnetic în funcție de temperatură se folosesc curbele de moment magnetic funcție de
câmpul magnetic aplicat la diferite temperaturi în intervalul $5-35 \text{ K}$, determinate la punctul (i)
31 (fig. 4c). Variația forței de fixare în funcție de câmpul magnetic aplicat în forma normalizată
la 20 K se obține prin împărțirea forței la valoarea maximă a ei la 20 K , iar valoarea câmpului
33 magnetic se împarte la câmpul magnetic de ireversibilitate determinat la această temperatură
pentru un criteriu de 100 A/cm^2 (inset fig. 4c).

35 Folosirea piesei (eșantion) supraconductoare pentru aplicații se face prin alegerea
temperaturii de lucru, fixarea unui câmp magnetic ($B \geq 0 \text{ T}$), cât și a unui curent electric.
37 Câmpul magnetic și curentul electric nu vor depăși câmpul de ireversibilitate și respectiv
curentul critic, determinate experimental și care depind de tipul de ceramică supracon-
39 ductoare. Modificarea câmpului magnetic sau a curentului se va realiza cu o viteză optimă,
deoarece mișcarea liniilor de câmp magnetic depinde de dinamica acestora în supra-
41 conductorul aflat în stare mixtă: se pot produce salturi bruște în mișcarea liniilor de câmp
magnetic ceea ce produce disipare cu o scădere (în unele cazuri spre zero) a supra-
43 curentului, ceea ce nu este de dorit în aplicații. Regimul stabil de funcționare al eșantionului
depinde de supraconductor și de cerințele de funcționare ale aplicației și trebuie determinat
45 experimental.

47 Exemplele de utilizare a pieselor masive de MgB_2 sunt multiple [M. Tomsic și colab.,
International Journal of Applied Ceramic Technology, 4, 3, (2007) J. H. Durell, și colab.,
Supracond. Sci. Technol. 31, 103501, (2018)].

49 Invenția poate fi aplicată industrial pentru a produce continuu discuri prin adaptarea
și modificarea acestei metode [US 6383446].

RO 134559 B1

Revendicare

1

Procedeu de procesare rapidă pentru obținerea corpurilor solide supraconductoare de MgB_2 prin sinterizarea pulberilor în câmp electric intens, **caracterizat prin aceea că**, are următoarele etape: încărcarea de pulbere de MgB_2 într-o matriță de grafit modificată cu cilindru izolator din material dielectric din Al_2O_3 , astfel încât matrița permite trecerea curentului aplicat în timpul sinterizării doar prin probă, presarea cu o forță de 5 kN, sinterizarea pulberii presate în câmp electric în vid la 35...60 Pa, cu încălzire rapidă cu o viteză de 1000°C/min, durata de sinterizare pe palierul de 1150°C de 3 min, aplicarea unei presiuni crescătoare de 95 MPa, răcirea sinterizatului făcându-se exponențial prin oprirea bruscă a curentului în ansamblul matrița cu proba, în timpul scăderii presiunii până la 15 MPa timp de 5 min.

(51) Int.Cl.

C04B 35/58 (2006.01);

C04B 35/64 (2006.01);

H01L 39/12 (2006.01)

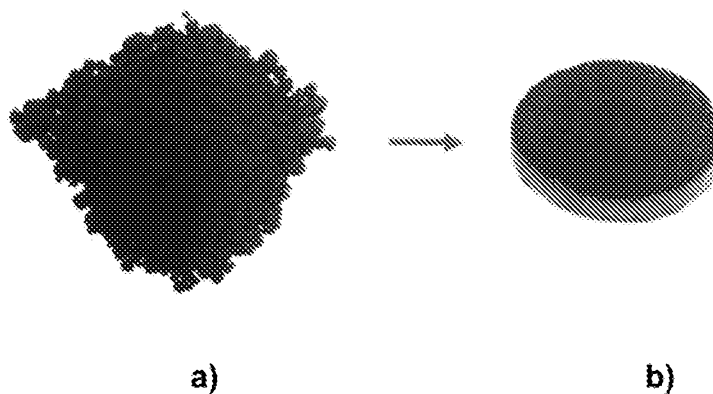


Fig. 1

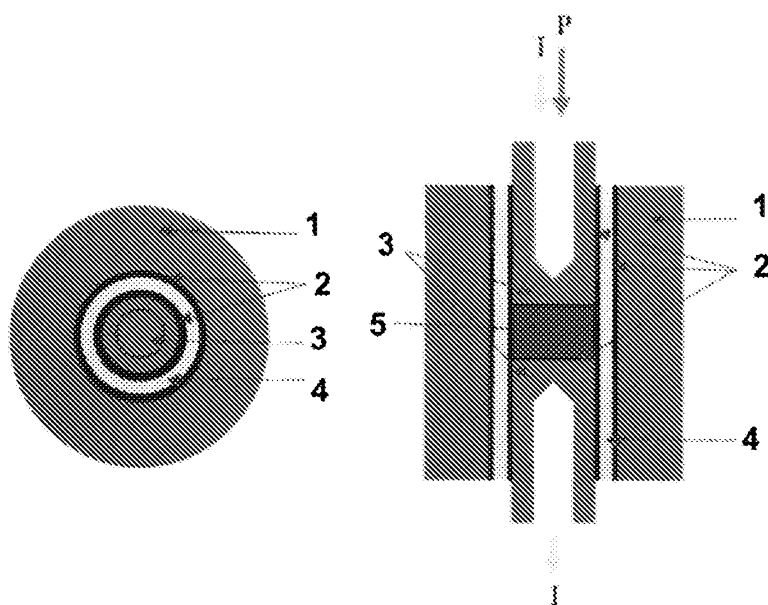


Fig. 2

(51) Int.Cl.

