

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 634 108**

51 Int. Cl.:

**H01M 8/0282** (2006.01)

**H01M 8/0286** (2006.01)

**H01M 8/124** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **26.03.2013 PCT/EP2013/056447**

87 Fecha y número de publicación internacional: **03.10.2013 WO13144167**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **26.03.2013 E 13713833 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **19.04.2017 EP 2831943**

54 Título: **Procedimiento de fabricación y de utilización de una junta de estanqueidad que preserva la integridad de células electroquímicas**

30 Prioridad:

**27.03.2012 FR 1252743**

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

**26.09.2017**

73 Titular/es:

**COMMISSARIAT À L'ÉNERGIE ATOMIQUE ET  
AUX ÉNERGIES ALTERNATIVES (50.0%)  
22, rue Leblance Bâtiment "le Ponant D"  
75015 Paris, FR y  
TECHNETICS GROUP FRANCE SAS (50.0%)**

72 Inventor/es:

**BRUGUIERE, LIONEL;  
SASSOULAS, HERVÉ;  
REYTIER, MAGALI y  
PALERMO, FRANÇOIS**

74 Agente/Representante:

**LINAGE GONZÁLEZ, Rafael**

ES 2 634 108 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

Procedimiento de fabricación y de utilización de una junta de estanqueidad que preserva la integridad de células electroquímicas

5 La invención se refiere a una junta de estanqueidad cuya propiedad esencial es preservar la integridad de células electroquímicas en los EVHT o SOFC (electrolizadores de vapor de agua a alta temperatura o pilas de combustibles de óxidos sólidos) y se refiere más precisamente a procedimientos de fabricación y de utilización de dicha junta y de fabricación de montajes en los que se utiliza.

10 Las células electroquímicas de los géneros indicados, utilizadas para la producción o el consumo de hidrógeno, se montan en general en forma de apilamientos multicélulas (*stacks*) y son de una fragilidad muy grande. Están compuestas de dos electrodos, normalmente de uno de cerámica en el lado del oxígeno y de otro mixto, de cerámica y metálico, del lado del hidrógeno, y de un electrolito adyacente de cerámica. Están limitadas entre dos interconectores metálicos cuyo papel es garantizar la aportación de gas y de corriente a los electrodos.

15 Se busca fabricar dichos apilamientos de células sin el riesgo de dañarlos a pesar de su fragilidad y preservando una estanqueidad satisfactoria para evitar las fugas de gas. Una junta se dispone alrededor de cada célula para cumplir con esta última función. Sin embargo, el trabajo de las células a alta temperatura, entre 600 °C y 900 °C, y el entorno químico formado por atmósferas oxidantes o reductoras complican los problemas mencionados haciendo aparecer dilataciones térmicas diferenciales y, por lo tanto, presiones sobre la célula y la junta, y riesgos de corrosión o de alteración de los materiales.

20 La técnica anterior da a conocer diferentes tipos de juntas que aplican materiales diferentes que ofrecen a menudo buenas características, pero que, sin embargo, no satisfacen perfectamente todas las exigencias mencionadas anteriormente.

30 Por este motivo que se han propuesto juntas metálicas para servir de estanqueidad a dichas células. Están en constante evolución y los niveles de esfuerzo de apriete que deben aplicárseles para obtener una buena estanqueidad han disminuido enormemente. Presentan también la ventaja de facilitar el desmontaje. Sin embargo, su rigidez sigue siendo importante para contemplarlas favorablemente en esta técnica. Otro conveniente es que son conductoras eléctricas y, por lo tanto, no permiten por sí mismas mantener una separación eléctrica entre los interconectores.

35 Otras juntas comprenden soldaduras a base de níquel o de plata. Tienen también los inconvenientes de ser conductoras de la electricidad y de ser costosas, a menudo complejas de aplicar; pueden ser incompatibles químicamente con las atmósferas ambientales; finalmente, el desmontaje y el reciclaje de los constituyentes de los apilamientos son casi imposibles con dichas juntas.

40 Las juntas de compresión de tipo mica se han estudiado igualmente. Sus propiedades de aislamiento eléctrico, sus capacidades para absorber las diferencias de dilatación térmica permitiendo el deslizamiento de diferentes constituyentes sobre las mismas y sus facultades para deformarse para completar los pequeños defectos de planitud de los soportes de juntas son ventajas interesantes. Sin embargo, necesitan mantener una fuerza de apriete importante, especialmente para evitar la difusión de gas a través de las mismas y, por lo tanto, establecer presiones en la célula, especialmente durante las fases de calentamiento en las que los deterioros son posibles debido a dilataciones térmicas diferenciales.

