

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 701 408**

51 Int. Cl.:

H01M 8/02 (2006.01)

H01M 8/10 (2006.01)

H01M 8/021 (2006.01)

C25F 3/00 (2006.01)

C23C 8/80 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **19.01.2011 PCT/JP2011/051378**

87 Fecha y número de publicación internacional: **26.07.2012 WO12098689**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **19.01.2011 E 11856235 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **17.10.2018 EP 2667439**

54 Título: **Método para producir acero inoxidable para separadores de celda de combustible, acero inoxidable para separadores de celda de combustible, separador de celda de combustible y celda de combustible**

30 Prioridad:
17.01.2011 JP 2011006554

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
22.02.2019

73 Titular/es:
**JFE STEEL CORPORATION (100.0%)
2-3, Uchisaiwaicho 2-chome
Chiyoda-kuTokyo 100-0011, JP**

72 Inventor/es:
**IDE, SHINSUKE;
ISHII, TOMOHIRO;
ISHIKAWA, SHIN y
KATO, YASUSHI**

74 Agente/Representante:
MILTENYI , Peter

ES 2 701 408 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

Método para producir acero inoxidable para separadores de celda de combustible, acero inoxidable para separadores de celda de combustible, separador de celda de combustible y celda de combustible

Campo técnico

- 5 La presente invención se refiere a un método para producir acero inoxidable que tiene una conductividad y durabilidad excelentes para su uso en un separador de celda de combustible, a acero inoxidable para su uso en un separador de celda de combustible, a un separador de celda de combustible y a una celda de combustible.

Técnica anterior

- 10 A lo largo de los últimos años, desde el punto de vista de la conservación del medio ambiente a nivel mundial, ha estado en curso de desarrollarse una celda de combustible que tenga una eficiencia de generación de energía excelente y que no produzca emisiones de dióxido de carbono. Esta celda de combustible hace que hidrógeno y oxígeno reaccionen entre sí para generar electricidad. Tiene una estructura fundamental de tipo intercalado e incluye una membrana electrolítica (es decir, una membrana de intercambio iónico), dos electrodos (es decir, un electrodo de combustible y un electrodo de aire), capas de difusión para hidrógeno y oxígeno (aire) y dos separadores.
- 15 Dependiendo del tipo de electrolito usado, se han desarrollado una celda de combustible de ácido fosfórico, una celda de combustible de carbonato fundido, una celda de combustible de óxido sólido, una celda de combustible alcalina, una celda de combustible de membrana de intercambio de protones, y similares.

- 20 Entre las celdas de combustible mencionadas anteriormente, la celda de combustible de membrana de intercambio de protones tiene las siguientes características, en comparación con la celda de combustible de carbonato fundido y la celda de combustible de ácido fosfórico:

- (1) La temperatura de funcionamiento es notablemente baja, a aproximadamente 80°C.
- (2) Puede reducirse el peso y tamaño del cuerpo principal de celda.
- (3) Se consigue un arranque rápido, y se logran una alta eficiencia de combustible y densidad de salida.

- 25 Por tanto, entre las celdas de combustible, la celda de combustible de membrana de intercambio de protones es la que está recibiendo actualmente la mayor atención para su uso como fuente de alimentación a bordo de un vehículo eléctrico, y uso doméstico o uso como sistema de alimentación dispersada portátil y compacto (un generador eléctrico compacto de tipo estacionario).

- 30 La celda de combustible de membrana de intercambio de protones se basa en un principio en el que se obtiene electricidad a partir de hidrógeno y oxígeno a través de una membrana polimérica. Tal como se ilustra en la figura 1, su estructura incluye un conjunto de membrana-electrodo (MEA, que tiene un grosor de varias 10 a varias 100 μm) 1 intercalado mediante capas 2 y 3 de difusión de gas tales como tela de carbono y separadores 4 y 5, respectivamente. El conjunto de membrana-electrodo tiene, como unidad, una membrana polimérica y un material de electrodo tal como negro de carbono que porta un catalizador basado en platino en las caras delantera y trasera de la membrana. Esta estructura se forma para dar un elemento constituyente individual (una denominada celda individual) para generar una fuerza electromotriz entre los separadores 4 y 5. En ese momento, las capas de difusión de gas se integran con frecuencia con el MEA. De varias decenas a varios cientos de tales celdas individuales se conectan en serie para constituir una pila de celdas de combustible que va a usarse.

- 40 Los separadores 4 y 5 funcionan como paredes de división que dividen celdas individuales y también se desea que funcionen como: (1) un material conductor que porta electrones generados, y (2) trayectorias de flujo de oxígeno (aire) e hidrógeno (una trayectoria 6 de flujo de aire y una trayectoria 7 de flujo de hidrógeno, respectivamente, en la figura 1) y trayectorias de escape de agua generada y gases de escape (el canal 6 de flujo de aire y la trayectoria 7 de flujo de hidrógeno, respectivamente, en la figura 1).

- 45 Además, se supone que la durabilidad es de aproximadamente 5.000 horas en celdas de combustible para automóviles y de aproximadamente 40.000 horas en celdas de combustible de tipo estacionario usadas como sistemas de alimentación dispersada compactos de uso doméstico.

- 50 Las celdas de combustible de membrana de intercambio de protones que se han puesto en uso práctico hasta ahora se han dotado de un material de carbono como separador. Sin embargo, el separador de carbono ha tenido desventajas tales como ser propenso a rotura tras el impacto, ser difícil de reducir su tamaño, y alto coste de fabricación para la formación de trayectorias de flujo. En particular, el problema del alto coste ha sido el principal obstáculo en la popularización de celdas de combustible. Por tanto, ha habido un intento por aplicar un material metálico, específicamente acero inoxidable, en lugar del material de carbono.

Tal como se describió anteriormente, el separador tiene una función como material conductor que porta electrones generados y por tanto necesita tener conductividad. Con respecto a la conductividad eléctrica en el uso de acero inoxidable como separador, dado que la resistencia de contacto entre el separador y la capa de difusión de gas es

un factor dominante, se han investigado algunas técnicas para reducir la resistencia de contacto.

