

(19)



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS
ESPAÑA



(11) Número de publicación: **3 029 226**

(51) Int. Cl.:

B22F 1/00	(2012.01)	H01M 8/0245	(2006.01)
B22F 1/052	(2012.01)	H01M 8/124	(2006.01)
B22F 1/10	(2012.01)	H01M 8/12	(2006.01)
B22F 3/12	(2006.01)		
B22F 3/24	(2006.01)		
C22C 1/04	(2013.01)		
C23C 8/02	(2006.01)		
C23C 8/10	(2006.01)		
C23C 8/24	(2006.01)		
H01M 8/0232	(2006.01)		

(12)

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **08.07.2013 E 15197060 (5)**

(97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: **07.05.2025 EP 3056582**

(54) Título: **Interconector de celdas de combustible y método para elaborar un interconector de celdas de combustible**

(30) Prioridad:

09.07.2012 US 201261669537 P
17.09.2012 US 201261701956 P

(73) Titular/es:

JOHNSON ELECTRIC CANADA LTD. (100.00%)
1325 Cormorant Road
Ancaster, ON L9G 4V5, CA

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
23.06.2025

(72) Inventor/es:

SHIVANATH, ROHITH;
AYRE, BRENDAN y
LAWCOCK, ROGER

(74) Agente/Representante:

IZQUIERDO BLANCO, María Alicia

ES 3 029 226 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Interconector de celdas de combustible y método para elaborar un interconector de celdas de combustible

5 REFERENCIA CRUZADA

Esta solicitud reivindica la prioridad de la Solicitud Provisional de Estados Unidos Nº 61/701.956, titulada "FUEL CELL INTERCONNECTOR AND METHOD FOR MAKING A FUEL CELL INTERCONNECTOR", presentada el 17 de septiembre de 2012, y la Solicitud Provisional de Estados Unidos Nº 61/669.537, titulada "FUEL CELL INTERCONNECTOR AND METHOD FOR MAKING A FUEL CELL INTERCONNECTOR", presentada el 9 de julio de 2012.

ANTECEDENTES DE LA INVENCIÓN

15 1. Campo de la invención

La presente invención se refiere de manera general a interconectores para celdas de combustible de óxido sólido (SOFC), y a métodos de fabricación de interconectores para SOFC que usan pulvimetallurgia prensada. Adicional y/o alternativamente, la presente invención se refiere a la oxidación controlada de aleaciones porosas de 20 cromo como interconectores para SOFC.

2. Descripción de la técnica relacionada

Las SOFC producen electricidad directamente mediante la oxidación de un combustible. En una SOFC de 25 geometría planar típica, una capa de electrolito (óxido sólido o cerámica) se intercala entre dos electrodos (una capa catódica y una capa anódica). El combustible fluye por el exterior de la capa anódica (el lado oxidante) para proporcionar H₂ al ánodo. El aire fluye por el exterior de la capa catódica (el lado reductor) para proporcionar O₂ a la capa catódica. El H₂ y el O₂ o del O₂ reaccionan para producir H₂O, que se expulsa por el lado del combustible del ánodo. La reacción provoca el flujo de electrones del ánodo al cátodo, lo que proporciona electricidad.

30 Las SOFC individuales se apilan típicamente de tal manera que su producción eléctrica se combine en serie. Un interconector (también conocido como placa interconectora o placa separadora) separa las SOFC adyacentes. Como resultado, los lados opuestos de un interconector están expuestos al lado del combustible/lado oxidante de una SOFC y al lado del aire/lado reductor de una SOFC adyacente. El interconector está típicamente diseñado para ser sustancialmente impermeable al combustible y al aire en fase gaseosa, con el fin de minimizar la combustión incontrolada y el fallo catastrófico de una pila de SOFC. En el proceso de fabricación del PM se usa a menudo un paso de oxidación a temperatura elevada mediante el cual se fomenta el crecimiento de una capa de óxido en las paredes de la porosidad interna, de tal manera que los canales de los poros internos quedan bloqueados por las películas de óxido formadas y, por tanto, el proceso de oxidación proporciona una reducción deseable de la permeabilidad con respecto al estado sin oxidar.

40 Las placas terminales se disponen en el extremo de una pila de SOFC y funcionan como interconectores unilaterales. Para facilitar la referencia, en la presente una placa terminal se define como un interconector.

45 Las temperaturas típicas de funcionamiento de las SOFC se encuentran entre 600°C y 1000°C.

50 Las Patentes de Estados Unidos Nº 7.390.456, 8.173.063 y 6.316.136 y la Publicación de Solicitud de Patente de Estados Unidos Nº 2011/0135531 describen varios interconectores y métodos de fabricación de interconectores. Michalik, M. et al. (2007) "Effect of water vapour on growth and adherence of chromia scales on pure chromium" (RWTH Aachen Dr. (Univ.) Thesis, Schriften des Forschungszentrums Julich- Reihe Energietechnik / Energy Technology, volumen 67, páginas 1-153, Forschungszentrum Julich GmbH, ISBN 978-3-89336-486-2, XP003034248) divulga un estudio del comportamiento de oxidación del cromo a un intervalo de temperatura de 950 a 1050 grados. Se usaron una serie de atmósferas, como Ar-O₂, Ar-H₂-H₂O, Ar-H₂-H₂O y N₂-O₂-H₂O.

55 Los métodos de fabricación por pulvimetallurgia (PM) se han usado para fabricar interconectores debido a la capacidad de conformado de forma neta de la PM. Sin embargo, los componentes producidos pueden contener porosidad interna residual que plantea problemas con los métodos de fabricación asociados y con la función final del componente.

60 SUMARIO DE LAS REALIZACIONES DE LA INVENCIÓN

65 La presencia de nitruros de cromo (CrN) en un interconector tiende a ser indeseable por dos razones. En primer lugar, la formación de los nitruros puede provocar un cambio dimensional en los interconectores. Una formación excesiva de nitruros puede llevar a una deformación de los interconectores más allá de las tolerancias dimensionales permisibles del producto y, por tanto, puede reducir el rendimiento de fabricación. En segundo lugar, incluso aunque

los niveles más bajos de nitruro pueden no tener un efecto significativo sobre las dimensiones fabricadas, incluso los niveles más bajos de nitruro todavía pueden ser indeseables con respecto a la función de la SOFC. En el funcionamiento normal de una SOFC, los interconectores están expuestos a temperaturas elevadas y al aire durante períodos de tiempo prolongados. En este entorno, los nitruros presentes originalmente en el material del interconector pueden crecer e introducir cambios dimensionales en el interconector *in situ* durante el funcionamiento de la SOFC. Tales cambios dimensionales pueden afectar a la uniformidad de contacto dentro de la pila de la SOFC y, por lo tanto, llevar a una degradación acelerada de la eficiencia eléctrica a lo largo del tiempo de funcionamiento de la SOFC. La presente invención proporciona un método de oxidación de un componente poroso, de acuerdo con la reivindicación 1 adjunta.

Una o más realizaciones de la presente invención proporcionan un proceso de oxidación para componentes porosos de cromo (por ejemplo, componentes de PM como interconectores) que reduce la formación de nitruros en el componente.

La presente invención proporciona un método de oxidación de un componente poroso que comprende por lo menos un 90% en peso de cromo. El método incluye: oxidar el componente en un horno para exponer el componente a un intervalo de temperatura de oxidación durante un periodo de tiempo predeterminado; y durante dicha oxidación, introducir en el horno una atmósfera controlada. La atmósfera controlada comprende por lo menos un 30% en volumen de nitrógeno, por lo menos un 10% en volumen de oxígeno y por lo menos un 20% en volumen de vapor de agua. La oxidación aumenta el contenido de nitrógeno del componente poroso en menos de un 0,1% en peso.

De acuerdo con una o más de estas realizaciones, después de dicha oxidación, el componente comprende menos del 0,3, 0,2, 0,15 y/o 0,10% en peso de nitrógeno.

De acuerdo con una o más de estas realizaciones, la atmósfera controlada comprende por lo menos un 50% en volumen de aire ambiente.

De acuerdo con la invención, la atmósfera controlada comprende por lo menos un 20% en volumen de vapor de agua.

De acuerdo con una o más de estas realizaciones, la atmósfera controlada comprende un 30% en volumen de vapor de agua.

De acuerdo con una o más de estas realizaciones, el método también incluye añadir vapor de agua al aire ambiente para crear la atmósfera controlada.

De acuerdo con una o más de estas realizaciones, el intervalo de temperatura de oxidación es mayor de 750°C y el período de tiempo predeterminado es de por lo menos 5 horas.

De acuerdo con una o más de estas realizaciones, el método también incluye introducir el componente a través del horno en una dirección de desplazamiento durante dicha oxidación, en donde la atmósfera controlada se introduce en el horno en la dirección de desplazamiento.

De acuerdo con una o más de estas realizaciones, el método también incluye introducir el componente a través del horno en una dirección de desplazamiento durante dicha oxidación, en donde la atmósfera controlada se introduce en el horno en una dirección opuesta a la dirección de desplazamiento.

De acuerdo con varias realizaciones, el componente y la atmósfera controlada pueden introducirse a través del horno en el paso de oxidación en direcciones de flujo concurrentes o contrarias.

De acuerdo con una o más de estas realizaciones, el componente comprende un interconector de SOFC.

La sabiduría convencional en la industria de los interconectores era que la densidad del interconector por PM debía maximizarse para obtener la máxima impermeabilidad al aire/combustible. Debido a que las partículas de hierro más gruesas son más compresibles, la industria ha confiado convencionalmente en tales partículas de hierro más gruesas en un esfuerzo por maximizar la densidad de los interconectores, y de este modo maximizar la impermeabilidad al aire/combustible. En cambio, los actuales inventores descubrieron que se podía lograr una buena impermeabilidad a densidades más bajas mediante el uso de partículas de hierro más finas. Se cree que el uso de partículas de hierro más finas da como resultado una microestructura de interconectores que se vende más fácilmente a través de la oxidación que la microestructura que resulta de un interconector más denso elaborado de partículas de hierro más gruesas. De acuerdo con varias realizaciones, la capacidad de lograr una buena impermeabilidad a densidades de interconector más bajas usando tamaños de partículas de hierro más finas permite técnicas de fabricación menos costosas (por ejemplo, evitando un procedimiento de doble prensado más caro, usando temperaturas de sinterización y/o tiempos de sinterización reducidos porque el tamaño más pequeño de las partículas de hierro mejora la difusión de cromo a hierro, que se logra más fácilmente en un coeficiente objetivo de expansión

térmica (CTE)) y reduce el coste del material usando menos cromo por interconector. El requisito de contenido de cromo reducido es ventajoso porque el cromo es caro y los interconectores comprenden una fracción importante del coste del hardware de la SOFC. La reducción de la masa total de los interconectores puede proporcionar una importante ventaja económica.

