



(12)

CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: a 2019 00908

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

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

(71) Solicitant:
• INSTITUTUL NAȚIONAL DE
CERCETARE-DEZVOLTARE PENTRU
FIZICA MATERIALELOR,
STR. ATOMIȘTIILOR 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, BVD. 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

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

(57) Rezumat:

Invenția se referă la un procedeu de procesare rapidă pentru fabricarea corpurilor solide supraconductoare de MgB₂ utilizate în limitatoare de curent, echipamente și motoare electrice de putere, stocare, transfer și generare de energie, separare/purificare magnetică, aplicații medicale, instrumente științifice și altele. Procedeu conform invenției constă în supunerea unor corpuri

supraconductoare dense pe bază de MgB₂ unei sinterizări asistate de un câmp electric intens (SPS/FAST) folosind o încălzire rapidă cu o viteză de 1000°C/min și folosind matrițe modificate cu cilindri izolatori de Al₂O₃.

Revendicări: 1
Figuri: 4



Descrierea brevetului de inventie

Procedeu de procesare rapida pentru fabricarea corpurilor solide supraconductoare de MgB_2

36

| |
|--|
| OFICIUL DE STAT PENTRU INVENȚII ȘI MĂRCI |
| Cerere de brevet de invenție |
| Nr. a 2019 00908 |
| Data depozit ...1.8.17-2019... |

elaborata de

Mihail BURDUȘEL, Mihai Alexandru GRIGOROȘCUȚĂ,
Gheorghe Virgil ALDICA, Petre BĂDICĂ

1. Stadiul tehnicii

Prezenta inventie se referă la

- un procedeu de procesare rapida a MgB_2 , pur sau aditivat cu diferite adaosuri, sub forma de corp solid supraconductor;
- corp solid supraconductor sub forma de disc de MgB_2 obtinut prin procedeul de procesare rapida;
- matrita de grafit cu cilindru de ceramica izolatoare (Al_2O_3) pentru aplicarea procedeuului de procesare rapida prin metoda SPS (FAST).

Corpurile masive de MgB_2 se produc prin diferite metode. Industrial metoda in situ, folosind componentele pe baza de Mg sau B [S. Carenco si colab., Chem. Rev. 113 7981 (2013)], este cea mai utilizata si dezvoltata. Aceasta consta in: 1. pulberile din cele doua elemente cu si fara adaosuri se amesteca si se introduc intr-un spatiu etans si umplut cu argon; 2. se realizeaza tratamentul termic pentru sinteza. 3. corpul sinterizat este prelucrat prin diferite tehnologii, cu diferite arhitecturi si cu diferite materiale (de exemplu feromagnetice).

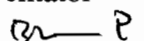
In brevetul US 2009156410 A1 se consolideaza pulbere de MgB_2 prin umplerea prin presare si tratament termic conventional intr-un tub de aluminiu; in brevetul WO02095093 A1 se foloseste reactia dintre Mg si B in contact cu un pat de nitrura de bor hexagonala la 1300-1700 °C si 3-6 GPa pentru a obtine MgB_2 ; in brevetul WO02069353 A1 se considera un compozit pe baza de MgB_2 in care Mg este inlocuit in diverse proportii cu Ca, Be, Al, Li, Zn, Cu, Ni, Cr, Ti, Zr, Gd si combinatiile lor, introdus in tub metalic densificat si reactionat termic, la care se foloseste nitrura de bor ca distantor fata de peretele tubului metalic. G. Giunghi si S. Cesara (US 2004/0124086 A1-01.07.2004) propun obtinerea de MgB_2 masiv prin difuzia Mg-lichid in matricea de bor cristalin, la 950 °C in atmosfera de argon, totul etansat intr-un container (metoda in situ – a infiltrarii).