50 Las vitrocerámicas son aislantes eléctricos, acomodan también las diferencias de dilatación térmica de los materiales constituyentes, al menos durante una primera fase de subida de temperatura en la fabricación de la junta antes de cristalizarse. La junta se vuelve a continuación rígida. Por lo tanto, resiste bien las diferencias de presión entre el interior y el exterior de la célula, pero es crucial que el coeficiente de dilatación térmica esté próximo al de los materiales de las células y de los interconectores; de lo contrario, será imposible enfriar el apilamiento sin dañar las juntas.

55 Se han propuesto finalmente vidrios (no desvitrificantes a alta temperatura) más recientemente: la falta de cristalización les confiere cierta flexibilidad por encima de la temperatura de transición vítrea que permite acomodar mejor las dilataciones térmicas diferenciales. Todas son aislantes eléctricos. Sin embargo, algunas incertidumbres de estanqueidad influyen en los dispositivos que las componen y deben superarse diversas dificultades de fabricación de la junta.

60 De hecho, las juntas de vidrio están elaboradas en general en forma de barbotinas (mezclas pastosas de aglutinantes orgánicos y de vidrios), que se depositan directamente en las zonas implicadas de las juntas durante el montaje del apilamiento. Estas barbotinas no ofrecen ninguna resistencia mecánica y, por lo tanto, se deforman en cuanto se comprimen entre los interconectores metálicos. La compresión que hay que aplicar al apilamiento que comprende la célula durante la fabricación se transmite, por lo tanto, integralmente a las células desde el comienzo del montaje del apilamiento. Aparecen algunas tensiones de cizallamiento sobre la célula igualmente debido a la

diferencia de las dilataciones térmicas entre ellas y los interconectores, ya que la fabricación de la junta implica un calentamiento cuyo objetivo es evaporar los aglutinantes orgánicos para transformar la barbotina en un producto de vidrio sólido. Hay que añadir que la evaporación de los aglutinantes forma burbujas de gas en un primer tiempo de calentamiento, de 50 °C a 400 °C, que podrán dar a continuación rutas de fuga a través de la junta pasando fuera de la misma, disminuyendo el aumento del calor la viscosidad del vidrio. Finalmente es difícil definir una cantidad de vidrio óptima, debido a la deformación no controlada de las barbotinas durante la fabricación del apilamiento bajo la acción de los fenómenos mencionados (evaporación de los aglutinantes, disminución de viscosidad, acercamiento de los interconectores y dilatación térmica de las piezas ambientales), y su pesaje es prácticamente imposible cuando se forma el apilamiento.

Los riesgos principales que se encuentran en la fabricación son, por lo tanto, una ruptura de la célula debido a las tensiones que se le aplican y una degradación de la estanqueidad que disminuye el rendimiento de producción de la célula y, por lo tanto, la rentabilidad de los procedimientos en los cuales se aplica, debido a defectos de forma y de estructura de la junta.

La técnica anterior comprende los documentos US-A-2009/0130458 y WO-A-2008/026802, así como US-A-2010/068602 que describe una junta y un montaje del género de la invención, en el que la junta se fabrica de acuerdo con un procedimiento diferente.

El primero de estos documentos describe una junta de matriz de vidrio reforzada con cerámica en partículas, esferas o fibras, para reforzar la estanqueidad, el aislamiento eléctrico, la cohesión de las juntas y evitar una compresión excesiva del apilamiento que dé lugar a un contacto entre los interconectores y un cortocircuito. Igualmente, el segundo describe una junta de matriz de vidrio reforzado con fibras de cerámica. Dichos dispositivos no impiden una compresión de larga duración de la célula durante la fabricación, lo que crea tensiones de cizallamiento fuertes sobre la célula debidas a diferencias de dilatación entre los materiales metálicos de los interconectores y la cerámica de la célula. No puede excluirse una ruptura de la célula.