- Por ejemplo, el documento de patente 1 da a conocer una técnica en la que se somete acero inoxidable a tratamiento de inmersión en una disolución que contiene iones de flúor a una tasa de disolución de 0,002 g/m²·s o más y 0,05 g/m²·s o menos para incorporar flúor en una película de pasivación sobre la superficie con el fin de reducir la resistencia de contacto. Esta técnica es eficaz para reducir la resistencia de contacto. Sin embargo, los inventores han llevado a cabo adicionalmente investigaciones exhaustivas y han encontrado un problema de que cuando se disuelve acero inoxidable mediante tratamiento de inmersión en una disolución que contiene iones de flúor y después se mezclan iones de Fe que tienen una concentración de 0,04 g/l (litro) o mayor en la disolución, los iones de Fe y los iones de flúor forman un complejo y de ese modo disminuye la cantidad eficaz de flúor, con el resultado de que puede no obtenerse un efecto predeterminado. Dicho de otro modo, se han encontrado los siguientes problemas: cuando se tratan chapas de acero, el número de chapas que pueden tratarse es limitado; y cuando se trata de manera continua una chapa de acero bobinada, la longitud que puede tratarse es limitada. Además, se ha encontrado el siguiente problema: cuando este efecto se vuelve débil, la durabilidad en un entorno de uso de celda de combustible disminuye notablemente.
- Convencionalmente, como método para mantener un poder de decapado de una disolución que contiene iones de flúor, por ejemplo, el documento de patente 2 da a conocer un tratamiento de decapado de metal en el que se permite que la concentración de hierro total en una disolución de decapado sea de 50 g/l o menor y se controla la razón de concentración (Fe²⁺/Fe³⁺) de un ion de Fe divalente (Fe²⁺) con respecto a un ion de Fe trivalente (Fe³⁺) para que esté en el intervalo de 0,25 a 2,0. Sin embargo, dado que esta técnica simplemente está destinada a mantener el rendimiento de descascarillado en un intervalo de concentración de ion de Fe considerablemente alto (de 5 a 25 g/l en los ejemplos), esta cuestión difiere ampliamente del mantenimiento de un efecto de tratamiento en superficie avanzado para reducir la resistencia de contacto.

Lista de referencias

Bibliografía de patentes

- PTL 1: Publicación de solicitud de patente japonesa sin examinar n.º 2010-13684
- PTL 2: Publicación de solicitud de patente japonesa sin examinar n.º 03-28386 (patente japonesa n.º 2827289)

Sumario de la invención

Problema técnico

- A la vista de un problema, al que se enfrenta la tecnología convencional, de que aunque la inmersión en una disolución que contiene iones de flúor es eficaz en la reducción de la resistencia de contacto de acero inoxidable, puede no mostrarse de manera estable un efecto de reducción de la resistencia de contacto debido a la disolución del propio acero inoxidable que está sumergiéndose en la disolución, y teniendo en cuenta una productividad en serie, los objetivos de la presente invención son proporcionar un método para producir acero inoxidable que tenga una conductividad y durabilidad excelentes para su uso en un separador de celda de combustible, un acero inoxidable para su uso en el separador de celda de combustible, un separador de celda de combustible y una celda de combustible.

Solución al problema

- Los presentes inventores han investigado un método para producir acero inoxidable que tiene una conductividad y durabilidad excelentes para su uso en un separador de celda de combustible. Como resultado, se ha encontrado que cuando se lleva a cabo tratamiento electrolítico antes que un tratamiento de inmersión en una disolución que contiene flúor, se vuelve fácil conseguir un efecto de reducción de la resistencia de contacto, e incluso cuando se mezclan iones de Fe en la disolución que contiene flúor, este efecto no desaparece fácilmente. Además, se ha encontrado que el acero inoxidable así obtenido también muestra una durabilidad excelente en un entorno de celda de combustible.

- La presente invención se basa en los hallazgos anteriormente mencionados.

La esencia de la presente invención es la siguiente:

- (1) Método para producir acero inoxidable para su uso en un separador de celda de combustible, en el que se somete acero inoxidable que contiene el 16% en masa o más de Cr a tratamiento electrolítico con al menos una de una disolución que contiene ácido incluyendo el 0,5% en masa o más de ácido sulfúrico y/o una disolución que contiene el 5% en masa o más de sulfato de sodio y después a tratamiento de inmersión en una disolución que contiene flúor, en el que la disolución que contiene flúor es ácido fluorhídrico o una mezcla de ácido nítrico y ácido fluorhídrico que tiene una concentración de ácido fluorhídrico [HF] (% en masa) y una concentración de ácido nítrico [HNO₃] (% en masa) que satisfacen la relación: [HF] ≥ 0,8 x [HNO₃].

- (2) Método para producir acero inoxidable para su uso en un separador de celda de combustible según el punto (1),

en el que el tratamiento electrolítico se lleva a cabo mediante electrolización anódica o mediante una combinación de electrolización anódica y electrolización catódica; y una cantidad electrolítica anódica Q_a y una cantidad electrolítica catódica Q_c satisfacen la relación: $Q_a \geq Q_c$ que tiene la relación: $Q_c = 0$ en el caso del tratamiento electrolítico llevado a cabo mediante electrolización anódica sola.

5 (3) Método para producir acero inoxidable para su uso en un separador de celda de combustible según el punto (1) o (2), en el que la temperatura de la disolución que contiene flúor es de 40°C o mayor.

(4) Método para producir acero inoxidable para su uso en un separador de celda de combustible según uno cualquiera de los puntos (1) a (3), en el que la disolución que contiene flúor es ácido fluorhídrico o una mezcla de ácido nítrico y ácido fluorhídrico que tiene una concentración de ácido fluorhídrico [HF] (% en masa) y una
10 concentración de ácido nítrico [HNO₃] (% en masa) que satisfacen la relación: $[HF] \geq 1,7 \times [HNO_3]$ ([HNO₃] incluye 0).

(5) Método para producir acero inoxidable para su uso en un separador de celda de combustible según uno cualquiera de los puntos (1) a (3), en el que la disolución que contiene flúor es ácido fluorhídrico o una mezcla de ácido nítrico y ácido fluorhídrico que tiene una concentración de ácido fluorhídrico [HF] (% en masa) y una concentración de ácido nítrico [HNO₃] (% en masa) que satisfacen la relación: $[HF] \geq 5,0 \times [HNO_3]$ ([HNO₃] incluye 0).

15 (6) Acero inoxidable para su uso en un separador de celda de combustible producido mediante el método para producir acero inoxidable para su uso en un separador de celda de combustible descrito en uno cualquiera de los puntos (1) a (5)

(7) Separador de celda de combustible que usa el acero inoxidable para su uso en un separador de celda de combustible descrito en el punto (6).

20 (8) Celda de combustible que usa el separador de celda de combustible descrito en el punto (7).

En el presente documento, una mezcla de ácido nítrico y ácido fluorhídrico en la presente invención se refiere a un líquido mixto de ácido fluorhídrico y ácido nítrico.