In brevetul JP19913056604 (K. Inoue) se propune un aparat de sinterizare SPS cu un generator DC in pulsuri de 2-20 kA si celule de presiune de 10-100 tone [M. Tokita, J. Soc. Powder Technol. 30 790 (1993) (in japoneza)]. Ca urmare, se standardizeaza si se comercializeaza un aparat SPS avand o alimentare in curent dc pulsat la care trenul de 12 pulsuri de 3,3 ms este urmat de amplitudine zero pentru 2 pulsuri de 3,3 ms, care se suprapune

Dr. Ionut Enculescu
Director General

1

Dr. Petre Badica
Inventator



35

pe o componenta de curent continuu. Curentul este aplicat pe o matrita, de obicei de grafit, in care se incarca pulberea/materialul care este procesata/sinterizata prin incalzire si asupra careia se aplica si o presiune uniaxiala. Aceasta procedura este raportata de atunci ca fiind uzual folosita in tehnica Spark Plasma Sintering (SPS) (denumita si Field Assisted Sintering, FAST) [R. Orru si colab., Mater. Sci. Eng. R **63** 127 (2009)]. Caldura necesara pentru procesare/sinterizare este caldura Joule produsa prin trecerea curentului electric intens prin poansoane, matrita si pulbere. Vitezele de incalzire pot atinge uzual maxim 400-500 °C/min.

In brevetul RO-a2013 00832 se considera un material prelucrabil mecanic, compozit, compus din supraconductorul intermetalic majoritar de diborura de magneziu si adaos de nitrura de bor hexagonala consolidat prin metoda SPS cu viteza de incalzire de 100 °C/min. In articolul [G. Aldica si colab. Physica C **519** 184 (2015)] autorii au aratat ca in intervalul de viteze 20-400 °C/minut, discurile de MgB₂ obtinute prin metoda SPS din pulbere de MgB₂ in matrite de grafit conventionale au proprietatile supraconductoare optimizate pentru o viteza de incalzire de 100 °C/min, cand ceilalti parametri tehnologici de proces sunt ca in brevetul indicat.

In brevetele de inventie [S. Grasso si colab., Sci. Technol. Adv. Mater. **10** 053001 (2009); JP19957216409, S. Matsui si colab.; JP2001348277, H. Kudo si colab.; JP2000063907, K. Fujita si colab.] matritele SPS au fost modificate cu scopul de a controla traseul curentului aplicat (trecand sau nu prin proba functie de materialul acesteia) cu scopul uniformizarii distributiei de curent in ansamblul matritei cu proba pentru a asigura conditii de procesare cat mai uniforme prevenind supraincalzirile si gradientii termici in proba.

Corpurile solide supraconductoare pot fi utilizate pentru levitatie magnetica, limitatoarele de curent si la fabricarea stocatoarelor de energie magnetica folosite in tomografele cu rezonanta nucleara, masini, echipamente si motoare electrice de putere, stocare, transfer sau generare de energie, separare/purificare magnetica, aplicatii medicale, de transport, spatiale, instrumente stiintifice, etc., [M. Tomsic si colab., International Journal of Applied Ceramic Technology **4** 3 (2007), J. H. Durell, si colab., Supracond. Sci. Technol. **31** 103501 (2018)].

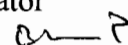
Utilizarea materialului supraconductor de MgB₂ ca piese masive in aplicatiile implicand levitatie magnetica a fost studiata intens in domeniul de temperatura sub 35 K [B. Savaskan si colab., Cryogenics **80** 108 (2016)]. Domeniul de aplicabilitate al MgB₂ este apreciat a fi in zona temperaturilor ~10-30 K si in campuri magnetice pana la 10-20 T [C. Buzea si colab., Supercond. Sci. Technol. **14** (11) R115-R146 (2001)]. Acesta se datoreaza faptului ca pentru conditiile indicate, valorile densitatii critice de curent sunt superioare celor obtinute in supraconductori clasici – LTS (low temperature superconductors). Pe de alta parte, MgB₂ nu depaseste valorile densitatilor critice de curent ale supraconductorilor de tip cuprati de temperatura critica inalta (HTS, high temperature superconductors). Cu toate acestea, MgB₂ prezinta potential aplicativ semnificativ datorita:

(i) densitatii sale foarte scazute (2,6 g/cm³) comparativ cu LTS sau HTS (densitati > 6 g/cm³), fiind, astfel, foarte utili in aplicatiile portabile;

Dr. Ionut Enculescu
Director General

2

Dr. Petre Badica
Inventator



(ii) cand este complet densificat, rezistentele mecanica la intindere, incovoiere sau compresiune a MgB_2 sunt superioare celor ale HTS.

(iii) MgB_2 in forma masiva este folosit in stare policristalina, deoarece curentii persistenti nu depind de orientarea cristalina la granitele de graunte [D.C. Larbalestier si colab., Nature **410** 6825 (2001)] asa cum este cazul HTS. Aceasta este o limitare in cazul HTS pentru care maximizarea caracteristicilor functionale supraconductoare presupune obtinerea unor materiale epitaxiale texturate, ceea ce necesita tehnici sofisticate si scumpe de fabricatie.