5 Una o más realizaciones de la presente invención proporcionan un método más rápido y menos costoso para fabricar un interconector de SOFC con buena impermeabilidad y características dimensionales.

10 Uno o más métodos de la presente invención proporcionan un interconector de SOFC que utiliza una cantidad reducida de cromo por interconector, reduciendo de este modo el coste de material del interconector.

15 Una o más realizaciones de la presente invención proporcionan un proceso de pulvimetallurgia (PM) que permite la fabricación de interconectores de SOFC con un alto contenido de cromo (por ejemplo, por encima del 90%), tolerancias dimensionales precisas, propiedades de expansión térmica que coinciden con las propiedades de expansión térmica de los electrolitos adyacentes, y/o buena impermeabilidad. Esta combinación no se fabrica fácilmente por otros métodos como el estampado o el laminado. El proceso PM de acuerdo con una o más realizaciones puede proporcionar una fabricación de piezas muy precisa, rentable, con tolerancias dimensionales muy precisas.

20 Estos y otros aspectos de varias realizaciones de la presente invención, así como los métodos de funcionamiento y funciones de los elementos de estructura relacionados y la combinación de piezas y economías de fabricación, resultarán evidentes tras considerar la siguiente descripción y las reivindicaciones adjuntas con referencia a los dibujos acompañantes, todos los cuales forman parte de esta memoria descriptiva, en donde en las varias figuras números de referencia similares designan partes correspondientes. En una realización de la invención, los componentes estructurales ilustrados en la presente están dibujados a escala. Sin embargo, debe entenderse expresamente que los dibujos tienen únicamente propósitos de ilustración y descripción y no se pretende que sean una definición de los límites de la invención. Además, debe apreciarse que las características estructurales mostradas o descritas en cualquier realización de la presente pueden usarse también en otras realizaciones. Como se usa en la memoria descriptiva y en las reivindicaciones, la forma singular de "un", "uno" y "el" incluye referentes plurales a menos que el contexto dicte claramente lo contrario.

BREVE DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS

35 Para una mejor comprensión de las realizaciones de la presente invención, así como de otros objetos y características adicionales de la misma, se hace referencia a la siguiente descripción que debe usarse junto con los dibujos acompañantes, donde:

40 La FIG. 1 es una vista esquemática en sección transversal de una pila de SOFC;
 La FIG. 2 es una vista en sección transversal parcial de la pila de SOFC de la FIG. 1;
 La FIG. 3 es una vista en sección transversal parcial de un interconector de la pila de SOFC de la FIG. 1;
 La FIG. 4 es un diagrama de flujo que ilustra la fabricación del interconector de la FIG. 3 de acuerdo con varias realizaciones de la invención;
 La FIG. 5 es una vista en planta del interconector de la pila de SOFC de la FIG. 1;
 La FIG. 6 ilustra la naturaleza de la formación de nitruros de cromo en una aleación porosa de cromo;
 La FIG. 7 muestra temperaturas, tiempos y atmósferas usadas en el proceso de oxidación de acuerdo con una realización de la presente invención;
 La FIG. 8 muestra el efecto de la atmósfera de oxidación sobre el contenido final de nitrógeno de acuerdo con una realización de la presente invención;
 La FIG. 9 es un diagrama que muestra la oxidación de interconectores en un horno de oxidación de acuerdo con una o más realizaciones de la presente invención.

DESCRIPCIÓN DETALLADA DE REALIZACIONES EJEMPLARES DE LA INVENCIÓN

55 Las FIGS. 1 y 2 ilustran una pila de SOFC 10. La pila de SOFC 10 incluye una pluralidad de SOFC 15. Cada SOFC 15 incluye una placa electroólica 20 intercalada entre dos electrodos (una placa anódica 30 y una placa catódica 40). Adyacente a cada placa anódica 30 se dispone un conducto del lado de combustible 50 (es decir, una serie de canales) para el paso de combustible 60. Adyacente a cada placa catódica 40 se dispone un conducto de aire 70 (una serie de canales) para el paso de aire 80. Un interconector 100 separa el conducto o conductos 50 del lado del combustible de una SOFC 15 del conducto o conductos 70 del lado del aire de una SOFC 15 adyacente.

60 El interconector 100 puede tener cualquier forma y tamaño adecuado para su uso en una pila de SOFC. En el interconector ilustrado en las FIGS. 2 y 5, cada lado del interconector 100 incluye una serie de crestas 110 y valles 120 alternas. Como se muestra en la FIG. 2, las crestas 110 en lados opuestos del interconector 100 se apoyan en los electrodos 30,40, respectivamente, de los SOFC 15 adyacentes de tal manera que los espacios formados entre las crestas 110, los valles 120, y los electrodos 30,40 respectivos crean los pasajes laterales de combustible y aire 50,

70, respectivamente.

La FIG. 5 es una vista en planta del lado del combustible del interconector 100. El conducto del lado del combustible 50 está definido por una depresión 130 en el interconector 100. La depresión 130 define los valles 120, y las crestas 110 se elevan desde la depresión 130. Las regiones de la cámara de sobrepresión de suministro de combustible y de escape 140 y 150 están definidas en los lados en sentido ascendente y en sentido descendente de las crestas 110/valles 120, respectivamente. Un orificio de suministro de combustible 160 lleva a la cámara de sobrepresión de suministro de combustible 140. Una abertura de escape de combustible 170 lleva desde la región de la cámara de sobrepresión de escape 150. El combustible 60 fluye hacia el conducto del lado de combustible 50 y la cámara de sobrepresión de suministro 140 desde la abertura de suministro 160, a través de los valles 120 hacia la cámara de sobrepresión de escape 150 (junto con el agua producida), y sale por la abertura de escape 170.

Las correspondientes depresiones del lado del aire 130', valles 120, crestas 110, y cámaras de sobrepresión de suministro y escape de aire 140', 150' y orificios 160', 170' están dispuestas en el lado opuesto del interconector 100 y se muestran en la FIG. 5 en líneas punteadas fantasma.

El interconector 100 incluye un campo de flujo que abarca las regiones del interconector 100 sobre las que está diseñado que fluyan el combustible o el aire. En el interconector 100 ilustrado en la FIG. 5, el campo de flujo del interconector 100 está delimitado por el perímetro de las depresiones 130, 130', y tiene generalmente forma de +. El perímetro del interconector 100 fuera de las depresiones 130, 130' no forma parte del campo de flujo. En los interconectores en los que los conductos de aire/combustible 50, 70 se extienden más allá de los bordes del interconector (es decir, hacia la parte superior, la parte inferior, izquierda y/o derecha del interconector visto en la FIG. 5), el campo de flujo del interconector se extiende hasta dicho borde. Como se explica con más detalle a continuación, típicamente es importante que la parte del campo de flujo del interconector 100 sea impermeable al combustible 60 y al aire 80.

En el interconector ilustrado en las FIGS. 2 y 5, las crestas 110 y los valles 120 en un lado del interconector 100 se extienden perpendicularmente con respecto a las crestas 110 y los valles 120 en el otro lado del interconector 100. Como resultado, como se ilustra en la FIG. 2, los conductos del lado del combustible 50 se extienden hacia la lámina y los conductos del lado del aire 70 se extienden de izquierda a derecha. En consecuencia, la pila de SOFC 10 está diseñada de tal manera que el combustible 60 fluya en una dirección, mientras que el aire 80 fluye en dirección perpendicular. Sin embargo, alternativamente, los conductos del lado del combustible y aire 50,70 pueden ser paralelos (por ejemplo, como se muestra en el interconector alternativo 100' ilustrado en la FIG. 3) o discurrir en cualquier otra dirección adecuada uno respecto al otro.

En lo sucesivo, se describen con referencia a la FIG. 4 los métodos de elaboración del interconector 100 de acuerdo con varias realizaciones.

El polvo base de cromo (Cr) 200 se produce a partir de materia prima de cromo grueso de aproximadamente 40 mm a 6 mm x hacia abajo mediante molienda con molinos de martillos, molinos de pernos y/u otra maquinaria de molienda adecuada y luego se clasifica. De acuerdo con varias realizaciones la materia prima de cromo grueso comprende por lo menos un 90%, 95%, 97%, 98%, 99% y/o 99,3% de cromo (por ejemplo, cromo aluminotérmico, polvo de cromo producido usando otro método adecuado).

A menos que se indique de otro modo, todos los porcentajes divulgados en la presente son porcentajes en peso. A menos que se indique de otro modo, los tamaños de las partículas se refieren a la clasificación por tamiz usando aberturas cuadradas. Por ejemplo, partículas menores de 45 um significan partículas que caen a través de una abertura cuadrada de 45 um x 45 um. Por el contrario, cualquier valor dXX (por ejemplo, D50) se refiere a la partícula de distribución XX% por número de partículas (no por peso). Por tanto, un polvo con una D50 de 100 um significa que el 50% de las partículas (por número de partículas, no por masa) son mayores de 100 um y el 50% son menores.

El polvo de cromo puede clasificarse para tamaños de menos de 160 um (es decir, sustancialmente todas las partículas caen a través de una abertura de 160 um x 160 um) a través de un tamiz adecuado, con una D50 de entre 55 80 y 150 um y/o entre 110 y 150 um, y un máximo del 5%, 10%, 20%, y/o 30% de partículas de cromo menores de 45 um para crear el polvo base de cromo 200 (donde los valores en la presente memoria descriptiva se proporcionan como "um" o "micras", 1 um o micra es igual a 1 μm). De acuerdo con varias realizaciones, el polvo base de cromo 200 comprende no más del 5% de partículas de cromo mayores de 200 um, no más del 10% de partículas de cromo mayores de 160 um, tanto como el 100% de partículas de cromo mayores de 63 um, y no más del 1% de partículas de cromo menores de 45 um. De acuerdo con varios otros métodos divulgados, el polvo base de cromo 200 comprende no más del 1% de partículas de cromo mayores de 160 um, por lo menos el 75% de partículas de cromo mayores de 63 um, y no más del 15% de partículas de cromo menores de 45 um. De acuerdo con varios métodos divulgados, el polvo base de cromo 200 comprende no más del 0,1% de partículas de cromo mayores de 200 um, no más del 2% de partículas de cromo mayores de 160 um, un 80-100% y/o un 84-96% de partículas de cromo mayores de 63 um, y no más del 5% de partículas de cromo menores de 45 um.