Efectos ventajosos de la invención

25 Según la presente invención, puede obtenerse de manera estable a bajo coste acero inoxidable que tiene una conductividad y durabilidad excelentes para su uso en un separador de celda de combustible.

Incluso cuando se disuelve acero inoxidable debido a la inmersión en una disolución que contiene iones de flúor y después se mezclan iones de Fe que tienen una concentración de 0,04 g/l o mayor en la disolución, un efecto de reducción de la resistencia de contacto no desaparecerá, dando como resultado una producción estable.

30 En lugar de chapado con oro o carbono caro convencionalmente usados, se usa el acero inoxidable de la presente invención, y de ese modo puede proporcionarse una celda de combustible económica, dando como resultado la posibilidad de acelerar el uso extendido de celdas de combustible.

Breve descripción de los dibujos

[Figura 1] La figura 1 es una vista esquemática que ilustra la estructura fundamental de una celda de combustible.

35 [Figura 2] La figura 2 es una figura que representa la relación entre $[HF]/[HNO_3]$, un valor de resistencia de contacto tras el tratamiento de inmersión y un valor de resistencia de contacto tras la evaluación de la durabilidad.

Descripción de las realizaciones

La presente invención se describirá de manera específica.

Inicialmente, a continuación se describirá acero inoxidable que es un objeto de la presente invención.

40 En la presente invención, no hay ninguna limitación particular en cuanto a qué tipo de acero inoxidable puede usarse como sustrato siempre que tenga resistencia a la corrosión que se requiere en el entorno de funcionamiento de una celda de combustible, y puede usarse uno cualquiera de acero inoxidable ferrítico, acero inoxidable austenítico y acero inoxidable dúplex. Sin embargo, para garantizar una resistencia a la corrosión mínimamente requerida, debe incluirse el 16% en masa o más, preferiblemente el 18% en masa o más de Cr.

45 Composiciones de componentes específicamente preferidas con respecto a acero inoxidable ferrítico, acero inoxidable austenítico y acero inoxidable dúplex se describen de la siguiente manera. En el presente documento, la expresión de “%” con respecto a un componente se refiere al % en masa a menos que se especifique lo contrario.

(1) Composición de componentes preferida de acero inoxidable ferrítico

C: el 0,03% o menos

ES 2 701 408 T3

Dado que C se combina con Cr en el acero y de ese modo disminuye la resistencia a la corrosión, es preferible un contenido de C menor, pero un contenido del 0,03% o menos no disminuye de manera notable la resistencia a la corrosión. Por tanto, el contenido de C es preferiblemente del 0,03% o menos y más preferiblemente del 0,015% o menos.

5 Si: el 1,0% o menos

Si es un elemento usado para la desoxidación. Sin embargo, dado que un contenido excesivo de Si disminuye la ductilidad, el contenido de Si es preferiblemente del 1,0% o menos y más preferiblemente del 0,5% o menos.

Mn: el 1,0% o menos

10 Dado que Mn se combina con S para formar MnS y de ese modo disminuye la resistencia a la corrosión, el contenido de Mn es preferiblemente del 1,0% o menos y más preferiblemente del 0,8% o menos.

S: el 0,01% o menos

Tal como se describió anteriormente, dado que S se combina con Mn para formar MnS y de ese modo disminuye la resistencia a la corrosión, el contenido de S es preferiblemente del 0,01% o menos y más preferiblemente del 0,008% o menos.

15 P: el 0,05% o menos

Dado que P disminuye la ductilidad, es preferible un contenido de P menor, pero un contenido de P del 0,05% o menos no disminuye de manera notable ductilidad. Por tanto, el contenido es preferiblemente del 0,05% o menos y más preferiblemente del 0,04% o menos.

Al: el 0,20% o menos

20 Al es un elemento usado para la desoxidación. Sin embargo, dado que un contenido excesivo de Al disminuye la ductilidad, el contenido de Al es preferiblemente del 0,20% o menos y más preferiblemente del 0,15% o menos.

N: el 0,03% o menos

25 Dado que N se combina con Cr en el acero y de ese modo disminuye la resistencia a la corrosión, es preferible un contenido de N menor, pero un contenido de N del 0,03% o menos no da como resultado una disminución notable de la resistencia a la corrosión. Por tanto, el contenido es preferiblemente del 0,03% o menos y más preferiblemente del 0,015% o menos.

Cr: el 16% o más

30 Dado que Cr es un elemento requerido para el acero inoxidable con el fin de mantener la resistencia a la corrosión y el contenido de Cr necesita ser del 16% o más para obtener este efecto. Cuando el contenido de Cr es de menos del 16%, no se consigue la durabilidad para su uso a largo plazo como separador. En particular, cuando un cambio del entorno durante el uso es intenso, el contenido de Cr es preferiblemente del 18% o más y más preferiblemente del 20% o más. Por otro lado, cuando el contenido de Cr es de más del 40%, la trabajabilidad se degrada de manera notable. Por tanto, cuando se enfatiza la trabajabilidad, el contenido de Cr es preferiblemente del 40% o menos y más preferiblemente del 35% o menos.

35 Al menos uno seleccionado de Nb, Ti y Zr se establece para ser del 1% o menos en total. Uno cualquiera de Nb, Ti y Zr es un elemento útil para estabilizar C y N en acero como carburo y nitruro, respectivamente, o como carbonitruro para mejorar la resistencia a la corrosión. Sin embargo, cuando se incluye más del 1,0%, la ductilidad se degrada de manera notable. Por tanto, en cualquier caso de adición individual o adición combinada usando estos elementos, el contenido del elemento o elementos está limitado al 1,0% o menos. En el presente documento, para producir de manera suficiente un efecto de adición de estos elementos, es preferible un contenido del 0,02% o más.

40 Anteriormente en el presente documento se han descrito los componentes requeridos. En la presente invención, además de los mismos, pueden estar contenidos de manera apropiada los siguientes componentes.

Mo: el 0,02% o más y el 4,0% o menos

45 Mo es un elemento eficaz para mejorar la resistencia a la corrosión, específicamente, corrosión localizada de acero inoxidable. Para obtener este efecto, es preferible un contenido de Mo del 0,02% o más. Por otro lado, cuando el contenido de Mo es de más del 4,0%, la ductilidad disminuye de manera notable, y por tanto un límite superior del mismo es preferiblemente del 4,0% y más preferiblemente del 2,0% o menos.

50 Además, para mejorar la resistencia a la corrosión, adicionalmente puede estar contenido el 1,0% o menos de cada uno de Ni, Cu, V y W. Todavía adicionalmente, para potenciar la trabajabilidad en caliente, también puede estar contenido el 0,1% o menos de cada uno de Ca, Mg, REM (metales de las tierras raras) y B.