(iv) MgB_2 nu contine elemente scumpe, cum ar fi Nb, in cazul LTS si pamanturi rare, cum ar fi Y, Sm, Gd, in cazul HTS.

2. Problema tehnica rezolvata de inventie

Inventia rezolva problema specifica metodelor de procesare utilizate in prezent [Giunchi G., IEEE Transactions on Applied Superconductivity **21** 12022666 (2011), Durrell J H si colab., Supercond. Sci. Technol. **25** 112002 (2012), Naito T si colab., Supercond. Sci. Technol. **25** 095012 (2012), Fuchs G si colab., Supercond. Sci. Technol. **26** 122002 (2013)] respectiv a limitarilor in obtinerea densitatilor masice mari ale corpului masiv datorate reactiilor chimice intre materiile prime pe baza de Mg si B (metoda "in situ") si datorita volatilitatii mari a Mg. Utilizarea ca materie prima a compusului MgB_2 (metoda "ex situ") este avantajoasa, daca se depasesc problemele legate de necesitatea utilizarii unor temperaturi mai ridicate de procesare pentru sinterizarea MgB_2 dens. Temperaturile ridicate pot duce la interdifuzii puternice si descompunerea MgB_2 nedorite, astfel ca minimizarea timpului de procesare devine o prioritate. Prezentul brevet rezolva problema prezentata prin folosirea unei viteze de incalzire ridicate, de $1000\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$. Alegerea metodei de procesare (in situ sau ex situ), tratamentul termic (procedeu tehnologic si parametri tehnologici) sunt esentiali in controlul / imbunatatirea parametrilor functionali ai corpului supraconductor. Aplicarea vitezei de incalzire ridicate se realizeaza in cadrul procedurii de procesare SPS. Rezulta un corp dens supraconductor de MgB_2 care prezinta proprietati deosebite de corpurile de MgB_2 procesate cu viteze scazute, ca urmare a specificului tehnologiei propuse: in corpul supraconductor se induc defecte ce joaca rol de centrii de fixare eficienti ai liniilor de flux magnetic a caror miscare necontrolata produce fenomene nedorite de disipare (materialul este in stare supraconductoare, dar apar pierderi prin miscarea liniilor de flux). Procedul propus, respectiv inventia, rezulta in fabricarea unui corp solid supraconductor de MgB_2 cu caracteristici functionale controlate / imbunatatite. Procedul de procesare a pulberii de MgB_2 cu sau fara aditivi este de tip *ex situ* avand specific faptul ca inventia aplica la tratamentul termic final prin metoda Spark Plasma Sintering (SPS) sau Field Assisted Sintering Technique (FAST), pentru obtinerea (sinterizarea) corpului solid de MgB_2 supraconductor, o viteza de incalzire ridicata, anume pana la $1000\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$ care este limitata de puterea instalatiei si aranjamentul matritei. Matrita propusa pentru a realiza prin SPS procesarea

33

cu viteze ridicate este modificata in sensul fortarii curentului sa curga prin poansoane si prin proba de MgB_2 , evitand trecerea curentului prin corpul matritei.

3. Avantajele inventiei in raport cu stadiul tehnicii

A. Alegerea unui procedeu convenabil pentru producerea corpului supraconductor, care permite obtinerea unor caracteristici functionale optimizate / imbunatatite. Procedeu de obtinere (a corpului supraconductor cu simetrie cilindrica, dens si cu proprietatile supraconductoare optimizate ca urmare a defectelor induse prin procesarea rapida) din acest brevet este metoda ex situ, care presupune folosirea compusului MgB_2 sub forma de pulbere. Procedeu se poate aplica si la amestecuri de pulberi de MgB_2 si aditivi cu formare de centrii de fixare aditionali si cresterea / controlul in continuare a caracteristicilor supraconductoare (densitatea critica de curent, J_c , campul de ireversibilitate H_{ir} , campul stocat B_{st} care depind de defecte si de eficienta acestora in fixarea liniilor de flux magnetic) [G. Aldica si colab., Physica C **477** 43-50 (2012); P. Badica si colab., Correlated Functional Oxides: Composites and Heterostructures, Eds. H. Nishikawa, N. Iwata, T. Endo, Y. Takamura, G-H Lee, P. Mele, Springer, 75-116 (2017)].