El polvo de hierro (Fe) 220 puede mezclarse homogéneamente con un lubricante (por ejemplo, un lubricante orgánico, un lubricante organometálico o cualquier otro tipo de lubricante adecuado que pueda usarse en el PM prensado) 230 para crear una mezcla homogénea maestra de hierro/lubricante 240. El polvo de hierro 220 puede comprender por lo menos un 95% de hierro puro, un 97%, 98%, 99%, 99,5%, y/o 99,9% de hierro puro. El polvo de hierro 220 puede comprender por lo menos un 30%, 40%, 50%, 60%, 70%, 80%, 90%, 95%, 97%, 98%, 99%, 99,5%, 99,6%, 99,7%, 99,8%, y/o 99,9% de partículas de hierro más pequeñas que 75, 70, 60, 50, 45, 40, 35, 30, 25, 20, 15, y/o 10 um. El polvo de hierro 220 puede comprender cualquier combinación de estos porcentajes y limitaciones de tamaño (por ejemplo, desde un 30% con un tamaño menor de 75 um hasta un 99,9% con un tamaño menor de 10 um).

El polvo de hierro 220 puede ser heterogéneo de tal manera que, por ejemplo, por lo menos el 90% de las partículas de hierro sean menores de 50 um y por lo menos el 50% sean menores de 20 um. De nuevo, puede usarse cualquier combinación de los conjuntos de porcentajes y límites de tamaño enumerados anteriormente. Puede usarse una combinación de partículas de hierro más gruesas y más finas para proporcionar las mejores características de flujo y compresión de las partículas de hierro más grandes, sin dejar de proporcionar las características de impermeabilidad mejoradas de las partículas de hierro más pequeñas.

El polvo de hierro 220 puede comprender un polvo de hierro fino de alta pureza, como un polvo que tenga un análisis de tamiz típico de d10 5 um, d50 15 micras, y d90 30 micras y un análisis químico (% en peso) de 98+% de hierro, 0,150% de carbono, 0,800% de oxígeno, 0,015% de azufre, y 0,010% de fósforo, o un polvo que tenga un análisis químico típico de un 99,7% de hierro, un 99,5% de hierro-met, un 0,09% de O-tot, un 0,003% de C, un 0,009% de S, un 0,005% de P, un 0,002% de Si, un 0,09% de Mn y un análisis granulométrico típico de un 0,0% de más de 150 micras, un 0,3% entre 75-150 micras, un 1% entre 63-75 micras, un 12% entre 45-63 micras y un 87% por debajo de 45 micras, o una mezcla de tales polvos (por ejemplo, 75/25, 50/50, 25/75).

La mezcla homogénea maestra de hierro/lubricante 240 puede tener un porcentaje en peso de lubricante orgánico 230 de entre el 1 y el 30%, entre el 5 y el 25%, entre el 10 y el 20%, y/o entre el 12,5 y el 17,5%. Los métodos que usan polvos de hierro 220 con tamaños de partículas más pequeños pueden combinarse primero por separado con cantidades mayores de lubricante que en los métodos con polvos de hierro más gruesos porque la facilidad de flujo tiende a ser inversamente proporcional al tamaño de las partículas. Sin embargo, el lubricante 230 puede omitirse por completo. Por ejemplo, los métodos que usan polvos de hierro más gruesos pueden no usar ningún lubricante 230.

El polvo base de cromo 200 y la mezcla homogénea maestra de hierro/lubricante 240 pueden entonces mezclarse homogéneamente para crear un polvo de mezcla homogénea final 260. El polvo de mezcla homogénea final 260 puede comprender por lo menos un 90, 91, 92, 93, 94 y/o 95% de polvo base de cromo. El resto del polvo de mezcla homogénea final 260 comprende preferiblemente la mezcla homogénea maestra de hierro/lubricante 240. El polvo de mezcla homogénea final 260 puede comprender por lo menos un 0,4% de lubricante orgánico 230. El polvo de mezcla homogénea final 260 puede comprender entre un 1 y un 9% de hierro. El polvo de mezcla homogénea final 260 puede comprender aproximadamente un 94-96% de cromo, por lo menos un 4% y/o un 5% de hierro, y por lo menos un 0,10%, 0,2%, 0,3%, y/o 0,4% de lubricante 230. El polvo de mezcla homogénea final 260 puede comprender un 0,65% de lubricante orgánico.

De acuerdo con varios métodos divulgados, el polvo base de cromo 200 y la mezcla homogénea maestra de hierro/lubricante 240 se mezclan homogéneamente a aproximadamente la temperatura ambiente (por ejemplo, entre 15°C y 27°C y/o aproximadamente 21°C) para formar el polvo de mezcla homogénea final 260. Puede usarse una mezcladora de doble cono y un ciclo de mezclado de 40 minutos.

De acuerdo con otros métodos divulgados, el polvo base de cromo 200 y la mezcla homogénea maestra de hierro/lubricante 240 se mezclan homogéneamente a temperaturas por encima de la temperatura ambiente (por ejemplo, por encima de 27, 40, 50, 70, y/o 100, y por debajo de 140°C, 130°C, 120°C, y/o 110°C) para formar el polvo de mezcla homogénea final 260. Puede usarse un mezcladora de CC con camisa y un ciclo de 2 horas (incluyendo el tiempo de calentamiento y el tiempo de mezclado homogéneo). La mezcla homogénea a temperaturas elevadas demuestra buenas características de flujo. La temperatura de mezcla homogénea puede mantenerse por debajo de la temperatura de fusión del lubricante 230.

A continuación puede llenarse adecuadamente una cavidad del troquel que tenga la forma de cavidad deseada del interconector final 100 con el polvo de mezcla homogénea final 260. Después de llenar la cavidad del troquel con el polvo de mezcla homogénea final 260, el polvo de mezcla homogénea final 260 se compacta/prensa en una sola etapa en un troquel cerrado para formar un interconector verde 280. El interconector verde 280 puede tener esencialmente la forma y el tamaño finales del interconector final 100 (excepto por cambios menores de tamaño y forma que resultan del rebote elástico posterior al prensado, sinterización, tratamientos térmicos adicionales y/o oxidación). La compactación en una sola etapa puede crear las crestas 110, los valles 120, las depresiones 130, 130', las cámaras de sobrepresión 140, 140', 150, 150', y los orificios 160, 160', 170, 170'. La compactación puede llevarse

a cabo a 552-1379 MPa (40-100 Tsi) y/o 827-1034 MPa (60-75 Tsi) usando una prensa (por ejemplo, una prensa hidráulica, una prensa híbrida o cualquier otra prensa adecuada).

5 La compactación/prensado puede llevarse a cabo mediante un único procedimiento de prensado, en oposición a un procedimiento convencional de prensado en dos etapas (por ejemplo, el procedimiento de prensado en dos etapas divulgado en la Patente de Estados Unidos Nº 8.173.063).

10 El interconector verde 280 puede tener una resistencia verde de por lo menos 2758, 3447, 4137, y/o 4826 kPa (400, 500, 600, y/o 700 psi). El interconector verde 280 puede tener una densidad verde media dentro del campo de flujo de por lo menos 6,50, 6,55, 6,60, 6,63, 6,65 y/o 6,67 g/cc y/o de menos de 6,80, 6,78, 6,75, 6,72, 6,70, 6,68, 6,66, y/o 6,65. La densidad verde puede ser de aproximadamente 6,65 g/cc de media en el campo de flujo (donde 1 g/cc es igual a 1 g/cm³).

15 Si se ha usado lubricante 230, el interconector verde 280 puede deslubricarse en aire a una temperatura entre 300°C y 500°C (por ejemplo, aproximadamente 400°C) durante de 1 a 3 horas para eliminar sustancialmente el lubricante 230 y formar un interconector verde deslubricado 300. Sin embargo, dependiendo de las propiedades y el contenido del lubricante 230 y del tamaño y las dimensiones del interconector verde 280, pueden usarse temperaturas y/o tiempos de deslubricación alternativos.

20 A continuación el interconector verde deslubricado 300 (o el interconector verde 280 si no se usó lubricante) se sinteriza para formar un interconector sinterizado 320. El interconector verde deslubricado 300 puede sinterizarse en un horno mantenido dentro de un intervalo de temperatura de sinterización (por ejemplo, a temperaturas de por lo menos 1150°C y/o 1250°C y menores de 1450°C, 1425°C y/o 1400°C) durante un tiempo de ciclo de sinterización de entre 30 minutos y 3 horas, 45 minutos y 2 horas y/o 1 y 1½ hora para unir metalúrgicamente las partículas de cromo y hierro entre sí y difundir el cromo en el hierro. La duración del ciclo de sinterización puede ser de menos de 3, 2 y/o 1,5 horas en el intervalo de temperaturas de sinterización. El entorno de sinterización puede comprender por lo menos un 80%, por lo menos un 90% y/o hasta un 100% de H₂. El interconector verde deslubricado puede sinterizarse durante un tiempo de ciclo de 70 minutos en un horno con una temperatura de sinterización que varía de 1150°C a 1380°C en el transcurso del ciclo de 70 minutos en un entorno de sinterización que comprende aproximadamente un 95% de H₂ y aproximadamente un 5% de Ar. La sinterización puede llevarse a cabo en un horno de empuje con dos puertas de salida selladas y por lo menos 5 zonas de control térmico.

35 Para un interconector químico dado (por ejemplo, 95% de cromo / 5% de hierro), las partículas de hierro más gruesas dan como resultado menos puntos de contacto cromo/hierro a través de los cuales puede producirse la difusión. Las partículas de hierro más gruesas también dan como resultado vías más largas hacia el centro de cada partícula de hierro. El menor número puntos de contacto y las vías más largas típicamente requieren altas temperaturas de sinterización (por ejemplo, por encima de 1450°C) y/o tiempos de sinterización más largos para alcanzar los niveles de difusión deseados y los niveles de coeficiente de expansión térmica (CTE) deseados. Temperaturas de sinterización más altas y tiempos de procesamiento más largos tienden a dar como resultado costes de fabricación más elevados. 40 Por el contrario, de acuerdo con varias realizaciones el uso de tamaños de partículas de hierro más pequeñas facilita temperaturas de sinterización y tiempos de sinterización más bajos a la vez que se siguen logrando niveles deseados de difusión/CTE.