ES 2 701 408 T3

El resto lo representan Fe e impurezas inevitables. Entre las impurezas inevitables, el contenido de O (oxígeno) es preferiblemente del 0,02% o menos.

(2) Composición de componentes preferida de acero inoxidable austenítico

C: el 0,08% o menos

- 5 C reacciona con Cr en el acero inoxidable austenítico para su uso en un separador y como resultado forma un compuesto y se deposita sobre un límite de grano como carburo de Cr, dando como resultado una disminución de la resistencia a la corrosión. Por tanto, es preferible un contenido de C menor, y un contenido de C del 0,08% o menos no degrada de manera notable la resistencia a la corrosión. Por consiguiente, el contenido de C es preferiblemente del 0,08% o menos y más preferiblemente del 0,03% o menos.

- 10 Cr: el 16% o más

Cr es un elemento que se requiere con el fin de garantizar una resistencia a la corrosión fundamental en una chapa de acero inoxidable austenítico. Cuando el contenido de Cr es de menos del 16%, no se logra la durabilidad para su uso a largo plazo como separador. Por tanto, se establece el contenido de Cr para ser del 16% o más. Por otro lado, cuando hay un contenido de Cr de más del 30%, es difícil obtener una estructura austenítica. Por consiguiente, el contenido de Cr es preferiblemente del 30% o menos y más preferiblemente del 18% o más y el 26% o menos.

- 15 Mo: el 0,1% o más y el 10,0% o menos

Mo es un elemento eficaz en la inhibición de la corrosión localizada tal como corrosión por hendiduras de acero inoxidable austenítico para su uso en un separador. Para obtener este efecto, se requiere que el contenido de Mo sea del 0,1% o más. Por otro lado, cuando el contenido de Mo es de más del 10,0%, se produce de manera notable fragilidad del acero inoxidable para su uso en un separador, dando como resultado una disminución de la productividad. Por tanto, el contenido de Mo es preferiblemente del 0,1% o más al 10,0% o menos y más preferiblemente del 0,5% o más y el 7,0% o menos.

- 20 Ni: el 7% o más y el 40% o menos

Ni es un elemento para estabilizar una fase austenítica. Cuando el contenido de Ni es de menos del 7%, no se obtiene un efecto de estabilización de la fase austenítica. Por otro lado, cuando el contenido de Ni es de más del 40%, se consume Ni en exceso, dando como resultado un aumento del coste. Por tanto, el contenido es preferiblemente del 7% o más y el 40% o menos.

En el acero inoxidable austenítico para su uso en un separador de la presente invención, además de los C, Cr, Mo y Ni anteriormente mencionados, pueden incluirse los siguientes elementos según sea apropiado.

- 30 N: el 2,0% o menos

N inhibe eficazmente la corrosión localizada de acero inoxidable austenítico para su uso en un separador. Sin embargo, dado que es difícil desde el punto de vista industrial tener un contenido de N de más del 2,0%, el contenido es preferiblemente del 2,0% o menos. Además, en un método de refinado común, en el caso de un contenido de N de más del 0,4%, se tarda un largo periodo de tiempo en añadir N en una etapa de fabricación de acero para el acero inoxidable usado en un separador, dando como resultado una disminución de la productividad. Por tanto, desde un punto de vista del coste, el contenido de N es preferiblemente del 0,4% o menos y más preferiblemente del 0,01% o más y el 0,3% o menos.

- 35 Cu: el 0,01% o más y el 3,0% o menos

Cu es un elemento que mejora la resistencia a la corrosión de acero inoxidable austenítico para su uso en un separador. Para obtener tal efecto, el contenido de Cu es preferiblemente del 0,01% o más. Sin embargo, cuando el contenido de Cu es de más del 3,0%, se degrada la trabajabilidad en caliente, dando como resultado una disminución de la productividad. Por tanto, cuando se incluye Cu, el contenido de Cu es preferiblemente del 3,0% o menos y más preferiblemente del 0,01% o más y el 2,5% o menos.

Si: el 0,01% o más y el 1,5% o menos

- 45 Si es un elemento que es eficaz para la desoxidación y se añade a la etapa de refinado de acero inoxidable austenítico para su uso en un separador. Para obtener tal efecto, el contenido de Si es preferiblemente del 0,01% o más. Sin embargo, un contenido de Si excesivo endurece el acero inoxidable para su uso en un separador, dando como resultado una disminución de la ductilidad. Por tanto, cuando se incluye Si, el contenido de Si es preferiblemente del 1,5% o menos y más preferiblemente del 0,01% o más y el 1,0% o menos.

- 50 Mn: el 0,001% o más y el 2,5% o menos

Dado que Mn se combina con S mezclado de manera inevitable y por tanto tiene un efecto de reducción de S en

5 disolución sólida en acero inoxidable austenítico para su uso en un separador, Mn es un elemento que es eficaz en la inhibición de la segregación de límite de grano de S y por tanto previene la rotura durante el laminado en caliente. Tal efecto se muestra cuando un contenido de Mn es del 0,001% o más y el 2,5% o menos. Por tanto, cuando se incluye Mn, el contenido de Mn es preferiblemente del 0,001% o más y el 2,5% o menos y más preferiblemente del 0,001% al 2,0%.

Al menos uno de Ti, Nb, V y Zr se establece para ser del 0,01% al 0,5% en total.

10 Uno cualquiera de Ti, Nb, V y Zr se combina con C en acero inoxidable austenítico para formar un carburo. De esta manera, Ti, Nb, V y Zr estabilizan el C y por tanto son elementos eficaces para mejorar la resistencia a la corrosión de límite de grano de acero inoxidable austenítico para su uso en un separador. En particular, cuando el contenido de C es del 0,08% o menos, se muestra un efecto de mejora de la resistencia a la corrosión en el caso de contener al menos uno cualquiera de Ti, Nb, V y Zr en cualquier caso de contener de manera individual o contener de manera múltiple el 0,01% o más en total de Ti, Nb, V y Zr.

15 Por otro lado, en cualquier caso de contener de manera individual o contener de manera múltiple más del 0,5% en total de Ti, Nb, V y Zr, se satura el efecto anterior. Por tanto, en el caso de contener Ti, Nb, V o Zr, el contenido de al menos uno de estos elementos es preferiblemente del 0,01% o más y el 0,5% o menos en total.

En la presente invención, aparte de los elementos mencionados anteriormente, puede incluirse el 0,1% o menos de cada uno de Ca, Mg, B y elementos de las tierras raras (denominados REM) para potenciar la trabajabilidad en caliente de acero inoxidable austenítico para su uso en un separador. Para la desoxidación en la etapa de refinado, puede incluirse el 0,2% o menos de Al.

