

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 682 922**

51 Int. Cl.:

B23K 20/00	(2006.01)	C22C 38/54	(2006.01)
C22C 38/00	(2006.01)	B23K 35/30	(2006.01)
C22C 38/02	(2006.01)	B23K 20/02	(2006.01)
C22C 38/04	(2006.01)	B23K 20/227	(2006.01)
C22C 38/06	(2006.01)	C21D 9/00	(2006.01)
C22C 38/42	(2006.01)	C21D 9/50	(2006.01)
C22C 38/44	(2006.01)	B23K 103/04	(2006.01)
C22C 38/46	(2006.01)	C21D 6/00	(2006.01)
C22C 38/48	(2006.01)		
C22C 38/50	(2006.01)		

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **15.05.2013 PCT/JP2013/063495**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **20.11.2014 WO14184890**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **15.05.2013 E 13884826 (2)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **11.07.2018 EP 2998056**

54 Título: **Procedimiento para la producción de un producto de acero inoxidable unido por difusión**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
24.09.2018

73 Titular/es:
**NISSHIN STEEL CO., LTD. (100.0%)
4-1 Marunouchi 3-chome
Chiyoda-ku, Tokyo 100-8366, JP**

72 Inventor/es:
**SUGAMA, ATSUSHI;
NISHIDA, YUKIHIRO;
KAGEOKA, KAZUYUKI;
HORI, YOSHIAKI y
OKU, MANABU**

74 Agente/Representante:
CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 682 922 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 para la producción de un producto de acero inoxidable unido por difusión

Campo técnico

5 La presente invención se refiere a un procedimiento para la producción de un producto de acero inoxidable unido por difusión enlazando por difusión materiales de acero inoxidable sin usar un material de inserción.

Técnica anterior

10 El enlace por difusión es uno de los procedimientos para unir juntos materiales de acero inoxidable, y los productos unidos por difusión de acero inoxidable ensamblados mediante enlace por difusión se aplican a diversos usos tales como un intercambiador de calor, piezas mecánicas, piezas para una celda de combustible, piezas para un aparato eléctrico, piezas para una planta, miembros que constituyen un artículo decorativo y materiales de construcción. Como procedimientos para el enlace por difusión, hay un "procedimiento de inserción de material de inserción" en el que un material de inserción se inserta en la interfaz entre los materiales que se van a unir para provocar la difusión en fase sólida o la difusión en fase líquida, tal como para unir entre sí los materiales, y un "procedimiento directo" en el que las superficies de los materiales de acero inoxidable se ponen en contacto directamente entre sí y se unen juntas por difusión.

15 Como un procedimiento de inserción con material de inserción, convencionalmente se han conocido muchas técnicas, por ejemplo, un procedimiento que usa acero inoxidable de doble fase como un material de inserción (documento JP 63 119 993 A), un procedimiento de enlace por difusión en fase líquida usando un material de inserción en forma de lámina metalizada con Ni y Au de varios μm de espesor y que tiene la misma composición que la del material que se va a unir (documento JP 4 294 884 A), y un procedimiento que usa acero inoxidable austenítico que contiene Si en una gran cantidad en el intervalo del 11,5 % o menos como un material de inserción (documento JP 57 4431 B). Además, la "soldadura fuerte" que usa un material de soldadura fuerte basado en níquel (por ejemplo, documento JIS: BNi-1 a 7) o un material de soldadura fuerte basado en cobre como un material de inserción, pueden considerarse como una clase de enlace por difusión en fase líquida. Estos procedimientos de inserción de material de inserción tienen una ventaja, en tanto que el enlace por difusión puede conseguirse de forma segura y relativamente fácil. Sin embargo, en comparación con el procedimiento directo, los procedimientos de inserción del material de inserción son desventajosos en tanto que el uso de un material de inserción aumenta el coste, y que la porción de unión fabricada de un material diferente de los materiales unidos puede provocar que empeore la resistencia a la corrosión.

20 Por otro lado, en general, es improbable que el procedimiento directo consiga una resistencia de enlace satisfactoria, en comparación con el procedimiento de inserción de material de inserción. Sin embargo, el procedimiento directo tiene la capacidad de reducir ventajosamente el coste de producción y, por tanto, se han hecho diversos estudios sobre el procedimiento directo. Por ejemplo, el documento JP 62 199 277 A desvela una técnica en la que materiales de acero inoxidable que tienen un contenido de S de 0,01 % o menos en el acero se someten a enlace por difusión en una atmósfera no oxidante a una temperatura predeterminada, para evitar la deformación de los materiales, mejorando de esta manera las propiedades de enlace por difusión de los materiales de acero inoxidable. El documento JP 2 261 548 A desvela un procedimiento en el que se usa un material laminar de acero inoxidable que tiene una superficie rugosificada mediante un tratamiento por decapado con ácido. El documento JP 7 213 918 A desvela un procedimiento en el que se usa un acero inoxidable que tiene un contenido de Al suprimido de modo que es improbable que se forme una película de alúmina, que es un factor en la inhibición del enlace por difusión, durante el enlace de difusión como un material que se va a unir. El documento JP 9 279 310 A desvela que la difusión se promueve usando una lámina de acero inoxidable a la que se le ha conferido deformación por trabajado en frío. El documento JP 9 99 218 A tiene una descripción de acero inoxidable ferrítico que tiene una composición apropiada para el enlace por difusión directa.

25 Además, el documento JP 2000 303 150 se refiere a la producción de acero inoxidable para enlace por difusión directo. El acero es un acero ferrítico que tiene una composición general que contiene, en % en peso, $\leq 0,08$ % de C, de 0,01 a 2 % de Si, de 0,05 a 1,5 % de Mn, $\leq 0,05$ % de P, $\leq 0,01$ % de S, de 0,005 a 0,1 % de Al, de 13 a 32 % de Cr, de 0,01 a 4 % de Ni, 0,1 a 6 % de Mo, $\leq 0,05$ % de Ti y el resto Fe con impurezas inevitables.

Sumario de la invención

50 Problema técnico

Las técnicas mencionadas anteriormente y similares han posibilitado el enlace por difusión de materiales de acero inoxidable por un procedimiento directo. Sin embargo, el procedimiento directo no se ha usado mucho industrialmente como un procedimiento de enlace por difusión para materiales de acero inoxidable. La razón principal para esto reside en que, por el procedimiento directo, es difícil de asegurar tanto la fiabilidad de la porción unida (resistencia de unión y propiedades de sellado) como suprimir la carga sobre la producción. De acuerdo con los hallazgos convencionales, para asegurar la fiabilidad de la porción unida en el procedimiento directo, es necesario emplear una etapa que tiene una gran carga, tal como una etapa en la que la temperatura de unión es tan

alta como más de 1.100 °C, o una etapa en la que se aplica una alta presión de contacto por presión en caliente, HIP o similares, aumentando inevitablemente el coste. Cuando el enlace por difusión para materiales de acero inoxidable se realiza con una carga de trabajo equivalente a la de un procedimiento de inserción de material de inserción general, actualmente es difícil asegurar una fiabilidad satisfactoria de la porción unida.

- 5 La presente invención pretende proporcionar un producto unido por difusión de un material de acero inoxidable que tiene excelente fiabilidad de la porción unida usando un "procedimiento directo" que puede realizarse con una carga de trabajo equivalente a la de un procedimiento de inserción de material de inserción convencional.

Solución al problema

10 Como resultado de los estudios minuciosos realizados por los inventores, se ha encontrado que, utilizando el movimiento del límite de grano causado cuando la fase ferrita experimenta transformación a una fase austenita durante el enlace por difusión, la difusión en el límite entre los materiales de acero inoxidable se promueve sin aplicar un calentamiento especial a alta temperatura o alta presión de contacto. En la invención, los materiales de acero inoxidable se unen por difusión sin usar un material de inserción utilizando el crecimiento de los granos de cristal causado debido a la transformación de fase (movimiento del límite de fase).

- 15 De acuerdo con la presente invención, se proporciona un procedimiento para la producción de un producto de acero inoxidable unido por difusión como se expone en la reivindicación 1. Se desvelan otras realizaciones, entre otros, en la reivindicación dependiente.

20 Específicamente, en la invención, se proporciona un procedimiento para la producción de un producto de acero inoxidable unido por difusión que comprende poner en contacto directamente los materiales de acero inoxidable entre sí para unificar los materiales juntos mediante enlace por difusión, en el que al menos uno de los materiales de acero inoxidable que se va a poner en contacto es acero de doble fase que tiene una temperatura de inicio de la transformación austenítica, punto Ac_1 , de 650 a 950 °C durante la elevación de temperatura y que tiene una región de temperatura de doble fase austenita + ferrita en el intervalo de 880 °C o mayor, y el enlace por difusión se realiza en condiciones tales que la presión de la superficie de contacto está en el intervalo de 1,0 MPa o menos y la temperatura de calentamiento está en el intervalo de 880 a 1.080 °C, acompañado por el movimiento del límite de grano provocado cuando la fase ferrita en el acero de doble fase experimenta la transformación a una fase austenita.

25 Particularmente, al menos uno de los materiales de acero inoxidable que se ponen en contacto puede ser acero de doble fase que tiene la composición química (A) a continuación y que tiene una región de temperatura de doble fase austenita + ferrita en el intervalo de 880 °C o mayor, comprendiendo la composición química (A) de 0,0001 a 0,15 % de C, de 0,001 a 1,0 % de Si, de 0,001 a 1,0 % de Mn, de 0,05 a 2,5 % de Ni, de 13,0 a 18,5 % de Cr, de 0 a 0,2 % de Cu, de 0 a 0,5 % de Mo, de 0 a 0,05 % de Al, de 0 a 0,2 % de Ti, de 0 a 0,2 % de Nb, de 0 a 0,2 % de V, de 0 a 0,01 % de B y de 0,005 a 0,1 % de N, todos en términos de porcentaje en masa, siendo el resto Fe e impurezas inevitables, y teniendo un valor X representado por la fórmula (1) a continuación de 650 a 950:

$$35 \quad \text{Valor X} = 35(\text{Cr} + 1,72\text{Mo} + 2,09\text{Si} + 4,86\text{Nb} + 8,29\text{V} + 1,77\text{Ti} \\ + 21,4\text{Al} + 40,0\text{B} - 7,14\text{C} - 8,0\text{N} - 3,28\text{Ni} - 1,89\text{Mn} - 0,51\text{Cu}) \\ + 310 \dots (1)$$

40 En general, el acero inoxidable se clasifica como acero inoxidable austenítico, acero inoxidable ferrítico, acero inoxidable martensítico y similares basándose en la estructura metálica a temperatura ambiente, y la expresión "acero de doble fase" en la presente memoria descriptiva se refiere a acero que tiene una estructura de doble fase austenita + ferrita en la región de temperatura del punto Ac_1 o mayor. Tal acero de doble fase incluye acero inoxidable clasificado como acero inoxidable ferrítico o acero inoxidable martensítico.