B. Alegerea vitezei de incalzire spre palier este esentiala, tinand cont de temperatura de descompunere a MgB_2 , de $890\text{ }^\circ\text{C}$ [J. Schmidt si colab., Solid State Sci. **5** 535 (2003)]. In acelasi timp este necesara o durata de palier rezonabila pentru obtinerea unor densitati masice aproape de 100 %. O densitate mare favorizeaza pe langa proprietatile mecanice bune atingerea unei conectivitati ridicate a supraconductorului, rezultand J_c mai mari. Cum este de dorit ca descompunerea MgB_2 cat si interdifuzia (de ex. cu matrita sau reactiile cu adaosurile) sa fie controlate / minimizezate, inventia propune un segment de incalzire a ciclului de fabricare cat mai scurt posibil (in cazul nostru pana la $1000\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$). Scurtarea timpului de procesare poate aduce si beneficii economice.

C. Procesul de procesare (procedeu) propus in aceasta inventie beneficiaza de avantajele impuse de specificul/unicitatea SPS. Aceasta tehnica de procesare termica sub presiune si in camp electric a materialelor este recunoscuta pentru flexibilitate sa si efectele de activare a proceselor fizico-chimice [S. Grasso si colab., Sci. Technol. Adv. Mater. **10** 053001 (2009); Z. A. Munir, J. Mater. Sci. **41**(3) 763-777 (2006), R. Chaim si colab., J. Mater. Sci. **53**, 3087 (2018)]. Consecintele acestor aspecte constau in faptul ca metoda produce piese de MgB_2 pur sau cu diferite adaosuri cu densitati mari si uniforme, apropiate de valorile teoretice si permite obtinerea unor microstructuri unice. Ambele aspecte, densitatea si microstructura duc la maximizarea proprietatilor supraconductoare si a celor mecanice. Aceste rezultate nu se regasesc in cazul multor altor metode de procesare a pulberii de MgB_2 pura sau cu adaosuri. Inventia pentru a produce o procesare rapida folosind instalatii comerciale (nemodificate)

P.

propune un nou tip de matrite cu modificari minime prin introducerea unei piese aditionale de ceramica izolator electric (cilindru de Al_2O_3), ce presupune costuri reduse.

4. Prezentarea pe scurt a figurilor

Se da in continuare un exemplu de ilustrare a inventiei pe baza figurilor 1-4 in care:

- Fig. 1 reprezinta fotografiile semifabricatelor si ale produsului finit sub forma de **disc** de MgB_2 pur sau aditivat: (a) – nanopulbere din compusul de MgB_2 ; (b) – produs finit: disc supraconductor dupa procesarea termica finala si sub presiune si incalzire rapida prin metoda SPS.
- Fig. 2 reprezinta desenul schematic ce ilustreaza montajul: 1- matrita de grafit, 2- folii de grafit, 3- poansoane de grafit, 4- cilindrul de alumina si 5- pulberea de MgB_2 supusa procesarii SPS; Pentru realizarea etapei (finale) de procesare termica, sub presiune mecanica uniaxiala si prin incalzire rapida se aplica: P = presiune, I = curentul aplicat.
- Fig. 3 reprezinta diagrama de difractie a radiatiei X pe un esantion decupat din copul solid supraconductor prezentat in Fig. 1b; notatiile fazelor cristaline sunt urmatoarele : 1- MgB_2 , 2- MgO , 3- MgB_4 .
- Fig. 4a reprezinta graficul densitatii critice de curent la diverse temperaturi (5 K – 35 K) in functie de campul magnetic aplicat al unui esantion de $1,5 \times 1,5 \times 1 \text{ mm}^3$ din centrul discului supraconductor, produsul finit; Fig 4b arata variatia magnetizarii in cu cresterea temperaturii intre 5 si 42 K la un camp static de 0,01 T a aceluisi esantion; Fig. 4c arata forta de fixare maxima a liniilor de flux magnetic, iar in 'inset' este prezentata forta de fixare normalizata in functie de campul redus la 20 K.

5. Prezentarea in detaliu a cel putin a unui mod de realizare a inventiei cu referire la figuri

Potrivit inventiei de fata, se foloseste nanopulbere comerciala din compusul diborura de magneziu pentru a fabrica probe masive prin metoda rapida de sinterizare.