C04B 35/58 (2006.01);

C04B 35/64 (2006.01);

H01L 39/12 (2006.01)

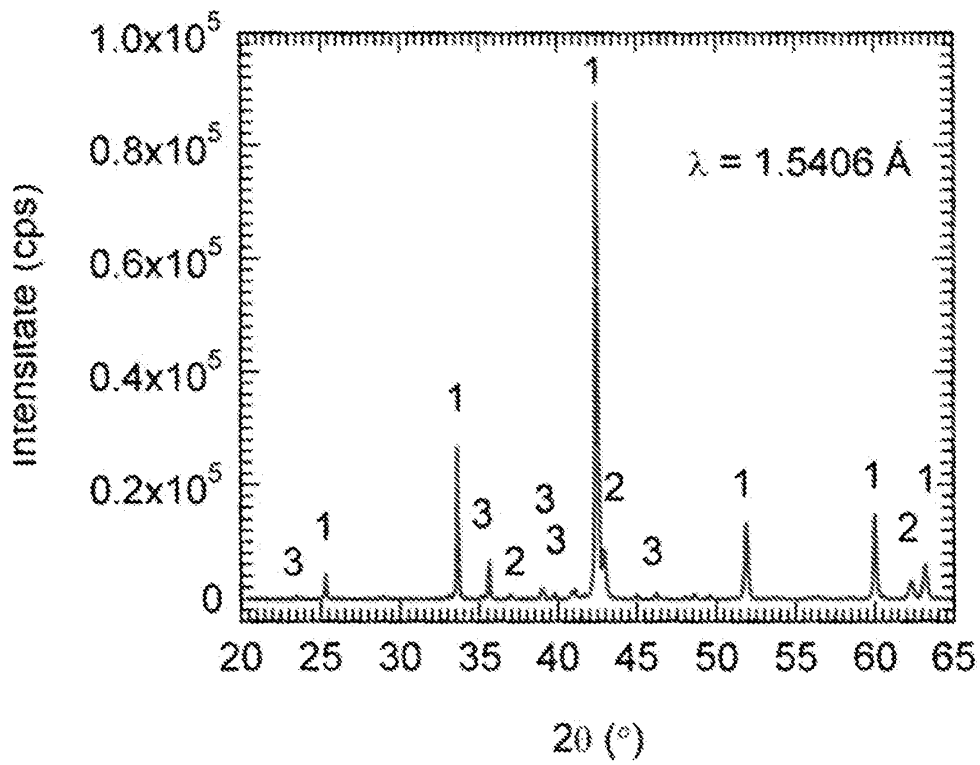


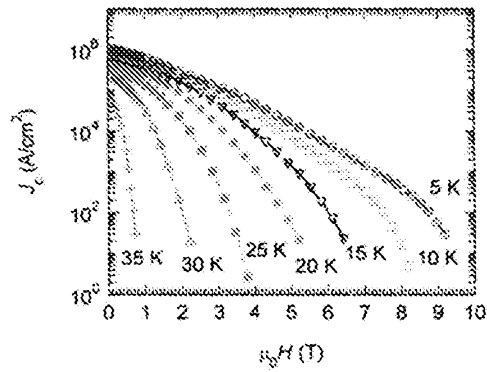
Fig. 3

(51) Int.Cl.

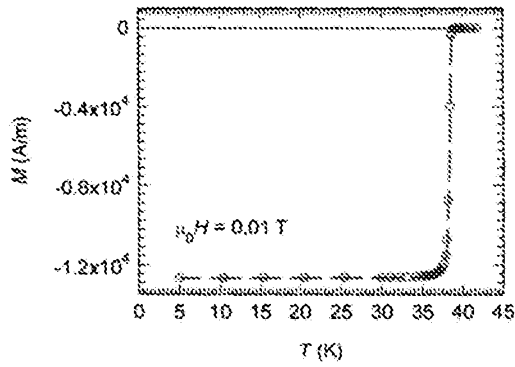
C04B 35/58 (2006.01),

C04B 35/64 (2006.01),

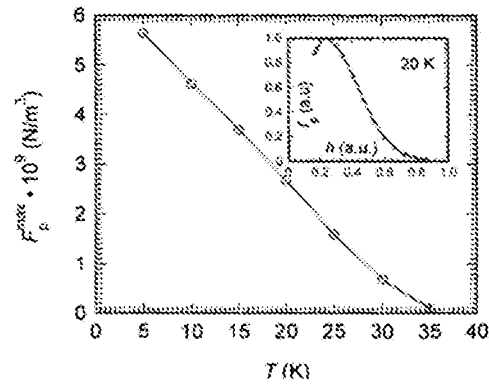
H01L 39/12 (2006.01)



a)



b)



c)

Fig. 4



Editare și tehnoredactare computerizată - OSIM
 Tipărit la Oficiul de Stat pentru Invenții și Mărci
 sub comanda nr. 147/2022