Como ejemplos de combinaciones de los materiales de acero inoxidable que se van a someter a enlace por difusión pueden mencionarse los tres siguientes patrones.

45 [Patrón 1] El caso donde ambos materiales de acero inoxidable que se van a someter a enlace por difusión son acero de doble fase que tiene la composición química (A) anterior.

[Patrón 2] El caso donde uno de los materiales de acero inoxidable que se va a someter a enlace por difusión es acero de doble fase que tiene la composición química (A) anterior y otro es un acero que tiene la composición química (B) a continuación.

50 [Patrón 3] El caso donde uno de los materiales de acero inoxidable que se va a someter al enlace por difusión es acero de doble fase que tiene la composición química (A) anterior y otro es un acero que tiene la composición química (C) a continuación.

55 La composición química (B) comprende de 0,0001 a 0,15 % de C, de 0,001 a 4,0 % de Si, de 0,001 a 2,5 % de Mn, de 0,001 a 0,045 % de P, de 0,0005 a 0,03 % de S, de 6,0 a 28,0 % de Ni, de 15,0 a 26,0 % de Cr, de 0 a 7,0 % de Mo, de 0 a 3,5 % de Cu, de 0 a 1,0 % de Nb, de 0 a 1,0 % de Ti, de 0 a 0,1 % de Al, de 0 a 0,3 % de N, de 0 a 0,01 % de B, de 0 a 0,5 % de V, de 0 a 0,3 % de W, y de 0 a 0,1 % del total de Ca, Mg, Y y REM (elementos de tierras raras), todos en términos de porcentaje en masa, siendo el resto Fe e impurezas inevitables.

La composición química (C) que comprende de 0,0001 a 0,15 % de C, de 0,001 a 1,2 % de Si, de 0,001 a 1,2 % de Mn, de 0,001 a 0,04 % de P, de 0,0005 a 0,03 % de S, de 0 a 0,6 % de Ni, de 11,5 a 32,0 % de Cr, de 0 a 2,5 % de Mo, de 0 a 1,0 % de Cu, de 0 a 1,0 % de Nb, de 0 a 1,0 % de Ti, de 0 a 0,2 % de Al, de 0 a 0,025 % de N, de 0 a 0,01 % de B, de 0 a 0,5 % de V, de 0 a 0,3 % de W, y de 0 a 0,1 % del total de Ca, Mg, Y y REM (elementos de tierras raras), todos en términos de porcentaje en masa, siendo el resto Fe e impurezas inevitables.

(B) es un intervalo para la composición que abarca acero inoxidable austenítico y (C) es un intervalo para composición que abarca acero inoxidable ferrítico.

Cuando el acero de doble fase que tiene la composición (A) anterior es particularmente acero que tiene una $\gamma_{\text{máx}}$ representada por la fórmula (2) por debajo de 20 a menos de 100, el grado de libertad de las condiciones para enlace por difusión aumenta adicionalmente. Cuando se proporciona tal acero, el enlace por difusión se realiza preferentemente en condiciones tales que la presión de la superficie de contacto está en el intervalo de 0,03 a 0,8 MPa y la temperatura de mantenimiento está en el intervalo de 880 a 1.030 °C.

$$\gamma_{\text{máx}} = 420C - 11,5Si + 7Mn + 23Ni - 11,5Cr - 12Mo + 9Cu - 49Ti - 50Nb - 52Al + 470N + 189 \dots (2)$$

En las fórmulas (1) y (2) anteriores, para la posición de un elemento constituyente, se sustituye un valor del contenido del elemento representado por porcentaje en masa. Se sustituye 0 (cero) por el elemento que no está contenido.

Efectos ventajosos de la invención

La estructura unida por difusión de acero inoxidable en la invención tiene una excelente resistencia al enlace y excelentes propiedades de sellado, y no usa material de inserción y, por tanto, es eficaz para evitar una reducción de la resistencia a la corrosión causada por un contacto con un metal diferente del acero (particularmente, un metal que incluye Cu). Además, puede reducirse la presión de la superficie de contacto y la temperatura, en comparación con aquellas en el enlace por difusión de materiales de acero inoxidable por un procedimiento directo convencional, haciendo posible usar instalaciones de enlace por difusión generales aplicadas al procedimiento de inserción de material de inserción. Por lo tanto, el efecto de reducción del coste de producción obtenido no usando material de inserción no está compensado por un aumento de la carga de trabajo. Por lo tanto, la invención contribuye a dispersar los productos unidos por difusión de acero inoxidable que tienen una alta fiabilidad.

Breve descripción de los dibujos

[Fig. 1] Fotografías de estructura en sección transversal de la interfaz de unión y las proximidades de la misma en el enlace por difusión realizado a 900 °C usando el acero de doble fase de la invención en ambos materiales de acero.

[Fig. 2] Vista que muestra las posiciones de los puntos de medición de espesor por un medidor de espesor de ultrasonidos con respecto a la superficie del material apilado sometido a enlace por difusión.

[Fig. 3] Fotografía de estructura de sección transversal del material apilado que se ha sometido a un ensayo de enlace por difusión (ejemplo de la invención).

[Fig. 4] Fotografía de estructura de sección transversal del material apilado que se ha sometido a un ensayo de enlace por difusión (ejemplo comparativo).

[Fig. 5] Fotografía de estructura de sección transversal del material apilado que se ha sometido a un ensayo de enlace por difusión (ejemplo de la invención).

[Fig. 6] Fotografía de estructura de sección transversal del material apilado que se ha sometido a un ensayo de enlace por difusión (ejemplo comparativo).

[Fig. 7] Fotografía de estructura de sección transversal del material apilado que se ha sometido a un ensayo de enlace por difusión (ejemplo de la invención).

[Fig. 8] Fotografía de la estructura de sección transversal del material apilado que se ha sometido a un ensayo de enlace por difusión (ejemplo comparativo).

[Fig. 9] Fotografía de la estructura de sección transversal del material apilado que se ha sometido a un ensayo de enlace por difusión (ejemplo comparativo).

[Fig. 10] Fotografía de la estructura de sección transversal del material apilado que se ha sometido a un ensayo de enlace por difusión (ejemplo comparativo).

[Fig. 11] Fotografía de la estructura de sección transversal del material apilado que se ha sometido a un ensayo de enlace por difusión (ejemplo comparativo).

[Fig. 12] Fotografía de la estructura de sección transversal del material apilado que se ha sometido a una un ensayo de enlace por difusión (ejemplo comparativo).

[Fig. 13] Fotografía de la estructura de sección transversal del material apilado que se ha sometido a un ensayo de enlace por difusión (ejemplo comparativo).

[Fig. 14] Vistas que muestran esquemáticamente tamaños y formas de materiales de acero inoxidable individuales que son los materiales que se van a unir usados en el Ejemplo 2 y una forma externa del producto unido por difusión.

Descripción de las realizaciones

En general, se considera que el enlace por difusión de materiales de acero inoxidable en el estado en el que están directamente en contacto entre sí se completa mediante los siguientes procedimientos.

- 5 [1] Un procedimiento en el que las superficies de contacto no uniformes se deforman y están en contacto cercano entre sí para aumentar el área de contacto.
 [2] Un procedimiento en el que las películas de óxido superficial presentes sobre las superficies de contacto de ambos materiales de acero se descomponen y difunden y, por tanto, desaparecen.
 [3] Un procedimiento en el que ocurre interdifusión de átomos y crecimiento de los granos cristalinos.
 10 [4] Un procedimiento en el que el gas residual de los huecos entre las superficies de contacto reacciona con el material base de metal y desaparece.

La película de óxido superficial en el material de acero inoxidable es una película fuertemente pasiva y, por lo tanto, particularmente, para completar el procedimiento [2], es necesario retener los materiales de acero con una presión de superficie de contacto alta y una temperatura alta durante un largo tiempo. Esto es una causa de inhibición de la difusión comercial del procedimiento de enlace por difusión directo para los materiales de acero inoxidable.

- 15 Los inventores han realizado estudios extensivos e intensivos. Como resultado, han encontrado un procedimiento para conseguir el enlace por difusión directa para materiales de acero inoxidable sin necesidad de completar el procedimiento [2] anterior. Una característica esencial del procedimiento reside en que el enlace por difusión se lleva a cabo utilizando una fuerza impulsora de la transformación de fase provocada cerca de la superficie de contacto de los materiales de acero inoxidable. Por este procedimiento, el enlace por difusión directo industrial puede realizarse
 20 en condiciones a una menor temperatura y a una menor presión de la superficie de contacto que aquellas en los procedimientos convencionales y, además, se mejora la fiabilidad de la superficie unida.