(a) O cantitate de 3 g de pulbere este incarcata intr-o **matrita de grafit modificata cu cilindru izolator electric de alumina** cu diametru 20 mm. Matrita cu pulbere se etanseizeaza cu doua poansoane din grafit. In jurul pulberii exista folii de grafit separatoare fata de elementele de alumina si grafit ale matritei si a poansoanelor.

(b) Se introduce matrita intr-o presa hidraulica si se preseaza la 5 kN, cateva zeci de secunde.

(c) Dupa depresare se plaseaza ansamblul intr-o instalatie de sinterizare asistata de camp electric (SPS) produsa de FCT Systeme GmbH, Germania. Esantioanele de produs final (disc) se obtin urmand un ciclu de incalzire-racire dupa cum urmeaza: viteza de incalzire este de **1000 °C /min**, durata de sinterizare pe palierul de 1150 °C este de 3 minute, iar racirea se face exponential prin oprirea brusca a curentului, I (Fig. 2), prin ansamblul matrita cu proba. In timpul incalzirii se aplica asupra poansoanelor matritei o presiune uniaxiala crescatoare ce atinge o

valoare maxima de 95 MPa la inceputul palierului de la temperatura maxima de procesare. La racire presiunea este scazuta treptat in 5 minute pana la ~15 MPa. Atmosfera de sinterizare este de vid (ce variaza in timpul procesului intre 35 si 60 Pa) realizat dintr-o atmosfera de argon. Incalzirea se obtine folosind curenti electrici foarte intensi (peste 1300 A), ce au o componenta continua peste care se suprapune o componenta pulsata, formata din trenuri de 12 pulsuri de 40 ms cu o pauza de 2 pulsuri de 6,6 ms intre ele. Intensitatea trenurilor pulsate este comparabila cu intensitatea componentei continue. Regimul de lucru poate fi selectat si adaptat in functie de tipul de piesa (arhitectura, materiale, deformarea plastica, etc).

(d) Extragerea esantioanelor este precedata de scoaterea prin depresare a incarcaturii din matrita de grafit si eliminarea mecanica prin indepartare a resturilor din foliile de grafit. Rezulta corpul solid dens (**disc**) de MgB_2 supraconductor (aditivat sau nu).

Discul supraconductor este caracterizat structural prin difractie de raze X (Bruker-AXS D8 ADVANCE, radiatia $CuK_{\alpha 1}$ $\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$). Conform Fig. 3, materialul este compus din faza principala MgB_2 (supraconductoare), si fazele secundare (MgO , MgB_4 , plus alte faze reziduale, depinzand de aditivii folositi).

Masuratorile magnetice (Fig. 4a, 4b) pentru caracterizarea corpurilor din Fig. 1b au fost efectuate intre 0 – 7 T si 5 – 42 K, folosind un sistem de masura MPMS (Quantum Design, SUA).

(i) In cazul masuratorilor magnetice pentru determinarea densitatii critice de curent, J_c , s-a decupat o bucata de cca. $1,5-3,0 \times 1-3 \times 1,0 \text{ mm}^3$, care a fost fixata in capul de masura al instalatiei pe un suport nemagnetic din plexiglas. Campul magnetic a fost aplicat perpendicular pe suprafata cea mai mare a esantionului si a fost variat crescator si descrescator cu $0,0005 \text{ T/s}$ in domeniul de masura corespunzator. Pentru fiecare curba de histerezis $M(B)$, temperatura a fost fixata cu eroarea de $0,01 \text{ K}$. In Fig. 4a este reprezentata densitatea critica de curent functie de campul magnetic aplicat la diverse temperaturi. Aceasta este o marime derivata a magnetizarii $M(B)$, proportionala cu valorile diferentei intre valorile masurate la acelasi camp pentru campul aplicat crescator si descrescator (modelul Bean [C. P. Bean, Phys. Rev. Lett. 8 250 (1962)]).

(ii) In cazul masurarii magnetice pentru determinarea temperaturii critice, T_c , dupa montarea in MPMS proba a fost adusa la 5 K , in camp magnetic nul. De aici a inceput masurarea magnetizarii ridicand temperatura pana la 42 K si folosind un camp magnetic static de $0,01 \text{ T}$ (Fig. 4b). Se observa tranzitia abrupta in stare supraconductoare la o temperatura de inceput a tranzitiei de $38,9 \text{ K}$.