20 El resto lo representan Fe e impurezas inevitables. Entre las impurezas inevitables, el contenido de O (oxígeno) es preferiblemente del 0,02% o menos.

(3) Composición de componentes preferida de acero inoxidable dúplex

C: el 0,08% o menos

25 C se combina con Cr para formar un compuesto y se deposita sobre un límite de grano como carburo de Cr, dando como resultado una disminución de la resistencia a la corrosión. Por tanto, es preferible un contenido de C menor, y un contenido de C del 0,08% o menos no degrada de manera notable la resistencia a la corrosión. Por consiguiente, el contenido de C es preferiblemente del 0,08% o menos y más preferiblemente del 0,03% o menos.

Cr: el 16% o más

30 Cr es un elemento que se requiere con el fin de garantizar una resistencia a la corrosión fundamental en una chapa de acero inoxidable dúplex. Cuando el contenido de Cr es de menos del 16%, no se logra la durabilidad para su uso a largo plazo como separador. Por tanto, el contenido de C se establece para ser del 16% o más. Por otro lado, cuando hay un contenido de Cr de más del 30%, es difícil obtener una estructura de tipo dúplex (denominada a continuación en el presente documento estructura de tipo dúplex que tiene una fase ferrítica y una fase austenítica a menos que se especifique lo contrario). Por consiguiente, el contenido de Cr es preferiblemente del 30% o menos y más preferiblemente del 20% al 28%.

35 Mo: del 0,1% al 10,0%

40 Mo es un elemento eficaz en la inhibición de la corrosión localizada tal como corrosión por hendiduras. Para obtener este efecto, se requiere que el contenido de Mo sea del 0,1% o más. Por otro lado, cuando el contenido de Mo es de más del 10,0%, se produce de manera notable fragilidad del acero inoxidable, dando como resultado una disminución de la productividad. Por tanto, el contenido de Mo es preferiblemente del 0,1% o más y el 10,0% o menos y más preferiblemente del 0,5% o más y el 7,0% o menos.

Ni: del 1% al 10%

45 Ni es un elemento para estabilizar una fase austenítica. Cuando el contenido de Ni es de menos del 1%, es difícil formar la fase austenítica, y como resultado, es difícil obtener una estructura de tipo dúplex. Por otro lado, cuando el contenido de Ni es de más del 10%, es difícil formar una fase ferrítica, y como resultado, es difícil obtener una estructura de tipo dúplex. Por tanto, el contenido de Ni es preferiblemente del 1% o más y el 10% o menos.

En el acero inoxidable dúplex para su uso en un separador de la presente invención, además de los C, Cr, Mo y Ni anteriormente mencionados, pueden incluirse los siguientes elementos según sea apropiado.

N: el 2,0% o menos

50 N es un elemento que inhibe la corrosión localizada de acero inoxidable dúplex para su uso en un separador. Sin embargo, dado que es difícil desde el punto de vista industrial tener un contenido de N de más del 2,0%, preferiblemente se establece un límite superior del 2,0%. Además, en un método de fabricación de acero común, en

el caso de un contenido de N de más del 0,4%, se tarda un largo periodo de tiempo en añadir N en el acero inoxidable usado en un separador, dando como resultado una disminución de la productividad. Por tanto, desde un punto de vista del coste, el contenido de N es preferiblemente del 0,4% o menos y más preferiblemente del 0,01% al 0,3%.

5 Cu: el 3,0% o menos

Cu es un elemento que mejora la resistencia a la corrosión de acero inoxidable dúplex para su uso en un separador. Para obtener tal efecto, el contenido de Cu es preferiblemente del 0,01% o más. Sin embargo, cuando el contenido de Cu es de más del 3,0%, se degrada la trabajabilidad en caliente, dando como resultado una disminución de la productividad. Por tanto, cuando se incluye Cu, el contenido de Cu es preferiblemente del 3,0% o menos y más preferiblemente del 0,01% o más y el 2,5% o menos.

10

Si: el 1,5% o menos

Si es un elemento eficaz para la desoxidación y se añade en la etapa de refinado de acero inoxidable dúplex para su uso en un separador. Para obtener tal efecto, el contenido de Si es preferiblemente del 0,01% o más. Sin embargo, un contenido de Si excesivo endurece el acero inoxidable para su uso en un separador, dando como resultado una disminución de la ductilidad. Por tanto, cuando se incluye Si, el contenido de Si es preferiblemente del 1,5% o menos y más preferiblemente del 0,01% o más y el 1,0% o menos.

15

Mn: el 0,001% o más y el 2,5% o menos

Dado que Mn se combina con S mezclado de manera inevitable y por tanto tiene un efecto de reducción de S en disolución sólida en acero inoxidable dúplex para su uso en un separador, Mn es un elemento eficaz en la inhibición de la segregación de límite de grano de S y por tanto previene la rotura durante el laminado en caliente. Tal efecto se muestra cuando un contenido de Mn es del 0,001% o más y el 2,5% o menos. Por tanto, en el caso de contener Mn, el contenido de Mn es preferiblemente del 0,001% o más y el 2,5% o menos y más preferiblemente del 0,001% o más y el 2,0% o menos.

20

Al menos uno de Ti, Nb, V y Zr se establece para ser del 0,01% al 0,5% en total.

25 Uno cualquiera de Ti, Nb, V y Zr se combina con C en acero inoxidable dúplex para formar a carburo. De esta manera, Ti, Nb, V y Zr fijan el C y por tanto son elementos eficaces para mejorar la resistencia a la corrosión de límite de grano de acero inoxidable dúplex para su uso en un separador. En particular, cuando el contenido de C es del 0,08% o menos, se muestra un efecto de mejorar la resistencia a la corrosión en el caso de contener al menos uno cualquiera de Ti, Nb, V y Zr en cualquier caso de contener de manera individual o contener de manera múltiple el 0,01% o más en total de Ti, Nb, V y Zr.

30

Por otro lado, en cualquier caso de contener de manera individual o contener de manera múltiple más del 0,5% en total de Ti, Nb, V y Zr, se satura el efecto anterior. Por tanto, en el caso de contener Ti, Nb, V o Zr, el contenido de al menos uno de estos elementos es preferiblemente del 0,01% al 0,5% en total.

35 En la presente invención, aparte de los elementos anteriormente mencionados, puede incluirse el 0,1% o menos de cada uno de Ca, Mg, B y elementos de las tierras raras (denominados REM) para potenciar la trabajabilidad en caliente de acero inoxidable dúplex para su uso en un separador, y para la desoxidación en la etapa de refinado, puede incluirse el 0,2% o menos de Al.