- La Fig. 1 muestra un ejemplo de una estructura de sección transversal cerca de la interfaz de enlace obtenida mediante enlace por difusión a 900 °C usando en ambos materiales de acero el acero de doble fase que tiene la composición química de la invención. Este acero de doble fase es acero correspondiente a D-2 en la Tabla 1 a
 25 continuación, y la estructura metálica del acero antes de someterlo a enlace por difusión es una (fase ferrita) + ($M_{23}C_6$ (en la que M es un elemento metálico, tal como Cr) basado en carburo). Los materiales de placa acabada 2D que tienen un espesor de 1,0 mm se usan como especímenes, y las superficies de los especímenes, cada una de las cuales tiene una rugosidad superficial Ra de 0,21 μm , se ponen en contacto directamente entre sí a una presión de superficie de contacto de 0,3 MPa y los especímenes resultantes se ponen en una cámara que tiene una presión de 10^{-3} Pa por evacuación y la temperatura de los especímenes se eleva mediante un calentador desde temperatura
 30 ambiente hasta 900 °C en aproximadamente una hora y, después de que la temperatura haya alcanzado 900 °C, esa temperatura se mantiene y, en un punto en el tiempo cuando ha transcurrido un periodo predeterminado de tiempo de mantenimiento, el espécimen resultante se retira del horno y se enfría rápidamente, y se examina la estructura de sección transversal. La Fig. 1(a) muestra la etapa a un tiempo de mantenimiento de 10 minutos, y la Fig. 1(b) muestra la etapa a un tiempo de mantenimiento de 50 minutos.
 35

En la presente memoria descriptiva, la posición a la cual los miembros se pusieron en contacto entre sí antes de someterlos a enlace por difusión se denomina "la posición de interfaz".

- Como se ve en la Fig. 1 (a), en la etapa a un tiempo de mantenimiento de 10 minutos, se forman granos de cristal a través de la posición de la interfaz. Estos granos de cristal son aquellos correspondientes a una fase austenita que
 40 se forma por transformación desde la fase ferrita y carburo antes de la elevación de la temperatura (la fotografía se tomó después del rápido enfriamiento desde la temperatura de mantenimiento y, por lo tanto, la fase austenita mencionada anteriormente se muestra como una fase martensita en la fotografía). En este ejemplo, la estructura metálica antes del enlace por difusión es (fase ferrita) + carburo y, por lo tanto, el carburo sirve como un punto de partida para provocar la transformación a una fase austenita. Los cristales de austenita formados crecen mientras se expande el límite de grano en la fase ferrita. Es decir, los granos de cristal de austenita crecen, lo que va acompañado del movimiento del límite del grano provocado cuando la fase ferrita experimenta la transformación a una fase austenita.
 45

- En el ejemplo de la Fig. 1, ambos materiales de acero son el mismo acero de doble fase. Por lo tanto, el carburo en uno de estos materiales de acero presentes cerca de la posición de la interfaz sirve como un punto de partida para
 50 formar una fase austenita y, cuando la fase austenita formada crece, los granos de cristal de austenita han incorporado en su interior parte de los cristales del material de acero en el otro lado y crecen en un único grano de cristal de austenita, de manera que se va realizando el enlace por difusión. En la fase de la Fig. 1(a), muchas porciones no unidas permanecen en la posición de la interfaz.

- Se ha confirmado que también cuando el material de acero en el otro lado es acero que se convierte en una sola fase austenita a la temperatura de mantenimiento para el enlace por difusión o acero que se convierte en una sola fase ferrita a la temperatura de mantenimiento, los granos de cristal de austenita que se forman usando como un punto de partida el carburo en el acero de doble fase presente cerca de la posición de la interfaz, crecen a través de
 55 la posición de la interfaz también en los cristales del material de acero en el otro lado.

La estructura metálica del acero de doble fase en la invención es de una (fase ferrita) + carburo, de una (fase ferrita) + (fase martensita), o de una única fase martensita de acuerdo con la composición química o la condiciones para producir una placa de acero. Para utilizar la difusión de átomos causada por el movimiento del límite de grano debido a la transformación desde la fase ferrita hasta la fase austenita durante el enlace por difusión, se desea que la fase ferrita esté presente en una cantidad del 50 % en volumen o mayor en un punto en el tiempo cuando la formación de austenita se inicia por calentamiento para el enlace por difusión. Cuando el acero de doble fase que se va a someter a enlace por difusión tiene una estructura metálica de una única fase martensita, es eficaz el recocido preliminar del acero para que tenga una estructura de una (fase ferrita) + (fase martensita). En el recocido, pueden emplearse condiciones tales que el material se mantiene a, por ejemplo, de 600 °C a (punto $Ac_1 + 50$ °C) aunque, generalmente, se obtiene un efecto de recocido durante la elevación de temperatura en el enlace por difusión y la formación de una fase austenita puede iniciarse en un estado de estructura tal que está presente una fase ferrita.

Los cristales de austenita de acero de doble fase que tienen una estructura de (fase ferrita) + carburo se forman usando el carburo como un punto de partida y aquellos de acero de doble fase que tienen una estructura de (fase ferrita) + (fase martensita) se forman usando la fase martensita como el punto de partida. En cualquiera de los casos anteriores, los cristales de austenita en el acero de doble fase crecen mientras se mueve el límite de grano dentro de la fase ferrita alrededor de los cristales de austenita. En este caso, en la posición de la interfaz entre los materiales de acero, el límite de grano del cristal se mueve hacia el material de acero en el otro lado antes de la desaparición completa del óxido como una barrera para la difusión.

Asegurando satisfactoriamente el tiempo de mantenimiento a una temperatura a la cual transcurre el enlace por difusión, se termina el aumento de la razón en volumen de la fase austenita, de modo que el movimiento del límite de grano ocurre en los granos de cristal de ferrita restantes. Después, como se muestra en la Fig. 1(b), se observan los granos de cristal de ferrita que han crecido a través de la posición de la interfaz. En esta etapa, las porciones no unidas que permanecen en la posición de la interfaz se reducen notablemente y, por tanto, puede considerarse que los materiales de acero se han unificado juntos mediante enlace por difusión. La medición mencionada a continuación que usa un medidor de espesor de ultrasonidos puede confirmar el estado en el que casi todas las porciones en la posición de la interfaz están unidas entre sí.

[Acero de doble fase]

En la invención, para conseguir el enlace por difusión por un procedimiento directo a una baja temperatura y una baja presión de la superficie de contacto, al menos uno de los materiales de acero inoxidable que se va a someter a enlace por difusión es acero (acero de doble fase) que tiene una estructura de doble fase austenita + ferrita en una región de temperatura en la cual transcurre el enlace por difusión. Específicamente, se prefiere el acero de doble fase que tiene una temperatura de inicio de la transformación austenítica, punto Ac_1 , de 650 a 950 °C, durante la elevación de temperatura y que tiene una región de temperatura de doble fase austenita + ferrita en el intervalo de 880 °C o mayor. El acero que tiene un punto Ac_1 de 880 °C o mayor inevitablemente tiene una región de temperatura de doble fase en el intervalo de 880 °C o mayor y, cuando el punto Ac_1 es demasiado alto, el límite inferior de la región de temperatura de doble fase aumenta y, por tanto, aumenta el límite inferior de la temperatura de calentamiento de fraguado, haciendo difícil usar totalmente el beneficio de la invención de que el enlace por difusión se realiza sin usar un material de inserción a una temperatura relativamente baja utilizando el movimiento del límite de grano provocado cuando la fase ferrita en el acero de doble fase experimenta transformación a una fase austenita. Como resultado de diversos estudios, el uso del acero que tiene un punto Ac_1 en el intervalo de 950 °C o menor es eficaz, y el acero que tiene un punto Ac_1 de 900 °C o menor es más preferido.

El acero de doble fase usado en la invención puede ser un tipo de acero clasificado como "acero inoxidable martensítico" siempre y cuando el acero tenga una estructura de doble fase austenita + ferrita en una región de temperatura en la cual se realiza el enlace por difusión. El acero inoxidable martensítico es un tipo de acero tal que se obtiene una estructura martensita enfriando rápidamente el acero desde la región monofásica de austenita de temperatura tan alta, como por ejemplo 1.050 °C o mayor, y también está presente acero inoxidable martensítico que tiene una composición que posibilita el enlace por difusión utilizando el movimiento del límite de grano del cristal provocado debido a la transformación a una fase austenita en la región de temperatura de doble fase austenita + ferrita. Por lo tanto, tal acero inoxidable martensítico se manipula también como el acero de doble fase en la presente memoria descriptiva.

Como un ejemplo específico de la composición de constituyentes del acero de doble fase en la invención, puede mencionarse una composición que satisfaga la siguiente (A).

Composición (A) que comprende de 0,0001 a 0,15 % de C, de 0,001 a 1,0 % de Si, de 0,001 a 1,0 % de Mn, de 0,05 a 2,5 % de Ni, de 13,0 a 18,5 % de Cr, a partir de 0 a 0,2 % de Cu, de 0 a 0,5 % de Mo, de 0 a 0,05 % de Al, de 0 a 0,2 % de Ti, de 0 a 0,2 % de Nb, de 0 a 0,2 % de V, de 0 a 0,01 % de B, y de 0,005 a 0,1 % de N, todos en términos de porcentaje en masa, siendo el resto Fe e impurezas inevitables, y teniendo un valor X representado por la fórmula (1) a continuación de 650 a 950:

ES 2 682 922 T3

$$\begin{aligned} \text{Valor X} &= 35(\text{Cr} + 1,72\text{Mo} + 2,09\text{Si} + 4,86\text{Nb} + 8,29\text{V} + 1,77\text{Ti} \\ &+ 21,4\text{Al} + 40,0\text{B} - 7,14\text{C} - 8,0\text{N} - 3,28\text{Ni} - 1,89\text{Mn} - 0,51\text{Cu}) \\ &+ 310 \dots (1) \end{aligned}$$

5 El valor X es un índice a partir del cual una temperatura de inicio de la transformación austenita punto A_{c1} (°C) durante la elevación de temperatura puede suponerse con gran precisión con respecto al acero de doble fase que tiene una región de temperatura de doble fase austenita + ferrita en el intervalo de 880 °C o mayor.

Como el acero de doble fase que tiene la composición química (A) anterior, particularmente, acero que tiene una $\gamma_{\text{máx}}$ representada por la fórmula (2) a continuación de 20 a menos de 100 puede usarse.

$$\begin{aligned} \gamma_{\text{máx}} &= 420\text{C} - 11,5\text{Si} + 7\text{Mn} + 23\text{Ni} - 11,5\text{Cr} - 12\text{Mo} + 9\text{Cu} - 49\text{Ti} \\ &- 50\text{Nb} - 52\text{Al} + 470\text{N} + 189 \dots (2) \end{aligned}$$

10 $\gamma_{\text{máx}}$ es un índice de la cantidad (% en volumen) de la fase austenita formada cuando el acero se calienta y retiene a aproximadamente 1.100 °C. El acero que tiene una $\gamma_{\text{máx}}$ de 100 o mayor puede considerarse como un tipo de acero que se convierte en una sola fase de austenita a una alta temperatura. En el acero que tiene una $\gamma_{\text{máx}}$ de 20 a menos de 100, es fácil ajustar la temperatura para evitar la región monofásica γ , y el grado de libertad de las
15 condiciones apropiadas aumenta en el lado de menor temperatura y menor presión de la superficie de contacto. El acero que tiene una $\gamma_{\text{máx}}$ de 50 a 80 se usa además preferentemente.