45 El flujo atmosférico en el horno de sinterización puede reducir los óxidos de hierro y cromo superficiales, que son barreras a la difusión, permitiendo que se produzca la unión y difusión de las partículas.

50 Un perfil térmico del paso de sinterización puede dar como resultado un nivel de difusión del cromo en el hierro de por lo menos un 60%, 70%, 75%, 78% y/u 80% en todo el interconector sinterizado 320. La sinterización puede dar como resultado una difusión del cromo en el hierro del 80-85%.

55 El interconector sinterizado 320 puede tener una densidad media en el campo de flujo de por lo menos 6,50, 6,55, 6,60, 6,63, 6,65, 6,67, 6,68, 6,69, y/o 6,70 g/cc, y/o menos de 6,8, 6,78, 6,75, 6,73, 6,70, y/o 6,68 g/cc. La densidad sinterizada puede ser de aproximadamente 6,65 g/cc de media en el campo de flujo. Mediante la sinterización puede lograrse cierta densificación (por ejemplo, un aumento de la densidad del 0,5-2% con respecto a la densidad del interconector verde).

60 El proceso de sinterización puede dar como resultado un interconector sinterizado 320 con un contenido de nitrógeno de menos del 0,10%, 0,09%, 0,08%, 0,07% y/o 0,065%. El bajo contenido de nitrógeno puede evitar o limitar la distorsión del interconector final 100. El contenido de nitrógeno del interconector puede reducirse reduciendo el contenido de nitrógeno de la atmósfera a la que se expone el interconector (por ejemplo, antes, durante o después de la sinterización).

65 Como las SOFC experimentan un amplio intervalo de temperaturas durante su uso (por ejemplo, desde el encendido, pasando por el funcionamiento y hasta el apagado), típicamente es preferible que el último interconector 100 tenga un coeficiente de expansión térmica (CTE) que sea aproximadamente igual al CTE de la placa electrolítica

20 de tal manera que se expandan y contraigan sincrónicamente durante el encendido, funcionamiento y apagado de la pila de SOFC 10. La combinación de la relación cromo/hierro y el protocolo de sinterización (que controla el grado resultante de la difusión de cromo en hierro) puede influir en el CET resultante del interconector final 100. Por consiguiente, la relación cromo/hierro y el protocolo de sinterización pueden adaptarse para que el CET del interconector final 100 coincida con el CET de los electrolitos usados comúnmente en las SOFC. Por ejemplo, un interconector 100 con un contenido de un 95% de cromo / 5% de hierro y más del 80% de difusión tiene un CET que se adapta bien a uno o más tipos de placas electrolíticas 20 usadas habitualmente.

10 El interconector sinterizado 320 se estabiliza térmicamente y se sella mediante oxidación a temperaturas de oxidación de entre 500°C y 1100°C (por ejemplo, por lo menos 500°C, 600°C, 700°C, 800°C, y/o 900°C, y/o entre 900°C y 1000°C, y/o menos de 1200°C, 1100°C y/o 1000°C) durante por lo menos 5, 10, 15, y/o 20 horas y menos de 40, 35, 30, y/o 25 horas. La oxidación puede comenzar a producirse a un ritmo razonablemente rápido a temperaturas de 500°C y superiores. La oxidación puede llevarse a cabo manteniendo el interconector sinterizado 320 en un entorno de oxidación a 950°C durante 20-24 horas. La FIG. 7 ilustra un proceso de oxidación en el que la atmósfera del horno a la que se exponen los interconectores sube de la temperatura ambiente (por ejemplo, 25°C) a 950°C durante 5 horas. El entorno se mantiene a aproximadamente 950°C durante 24 horas. A continuación, el entorno se reduce a temperatura ambiente durante aproximadamente 7 horas.

20 Como se muestra en la FIG. 9, los interconectores sinterizados 320 pueden oxidarse en un proceso continuo en el que los interconectores sinterizados 320 se apilan en una cinta de malla para horno 500 sobre colocadores cerámicos que pueden ayudar a mantener la planitud de los interconectores finales 100 resultantes. En el horno de oxidación 520 puede introducirse una atmósfera controlada 510 (descrita con más detalle a continuación) en la dirección en que fluyen la cinta de malla 500 y los interconectores sinterizados 320 para proporcionar el gas de reacción (oxígeno) al entorno alrededor de los interconectores 320 dentro del horno 520. Dicha dirección de flujo concurrente puede ayudar a facilitar la oxidación a medida que se calientan los interconectores 320 (por ejemplo, entre 500°C y 700°C) y antes de que la nitruración pueda producirse a temperaturas más altas (por ejemplo, de o por encima de 700°C). Tal flujo concurrente puede mejorar adicional o alternativamente el ciclo de oxidación moderando las temperaturas a las que se exponen los interconectores (por ejemplo, quizás haciendo que las temperaturas experimentadas por los interconectores al principio del ciclo de oxidación aumenten más lentamente y/o uniformemente). Alternativamente, los interconectores 320 pueden oxidarse en un horno por lotes en lugar de un horno de flujo continuo. La atmósfera controlada 510 puede introducirse a través del horno por lotes a lo largo del proceso de oxidación por lotes para mantener un suministro disponible de oxígeno para el proceso de oxidación.

35 Alternativamente, la atmósfera controlada 510 puede proporcionarse al horno 520 en una dirección de contraflujo, en lugar de una dirección de flujo concurrente. En varias realizaciones de contraflujo, la atmósfera controlada se introduce en el horno 520 en o alrededor de la parte del horno 520 por la que salen los interconectores oxidados 100, y sale del horno 520 en o alrededor de la parte del horno por la que se introducen en el horno 520 los interconectores sinterizados 320. Este proceso alternativo de contraflujo es similar al proceso mostrado en la FIG. 9, pero con las flechas 510 y 580 mostradas en direcciones y posiciones invertidas, y el humidificador 560 estando reposicionado en consecuencia.

40 La atmósfera controlada 510 puede introducirse en el horno 520 de manera continua a lo largo de todo el ciclo de oxidación, comenzando tan pronto como se introduzcan inicialmente los interconectores 320 en el horno 520. Alternativamente, la atmósfera controlada 510 sólo se introduce en el horno 520 mientras los interconectores 320 están expuestos a un entorno de temperatura oxidante (por ejemplo, cuando los interconectores están expuestos a un entorno con una temperatura que está por encima de 300°C, 400°C, y/o 500°C).

45 Como se muestra en la FIG. 6, cuando se oxidan interconectores sinterizados 320 en aire ambiente (por ejemplo, aire con aproximadamente un 1-4% de contenido de vapor de agua) se ha observado que dentro de la microestructura interna pueden formarse nitruros de cromo. Después de la oxidación de un interconector de aleación de Cr poroso en aire ambiente, la microestructura tiende a mostrar áreas de enriquecimiento de nitrógeno en las áreas que rodean los poros y también dentro de los límites internos de grano del material, como se muestra en la Figura 6 después de la exposición al proceso de oxidación en aire ambiente.

55 La formación de nitruros es el resultado de la combinación a temperatura elevada del metal base de Cr y el nitrógeno contenido en el aire ambiente. Preferiblemente se reduce la cantidad de tales nitruros en el interconector. Así, una o más realizaciones de la presente invención proporcionan un proceso de oxidación para componentes porosos de cromo (por ejemplo, componentes de PM como interconectores) que reduce y/o minimiza la formación de nitruros en el componente. La reducción de la extensión de la formación de nitruro en el interconector puede aumentar el rendimiento global del interconector durante la fabricación (por ejemplo, porque dentro de las tolerancias dimensionales hay más interconectores 100) y puede dar como resultado interconectores con mejores precisiones dimensionales de por vida durante el uso en una pila de SOFC. En la bibliografía se han sugerido métodos para reducir la absorción de nitrógeno para materiales de Cr totalmente densos, por ejemplo Michalik usó una mezcla de (1) nitrógeno con un 4% de H₂O, y un 4% de H₂, o (2) nitrógeno con un 10% de H₂O para suprimir la formación de nitruros.

5 Sin embargo, como se muestra en la FIG. 8, estos métodos resultaron ser ineficaces cuando se aplicaron a aleaciones porosas de Cr (por ejemplo, interconectores de PM) donde el contenido de nitrógeno después de la oxidación aumentó realmente a más del 1% en peso. Véase Michalik, M. et al, 2007, "Effect of water vapour on growth and adherence of chromia scales", Julich Research Thesis (Schriften des Forschungszentrums Jülich. Reihe Energietechnik / Energy Technology, volumen 67, páginas 1-153, RWTH Aachen, Diss., 2007, ISBN: 978-3-89336-486-2).

10 Como se muestra en la FIG. 8, de acuerdo con uno o más ejemplos de un método no definido por la presente invención, la oxidación en una mezcla de Argón/Oxígeno libre de nitrógeno puede mantener el contenido de nitrógeno al nivel preoxidado de alrededor del 0,05%. Por consiguiente, varios ejemplos de métodos no de acuerdo con la invención utilizan una atmósfera de Ar/O sustancialmente libre de nitrógeno durante el proceso de oxidación. Sin embargo, el uso de una atmósfera de Ar/O no siempre es práctico debido al elevado coste de procesas la atmósfera o a la necesidad de usar equipos de fabricación complejos y costosos con capacidad de reciclado de la atmósfera.