(iii) Pentru determinarea variatiei fortei ($F_p = J_c \times H_{\text{aplic}}$) maxime de fixare a liniilor de flux magnetic in functie de temperatura se folosesc curbele de moment magnetic functie de campul magnetic aplicat la diferite temperaturi in intervalul $5-35 \text{ K}$, determinate la punctul (i) (Fig. 4c). Variatia fortei de fixare in functie de campul magnetic aplicat in forma

normalizata la 20 K se obtine prin impartirea fortei la valoarea maxima a ei la 20 K, iar valoarea campului magnetic se imparte la campul magnetic de ireversibilitate determinat la aceasta temperatura pentru un criteriu de 100 A/cm² (inset Fig. 4c). 30

Folosirea piesei (esantion) supraconductoare pentru aplicatii se face prin alegerea temperaturii de lucru, fixarea unui camp magnetic ($B \geq 0$ T), cat si a unui curent electric. Campul magnetic si curentul electric nu vor depasi campul de ireversibilitate si respectiv curentul critic determinate experimental si care depind de tipul de ceramica supraconductoare. Modificarea campului magnetic sau a curentului se va realiza cu o viteza optima, deoarece miscarea liniilor de camp magnetic depinde de dinamica acestora in supraconductorul aflat in stare mixta: se pot produce salturi bruste in miscarea liniilor de camp magnetic ceea ce produce disipare cu o scadere (in unele cazuri spre zero) a supracurentului, ceea ce nu este de dorit in aplicatii. Regimul stabil de functionare al esantionului depinde de supraconductor si de cerintele de functionare ale aplicatiei si trebuie determinat experimental.

6. Modul in care inventia este susceptibila a fi aplicata industrial

Exemplele de utilizare a pieselor masive de MgB₂ sunt multiple [M. Tomsic si colab., International Journal of Applied Ceramic Technology 4 3 (2007) J. H. Durell, si colab., Supracond. Sci. Technol. 31 103501 (2018)]. Inventia poate fi aplicata industrial pentru a produce continuu discuri prin adaptarea si modificarea acestei metode [M. Tokita US Patent 6.383.446 (2002)].

Dr. Ionut Enculescu
Director General



7

Dr. Petre Badica
Inventator

P. B.

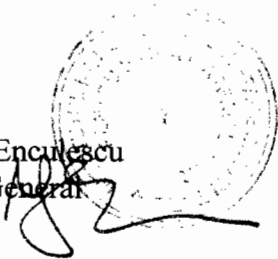
29

Revendicarile inventiei

Corpuri supraconductoare dense pe baza de MgB_2 pur sau aditivat cu diferite adaosuri, caracterizate prin aceea ca sunt supuse unei sinterizari asistata de un camp electric intens (SPS/FAST), folosind o incalzire rapida cu o viteza de 1000 °C/min si folosind matrite modificate cu cilindrii izolatori de Al_2O_3 .

Bucuresti-Magurele, Decembrie 2019

Dr. Ionut Enculescu
Director General



8

Dr. Petre Badica
Inventator

P.