[Tipo de acero del material opuesto que ha de unir]

20 Con respecto al material de acero (el material de acero opuesto) que se va a unificar mediante enlace por difusión con el material de acero que comprende el acero de doble fase mencionado anteriormente, puede usarse el acero de doble fase. Como alternativa, puede usarse un tipo de acero austenítico que se convierte en una única fase de austenita en la región de temperatura de calentamiento para enlace por difusión o un tipo de acero ferrítico que se convierte en una única fase ferrita en esa región de temperatura. Incluso cuando se usa un acero distinto del acero de doble fase en el material de acero opuesto, la fase austenita que crece en el acero de doble fase por transformación crece también desde la posición de la interfaz hacia el material de acero opuesto, haciendo posible
25 constituir una porción unida por difusión firme a través de los granos de cristal formados a través de la posición de la interfaz.

30 Con respecto al tipo de acero austenítico o ferrítico, pueden aplicarse diversos tipos de acero existentes de acuerdo con el uso y, desde el punto de vista de las propiedades de enlace por difusión, no se requiere particularmente que la composición de constituyentes del acero esté especificada. Como ejemplos específicos de intervalos de la composición de constituyentes, puede mencionar la composición (B) a continuación de un tipo de acero austenítico y la composición (C) a continuación de un tipo de acero ferrítico.

35 La composición (B) que comprende de 0,0001 a 0,15 % de C, de 0,001 a 4,0 % de Si, de 0,001 a 2,5 % de Mn, de 0,001 a 0,045 % de P, de 0,0005 a 0,03 % de S, de 6,0 a 28,0 % de Ni, de 15,0 a 26,0 % de Cr, de 0 a 7,0 % de Mo, de 0 a 3,5 % de Cu, de 0 a 1,0 % de Nb, de 0 a 1,0 % de Ti, de 0 a 0,1 % de Al, de 0 a 0,3 % de N, de 0 a 0,01 % de B, de 0 a 0,5 % de V, de 0 a 0,3 % de W, y de 0 a 0,1 % del total de Ca, Mg, Y y REM (elementos de tierras raras), todos en términos de porcentaje en masa, siendo el resto Fe e impurezas inevitables.

40 La composición (C) que comprende de 0,0001 a 0,15 % de C, de 0,001 a 1,2 % de Si, de 0,001 a 1,2 % de Mn, de 0,001 a 0,04 % de P, de 0,0005 a 0,03 % de S, de 0 a 0,6 % de Ni, de 11,5 a 32,0 % de Cr, de 0 a 2,5 % de Mo, de 0 a 1,0 % de Cu, de 0 a 1,0 % de Nb, de 0 a 1,0 % de Ti, de 0 a 0,2 % de Al, de 0 a 0,025 % de N, de 0 a 0,01 % de B, de 0 a 0,5 % de V, de 0 a 0,3 % de W, y de 0 a 0,1 % del total de Ca, Mg, Y y REM (elementos de tierras raras), todos en términos de porcentaje en masa, siendo el resto Fe e impurezas inevitables.

[Condiciones de enlace por difusión]

45 La presión de la superficie de contacto entre los miembros que se van a someter a enlace por difusión es de 1,0 MPa o menor. Cuando la presión de la superficie de contacto es de 1,0 MPa o menor, el enlace por difusión sin usar un material de inserción puede realizarse usando instalaciones relativamente sencillas. Tal presión de la superficie de contacto a la que transcurre el enlace por difusión puede ajustarse para que esté incluida en el intervalo de 1,0 MPa o menor de acuerdo con el tipo de acero usado o la temperatura de mantenimiento del calentamiento o tiempo de mantenimiento. Especialmente cuando se usa el acero que tiene una $\gamma_{\text{máx}}$ de menos de 100 como el acero de doble fase, es probable que se obtenga un resultado ventajoso a una presión de la superficie
50 de contacto de 0,8 MPa o menor. Por otro lado, cuando la presión de la superficie de contacto es extremadamente baja, se requiere un tiempo de mantenimiento de calentamiento prolongado, de modo que la productividad empeora. Desde un punto de vista industrial, una presión de la superficie de contacto de 0,03 MPa o mayor se asegura preferiblemente, y la presión de la superficie de contacto puede controlarse para que sea de 0,1 MPa o mayor. La superficie del material de acero inoxidable que se va a someter a enlace por difusión, superficie que se va a unir, es
55 deseablemente lisa, de modo que la Ra sea de 0,30 μm o menor. El acabado de la superficie puede realizarse con cualquiera de decapado con ácido, recocado brillante y pulido

La temperatura de calentamiento para el enlace por difusión es de 880 °C o mayor. De acuerdo con los estudios realizados por los inventores, cuando se utiliza el movimiento del límite de grano provocado debido a la transformación del acero de doble fase, los materiales de acero inoxidable pueden unirse por difusión juntos sin mantener los materiales a una alta temperatura como la empleada convencionalmente pero, cuando se emplean condiciones tales como en las que la presión de la superficie de contacto es de 1,0 MPa o menor, se desea el calentamiento a 880 °C o mayor. Se prefiere el calentamiento a 900 °C o mayor desde el punto de vista de promover la difusión.

Es necesario que los materiales de acero se calienten y retengan en la región de temperatura de doble fase austenita + ferrita del acero de doble fase usado en ambos o uno de los miembros. Reteniendo los materiales de acero en la región de temperatura en la cual coexisten estas dos fases, es probable que crezcan nuevos granos de cristal de austenita crecientes a través de la posición de la interfaz hacia el material de acero opuesto en contacto con el mismo. El mecanismo para esto aún no se ha elucidado completamente, pero se supone que es el siguiente. Cuando el acero de doble fase en un estado tal que una fase ferrita está presente en el acero de doble fase se calienta hasta la región de temperatura de coexistencia de doble fase austenita + ferrita, el carburo o la fase martensita en el acero de doble fase sirve, en primer lugar, como un punto de partida para formar cristales de austenita. El límite de grano entre los cristales de austenita formados y los cristales de ferrita alrededor de los cristales de austenita se convierte en un estado tal que el límite de grano se mueve muy fácilmente debido a la "fuerza impulsora de la transformación", que provoca que la proporción de fase ferrita y fase austenita estén cerca de un estado de equilibrio. Utilizando la fuerza impulsora de transformación, los cristales de austenita crecen mientras se mueve el límite de grano hacia los cristales de ferrita adyacentes en el acero de doble fase. En este caso, se considera que los granos de cristal de austenita crecientes orientados hacia la posición de la interfaz con el material de acero opuesto en contacto con el mismo mueven el límite de grano también hacia los granos de cristal del material de acero opuesto en contacto con el mismo y se expanden tal como para estar presentes de forma más estable desde un punto de vista energético, dando como resultado granos de cristal de austenita formados a través de la posición de la interfaz. Cuando los miembros en la posición de la interfaz entre ellos están parcialmente conectados por los granos de cristal de austenita, los granos de cristal de ambos miembros presentes orientados hacia la posición de la interfaz cerca de los granos de cristal de austenita también provocan el movimiento de los límites de grano debido a la difusión de unos con respecto a otros, de modo que transcurre el enlace por difusión.

Se ha confirmado que, cuando se usa el acero que se convierte en una única fase ferrita a 880 °C o mayor o el acero que se convierte en una única fase austenita a esa temperatura en lugar del acero de doble fase mencionado anteriormente, es probable que siga habiendo una porción no unida (defecto) en la posición de la interfaz bajo la presión de superficie de contacto baja y en condiciones de calentamiento de temperatura baja, de modo que la presión de la superficie de contacto es de 1,0 MPa o menor y la temperatura de calentamiento es de 880 a 1.080 °C. A partir de esto, es evidente que utilizar la fuerza impulsora de transformación mencionada anteriormente del acero de doble fase es extremadamente ventajoso para promover el progreso del enlace por difusión para los materiales de acero inoxidable a una presión de la superficie de contacto baja y en condiciones de calentamiento de temperatura baja.

El acero de doble fase que tiene una composición química tal que la $\gamma_{\text{máx}}$ representada por la fórmula (2) anterior es de 100 o menos tiene una región de temperatura, en la que el acero tiene una estructura de doble fase austenita + ferrita en el intervalo de temperatura generalmente menor de 1.100 °C. De acuerdo con los estudios realizados por los inventores, cuando se usa el acero de doble fase tiene una $\gamma_{\text{máx}}$ ajustada de 20 a menos de 100, el enlace por difusión puede realizarse en condiciones tales que la presión de la superficie de contacto está en el intervalo de 0,03 a 0,8 MPa y la temperatura de calentamiento está en el intervalo de 880 a 1.030 °C, y esto ventajosamente reduce la presión de la superficie de contacto y la temperatura para las condiciones de enlace por difusión. Especialmente cuando se usa el acero de doble fase que tiene una $\gamma_{\text{máx}}$ de 50 a 80, el grado de libertad de las condiciones del enlace por difusión aumenta adicionalmente, pueden encontrarse condiciones apropiadas en un intervalo tal que la presión de la superficie de contacto es de 0,03 a 0,5 MPa y la temperatura de calentamiento es de 880 a 1.000 °C. En este caso, el límite superior de la temperatura de calentamiento puede ajustarse para que esté dentro de un intervalo de temperatura baja, por ejemplo de 980 °C o menor.