Un objeto de la invención es proponer una junta de estanqueidad a base de vidrio y de cerámica y un procedimiento de fabricación particular de esta junta que ofrezca a la vez una buena estanqueidad, probablemente mejor que en las concepciones conocidas, un aislamiento eléctrico seguro, así como un dominio excelente del procedimiento de fabricación de un montaje tal como el mencionado anteriormente y que limite en particular las tensiones mecánicas sufridas por la célula durante esta fabricación debido a la compresión y a las dilataciones térmicas diferenciales.

Otro objeto de la invención es controlar la calidad del vidrio utilizado en la junta y, especialmente, el grosor de las capas que forman entre los interconectores y la regularidad de su estructura interna debido a una buena desgasificación de las burbujas de aire producidas por la evaporación de los aglutinantes.

Un aspecto general de la invención es un procedimiento de fabricación de una junta de estanqueidad que va a disponerse entre dos soportes, que comprende las etapas siguientes:

- preparación de un núcleo de cerámica macizo, continuo y que comprende dos caras opuestas;
- depósito de cordones de vidrio o de vitrocerámica en un estado pastoso en dichas caras del núcleo;
- calentamiento del núcleo y de los cordones para producir una evaporación de aglutinantes presentes en los cordones y solidificar dichos cordones;
- permaneciendo los cordones en un estado físicamente libre durante el depósito y el calentamiento.

Una característica importante de este procedimiento es que la junta se fabrica hasta un estado sólido, estando en un estado físicamente libre, es decir, separado del montaje en la célula electroquímica en el cual encontrará en general sitio, al contrario de lo que se hace normalmente en esta técnica, y que la solidificación de los cordones se ejerce sin restricción. Esta fabricación «ex situ» ofrece varias ventajas: en primer lugar, es posible dosificar bien la cantidad de vidrio utilizada y evitar deformaciones importantes y desplazamientos de materia; se facilita la desgasificación por este estado libre; y la utilización de un núcleo macizo sólido facilita el depósito de los cordones de soldadura y la manipulación de la junta.

En un modo de realización característico, los cordones se depositan en el núcleo con una sección bombeada, se extienden solamente en porciones centrales del ancho del núcleo y guardan una sección bombeada después de haberse solidificado, aunque la fluencia del vidrio produzca normalmente un aplanamiento y un alargamiento moderados de esta sección.

La junta obtenida de este modo puede utilizarse para fabricar un montaje de célula electroquímica alojada entre dos interconectores. El procedimiento de utilización de la junta comprende, por lo tanto, las etapas siguientes:

- colocación de la junta entre los interconectores al lado de la célula;

- calentamiento del montaje que comprende la célula, la junta y los interconectores por encima de una temperatura de transición vítrea de los cordones;

5 - compresión de la junta entre los interconectores para aproximar los interconectores haciendo fluir la junta;

- interrupción de la compresión cuando los interconectores toquen los dos la célula.

10 La compresión de la junta produce en primer lugar exclusivamente una fluencia del vidrio o de la vitrocerámica cuando ha alcanzado su temperatura de transición vítrea, sin comprimir la célula, que permanece por lo tanto aliviada de tensiones. Cuando los interconectores tocan los dos la célula, la junta se pone en marcha de forma conveniente y la carga de compresión se reparte sobre la célula y la junta.

15 En una variante del procedimiento, el calentamiento puede aplicarse con una graduación por encima de una temperatura de desvitrificación de los cordones cuando los mismos son de vitrocerámica, con el fin de obtener una germinación de cristales.

20 De forma ventajosa, los cordones mantienen una sección bombeada tras haberse solidificado, de altura suficiente para no permitir la compresión de la célula entre los interconectores más que de forma tardía en la transición térmica.

25 La invención se refiere además a un procedimiento de fabricación de un montaje de célula electroquímica que puede obtenerse especialmente por este procedimiento y que comprende dos interconectores, una célula apretada entre los interconectores y una junta que se extiende entre los interconectores al lado de la célula, de acuerdo con las reivindicaciones 5 a 8.

30 De forma característica, las capas de vidrio o de vitrocerámica que unen el núcleo a los interconectores tienen un grosor uniforme y perfectamente controlado, lo que es muy difícil de garantizar con los procedimientos usuales. Se evitan también tanto los defectos de continuidad de estas capas de unión como los grosores excesivos, que podrían comprometer la estanqueidad o la resistencia de la junta. Cabe destacar que el procedimiento de fabricación de la junta que se propone en el presente documento se presta bien a adaptaciones a células de grosores diferentes, puesto que será suficiente modificar en consecuencia el grosor del núcleo y depositar la misma cantidad de vidrio o de vitrocerámica para mantener el grosor óptimo de las capas de unión.