EP

Figuri explicative pentru inventie

Fig. 1

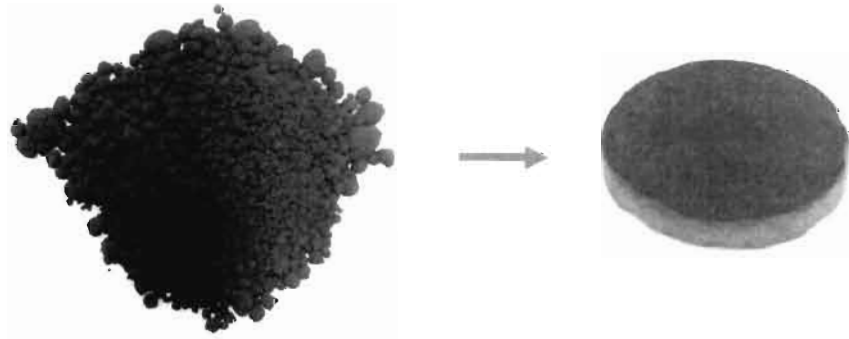
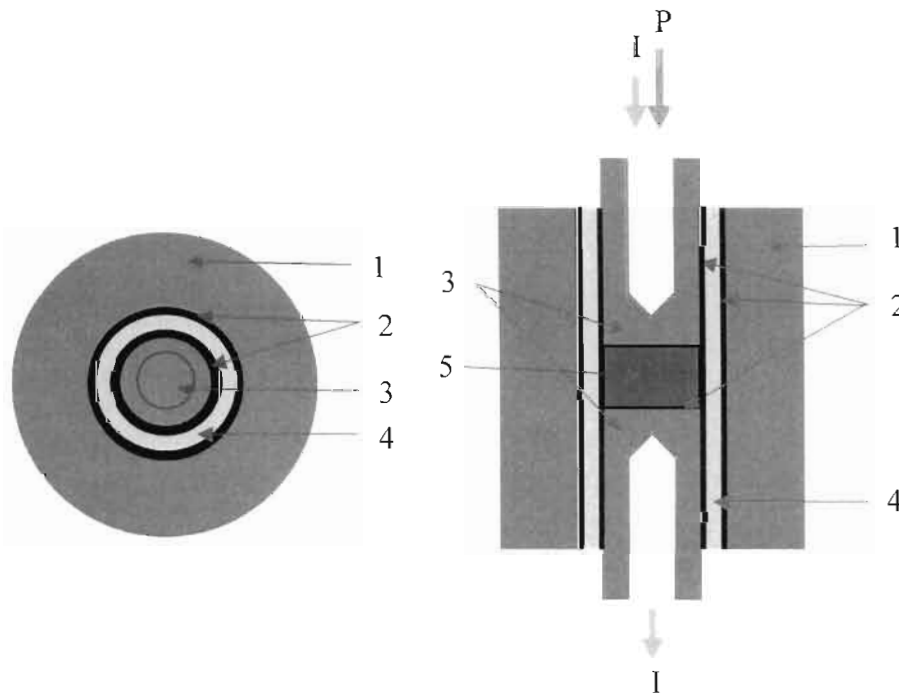


Fig. 2



Dr. Ionut Enculescu
Director General

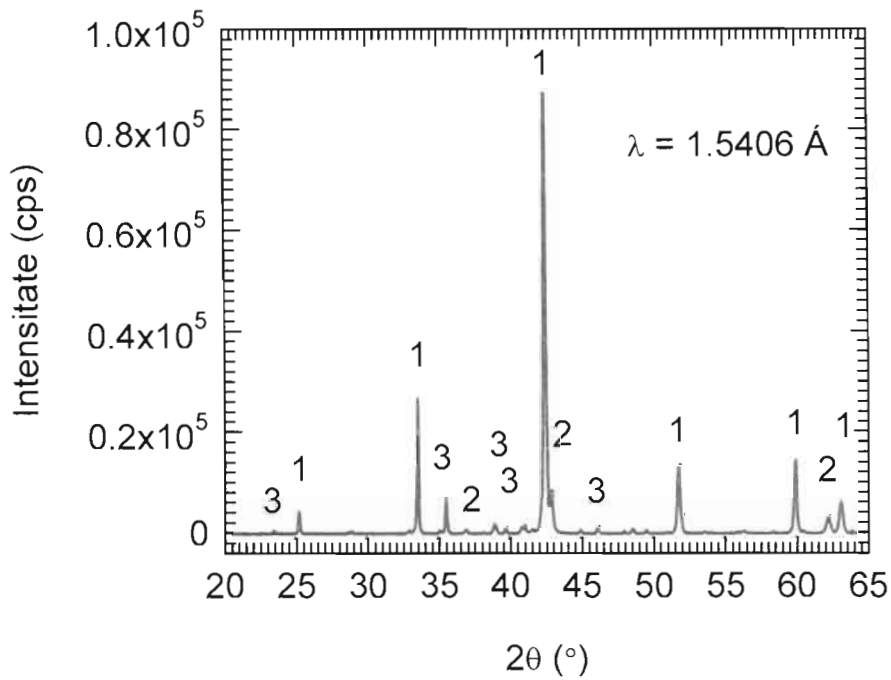


Dr. Petre Badica
Inventator

BP

27

Fig. 3.



Dr. Ionut Enculescu
Director General

Dr. Petre Badica
Inventator

P.