El calentamiento para el enlace por difusión puede realizarse calentando y manteniendo los miembros que se van a unir en una atmósfera evacuada para que tengan, de forma general, una presión de 10^{-3} Pa o menor como los materiales de acero inoxidable de enlace por difusión general convencionales usando un material de inserción. En este calentamiento, los materiales de acero inoxidable que se van a unir se ponen en contacto directamente entre sí sin usar un material de inserción. La presión de la superficie de contacto se ajusta para que esté dentro del intervalo de 1,0 MPa o menos como se ha mencionado anteriormente. Como un procedimiento de calentamiento, puede emplearse un procedimiento en el cual el conjunto de miembros se calienta uniformemente en un horno mediante un calentador, o un procedimiento en el que un sitio cercano a la porción en contacto se calienta a una temperatura predeterminada por calentamiento mediante resistencia, haciendo pasar una corriente a través de la misma. El tiempo de mantenimiento de calentamiento puede ajustarse para que esté dentro del intervalo de 30 a 120 minutos.

Ejemplos

[Ejemplo 1]

5 Se prepararon placas de acero que tenían las composiciones químicas mostradas en la Tabla 1. D-1 a D-3 son aceros que tiene una $\gamma_{\text{máx}}$ de menos de 100, M-1 y M-2 son aceros clasificados como el denominado acero inoxidable martensítico, F-1 es acero monofásico de ferrita y A-1 es acero monofásico de austenita. El espesor, acabado superficial y rugosidad superficial Ra de cada placa de acero se muestra también en la Tabla 1. Con respecto a la estructura metálica de cada una de las placas de acero preparadas, D-1 a D-3 tienen una (fase ferrita) + carburo, M-1 y M-2 tienen una (fase ferrita) + (fase martensita), M-3 tiene una única fase martensita, F-1 tiene una única fase ferrita y A-1 tiene una única fase austenita.

10 [Tabla 1]

Tabla 1

Acero	Composición química (% en masa)													Valor X *1	γmáx	Placa de acero			Notas
	C	Si	Mn	Ni	Cr	Cu	Mo	Al	Ti	Nb	N	Otros	Espesor (mm)			Acabado de la superficie	Ra (μm)		
D-1	0,063	0,53	0,32	2,04	16,55	0,04	-	0,009	0,004	-	0,007	-	661,2	71,2	0,8	2HD	0,06	Acero de la invención	
D-2	0,068	0,39	0,76	0,12	16,06	0,05	0,04	-	-	-	0,057	-	805,1	63,2	1,0	2D	0,21	Acero de la invención	
D-3	0,109	0,41	0,32	0,16	12,32	-	0,17	-	0,020	0,02	0,009	-	716,8	94,5	1,6	2D	0,18	Acero de la invención	
M-1	0,340	0,56	0,55	0,13	13,40	0,04	-	-	-	-	0,015	-	678,8	185,5	1,0	2D	0,15	Acero de la invención	
M-2	0,980	0,28	0,43	0,12	16,25	-	0,21	-	-	-	0,005	-	623,4	416,1	2,1	2B	0,07	Acero de la invención	
M-3	0,036	1,48	0,36	6,82	14,46	0,60	0,12	0,028	0,310	-	0,009	-	142,8	171,7	1,0	2D	0,16	Acero comparativo	
F-1	0,010	0,51	0,34	0,13	18,22	0,44	-	-	-	0,36	0,012	-	995,7	-26,2	1,2	2D	0,27	Acero comparativo	
A-1	0,053	0,50	0,77	8,55	18,10	0,25	0,19	0,005	-	-	0,028	-	-62,8	212,3	1,0	2D	0,09	Acero comparativo	

*1) En el acero de la invención, el valor corresponde sustancialmente al punto Ac1 (°C).

Se cortaron especímenes de ensayo de tipo placa plana de 20 mm x 20 mm de cada placa de acero y dos especímenes de ensayo se apilaron y sometieron a enlace por difusión por el procedimiento descrito a continuación.

Los dos especímenes de ensayo que se van a someter a enlace por difusión se apilaron de modo que las superficies de los especímenes individuales se pusieron en contacto entre sí, y la presión de contacto (presión de la superficie de contacto) aplicada a las superficies de contacto de los dos especímenes se ajustó a una presión predeterminada usando un elemento de fijación utilizando el principio de palanca. Este elemento de fijación tiene una columna de soporte fabricada de un material compuesto de carbono, al que se fija un brazo fabricado de un material compuesto de carbono en un estado tal que el brazo puede girar alrededor del árbol fijo en la dirección horizontal, y la gravedad del peso que cuelga del brazo aplica una carga a los especímenes apilados. Específicamente, este elemento de fijación constituye una palanca en la cual la posición del árbol fijado del brazo sirve como soporte, cuya posición aplica una carga a los especímenes apilados que sirve como un punto de acción, y la posición desde la que cuelga el peso sirve como un punto de fuerza, en el que el punto de acción está situado entre el soporte y el punto de fuerza, y la gravedad del peso se amplifica para actuar sobre las superficies de contacto de los especímenes. En lo sucesivo en el presente documento, los dos especímenes de ensayo apilados se denominan respectivamente "material de acero 1" y "material de acero 2", y el material que tiene el material de acero 1 y el material de acero 2 apilados uno sobre otro se denomina "material apilado".

El material de acero 1 y el material de acero 2 se sometieron a enlace por difusión mediante el tratamiento de calentamiento descrito a continuación. Usando el elemento de fijación mencionado anteriormente, se aplicó una carga predeterminada al material apilado, y el elemento de fijación y el material apilado en este estado se pusieron en un horno de vacío, y el horno se evacuó hasta un grado de vacío tal que la presión era de 10^{-3} a 10^{-4} Pa, y después la temperatura se elevó durante aproximadamente una hora a una temperatura de calentamiento predeterminada ajustada para quedar incluida en el intervalo de 880 °C o mayor, y la temperatura se mantuvo durante 2 horas, y después el material resultante se transfirió a una cámara fría y se enfrió. Durante el enfriamiento, se mantuvo el grado de vacío mencionado anteriormente hasta que la temperatura alcanzó una temperatura 100 °C menor que la temperatura de mantenimiento, y entonces se introdujo gas Ar en la cámara y el material se enfrió a aproximadamente 100 °C o menos en una atmósfera de gas Ar a 90 kPa.

Con respecto al material apilado que se había sometido al tratamiento de calentamiento, usando un medidor del espesor por ultrasonidos (Modelo 35 DL, fabricado por OLYMPUS CORPORATION), se midió un espesor individualmente en 49 puntos de medición proporcionados a espaciados de 3 mm sobre la superficie de 20 mm x 20 mm del material apilado, como se muestra en la Fig. 2. El diámetro de sonda era de 1,5 mm. Cuando un valor medido de espesor en un cierto punto de medición indica el espesor total del material de acero 1 y el material de acero 2, puede considerarse que ambos materiales están unificados juntos debido a la difusión de átomos causada en la posición de interfaz entre los materiales de acero correspondientes a ese punto de medición. Por otro lado, cuando un valor de medido de espesor es menor que el espesor total del material de acero 1 y el material de acero 2, está presente una porción no unida (defecto) en la posición de la interfaz entre los materiales de acero correspondientes a ese punto de medición. Los inventores han estudiado a fondo la relación entre las estructuras de sección transversal de los materiales apilados después del tratamiento de calentamiento y los resultados de la medición del espesor obtenidos por el procedimiento de medición anterior. Como resultado, han confirmado que, usando un valor (este se denomina "razón de enlace") obtenido dividiendo el número del punto o puntos de medición, para cada uno de los cuales el resultado de la medición es el espesor total del material de acero 1 y el material de acero 2, por el número total de puntos de medición, es decir 49, puede evaluarse con gran precisión una razón de área de la porción unida al área de contacto. Por tanto, las propiedades del enlace por difusión se evaluaron de acuerdo con los siguientes criterios.

- ⊙: Razón de enlace del 100 % (propiedades de enlace por difusión: excelentes)
- : Razón de enlace del 90 al 99 % (propiedades de enlace por difusión: buenas)
- △: Razón de enlace del 60 al 89 % (propiedades de enlace por difusión: ligeramente malas)
- ×: Razón de enlace del 0 al 59 % (propiedades de enlace por difusión: malas)

A partir de los resultados de diversos estudios, se encontró que el material que tenía una clasificación de ○ en la evaluación era seguro, con una resistencia satisfactoria de la porción unida por difusión y tenía propiedades de sellado excelentes entre los miembros (propiedades tales que no ocurre la fuga de gas a través de los defectos de comunicación) y, por lo tanto, el material que tenía una clasificación de ○ o una clasificación más alta en la evaluación se juzgó como aceptable.

Los resultados de la evaluación se muestran en la Tabla 2.

Además, con respecto al material apilado que se había sometido al tratamiento de calentamiento, la estructura de una región que incluya la posición de la interfaz en la sección transversal tomada en paralelo a la dirección del espesor se examinó bajo el microscopio óptico. Los resultados del examen han confirmado que hay una correspondencia cercana entre el grado de progreso del enlace por difusión observado por el examen al microscopio (es decir, el grado de desaparición de las porciones no unidas en la posición de la interfaz) y el valor de la "razón de unión" mencionada anteriormente. Las Figs. 3 a 13 muestran fotografías de la estructura de la sección transversal de algunos ejemplos. En las fotografías de estructura mostradas en las figuras, excepto aquellas que tienen una

clasificación ☉ en la evaluación, se selecciona intencionadamente un sitio que tenga tantas porciones no unidas restantes como sea posible en la posición de la interfaz y se toma una fotografía del sitio. Los números de ensayo asignados a estas fotografías de la estructura de la sección transversal se muestran en la Tabla 2.