35 Una parte de la materia viscosa de la junta ha podido fluir alrededor del núcleo. Sin embargo, completa la estanqueidad rebosándose alrededor del núcleo y alargando la junta. Es de acuerdo con la invención añadir, en ciertos modos de realización preferentes, un limitador de flujo dispuesto entre los interconectores sin apretarse entre los mismos, situándose la junta entre la célula y el limitador de flujo, con el fin de evitar la diseminación de esta materia.

40 Estos aspectos de la invención así como otros se describirán ahora por medio de las figuras siguientes:

45 - la figura 1 representa un modo de realización de una junta de estanqueidad de acuerdo con la invención en el estado acabado;

- la figura 2 ilustra la junta en su primera etapa;

- la figura 3 ilustra la junta después de la fabricación «ex situ»;

50 - la figura 4 ilustra los ciclos térmicos *ex situ* e *in situ* de fabricación de una junta, indicándose el tiempo en horas en el eje de abscisas y la temperatura en grados centígrados en el eje de ordenadas;

- la figura 5 ilustra el estado inicial del montaje cuando la junta acaba de instalarse, y

55 - la figura 6 ilustra el estado final del montaje;

60 - la figura 7 ilustra las pruebas de estanqueidad por parte (procedimiento de medición: caída de presión), indicándose el tiempo en horas en el eje de abscisas y la temperatura en grados centígrados así como la presión en bares en el eje de ordenadas.

65 La junta en el estado acabado se representa en la figura 1 y comprende un núcleo 1 de cerámica y dos capas de unión 2 y 3 en los interconectores 4 y 5 metálicos, siendo las capas de unión 2 y 3 de vidrio o de vitrocerámica y cubriendo la cara superior y la cara inferior del núcleo 1. El núcleo 1 se representa en el presente documento en sección. Su forma es continua, rectilínea o circular con dos caras principales planas. Proporciona a la vez una buena cohesión mecánica, una buena resistencia química en las atmósferas enfrentadas en la célula, una buena estanqueidad a fluidos y un buen aislamiento eléctrico. Las funciones principales de las capas de unión 2 y 3 son

alojar las dilataciones térmicas diferenciales de los soportes unidos por la junta, que pertenecen a los interconectores 4 y 5 en el caso en el que la junta se emplee en células electroquímicas, y del núcleo, y de completar la estanqueidad de la junta gracias a la continuidad que garantizan entre el núcleo 1 y los interconectores 4 y 5; su estanqueidad es conveniente, sin que deba ser tan buena como la del núcleo 1, puesto que su grosor se reduce. Puede estimarse en 80 µm o menos con el vidrio y 150 µm o menos con la vitrocerámica, para un ancho de junta de alrededor de 4 mm por ejemplo. De hecho, grosores demasiado grandes podrían dar lugar a fluencias de la materia vítrea, que fluiría lateralmente a lo largo de la junta durante la fabricación o durante el funcionamiento, rompiendo de este modo la estanqueidad. El grosor del núcleo 1 se elige en función del espaciamiento deseado entre los interconectores 4 y 5 y los grosores elegidos para las capas de unión 2 y 3.

La fabricación de la junta se efectúa de la forma siguiente siguiendo las figuras 2 y 3. El núcleo 1 se fabrica en primer lugar, luego los cordones de barbotina 12 y 13, que deben constituir las capas de unión 2 y 3, se depositan en las caras principales opuestas del núcleo 1, es decir la cara interior y la cara superior, las dos planas. Un ejemplo de composición de barbotina es polvo de vidrio de diámetro de granos inferior a 80 µm, de etanol, de terpineol y de PVB (polivinilbutadieno). El depósito puede hacerse de forma manual con una jeringuilla o gracias a un robot esclavo. Las barbotinas 12 y 13 tienen una sección aproximativa en semiesfera, que se controla y calibra en peso y en dimensiones para garantizar una forma de junta óptima. No ofrecen en este estadio ninguna resistencia mecánica. Se depositan solamente en una parte central de ancho de las caras planas.