El resto lo representan Fe e impurezas inevitables. Entre las impurezas inevitables, el contenido de O (oxígeno) es preferiblemente del 0,02% o menos.

40 Se obtiene acero inoxidable que tiene una conductividad y durabilidad excelentes para su uso en un separador de celda de combustible sometiendo el acero inoxidable anteriormente mencionado a tratamiento electrolítico y tratamiento de inmersión en una disolución que contiene flúor.

En el presente documento, en la presente invención, es importante llevar a cabo un tratamiento electrolítico antes que un tratamiento de inmersión en una disolución que contiene flúor. El tratamiento electrolítico vuelve a formar una película formada en un procedimiento de producción de acero inoxidable para mostrar fácilmente un efecto de reducción de la resistencia de contacto mediante el tratamiento de inmersión en una disolución que contiene flúor. Además, incluso cuando se mezclan iones de Fe en la disolución que contiene flúor, el efecto de reducción de la resistencia de contacto tiende a no desaparecer. El tratamiento electrolítico y el tratamiento de inmersión se llevan a cabo preferiblemente de manera continua, pero puede llevarse a cabo una limpieza, hasta un grado en el que una superficie no se deteriora de manera notable, entre el tratamiento electrolítico y el tratamiento de inmersión. Además, tras el tratamiento de inmersión, puede llevarse a cabo una limpieza hasta el grado en el que la superficie no se deteriora de manera notable. En el presente documento, la limpieza incluye inmersión en un álcali o ácido.

45

50

El tratamiento electrolítico se lleva a cabo preferiblemente mediante electrolización anódica o mediante una combinación de electrolización anódica y electrolización catódica. Además, la cantidad electrolítica anódica Q_a y la

cantidad electrolítica catódica Q_c satisfacen preferiblemente la relación: $Q_a \geq Q_c$. Cuando el tratamiento electrolítico se lleva a cabo mediante electrolización anódica sola, se satisface la relación: $Q_c = 0$. En el presente documento, Q_a es el producto de densidad de corriente y tiempo de tratamiento en la electrolización anódica, y Q_c es el producto de la densidad de corriente y el tiempo de tratamiento en la electrolización catódica. El tratamiento electrolítico de la presente invención incluye preferiblemente electrolización anódica y este método no está limitado. Puede aplicarse una electrolización alternante, pero en el caso de $Q_a < Q_c$, debido a la nueva adhesión de componentes eluidos, un efecto de reducción de la resistencia de contacto mediante el siguiente tratamiento de inmersión tiende a ser insuficiente. Por tanto, preferiblemente se satisface la relación: $Q_a \geq Q_c$.

En el tratamiento de inmersión, la temperatura de una disolución que contiene flúor es preferiblemente de 40°C o mayor. En el caso en el que la temperatura es inferior a 40°C, es difícil conseguir un efecto de reducción de la resistencia de contacto y por tanto se requiere un tiempo de tratamiento aumentado para obtener un efecto suficiente. Un límite superior de la temperatura de la disolución no está específicamente limitado, pero, sin embargo, es preferiblemente de 90°C o menor, por ejemplo, desde un punto de vista de la seguridad.

Además, la disolución que contiene flúor es ácido fluorhídrico o una mezcla de ácido nítrico y ácido fluorhídrico debido a su efecto notable, y la concentración de ácido fluorhídrico [HF] (% en masa) y la concentración de ácido nítrico [HNO₃] (% en masa) satisfacen la relación: $[HF] \geq 0,8 \times [HNO_3]$. En el presente documento, una mezcla de ácido nítrico y ácido fluorhídrico se refiere a un líquido mixto de ácido fluorhídrico y ácido nítrico. Cuando no hay nada de ácido nítrico contenido en la disolución que contiene flúor, se designa que [HNO₃] es de 0. La figura 2 es una figura que representa la relación entre $[HF]/[HNO_3]$, un valor de resistencia de contacto tras el tratamiento de inmersión y un valor de resistencia de contacto tras la evaluación de la durabilidad. En la figura 2, el método de medición y los criterios de evaluación para el valor de resistencia de contacto tras el tratamiento de inmersión y el valor de resistencia de contacto tras la evaluación de la durabilidad son los mismos que en el ejemplo 1 que va a describirse a continuación. Tal como resulta evidente a partir de la figura 2, el valor de resistencia de contacto tras el tratamiento de inmersión y el valor de resistencia de contacto tras la evaluación de la durabilidad se evalúan como "○" (bueno) y "○" (bueno) en el caso de $[HF] \geq 0,8 \times [HNO_3]$; "○" (bueno) y "⊙" (excelente) en el caso de $[HF] \geq 1,7 \times [HNO_3]$; y "⊙" (excelente) y "⊙" (excelente) en el caso de $[HF] \geq 5,0 \times [HNO_3]$, respectivamente. Se piensa que el motivo para esto es que, en el caso de $[HF] < 0,8 \times [HNO_3]$, el acero inoxidable se pasiva, y, como resultado, es difícil conseguir un efecto de reducción de la resistencia de contacto. Según los resultados anteriores, se satisface $[HF] \geq 0,8 \times [HNO_3]$, preferiblemente se satisface $[HF] \geq 1,7 \times [HNO_3]$, y lo más preferiblemente se satisface $[HF] \geq 5,0 \times [HNO_3]$.

Con respecto a la evaluación del valor de resistencia de contacto en este caso, se determina que menos de 5 mΩ·cm², 5 mΩ·cm² o más y menos de 10 mΩ·cm² y 10 mΩ·cm² o más son excelente (⊙), bueno (○) y malo (X) en el caso antes de la evaluación de la durabilidad, respectivamente; y se determina que menos de 10 mΩ·cm², 10 mΩ·cm² o más y menos de 15 mΩ·cm², 15 mΩ·cm² o más y menos de 20 mΩ·cm², y 20 mΩ·cm² o más son excelente (⊙), bueno (○), aceptable (Δ) y malo (X) en el caso tras la evaluación de la durabilidad, respectivamente.

En condiciones distintas de las anteriores, el tratamiento electrolítico se lleva a cabo en un ácido que contiene el 0,5% en masa o más de ácido sulfúrico. El tratamiento electrolítico en el ácido que contiene ácido sulfúrico es ventajoso para volver a formar una película de acero inoxidable, y la concentración de ácido sulfúrico es del 0,5% en masa o mayor. Cuando la concentración de ácido sulfúrico es inferior al 0,5% en masa, la película de acero inoxidable tiende a volver a formarse de manera inadecuada. El límite superior de la concentración de ácido sulfúrico no está específicamente limitado. Sin embargo, dado que el efecto anterior se satura con una adición excesiva de ácido sulfúrico, la concentración de ácido sulfúrico es preferiblemente del 50% en masa o menor y más preferiblemente del 1,0 al 40% en masa.