[Tabla 2]

Tabla 2

Ensayo n.º	Tipo de acero usado		Condiciones del enlace por difusión		Evaluación de las propiedades de enlace	Nota	Fotografía de la estructura de la sección transversal	Clasificación
	Material de acero 1	Material de acero 2	Presión de la Superficie de Contacto (MPa)	Temperatura de calentamiento (°C)				
1	D-1	D-1	0,1	980	⊙			Ejemplo de la invención
2	D-1	D-1	0,1	1000	⊙			Ejemplo de la invención
3	D-1	D-1	0,3	900	⊙			Ejemplo de la invención
4	D-1	D-1	0,3	1000	⊙			Ejemplo de la invención
5	D-1	D-1	0,3	1080	⊙			Ejemplo de la invención
6	D-1	D-1	0,5	880	○			Ejemplo de la invención
7	D-1	D-1	0,5	1000	⊙		Fig. 3	Ejemplo de la invención
8	D-1	D-1	0,5	1080	⊙			Ejemplo de la invención
9	D-1	D-1	0,5	<u>1200</u>	⊙	Se forman granos de cristal gruesos	Fig. 4	Ejemplo Comparativo
10	D-1	D-1	0,8	880	⊙			Ejemplo de la invención
11	D-1	D-1	1,0	1030	⊙			Ejemplo de la invención
12	D-2	D-2	0,1	1030	○			Ejemplo de la invención

(continuación)

Ensayo n.º	Tipo de acero usado		Condiciones del enlace por difusión		Evaluación de las propiedades de enlace	Nota	Fotografía de la estructura de la sección transversal	Clasificación
	Material de acero 1	Material de acero 2	Presión de la Superficie de Contacto (MPa)	Temperatura de calentamiento (°C)				
13	D-2	D-2	0,1	1080	⊙			Ejemplo de la invención
14	D-2	D-2	0,3	1030	⊙			Ejemplo de la invención
15	D-2	D-2	0,5	1000	○		Fig. 5	Ejemplo de la invención
16	D-2	D-2	0,5	1080	⊙			Ejemplo de la invención
17	D-2	D-2	0,5	<u>1200</u>	⊙	Se forman granos de cristal gruesos	Fig. 6	Ejemplo Comparativo
18	D-3	D-3	0,5	1030	○		Fig. 7	Ejemplo de la invención
19	D-3	D-3	0,5	1080	⊙			Ejemplo de la invención
20	D-3	D-3	0,5	<u>1200</u>	⊙	Se forman granos de cristal gruesos	Fig. 8	Ejemplo Comparativo
21	M-1	M-1	0,5	1000	×		Fig. 9	Ejemplo Comparativo
22	M-1	M-1	0,5	<u>1200</u>	⊙	Se forman granos de cristal gruesos		Ejemplo Comparativo
23	M-1	M-1	0,8	1050	○			Ejemplo de la invención
24	M-2	M-2	0,5	1000	×		Fig. 10	Ejemplo Comparativo

(continuación)

Ensayo n.º	Tipo de acero usado		Condiciones del enlace por difusión		Evaluación de las propiedades de enlace	Nota	Fotografía de la estructura de la sección transversal	Clasificación
	Material de acero 1	Material de acero 2	Presión de la Superficie de Contacto (MPa)	Temperatura de calentamiento (°C)				
25	M-2	M-2	0,5	<u>1200</u>	⊙	Se forman granos de cristal gruesos		Ejemplo Comparativo
26	M-2	M-2	0,8	1050	○			Ejemplo de la invención
27	<u>M-3</u>	M-3	0,5	1000	⊙		Fig. 11	Ejemplo Comparativo
28	<u>M-3</u>	M-3	0,5	<u>1200</u>	×	Se forman granos de cristal gruesos		Ejemplo Comparativo
29	D-1	F-1	0,3	1000	×○			Ejemplo de la invención
30	D-1	F-1	0,5	1000	⊙			Ejemplo de la invención
31	D-1	A-1	0,5	1000	⊙			Ejemplo de la invención
32	<u>F-1</u>	F-1	0,5	1000	×		Fig. 12	Ejemplo Comparativo
33	<u>A-1</u>	A-1	0,5	1000	×		Fig. 13	Ejemplo Comparativo
Valor subrayado: fuera del alcance definido por la invención								

5 Como puede verse a partir de la Tabla 2, los ejemplos de la invención en los que el acero de doble fase en la invención se usó en ambos o uno de los materiales de acero, el enlace por difusión podía realizarse en condiciones tales que la presión de la superficie de contacto es de 1,0 MPa o menor y la temperatura de calentamiento es de 1.080 °C o menor, obteniendo una porción unida por difusión firme. No es necesario ajustar la temperatura de calentamiento a una temperatura tan alta como 1.100 °C o mayor y, por tanto, la formación de granos de cristal grueso se suprime, mejorando el producto unido por difusión en cuanto a sus propiedades mecánicas. Cuando se emplea el acero de doble fase que tiene una $\gamma_{\text{máx}}$ de 100 o menos (D-1 a D-3), un intervalo apropiado de las condiciones de enlace por difusión se expande hacia la presión de la superficie de contacto menor y temperatura de mantenimiento menor. Especialmente cuando se usa el acero de doble fase que tiene una $\gamma_{\text{máx}}$ ajustada de 50 a 80 (D-1, D-2), un intervalo apropiado de las condiciones se expande adicionalmente y esto es ventajoso también desde el punto de vista del coste de producción.

10 A diferencia de esto, en los Ejemplos Comparativos n.º 9, 17, 20, 22 y 25, la temperatura de calentamiento era tan alta que ocurría la formación de granos de cristal gruesos (véase las Figs. 4, 6 y 8). En los números 21 y 24, se empleó un acero inoxidable martensítico que tenía una $\gamma_{\text{máx}}$ de 100 o mayor como acero de doble fase, y se considera que la fuerza impulsora de la transformación a una fase austenita en la región de temperatura de doble fase es más pequeña que la del tipo de acero que tiene una $\gamma_{\text{máx}}$ de menos de 100, y el enlace por difusión no transcurrió cuando la temperatura de mantenimiento se redujo a 1.000 °C. En los n.º 27 y 28, se usó acero inoxidable martensítico, que se considera que no tiene una región de temperatura en la cual hay una estructura de doble fase austenita + ferrita, en ambos materiales de acero y, por tanto, no pudieron encontrarse condiciones de enlace por difusión apropiadas. En los n.º 32 y 33 los aceros que tienen respectivamente una estructura de fase única de ferrita y una estructura de fase única de austenita a 880 a 1.080 °C se sometieron a enlace de difusión, pero el enlace por difusión no pudo conseguirse a una presión de superficie de contacto tan baja y una temperatura de calentamiento baja como en el ejemplo de la invención.

[Ejemplo 2]

25 Se fundió un acero que tiene la composición química mostrada en la Tabla 3 y se laminó en caliente en una placa laminada en caliente que tenía un espesor de 3 a 4 mm, y se sometió a una etapa de realización sucesiva de recocido, decapado con ácido, laminado en frío, recocido de acabado y decapado con ácido, para obtener una placa de acero que se va a ensayar que tiene un espesor de 1,0 mm. D-11 a D-15 son el acero de doble fase de la invención, F-11 es acero de fase única de ferrita y A-11 es acero de fase única de austenita. El espesor, acabado superficial y rugosidad superficial Ra de cada placa de acero se muestra también en la Tabla 3. Con respecto a la estructura metálica de cada una de las placas de acero, D-11 a D-15 tienen una (fase ferrita) + carburo, F-11 tiene una única fase ferrita y A-11 tiene una única fase austenita.

[Tabla 3]

Tabla 3

Acero	Composición química (% en masa)												Valor X ^{*1}	ymáx	Placa de acero			Nota
	C	Si	Mn	Ni	Cr	Cu	Mo	Al	Ti	Nb	N	Otros			Espesor (mm)	Acabado de la superficie	Ra (µm)	
D-11	0,063	0,40	0,76	0,44	16,03	0,04	0,04	0,04	-	-	0,028	V: 0,03	786,3	55,0	1,0	2D	0,20	Acero de la invención
D-12	0,080	0,23	0,50	0,24	16,28	-	-	-	-	-	0,047	-	802,8	63,8	1,0	2D	0,22	Acero de la invención
D-13	0,069	0,36	0,75	0,12	16,17	0,04	0,02	0,011	-	0,01	0,039	-	821,2	53,3	1,0	2D	0,25	Acero de la invención
D-14	0,086	0,56	0,29	0,12	16,13	0,04	0,25	-	0,010	0,02	0,025	B: 0,002	875,2	45,6	1,0	2D	0,19	Acero de la invención
D-15	0,064	0,54	0,31	1,90	16,37	0,04	0,04	0,004	0,004	-	0,011	-	669,7	71,9	1,0	2D	0,17	Acero de la invención
F-11	0,009	0,37	0,91	0,13	18,35	0,19	2,00	0,010	0,005	0,61	0,010	-	1127,7	-62,0	1,0	2D	0,25	Acero comparativo
A-11	0,057	0,41	1,04	8,11	18,08	0,13	0,11	0,013	0,006	-	0,010	-	-29,7	197,7	1,0	2D	0,15	Acero comparativo

**1) En el acero de la invención, el valor corresponde sustancialmente al punto Ac1 (°C).

Se preparó un material de acero cuadrado de 100 mm (en lo sucesivo en el presente documento denominado "material de placa plana") cortando de cada placa de acero que se va a ensayar de los aceros D-11 a D-15. Además, la porción media de una placa cuadrada de 100 mm preparada a partir de cada una de las placas de acero que se va a ensayar de todos los tipos de acero se retiró por corte para preparar un material de acero formado a partir de un marco que tenía una anchura de 5 mm (en lo sucesivo en el presente documento, denominado "material de marco"). En este caso, no se retiró la rebaba. Se formaron orificios de 6 mmΦ en cada uno del material de placa plana y el material de marco en dos posiciones cerca de los extremos de la línea diagonal. [1] y [5] de la Fig. 14(a) muestran esquemáticamente un tamaño y forma del material de placa plana y [2] a [4] de la Fig. 14(a) muestran esquemáticamente un tamaño y forma del material de marco. Como se muestra en la Fig. 14, se apilaron tres materiales de marco y los materiales de acero se apilaron uno sobre otro en el orden apilado de [1] a [5] mostrado en la Fig. 14(a), de manera que los materiales de placa plana cubrían respectivamente ambos lados de los tres materiales de marco apilados para formar el material apilado, y se insertaron pernos de 5 mmΦ fabricados de aleación 600 en los orificios anteriores, comunicando con los materiales de acero individuales y se puso un peso que tenía una masa de 5 kg sobre la superficie superior del material apilado colocado horizontalmente, y el material apilado se sometió a enlace por difusión al vacío. En este caso, se aplica una presión de contacto de aproximadamente 0,05 MPa a la superficie de contacto entre los materiales de acero.