15 De acuerdo con realizaciones de la invención, los interconectores 320 se oxidan en una atmósfera controlada 510 que comprende aire ambiente 540 y un nivel elevado de vapor de agua 550. De acuerdo con varias realizaciones, como se muestra en la FIG. 9, la atmósfera controlada 510 se crea humidificando el aire ambiente 540 en un humidificador 560 para crear la atmósfera controlada 510. De acuerdo con varias realizaciones, el contenido de vapor de agua de la atmósfera controlada 510 que se bombea al horno 520 durante el paso de oxidación comprende aire ambiente 540 con un contenido de vapor de agua (en volumen) de por lo menos el 5%, 10%, 15%, 20%, y/o 25%, 20 menos del 50%, 40%, y/o 35%, y/o entre el 10% y el 40%, entre el 10% y el 30%, y/o entre el 15% y el 25%. De acuerdo con una o más realizaciones, el contenido de vapor de agua en la atmósfera controlada es del 20%. De acuerdo con la invención, el contenido de vapor de agua en la atmósfera controlada es por lo menos del 20%. Se ha descubierto que la atmósfera controlada 510 de acuerdo con el método de la invención proporciona un medio eficaz 25 de controlar/limitar el contenido final de nitrógeno en la aleación de Cr oxidado. De acuerdo con varias realizaciones, el aire ambiente 540 al que se añade el vapor de agua 550 ya incluye (en % en volumen):

- un 60-95%, 70-90%, 70-85%, 75-85%, y/o aproximadamente un 78% de nitrógeno (N);
- un 5-35%, 10-30%, 15-25%, y/o aproximadamente un 21% de oxígeno (O₂); y
- un 0-4% de vapor de agua (H₂O).

30 La cantidad de vapor de agua 550 a añadir al aire ambiente 540 dependerá de la humedad inicial del aire ambiente 540. De acuerdo con varias realizaciones, se añade menos vapor de agua 550 al aire más húmedo 540 para crear la atmósfera controlada.

35 De acuerdo con varios métodos, algunos de los cuales no entran dentro del alcance de la invención como se define en la reivindicación 1 anexa, la atmósfera controlada 510 comprende:

- un 30-95%, 40-90%, 45-80%, 45-70%, 50-60%, y/o aproximadamente un 55% de nitrógeno (N);
- un 5-40%, 5-35%, 10-30%, 10-25%, 10-20% y/o aproximadamente un 15% de oxígeno (O₂); y
- un 5-50%, 10-40%, 10-35%, 20-35%, y/o aproximadamente un 30% de vapor de agua (H₂O).

40 De acuerdo con el método de la invención, la atmósfera controlada comprende por lo menos un 30% de nitrógeno, por lo menos un 20% de oxígeno y por lo menos un 20% de vapor de agua, en volumen.

45 A menos que se indique específicamente lo contrario, todos los porcentajes atmosféricos son porcentajes en volumen basados en una atmósfera a temperatura y presión ambiente estándar (SATP) (es decir, 25°C y 101,3 kPa). Todos los porcentajes atmosféricos pueden considerarse alternativamente porcentajes molares a SATP. Por tanto, de acuerdo con varias realizaciones, la atmósfera controlada comprende un 5-50%, 10-40%, 10-35%, 20-35%, y/o 50 aproximadamente un 30% de vapor de agua (H₂O) en volumen y/o en concentración molar. De acuerdo con la invención, la atmósfera controlada comprende por lo menos un 20% de vapor de agua (H₂O) en volumen. De acuerdo con varias realizaciones, la atmósfera controlada 510 que se inyecta en el horno 520 se inyecta en realidad a 55 aproximadamente SATP, de tal manera que pueden medirse los porcentajes en volumen a medida que se inyectan en el horno 520. De acuerdo con realizaciones alternativas, la atmósfera controlada 510 puede inyectarse en el horno 520 a otras temperaturas o presiones (aunque los porcentajes atmosféricos se siguen midiendo a SATP).

55 El contenido de vapor de agua de la atmósfera controlada 510 puede medirse alternativamente en términos de punto de rocío. De acuerdo con varias realizaciones, el punto de rocío de la atmósfera controlada 510 (a una presión ambiente estándar de 101,3 kPa) es de por lo menos 40°C, 45°C, 50°C, y/o 55°C, y/o entre 40°C y 100°C, entre 45°C y 90°C, entre 45°C y 80°C, entre 50°C y 80°C, entre 55°C y 80°C, y/o aproximadamente de 60°C.

60 De acuerdo con varias realizaciones, el aire ambiente 540 puede alterarse de otras maneras además de tener vapor de agua 550 añadido para formar la atmósfera controlada 510. Por ejemplo, para formar la atmósfera controlada 510 también puede añadirse oxígeno al aire ambiente 540. El oxígeno añadido puede aumentar la velocidad de oxidación y permitir una reducción del tiempo del ciclo de oxidación.

65

De acuerdo con varias realizaciones, el caudal nominal de la atmósfera controlada 510 en el horno 520 durante el proceso de oxidación es de 125 pies cúbicos por hora por pulgada de anchura de la cinta del horno 500, con un mínimo de 42 pies cúbicos por hora por pulgada de anchura de la cinta del horno 500 y un máximo de 208 pies cúbicos por hora por pulgada de anchura de la cinta del horno 500 (donde 1 pie cúbico por hora por pulgada es 3,097e-4 m³/s). De acuerdo con varias realizaciones, la atmósfera controlada 510 se introduce en el horno 520 durante el proceso de oxidación a una velocidad de por lo menos 25, 35, 40, 50, 60, 70, 80, 90, y/o 100 pies cúbicos por hora por pulgada de anchura de la cinta del horno 500, y/o entre 25 y 500, entre 25 y 400, entre 40 y 250 pies cúbicos por hora por pulgada de anchura de la cinta 500 del horno. De acuerdo con una o más realizaciones, la cinta del horno 500 tiene una anchura de 45,72 cm (18 pulgadas). De acuerdo con una o más realizaciones, una matriz de 27 interconectores sinterizados 320 se apilan 3x3x3 en placas de sujeción de alúmina molida y luego se oxidan para formar los interconectores finales 100. De acuerdo con una o más realizaciones alternativas, los interconectores sinterizados 320 se apilan a 5 alturas y tres a lo largo de la cinta de malla.

De acuerdo con varias realizaciones, la humidificación deseada se logra usando un humidificador 560 con una capacidad de 1,01 g/s (8 lb/hora) para soportar un flujo de 1000 pies cúbicos por hora de la atmósfera controlada 510 en el horno (donde 1 pie cúbico por hora, de cfh, es 7,866e-6 m³/s). De acuerdo con una o más realizaciones, la atmósfera controlada 510 se introduce en el horno 520 a una velocidad de por lo menos 100, 250, 500, 750 pies cúbicos por hora (cfh), y/o entre 100 y 5000 cfh, entre 500 y 4000 cfh, y/o entre 750 y 4000 cfh.

Como se muestra en la FIG. 9, después de fluir hacia el horno 520 y proporcionar gas de reacción para el paso de oxidación, la atmósfera controlada 510 usada (gas de reacción menos usado y otros componentes perdidos) se expulsa del horno 520 como gas de escape 580 en donde la cinta 500 sale del horno 520. De acuerdo con varias realizaciones, el gas de escape 580 puede reciclarse y volver a inyectarse (por ejemplo, humidificando de nuevo el gas de escape 580 para formar la atmósfera controlada 510).

De acuerdo con una o más realizaciones, el proceso de fabricación da como resultado que el interconector final 100 tenga un contenido de nitrógeno después del paso de oxidación de no más del 1,0%, 0,75%, 0,5%, 0,4%, 0,3%, 0,20%, 0,17%, 0,15%, 0,12%, 0,10%, y/o 0,09%. Como se muestra en la FIG. 8, después de la oxidación en la atmósfera controlada que contiene vapor de agua, el contenido de nitrógeno resultante se reduce sustancialmente con respecto a los valores observados después de la oxidación en aire ambiente. El contenido de nitrógeno medido es similar al observado cuando se oxida en la atmósfera de argón/oxígeno libre de nitrógeno. De acuerdo con varias realizaciones, el proceso de oxidación aumenta el contenido de nitrógeno del interconector en menos del 0,1, 0,09, 0,08, 0,07, 0,06, 0,05 y/o 0,00% en peso del interconector 100 final.

De acuerdo con varias realizaciones, el paso de oxidación da como resultado la formación de una capa de óxido en la superficie del interconector, en donde el óxido (por ejemplo, óxido de cromo, Cr₂O₃) tiene por lo menos 1, 2 y/o 3 um de espesor y/o entre 3 y 4 um de espesor.

De acuerdo con varias realizaciones, el paso de oxidación da como resultado el interconector final 100. De acuerdo con varias realizaciones, el interconector final 100 tiene una densidad media de campo de flujo de por lo menos 6,63, 6,65, 6,67, 6,68, 6,69, 6,70, 6,71, 6,72, 6,73, y/o de menos de 6,8, 6,78, 6,75, 6,74, 6,73, 6,72, y/o 6,71 g/cc. De acuerdo con una o más realizaciones, el interconector final 100 tiene una densidad media dentro del campo de flujo de aproximadamente 6,7 g/cc. De acuerdo con una o más realizaciones, el interconector final 100 es plano dentro de 400, 350, y/o 300 micras. De acuerdo con varias realizaciones, un espesor total de la placa interconectora 100 está entre 1,5 mm y 3,5 mm (dependiendo de la realización), con una variación de espesor de 0,25, 0,20, 0,19, y/o 0,180 micras como máximo (sin incluir en las depresiones 130, 130').

[0083] De acuerdo con varias realizaciones, antes de ser usado en la pila de SOFC 10, el interconector final 100 se somete a pasos de fabricación adicionales (por ejemplo, recubrimientos, etc.).

Aunque el proceso de oxidación anterior se describe con respecto a interconectores particulares, el proceso de oxidación puede usarse adicional o alternativamente en una amplia variedad de otros componentes sin desviarse del alcance de la presente invención como se define en las reivindicaciones adjuntas. Por ejemplo, el proceso de oxidación descrito anteriormente puede usarse con interconectores elaborados usando otras técnicas de fabricación (por ejemplo, interconectores elaborados usando técnicas de fabricación de doble prensa). El proceso de oxidación de acuerdo con una o más realizaciones de la presente invención puede usarse para oxidar/pasivar componentes porosos de PM (por ejemplo, componentes de PM con alto contenido de cromo).

A la inversa, mientras que se describe que el proceso de fabricación del interconector usa varios pasos de oxidación particulares, los métodos de fabricación de acuerdo con la invención y los interconectores resultantes 100 pueden elaborarse alternativamente usando cualquier otro paso adecuado, donde sea de acuerdo con la invención como se define por la reivindicación 1.A adjunta.

De acuerdo con varias realizaciones, el tamaño de las partículas de hierro, el tamaño de las partículas de cromo, la densidad, la oxidación de superficie y/u otros aspectos del proceso de fabricación hacen que el interconector

100 sea impermeable al aire desde el lado del cátodo 70 y al combustible desde el lado del ánodo 50. De acuerdo con varias realizaciones, el interconector final 100 proporciona de este modo la precisión dimensional, la impermeabilidad y el CTE adecuados para un buen funcionamiento como interconector de SOFC 100.