La etapa siguiente consiste en someter a un tratamiento térmico específico esta junta en bruto para obtener una junta «objeto», es decir, una junta sólida independiente de la célula que vaya a montarse. Tiene como objetivo evaporar los aglutinantes orgánicos presentes en las barbotinas 12 y 13 de manera que se haga una materia sólida y fijada al núcleo 1, y consiste en un mantenimiento durante algunas decenas de minutos de la junta en bruto a una temperatura predefinida del orden de ( $T_g + 50$  °C), donde  $T_g$  es la temperatura de transición vítrea del vidrio.

La junta objeto obtenida se representa en la figura 3 y comprende, además del núcleo 1, dos cordones abovedados 22 y 23 que reemplazan las barbotinas 12 y 13 y que tienen una forma un poco diferente debido a la fluencia que las mismas han sufrido durante su solidificación. Su altura es superior al grosor que tomarán las capas de unión 2 y 3 y su base se extiende sobre la parte más grande del ancho de las caras planas del núcleo 1, pero no en su totalidad. Su porosidad es importante debido a la desgasificación de los aglutinantes orgánicos, lo que impondrá más tarde una fase de densificación.

Las ventajas de este procedimiento son que la fabricación separada de la junta objeto de la figura 3 es fácil, sin restricción particular y que la masa de vidrio (o vitrocerámica) utilizada es fácil de controlar, así como las dimensiones y, especialmente, la forma y la altura de los cordones abovedados 22 y 23.

Es posible que la viscosidad demasiado débil de los cordones de barbotina 12 y 13 impida depositarlos de forma simultánea en el núcleo 1, fluyendo la del 13 por debajo. Se procede, por lo tanto, depositando uno de los cordones 12 y 13 en la cara superior del núcleo 1, sometiéndolo al tratamiento térmico, luego volviendo el núcleo 1 y colocando el segundo cordón de barbotina también en la cara superior, libre, del núcleo 1 antes de volver a comenzar el tratamiento térmico.

Si se emplea vitrocerámica, la cristalización parcial debe intervenir solamente con posterioridad, durante el montaje en el apilamiento, de forma que el tratamiento térmico debe llevarse a una temperatura insuficiente para producir esta cristalización.

Se llevaron a cabo ensayos con una junta formada por un núcleo de Macor<sup>®</sup> (marca registrada) y de vidrio Schott G018-304. El núcleo 1 era una arandela cuyos diámetros eran de 20 y 32 mm y el grosor de 0,7 m. Los cordones de barbotina 12 y 13 tenían una cantidad de vidrio que permitía obtener finalmente una junta regular con capas de unión 2 y 3 de 100 µm de grosor en la totalidad de la superficie de la arandela. La barbotina se trató a 680 °C con una graduación de 30 minutos (curva 19 de la figura 4).

Al obtenerse la junta objeto de acuerdo con la figura 3, se colocó en una maqueta de ensayo que comprendía una bandeja de Inconel X750 con un fuerte coeficiente de dilatación térmica (alrededor de  $15,6 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ ) y una solera de YSZ (coeficiente de dilatación térmica de alrededor de  $10,8 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ ), estando la junta objeto comprimida entre las mismas. La bandeja era móvil, de manera que imponía una compresión a la solera y a la junta objeto. El ciclo térmico fue el siguiente:

- subida de temperatura a 2 °C/min hasta 450 °C,
- subida de temperatura a 1 °C/min hasta 620 °C,
- puesta en marcha de la carga por gravedad,
- subida de temperatura a 0,5 °C/min hasta 920 °C,

## ES 2 634 108 T3

- graduación de 30 minutos a 920 °C,
- descenso de temperatura a 0,5 °C/min hasta 860 °C,
- 5 - graduación de 1 hora y 30 minutos a 860 °C,
- descenso de temperatura a 0,5 °C/min hasta 800 °C,
- 10 - estabilización de la graduación a 800 °C durante 2 horas,
- mantenimiento a 800 °C para las pruebas de estanqueidad,
- enfriamiento libre sin descarga para el enfriamiento hasta la temperatura ambiente.
- 15 El diagrama correspondiente se representa en las figuras 4 y 7 (curva 20).