Las combinaciones de los materiales de acero [1] a [5] fueron los siguientes dos patrones.

Patrón A: todos de [1] a [5] son el mismo tipo de acero de doble fase en la invención.

Patrón B: [1], [3] y [5] son el mismo tipo de acero de doble fase en la invención y [2] y [4], correspondientes al material opuesto a ellos, son el mismo tipo de acero austenítico o el mismo tipo de acero ferrítico.

El enlace por difusión se realizó por un procedimiento en el cual el material apilado se puso en un horno de vacío y el horno se evacuó de manera que la presión se hizo de 10^{-3} Pa o menor y entonces la temperatura se elevó a la temperatura de calentamiento ajustada para quedar incluida dentro del intervalo de 900 a 1.100 °C, y la temperatura se mantuvo durante 60 minutos, después se dejó enfriar en el horno.

[Evaluación de la fiabilidad de la porción unida por difusión]

El producto de acero inoxidable unido por difusión mencionado anteriormente [en la forma mostrada en la Fig. 14 (b)] se sometió a un ensayo de calentamiento en aire a 800 °C durante 24 horas. Después, el producto resultante se cortó en la posición de a-a' de la Fig. 14(b) en la dirección de apilamiento para examinar visualmente si la superficie de la porción hueca interna (superficie interna) estaba oxidada o no. Cuando están presentes huecos que comunican con el exterior en la porción unida por difusión, o se causa un daño en la porción unida por difusión durante el tratamiento por calentamiento, el oxígeno se introduce en el interior del material, de modo que la superficie interna después del ensayo de calentamiento se oxida y pierde el lustre metálico original. Por otro lado, cuando se mantiene la integridad de la porción unida por difusión, de modo que el interior del material se mantiene en un estado de alto vacío, la superficie interna después del ensayo de calentamiento muestra un lustre metálico característico del acero inoxidable. Un producto de acero inoxidable unido por difusión que tiene la superficie interna que ha mantenido el lustre metálico original se evaluó como "o" (fiabilidad de la porción unida por difusión: excelente), y un producto distinto de este producto se evaluó como "x" (fiabilidad de la porción unida por difusión: mala). Los resultados se muestran en la Tabla 4.

[Tabla 4]

Tabla 4

Ensayo n.º	Combinación de materiales de acero		Condiciones de mantenimiento del calentamiento para el enlace por difusión	Evaluación de la fiabilidad de la porción unida por difusión *1	Clasificación
	Acero de los Materiales [1], [3] y [5]	Acero de los Materiales [2] y [4]			
41	D-11	D-11	900 °C x 60 min	o	Ejemplo de la invención
42	D-12	D-12	880 °C x 60 min	o	Ejemplo de la invención
43	D-12	D-12	1080 °C x 60 min	o	Ejemplo de la invención
44	D-13	D-13	900 °C x 60 min	o	Ejemplo de la invención

(continuación)

Ensayo n.º	Combinación de materiales de acero		Condiciones de mantenimiento del calentamiento para el enlace por difusión	Evaluación de la fiabilidad de la porción unida por difusión *1	Clasificación
	Acero de los Materiales [1], [3] y [5]	Acero de los Materiales [2] y [4]			
45	D-14	D-14	1000 °C x 60 min	○	Ejemplo de la invención
46	D-15	D-15	900 °C x 60 min	○	Ejemplo de la invención
47	D-15	F-11	1000 °C x 60 min	○	Ejemplo de la invención
48	D-15	F-12	1000 °C x 60 min	○	Ejemplo de la invención
49	F-11	F-11	1100 °C x 60 min	×	Ejemplo Comparativo
50	F-12	F-12	1100 °C x 60 min	×	Ejemplo Comparativo

*1) en el producto enlazado por difusión que se ha sometido a ensayo de calentamiento en aire a 800 °C x 24 h, ○: superficie interna no oxidada, ×: superficie interna oxidada.

5 Como puede verse a partir de la Tabla 4, usando el acero de doble fase de la invención en al menos uno de los materiales de acero en la porción unida por difusión, se obtuvo un producto unido por difusión que tiene una excelente fiabilidad a una temperatura tan baja como de 880 a 1.000 °C.

A diferencia de esto, en los números 49 y 50 como Ejemplos Comparativos en los que no se usó el acero de doble fase, no se obtuvo un producto unido por difusión que tenía excelente fiabilidad ni siquiera a 1.100 °C

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento de producción de un producto de acero inoxidable unido por difusión, que comprende poner en contacto directamente materiales de acero inoxidable entre sí para unificar los materiales juntos mediante enlace por difusión, en el que al menos uno de los materiales de acero inoxidable que se va a poner en contacto es un acero de doble fase que tiene una estructura metálica de fase ferrita + carburo, fase ferrita + fase martensita o una fase única de martensita antes de someterlo a un enlace por difusión, que tiene la composición química (A) dada a continuación, que tiene una $\gamma_{\text{máx}}$ representada por la fórmula (2) dada a continuación de 20 a menos de 100 y que tiene una temperatura de inicio de la transformación austenítica, punto Ac_1 , de 650 a 950 °C durante la elevación de temperatura y que tiene una región de temperatura de doble fase austenita + ferrita en el intervalo de 880 °C o mayor y el otro es un acero que tiene la composición química (A), (B) o (C) dada a continuación, y el enlace por difusión se realiza en condiciones tales que la presión de vacío está en el intervalo de 10^{-3} Pa o menor, la presión de la superficie de contacto está en el intervalo de 0,03 a 1,0 MPa, la temperatura de calentamiento está en el intervalo de 880 a 1.080 °C y el tiempo de calentamiento está en el intervalo de 30 a 120 minutos, lo que va acompañado del movimiento del límite de grano provocado cuando la fase ferrita en el acero de doble fase experimenta transformación a una fase austenita, en el que,

$$\text{Valor X} = 35(\text{Cr} + 1,72\text{Mo} + 2,09\text{Si} + 4,86\text{Nb} + 8,29\text{V} + 1,77\text{Ti} + 21,4\text{Al} + 40,0\text{B} - 7,14\text{C} - 8,0\text{N} - 3,28\text{Ni} - 1,89\text{Mn} - 0,51\text{Cu}) + 310 \dots (1)$$

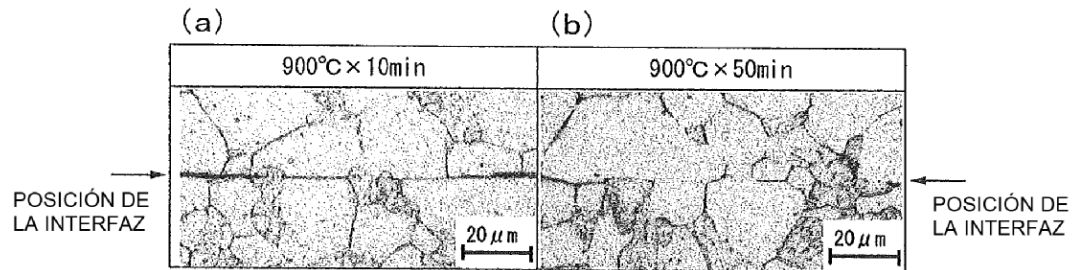
$$\gamma_{\text{máx}} = 420\text{C} - 11,5\text{Si} + 7\text{Mn} + 23\text{Ni} - 11,5\text{Cr} - 12\text{Mo} + 9\text{Cu} - 49\text{Ti} - 50\text{Nb} - 52\text{Al} + 470\text{N} + 189 \dots (2)$$

la composición química (B) consiste en de 0,0001 a 0,15 % de C, de 0,001 a 4,0 % de Si, de 0,001 a 2,5 % de Mn, de 0,001 a 0,045 % de P, de 0,0005 a 0,03 % de S, de 6,0 a 28,0 % de Ni, de 15,0 a 26,0 % de Cr, y opcionalmente 7,0 % o menos de Mo, 3,5 % o menos de Cu, 1,0 % o menos de Nb, 1,0 % o menos de Ti, 0,1 % o menos de Al, 0,3 % o menos de N, 0,01 % o menos de B, 0,5 % o menos de V, 0,3 % o menos de W, y 0,1 % o menos del total de Ca, Mg, Y y elementos de tierras raras, todos en términos de porcentaje en masa, siendo el resto Fe e impurezas inevitables, y

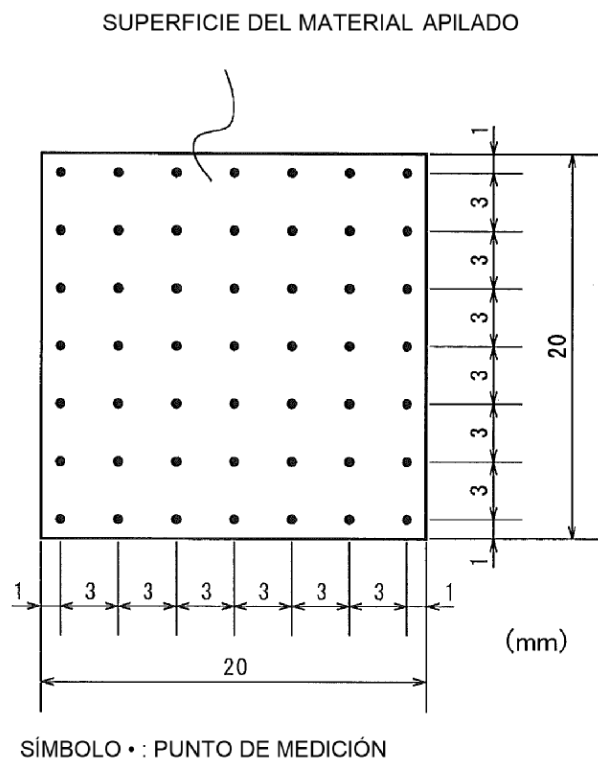
la composición química (C) consiste en de 0,0001 a 0,15 % de C, de 0,001 a 1,2 % de Si, de 0,001 a 1,2 % de Mn, de 0,001 a 0,04 % de P, de 0,0005 a 0,03 % de S, de 11,5 a 32,0 % de Cr y opcionalmente 0,6 % o menos de Ni, 2,5 % o menos de Mo, 1,0 % o menos de Cu, 1,0 % o menos de Nb, 1,0 % o menos de Ti, 0,2 % o menos de Al, 0,025 % o menos de N, 0,01 % o menos de B, 0,5 % o menos de V, 0,3 % o menos de W y 0,1 % o menos del total de Ca, Mg, Y y elementos de tierras raras, todos en términos de porcentaje en masa, siendo el resto Fe e impurezas inevitables.

