



(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 MgB<sub>2</sub>**



# RO 134559 B1

1 Prezenta 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. Careno 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 pulsat 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 ( $2,6 \text{ g/cm}^3$ ) comparativ cu LTS sau HTS (densități > $6 \text{ g/cm}^3$ ), 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 $1000^\circ\text{C}/\text{min}$ . 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 procedurii 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  $1150^\circ\text{C}$  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 eșantioanelor este precedată de scoaterea prin depresare a încărcăturii din matrița de grafit și eliminarea mecanică prin îndepărtare a resturilor din foliile de grafit. Rezultă corpul solid dens (disc) de  $MgB_2$  supraconductor (aditivat sau nu).

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

7 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  $1,5-3,0 \times 1-3 \times 1,0$  mm<sup>3</sup>, care a fost fixată în capul de 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 descrescător cu 0,0005 T/s în domeniul de măsură corespunzător. Pentru fiecare curbă de histerezis  $M(B)$ , temperatura a fost fixată cu eroarea de 0,01 K. În fig. 4a este reprezentată 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 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 măsurarea magnetizării ridicând temperatura până la 42 K și folosind un câmp magnetic static de 0,01 T (fig. 4b). Se observă tranziția abruptă în stare supraconductoare la o temperatură de început a tranziției de 38,9 K.

29 (iii) Pentru determinarea variației forței ( $F_p = J_c \times H_{aplic}$ ) 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 K, determinate la punctul (i) (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 magnetic se împarte la câmpul magnetic de ireversibilitate determinat la această temperatură pentru un criteriu de 100 A/cm<sup>2</sup> (inset fig. 4c).

35 Folosirea piesei (eșantion) supraconductoare pentru aplicații se face prin alegerea temperaturii de lucru, fixarea unui câmp magnetic ( $B \geq 0$  T), cât și a unui curent electric. Câmpul magnetic și curentul electric nu vor depăși câmpul de ireversibilitate și respectiv curentul critic, determinate experimental și care depind de tipul de ceramică supraconductoare. Modificarea câmpului magnetic sau a curentului se va realiza cu o viteză optimă, deoarece mișcarea liniilor de câmp magnetic depinde de dinamica acestora în supraconductorul 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-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 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  $1000^\circ C/min$ , durata de sinterizare pe palierul de  $1150^\circ C$  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)

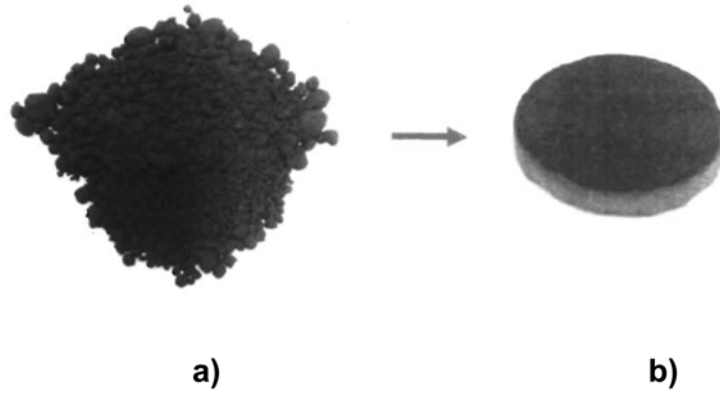


Fig. 1

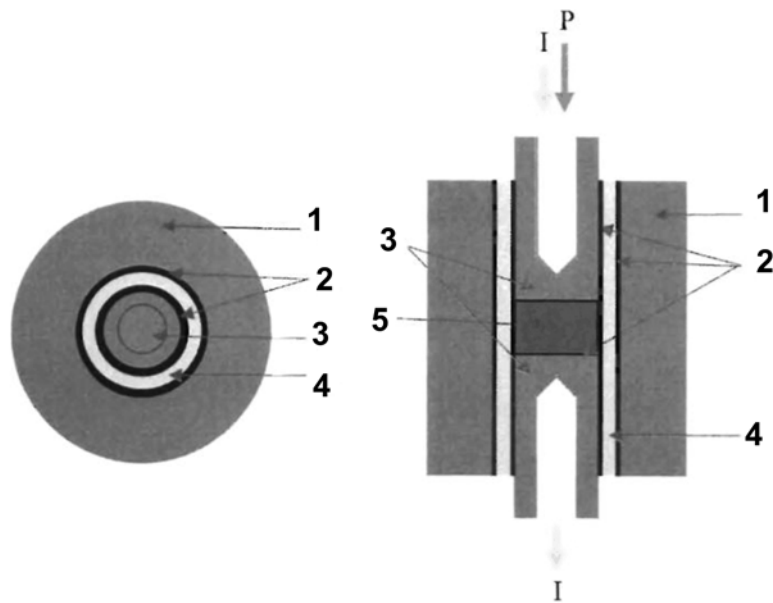


Fig. 2



(51) Int.Cl.