20 El cargamento de compresión de la junta se emprendió a la temperatura de transición vítrea del vidrio, aumentada alrededor de +50 °C. A partir de esta temperatura, la viscosidad del vidrio podía disminuir y permitía alojar lentamente las diferencias de dilataciones térmicas y facilitaba la puesta en marcha de la junta hasta la temperatura de 920 °C. Además, esta temperatura de puesta en marcha de la carga no debía ser muy elevada en el caso de una vitrocerámica en la que la fase cristalina se desarrolla y que, por lo tanto, pierde rápidamente su viscosidad, con la consecuencia de que es imposible establecer la estanqueidad si la carga se aplica demasiado tarde, aunque la cristalización es muy importante.

25 Se obtuvo, por lo tanto, una junta análoga a la de la figura 1. Se llevaron a cabo ensayos sobre la misma (según la curva 21 de la figura 7) y comprendían tres ensayos de corta duración con una diferencia de presión de 50, 100 y 200 milibares durante 3000, 1800 y 1800 segundos respectivamente a través de la junta; luego un ensayo de duración mayor con una diferencia de presión de 200 milibares durante 1 hora, figura 7. Los caudales de fuga fueron, respectivamente, de  $1,2 \cdot 10^{-4}$ ,  $2 \cdot 10^{-4}$  y  $2,0 \cdot 10^{-4}$  mbar.l/s para los ensayos de corta duración y de  $3,2 \cdot 10^{-4}$  mbar.l/s para el ensayo de larga duración, ya sea una caída de presión de 6,6 mbar de helio o un caudal de fuga de aire de  $5,4 \cdot 10^{-3}$  Nml/min. La temperatura de los ensayos era de 800 °C. La estanqueidad se consideraba muy buena.

35 Se pasa ahora a la descripción de la junta, tal como la que se monta en el apilamiento. Lleva generalmente la referencia 6 a la figura 5 y una célula 7 se dispone entre los interconectores 4 y 5 y se rodea por la junta 6. Un limitador de flujo 8 rodea la junta 6; se retiene en una ranura circular 9 del interconector 5 inferior y no toca el interconector 4 superior.

40 La junta 6 está en el estado de la junta objeto de la figura 3 al principio del montaje del apilamiento. El apilamiento de células sufre un calentamiento progresivo y aparecen diferencias de dilataciones térmicas en el apilamiento y se traducen en presiones a las interfaces de materiales. Sin embargo, los cordones abovedados 22 y 23 pueden deslizarse sin inconveniente al contacto de los interconectores 4 y 5, permaneciendo la materia principalmente en el intervalo anular entre la célula 7 y el limitador de flujo 8.

45 Hay que subrayar que, como la célula 7 y el limitador de flujo 8 no están en contacto con el interconector superior 4, no sufren, por lo tanto, presiones y solo se comprime la junta 6.

50 Cuando la temperatura de transición vítrea se sobrepasa, el vidrio se fluidifica poco a poco, comienza a fluir y se hace posible una aproximación de los interconectores 4 y 5. Se aumenta la temperatura hasta una temperatura llamada óptima de formación en la que es sensato, por lo tanto, aplicar la carga del sistema para facilitar el flujo del vidrio o de la vitrocerámica antes de la cristalización. Esta acción tiene como objetivo capturar el excedente de materia presente en y bajo el núcleo 1 a ambos lados de este hacia la célula 7 o el limitador de flujo 8. Eso se acompaña de una densificación de la materia de las capas de unión 2 y 3 por la expulsión de las burbujas de aire. La compresión continúa hasta que el interconector superior 4 toca la célula 7 y, por lo tanto, permite el paso de corriente. Al ser tardía en temperatura la compresión de la célula 7, no hay que temer una ruptura de la célula 7 ni otro daño. Se obtiene finalmente la disposición representada en la figura 6, en la que una junta análoga a la de la figura 1 se extiende alrededor de la célula 7, con vidrio o vitrocerámica también presentes en los intervalos entre la junta 6 por una parte, la célula 7 y el limitador de flujo 8 por otra parte, lo que refuerza la estanqueidad formando un revestimiento 10 que rodea por completo el núcleo 1, comprendiendo sus caras laterales. Las capas de unión 2 y 3 tienen el grosor deseado. El limitador de flujo 8 no sufre tampoco ninguna compresión. Puede ser de mica con el fin

60 de no romper el aislamiento eléctrico entre los interconectores 4 y 5.

En el caso de una vitrocerámica, una graduación de temperatura es necesaria para garantizar una cristalización suficiente; puede llevarse a 860 °C por ejemplo.