Además, el tratamiento electrolítico en una disolución que contiene una sal también es ventajoso para volver a formar una película de acero inoxidable, y la concentración de la disolución que contiene una sal es del 5% en masa o mayor. A una concentración menor del 5% en masa, la película tiende a volver a formarse de manera inadecuada. En el presente documento, como sal, puede aplicarse sulfato de sodio. Sin embargo, aparte de esto, puede usarse cualquier sal que tiene una gran solubilidad en agua. El límite superior de la concentración de la sal no está específicamente limitado, y la sal puede incluirse hasta el límite superior de su solubilidad. Sin embargo, dado que incluso con una adición excesiva de la sal, el efecto anterior se satura, la concentración de sal es preferiblemente del 40% en masa o menor y más preferiblemente del 8 al 30% en masa.

En la presente invención, el método para producir acero inoxidable ferrítico, acero inoxidable austenítico o acero inoxidable dúplex que sirven como sustrato no está específicamente limitado por las condiciones de producción, y puede basarse en un método bien conocido de manera convencional. Sin embargo, se describirá lo siguiente como condiciones de producción preferibles.

Se calienta un lingote de acero que tiene una composición de componentes preparada de manera preferible hasta 1100°C o más y después se lamina en caliente, seguido por recocido a una temperatura de 800 a 1100°C y laminado en frío y recocido repetitivos para producir una chapa de acero inoxidable. El grosor de chapa de la chapa de acero inoxidable así obtenida es preferiblemente de aproximadamente 0,02 a 0,8 mm. Resulta eficaz llevar a cabo un recocido final, tratamiento electrolítico e inmersión en una disolución que contiene flúor en línea de manera

continua. Sin embargo, por otro lado, también es posible llevar a cabo una parte o la totalidad de los procedimientos fuera de línea de manera independiente y realizar limpieza entre estos procedimientos.

Ejemplos

EJEMPLO 1

- 5 Se refinó acero que tenía la composición química indicada en la tabla 1 en un horno de fusión de vacío se calentó el lingote de acero así obtenido hasta 1200°C, seguido por laminado en caliente para producir una chapa laminada en caliente que tenía un grosor de chapa de 5 mm. Se recoció la chapa laminada en caliente así obtenida a 900°C y descascarilló mediante decapado, seguido por laminado en frío y recocido/decapado repetitivos para producir una chapa laminada en frío que tenía un grosor de chapa de 0,7 mm. Después de eso, en ácido sulfúrico a 30°C que
10 tenía una concentración del 2% en masa, se sometió una parte de la muestra a tratamiento electrolítico en el orden secuencial de +2 A/dm² x 1 s → -2 A/dm² x 1 s → +2 A/dm² x 1 s → -2 A/dm² x 1 s → +2 A/dm² x 1 s (+ representa electrolización anódica y - representa electrolización catódica) y después a tratamiento de inmersión (tiempo de tratamiento: 90 s) en una disolución mixta de una mezcla de ácido nítrico y ácido fluorhídrico a 55°C que tenía el 5%
15 en masa HF + el 1% en masa HNO₃ en la que estaba presente Fe en una cantidad de 0 a 1,0 g/l. La concentración de Fe en la disolución mixta de una mezcla de ácido nítrico y ácido fluorhídrico se cambia para aumentar la cantidad de tratamiento de inmersión y, de ese modo, se simula un aumento de la cantidad de Fe mezclado en la disolución.

- En la tabla 2 se muestran las condiciones de tratamiento de muestras y los valores de resistencia de contacto tras el tratamiento de inmersión. Además, se cortó una probeta que tenía un tamaño de 30 mm x 30 mm a partir de una muestra tras someterse a medición de la resistencia de contacto y se desgrasó con acetona, y después se sometió a
20 un ensayo de evaluación de la durabilidad manteniéndose durante 20 horas a 0,8 V frente a SHE (electrodo estándar de hidrógeno) en ácido sulfúrico (80°C) a pH 3 que contenía 2 ppm de Cl en el que se simuló un entorno de funcionamiento de una celda de combustible para evaluar un valor de resistencia de contacto tras el ensayo de evaluación de la durabilidad. En la tabla 3 se muestran los resultados obtenidos.

- En el presente documento, con respecto a la resistencia de contacto, se intercaló una muestra entre dos trozos de
25 papel de carbono (TGP-H-120, producido por Toray Industries, Inc.) y además se puso un electrodo en el que se sometió una chapa de cobre a chapado con oro en contacto con ambos lados del mismo. Después, se dejó fluir corriente con una presión de 20 kgf/cm² por área unitaria y se midió la diferencia de potencial entre la muestra y un electrodo para calcular la resistencia eléctrica. Un valor obtenido multiplicando el valor medido por un área de una cara de contacto se designó como resistencia de contacto. En el caso antes de la evaluación de la durabilidad, se
30 determinó que menos de 5 mΩ·cm², 5 mΩ·cm² o más y menos de 10 mQ·cm², y 10 mΩ·cm² o más eran excelente (⊙), bueno (○) y malo (X), respectivamente; y en el caso tras la evaluación de la durabilidad, se determinó que menos de 10 mΩ·cm², 10 mΩ·cm² o más y menos de 15 mΩ·cm², 15 mΩ·cm² o más y menos de 20 mΩ·cm², y 20 mΩ·cm² o más eran excelente (⊙), bueno (○), aceptable (Δ) y malo (X), respectivamente.

- Dentro del alcance de la presente invención, en uno cualquiera de los casos antes de la evaluación de la durabilidad
35 (tras el tratamiento de inmersión) y tras la evaluación de la durabilidad, se consigue una resistencia de contacto menor y conductividad favorable y también se logra una durabilidad excelente.

Tal como resulta evidente a partir de la figura 2, la resistencia de contacto de una muestra que no se ha sometido a ningún tratamiento electrolítico llegó a ser mala cuando la concentración de iones de Fe en una mezcla de ácido nítrico y ácido fluorhídrico era de 0,04 g/l o mayor.

- 40 Además, tal como resulta evidente a partir de la figura 3, la resistencia de contacto de una muestra que no se ha sometido a ningún tratamiento electrolítico también llegó a ser mala tras la evaluación de la durabilidad cuando la concentración de iones de Fe en una mezcla de ácido nítrico y ácido fluorhídrico era de 0,04 g/l o mayor.