C04B 35/58 (2006.01);

C04B 35/64 (2006.01);

H01L 39/12 (2006.01)

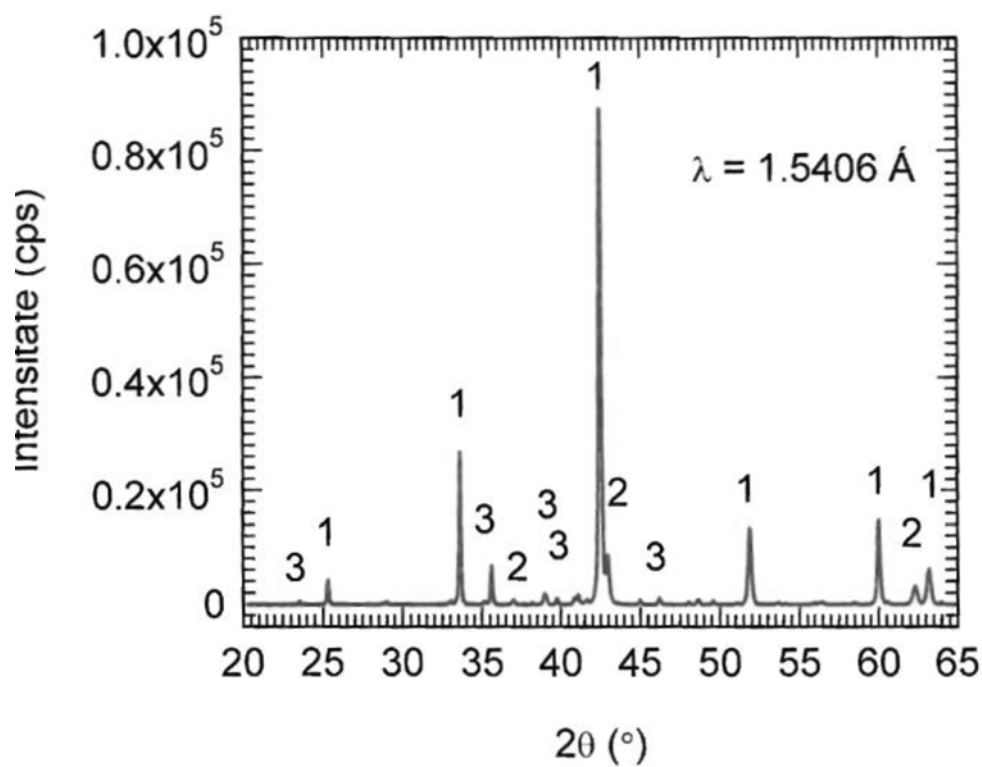


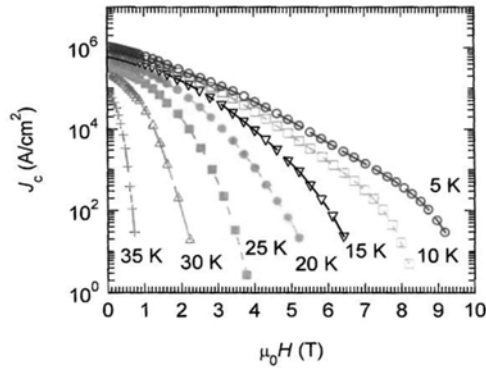
Fig. 3

(51) Int.Cl.

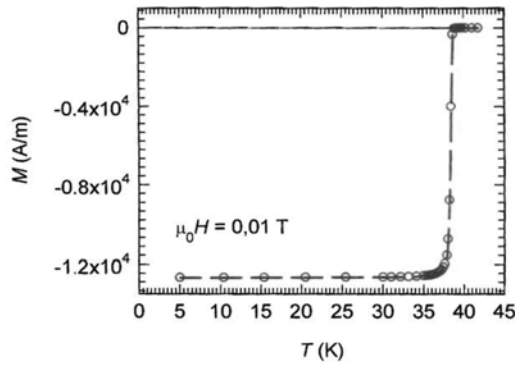
**C04B 35/58** (2006.01),

**C04B 35/64** (2006.01),

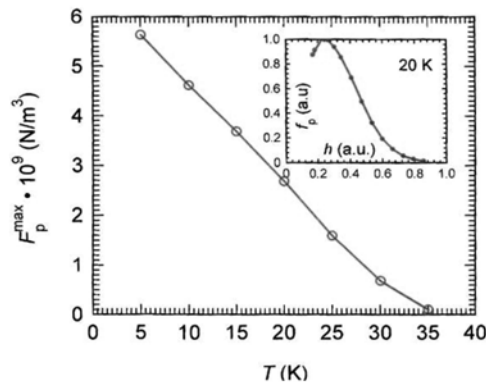
**H01L 39/12** (2006.01)



**a)**



**b)**



**c)**

**Fig. 4**



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