**REIVINDICACIONES**

1. Procedimiento de fabricación de una junta de estanqueidad que va a disponerse entre dos soportes, que comprende las etapas siguientes:
- 5
- preparación de un núcleo (1) de cerámica macizo, continuo y que comprende dos caras opuestas;
  - depósito de cordones (12, 13) de vidrio o de vitrocerámica en un estado pastoso en dichas caras del núcleo;
- 10
- calentamiento del núcleo y de los cordones para producir una evaporación de aglutinantes presentes en los cordones y solidificar dichos cordones;
  - permaneciendo los cordones en un estado físicamente libre durante el depósito y el calentamiento.
- 15
2. Procedimiento de fabricación de una junta de estanqueidad siguiendo la reivindicación 1, caracterizado porque los cordones se depositan con una sección bombeada sobre partes centrales del ancho de las caras del núcleo y mantienen una sección bombeada después de haberse solidificado con altura suficiente para no permitir la compresión de la célula entre los interconectores más que de forma tardía en la transición térmica.
- 20
3. Procedimiento de utilización de una junta de estanqueidad obtenida por un procedimiento siguiendo la reivindicación 1 o 2 para fabricar un montaje de célula (7) electroquímica alojado entre los interconectores (4, 5), que comprende las etapas siguientes:
- 25
- colocación de la junta (6) entre los interconectores al lado de la célula;
  - calentamiento del montaje que comprende la célula, la junta y los interconectores por encima de una temperatura de transición vítrea de los cordones;
- 30
- compresión de la junta entre los interconectores para aproximar los interconectores haciendo fluir la junta;
- 35
4. Procedimiento siguiendo la reivindicación 3, caracterizado porque comprende una graduación del calentamiento por encima de una temperatura de desvitrificación de los cordones, siendo los cordones de vitrocerámica.
- 40
5. Procedimiento de fabricación de un montaje de célula electroquímica, que comprende dos interconectores (4, 5), una célula (7) apretada entre los interconectores y una junta (6) que se extiende entre los interconectores al lado de la célula, estando compuesta la junta de un núcleo cerámico macizo, continuo y que comprende dos caras opuestas paralelas a las caras respecto a los interconectores, caracterizado porque la junta está fabricada de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 3 o 5 comprimiendo los cordones para hacer de los mismos un revestimiento de vidrio o de vitrocerámica que rodee el núcleo y que se extienda especialmente en dos capas (2, 3) entre dichas caras del núcleo y dichas caras respecto a los interconectores.
- 45
6. Procedimiento siguiendo la reivindicación 5, caracterizado porque dichas capas tienen un grosor como máximo igual a 80  $\mu\text{m}$ , siendo el revestimiento de vidrio.
- 50
7. Procedimiento siguiendo la reivindicación 5, caracterizado porque dichas capas tienen un grosor como máximo igual a 150  $\mu\text{m}$ , siendo el revestimiento de vitrocerámica.
8. Procedimiento siguiendo una cualquiera de las reivindicaciones 5 a 7, caracterizado porque comprende un limitador de flujo (8) dispuesto entre los interconectores (4, 5) sin apretarse entre los mismos, situándose la junta (6) entre la célula y el limitador de flujo.