5 De acuerdo con varias realizaciones, el interconector final 100 consiste esencialmente en cromo y hierro. De acuerdo con varias realizaciones, el cromo y el hierro comprenden por lo menos el 99,0, 99,5, 99,7, 99,8, 99,8, 99,9, y/o 99,99% del interconector 100.

10 Como se usa en la presente, el término "impermeable al combustible y al aire de la SOFC" y términos similares significan impermeabilidad tal y como se entiende este término en la técnica de los interconectores de SOFC. La impermeabilidad de los interconector de SOFC no requiere una impermeabilidad absoluta al combustible y al aire. Más bien, "impermeable" requiere simplemente que el interconector sea lo suficientemente impermeable como para proporcionar un buen funcionamiento a una SOFC sin fallos durante un período prolongado de tiempo.

15 Aunque con anterioridad se han descrito las realizaciones de la invención con respecto a los interconectores de SOFC 100, las realizaciones de la invención también pueden aplicarse a otros tipos de componentes. Varias realizaciones son particularmente aplicables a componentes en los que se desea una alta densidad y/o impermeabilidad y/o componentes con formas acabadas complejas.

20 Las realizaciones ilustradas anteriores se proporcionan para ilustrar los principios estructurales y funcionales de las realizaciones de la presente invención y no se pretende que sean limitativas. Por el contrario, se pretende que los principios de la presente invención abarquen todos y cada uno de los cambios, alteraciones y/o sustituciones dentro del alcance de las reivindicaciones siguientes.

25

30

35

40

45

50

55

60

65

REIVINDICACIONES

1. Un método para oxidar un componente poroso que comprende por lo menos un 90% en peso de cromo, el método comprendiendo:

5 formar el componente poroso:

compactando una mezcla homogénea de polvos para formar un componente verde; y
10 sinterizando el componente verde para formar el componente poroso;

10 oxidar el componente poroso en un horno para exponer el componente a un intervalo de temperaturas de oxidación durante un periodo de tiempo predeterminado; y
15 durante dicha oxidación, introducir en el horno una atmósfera controlada,
en donde la atmósfera controlada comprende:

15 por lo menos un 30% en volumen de nitrógeno,
por lo menos un 10% en volumen de oxígeno,
por lo menos un 20% en volumen de vapor de agua;

20 en donde dicha oxidación aumenta un contenido de nitrógeno del componente poroso en menos del 0,1% en peso.

2. El método de la reivindicación 1, en donde después de dicha oxidación, el componente comprende menos del 0,2% en peso de nitrógeno.

25 3. El método de la reivindicación 1, en donde después de dicha oxidación, el componente comprende menos del 0,15% en peso de nitrógeno.

30 4. El método de la reivindicación 1, en donde la atmósfera controlada comprende entre un 20 y un 35% en volumen de vapor de agua.

35 5. El método de la reivindicación 4, en donde la atmósfera controlada comprende un 30% en volumen de vapor de agua.

35 6. El método de la reivindicación 1, que comprende además:
añadir vapor de agua al aire ambiente para crear la atmósfera controlada.

40 7. El método de la reivindicación 1, en donde el intervalo de temperatura de oxidación se encuentra por encima de 750°C y el periodo de tiempo predeterminado es de por lo menos 5 horas.

45 8. El método de la reivindicación 1, que comprende además introducir el componente poroso a través del horno en una dirección de desplazamiento durante dicha oxidación, en donde la atmósfera controlada se introduce en el horno en la dirección de desplazamiento.

45 9. El método de la reivindicación 1, que comprende además introducir el componente poroso a través del horno en una dirección de desplazamiento durante dicha oxidación, en donde la atmósfera controlada se introduce en el horno en una dirección opuesta a la dirección de desplazamiento.

50 10. El método de la reivindicación 1, en donde el componente poroso comprende un interconector de SOFC.

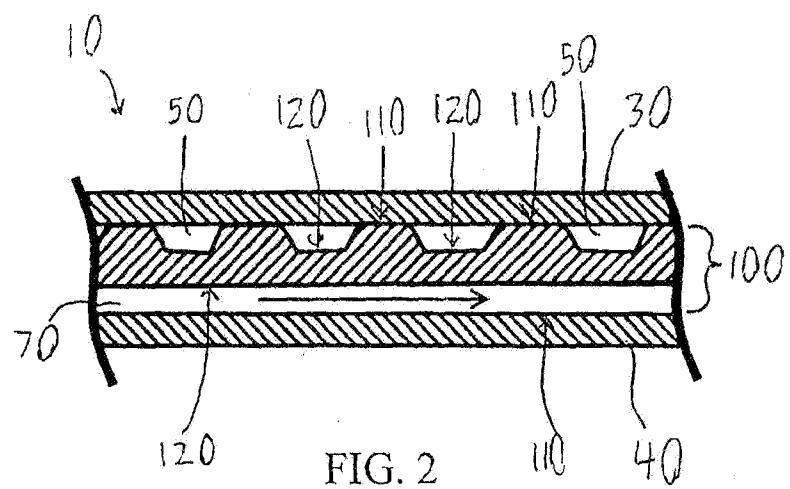
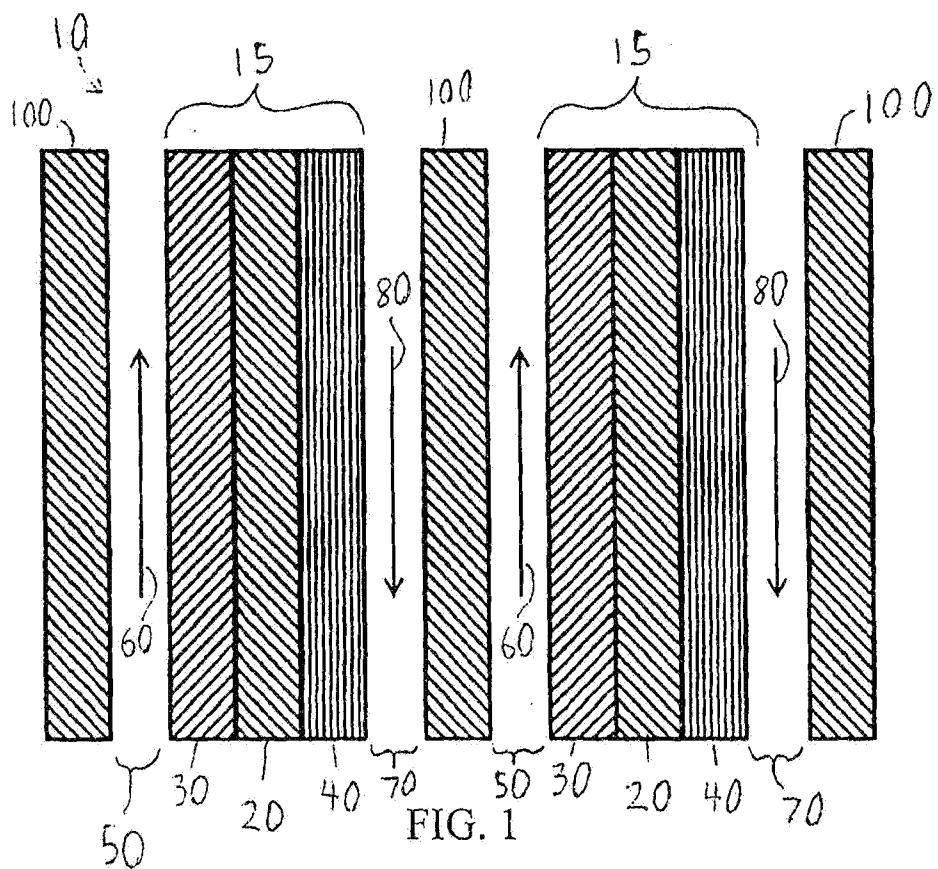
50 11. El método de la reivindicación 1, en donde el cromo y el hierro comprenden por lo menos el 99,0% en peso del componente poroso después de dicha oxidación.

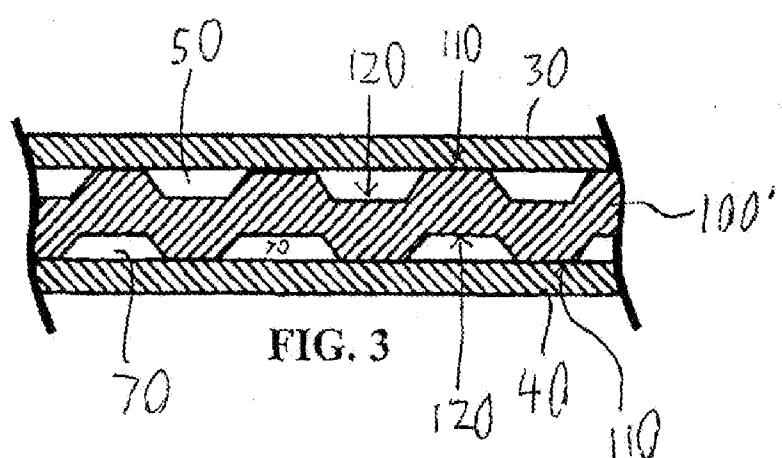
55 12. El método de la reivindicación 1, en donde el componente poroso comprende entre un 94,5 y un 95,5% en peso de cromo y entre un 4,5 y un 5,5% en peso de hierro.

55 13. El método de la reivindicación 1, en donde el componente poroso comprende por lo menos un 90% en peso de cromo y por lo menos un 3% en peso de hierro.