26

Fig. 4a

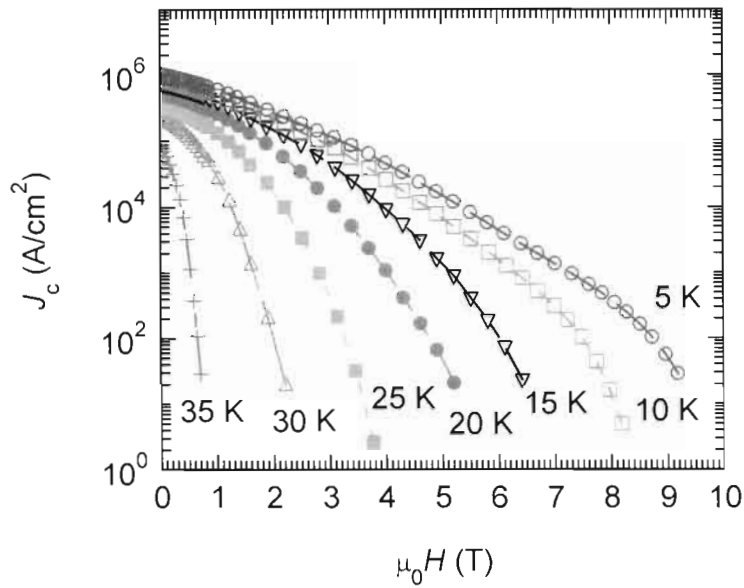


Fig. 4b

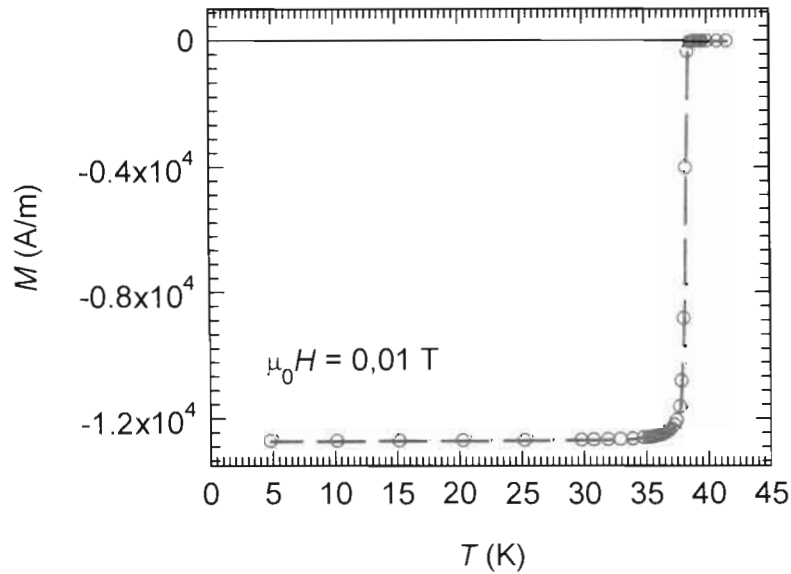
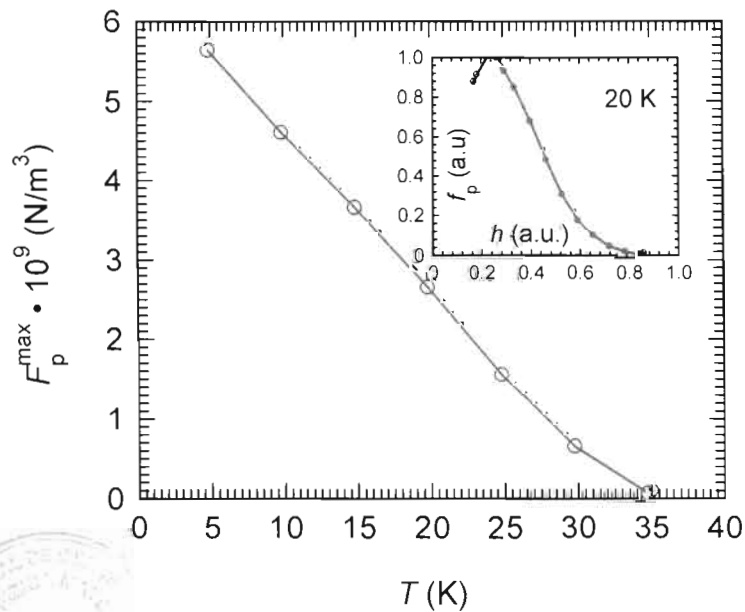


Fig. 4c.



[Handwritten signature]