2. El procedimiento de producción de un producto de acero inoxidable unido por difusión de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el enlace por difusión se realiza en condiciones tales que la presión de la superficie de contacto está en el intervalo de 0,05 a 1,0 MPa.

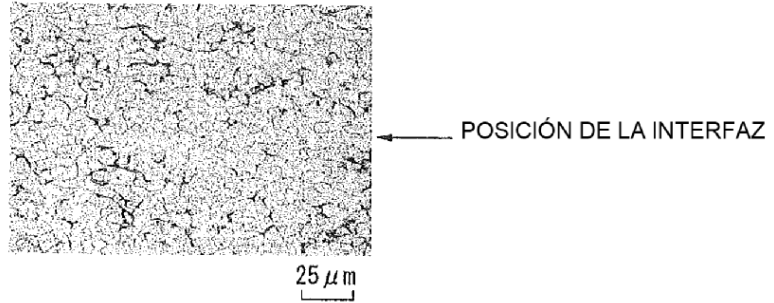
[Fig. 1]



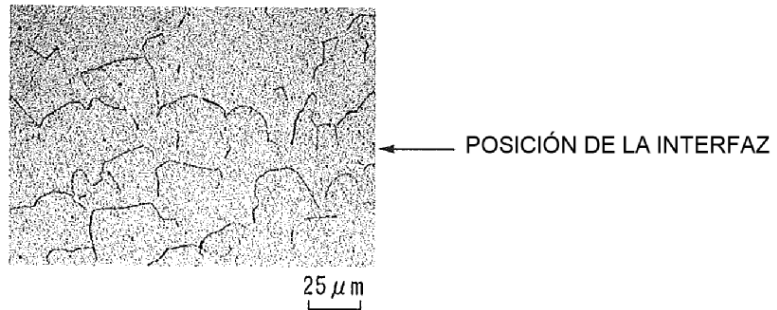
[Fig. 2]



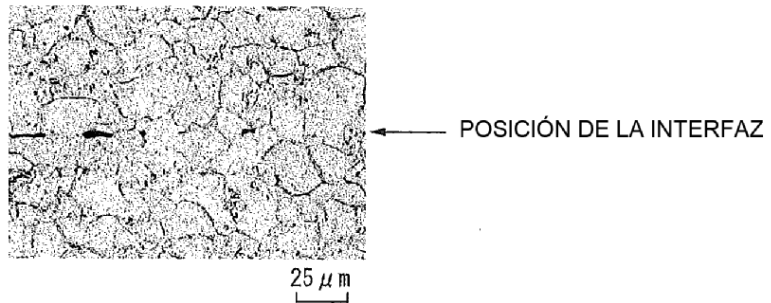
[Fig. 3]



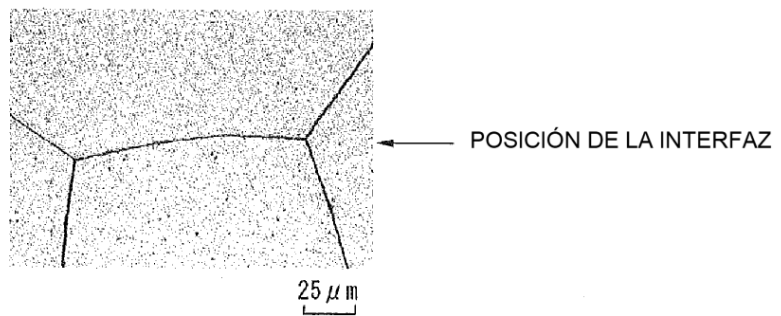
[Fig. 4]



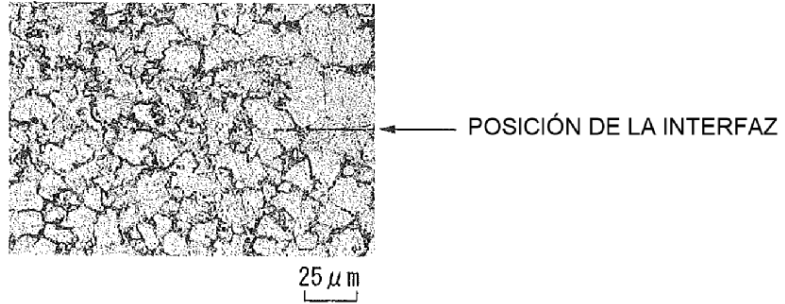
[Fig. 5]



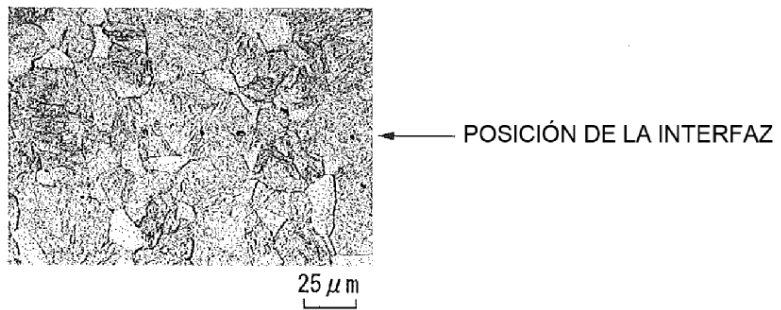
[Fig. 6]



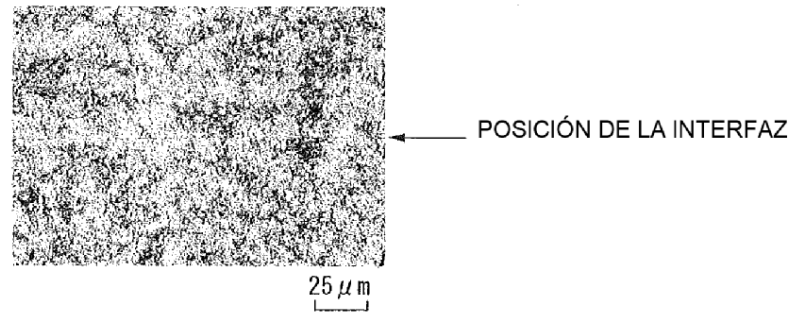
[Fig. 7]



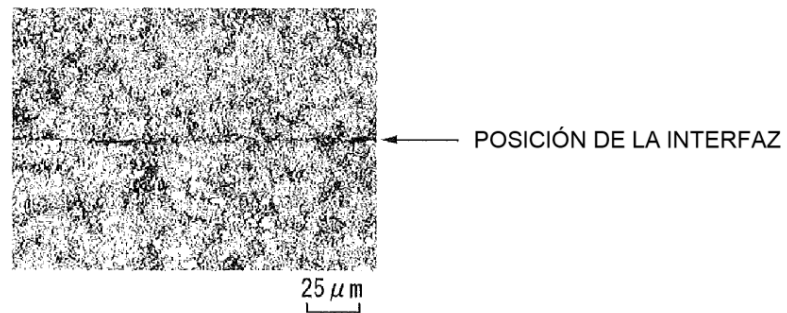
[Fig. 8]



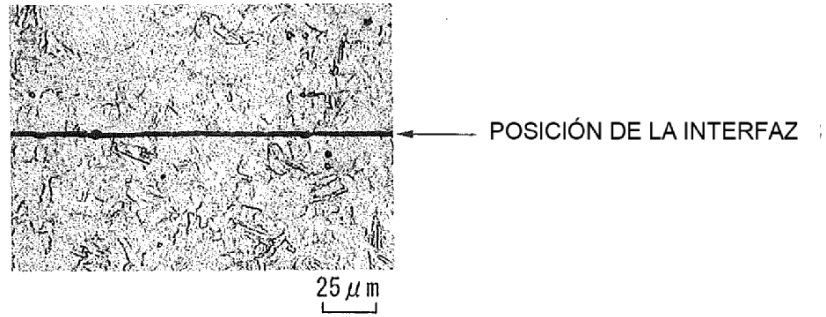
[Fig. 9]



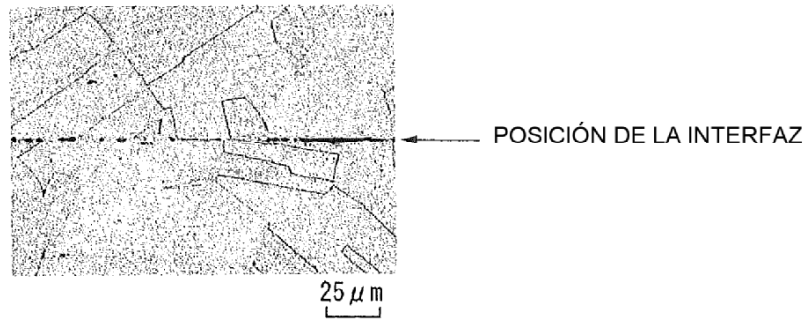
[Fig. 10]



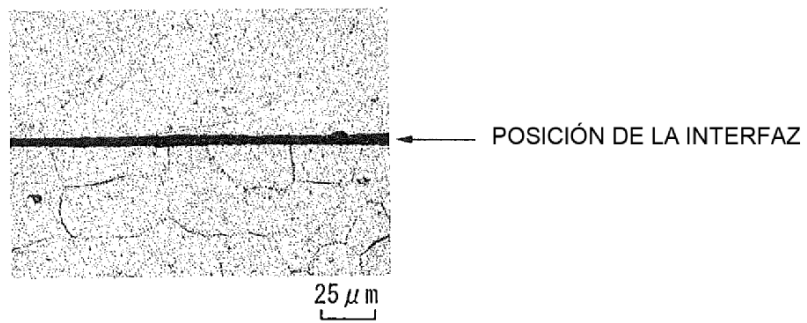
[Fig. 11]



[Fig. 12]



[Fig. 13]



[Fig. 14]