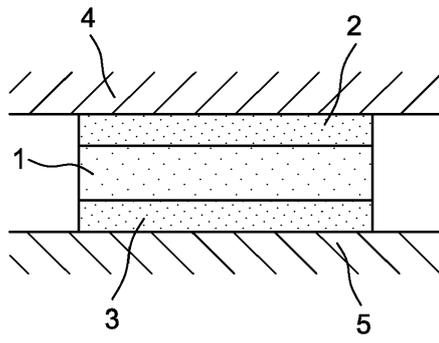


FIG. 1

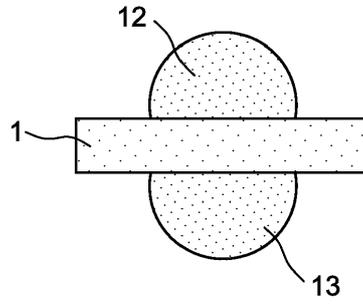


FIG. 2

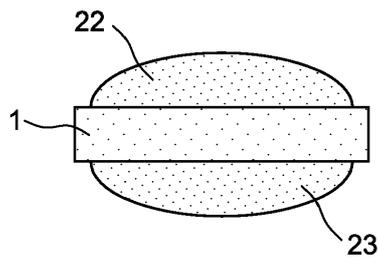


FIG. 3

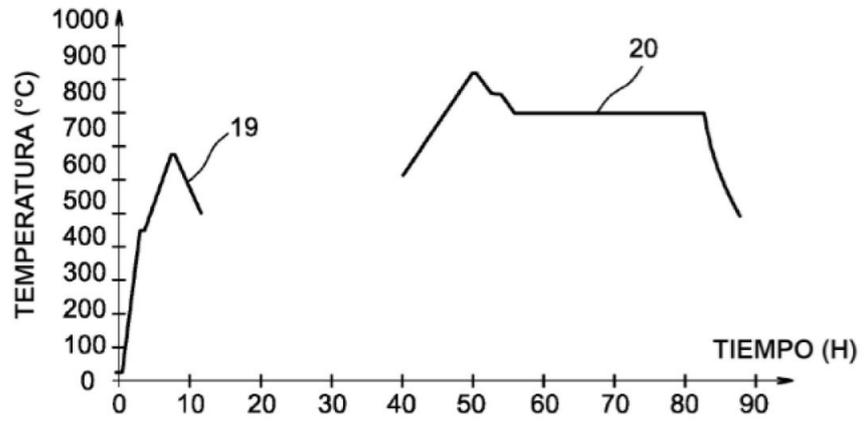


FIG. 4

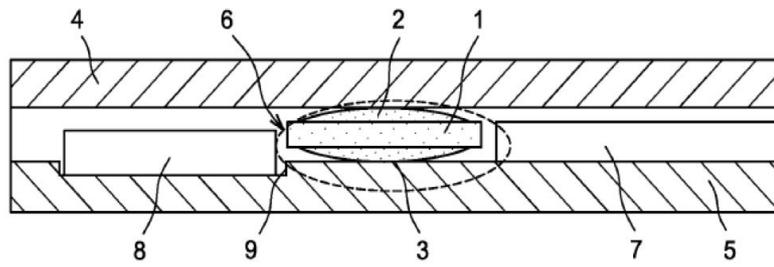


FIG. 5

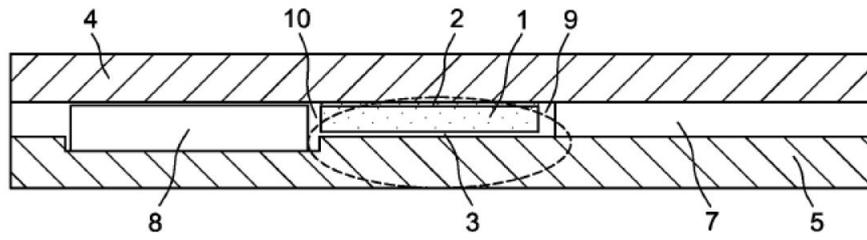


FIG. 6

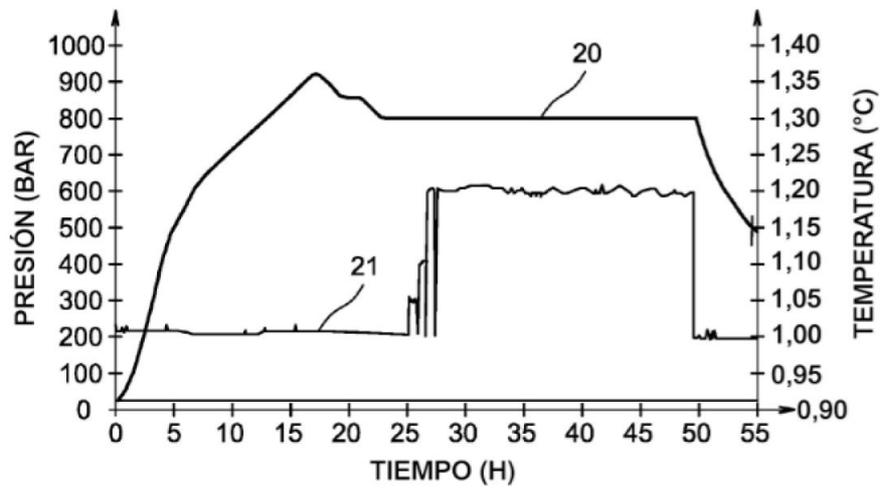


FIG. 7