60

65





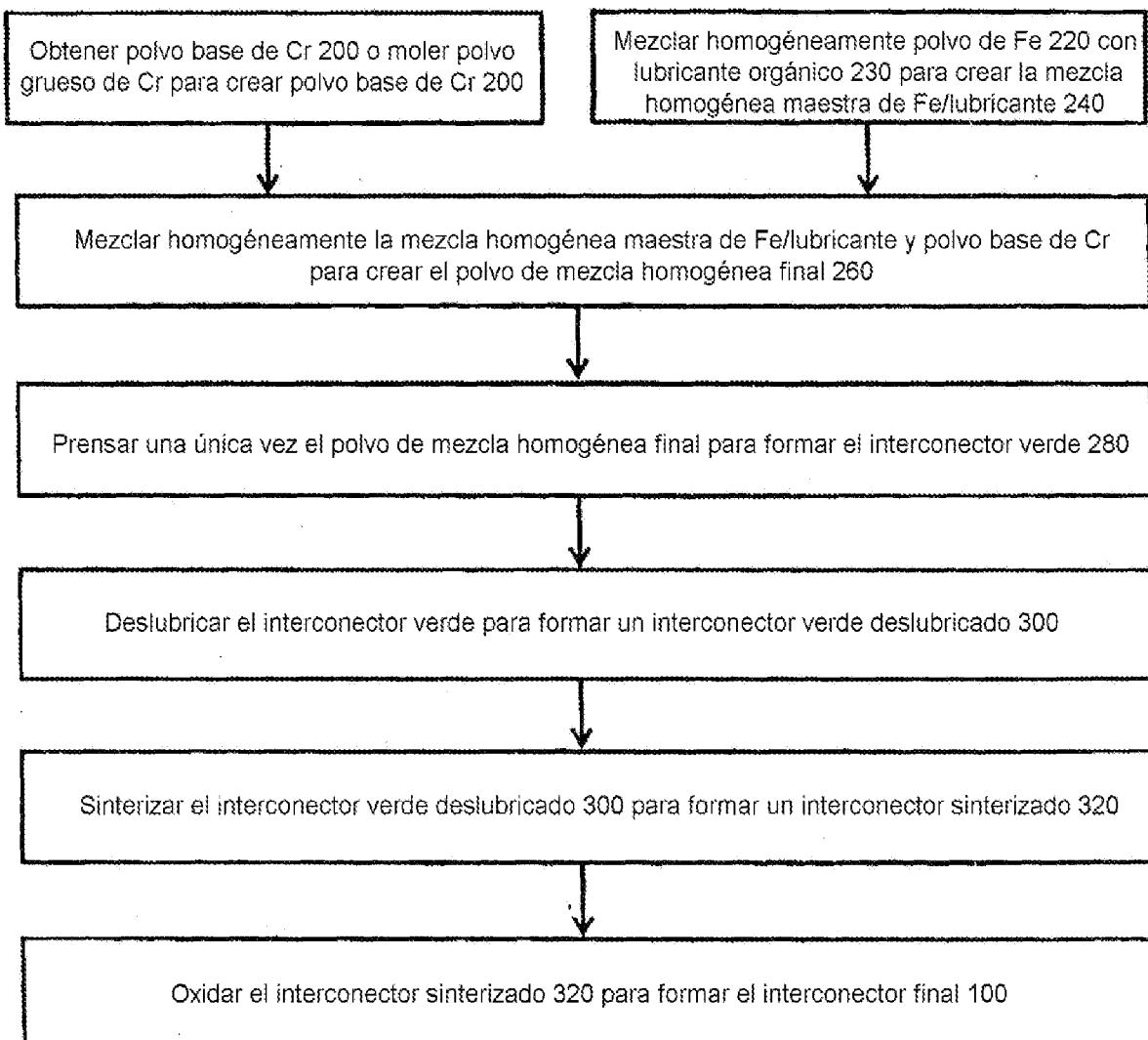


FIG. 4

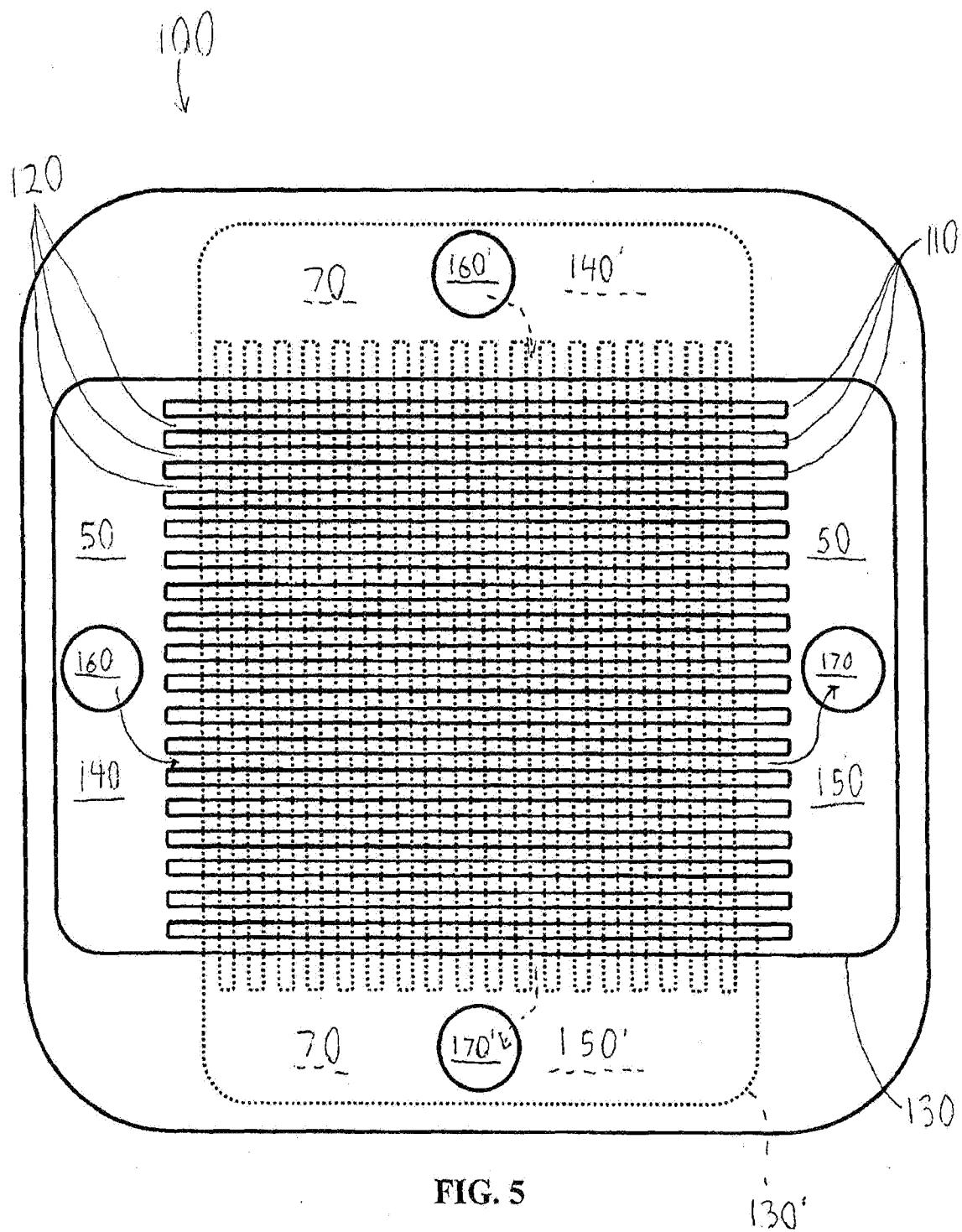


FIG. 5

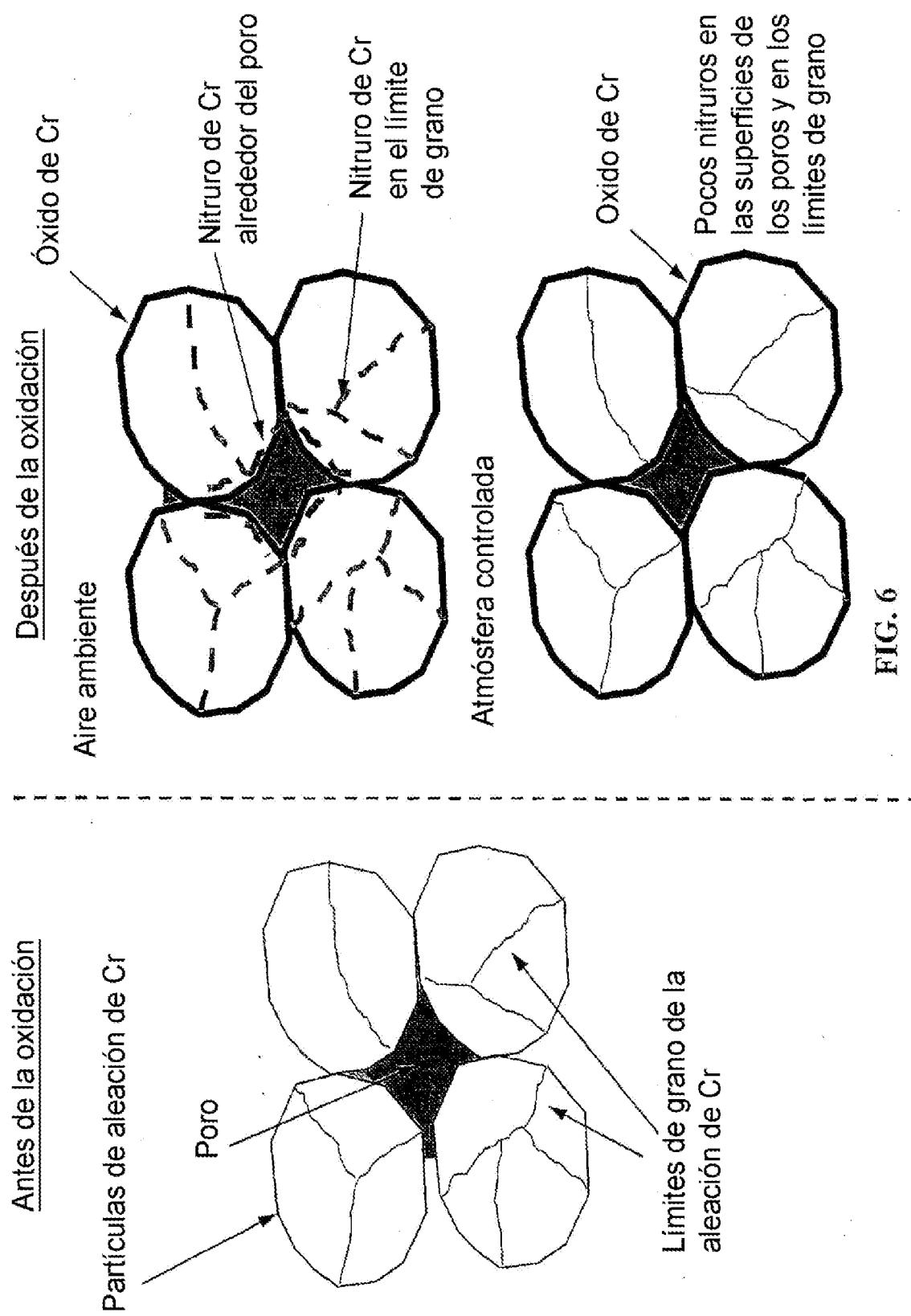


FIG. 6

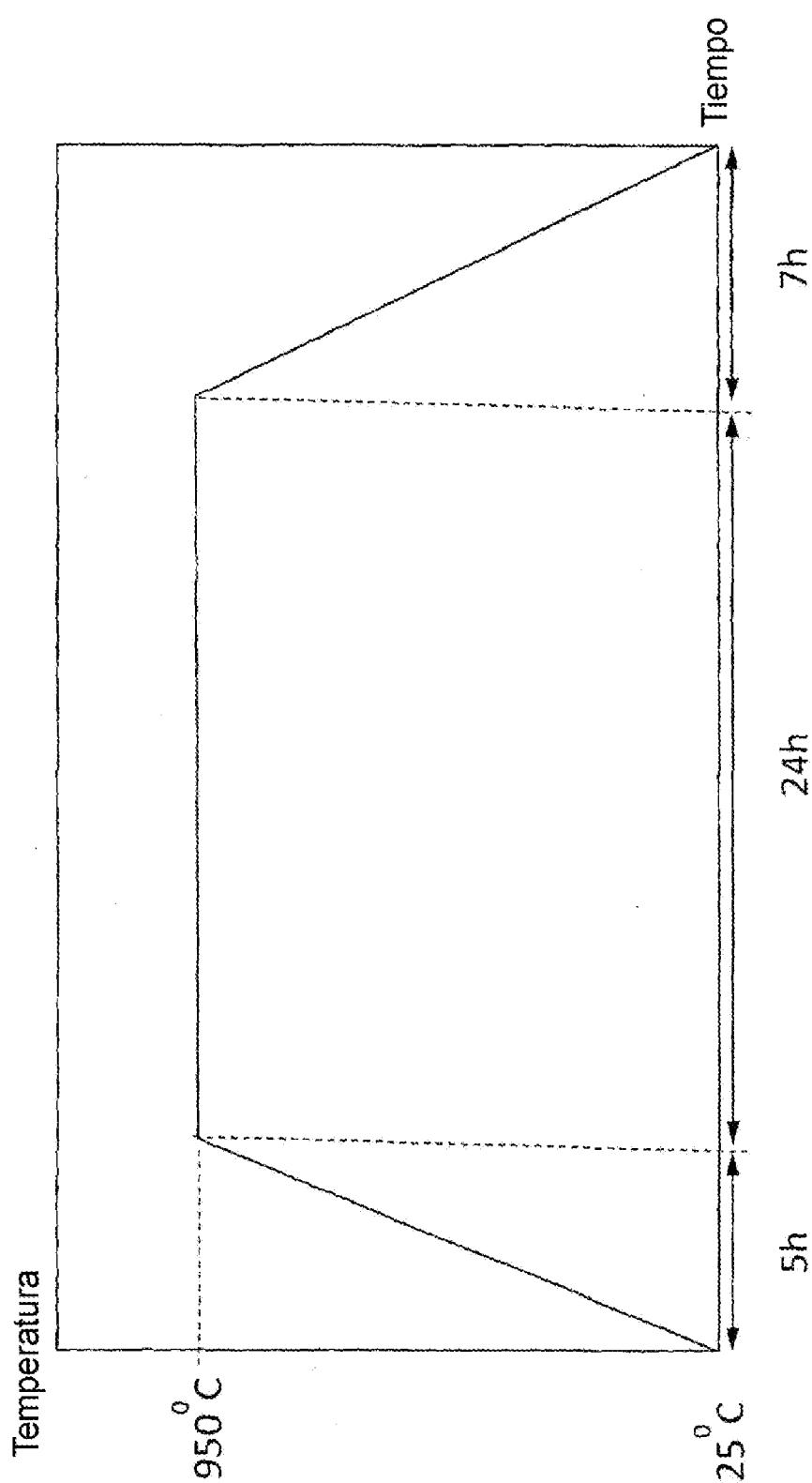


FIG. 7

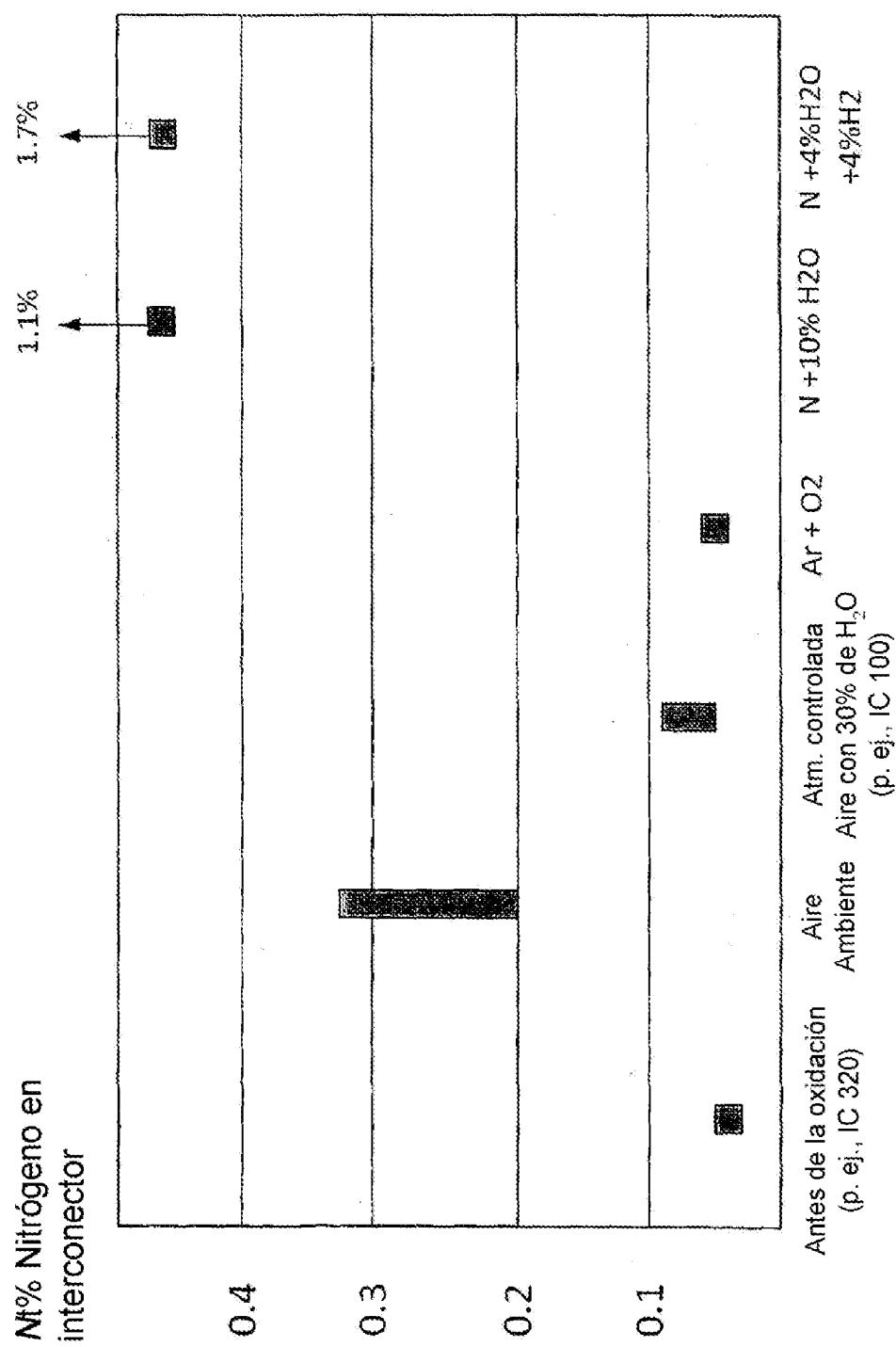


FIG. 8: Efecto de la atmósfera de oxidación sobre el contenido de nitrógeno

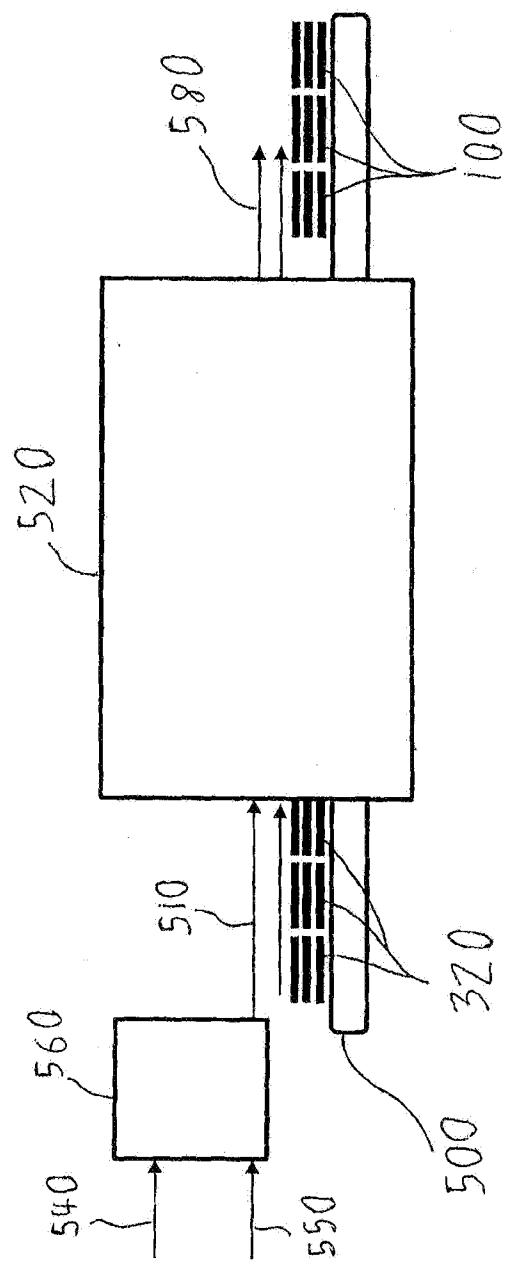


FIG. 9