EJEMPLO 2

- 45 Se fundió acero que tenía la composición química indicada en la tabla 4 en el horno de fusión de vacío y se calentó el lingote de acero así obtenido hasta 1200°C, seguido por laminado en caliente para producir una chapa laminada en caliente que tenía un grosor de chapa de 5 mm. Se recoció la chapa laminada en caliente así obtenida a una temperatura de 900 a 1100°C y se descascarilló mediante decapado, seguido por laminado en frío y recocido/decapado repetitivos para producir una chapa laminada en frío que tenía un grosor de chapa de 0,7 mm. Después, se llevó a cabo un tratamiento eléctrico en diversas condiciones y después se llevó a cabo un tratamiento
50 de inmersión (tiempo de tratamiento: 90 s) en ácido fluorhídrico o una mezcla de ácido nítrico y ácido fluorhídrico que contenía 1,0 g/l de iones de Fe. En la tabla 5 se muestran las condiciones para el tratamiento electrolítico y el tratamiento de inmersión. En la tabla 6 se muestran valores de resistencia de contacto tras el tratamiento de inmersión.

- Además, se cortó una probeta que tenía un tamaño de 30 mm x 30 mm a partir de una muestra tras la medición de
55 la resistencia de contacto y se desgrasó con acetona, y después se sometió a un ensayo de evaluación de la durabilidad manteniéndose durante 20 horas a 0,8 V frente a SHE en ácido sulfúrico (80°C) a pH 3 que contenía 2 ppm de Cl en el que se simuló un entorno de funcionamiento de una celda de combustible para evaluar una

resistencia de contacto tras el ensayo de evaluación de la durabilidad. En la tabla 6 se muestran los resultados obtenidos. En este caso, el método de medición de la resistencia de contacto es el mismo que en el ejemplo 1.

Tal como resulta evidente a partir de las tablas 5 y 6, dentro del alcance de la presente invención, en uno cualquiera de los casos antes de la evaluación de la durabilidad (tras el tratamiento de inmersión) y tras la evaluación de la durabilidad, se consigue una resistencia de contacto menor y conductividad favorable y también una durabilidad excelente.

5

Lista de signos de referencia

1 conjunto de membrana-electrodo

2 capa de difusión de gas

10 3 capa de difusión de gas

4 separador

5 separador

6 trayectoria de flujo de aire

7 trayectoria de flujo de hidrógeno

15 Tabla 1

TABLA 1

Símbolo de acero	Composición química (% en masa)								Observaciones
	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	N	
a	0,009	0,15	0,21	0,022	0,004	0,1	21,2	0,01	Acero conforme

Tabla 2

TABLA 2

N.º de muestra	Símbolo de acero	Tratamiento electrolítico (sí o no)	Concentración de iones de Fe en ácido nítrico fluorado (g/l)	Conductividad		Observaciones
				Valor de resistencia de contacto ($m\Omega \cdot cm^2$)	Evaluación	
1	a	Si	0,00	4,1	⊙: Excelente	Ejemplo de la invención
2	a	Si	0,04	4,2	⊙: Excelente	Ejemplo de la invención
3	a	Si	0,10	4,0	⊙: Excelente	Ejemplo de la invención
4	a	Si	0,50	3,7	⊙: Excelente	Ejemplo de la invención
5	a	Si	1,00	4,3	⊙: Excelente	Ejemplo de la invención
6	a	No	0,00	4,4	⊙: Excelente	Ejemplo de referencia
7	a	No	0,04	54,9	X: Malo	Ejemplo comparativo
8	a	No	0,10	55,2	X: Malo	Ejemplo comparativo
9	a	No	0,50	55,4	X: Malo	Ejemplo comparativo

*Condiciones actuales (+ representa electrolización anódica y – representa electrolización catódica)

20 $+2 A/dm^2 \times 1 s \rightarrow -2 A/dm^2 \times 1 s \rightarrow +2 A/dm^2 \times 1 s \rightarrow -2 A/dm^2 \times 1 s \rightarrow +2 A/dm^2 \times 1 s$

Qa: $6 C/dm^2$, Qc: $4 C/dm^2$

Tabla 3

TABLA 3

N.º de muestra	Durabilidad		Observaciones
	Valor de resistencia de contacto tras la evaluación de la durabilidad ($m\Omega \cdot cm^2$)	Evaluación	
1	6,2	⊙: Excelente	Ejemplo de la invención

ES 2 701 408 T3

2	6,2	⊙: Excelente	Ejemplo de la invención
3	6,3	⊙: Excelente	Ejemplo de la invención
4	5,4	⊙: Excelente	Ejemplo de la invención
5	6,9	⊙: Excelente	Ejemplo de la invención
6	7,1	⊙: Excelente	Ejemplo de referencia
7	151,3	X: Malo	Ejemplo comparativo
8	167,4	X: Malo	Ejemplo comparativo
9	153,0	X: Malo	Ejemplo comparativo

Tabla 4

TABLA 4

Símbolo de acero	Composición química (% en masa)									Observaciones
	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	N	
a	0,009	0,15	0,21	0,022	0,004	0,1	21,2	-	0,01	Acero conforme
b	0,012	0,32	0,94	0,023	0,003	8,5	17,9	-	0,03	Acero conforme
c	0,062	0,31	0,75	0,028	0,005	4,3	24,1	1,81	0,08	Acero conforme
d	0,020	0,37	0,53	0,023	0,003	0,1	15,3	-	0,03	Ejemplo comparativo

Tabla 5

TABLA 5

N.º de muestra	Símbolo de acero	Tratamiento electrolítico				Tratamiento de inmersión		Observaciones
		Composición líquida	Condiciones actuales*1	Qa (C/dm ²)	Qc (C/dm ²)	Composición líquida*2	Temperatura (°C)	
10	a	H ₂ SO ₄ al 2% en masa	A	6	4	HF al 5% + HNO ₃ al 1%	30	Ejemplo de la invención
11	a	H ₂ SO ₄ al 2% en masa	A	6	4	HF al 5% + HNO ₃ al 1%	40	Ejemplo de la invención
12	a	H ₂ SO ₄ al 2% en masa	A	6	4	HF al 5%	55	Ejemplo de la invención
13	a	H ₂ SO ₄ al 2% en masa	A	6	4	HF al 5% + HNO ₃ al 3%	55	Ejemplo de la invención
14	a	H ₂ SO ₄ al 2% en masa	A	6	4	HF al 5% + HNO ₃ al 7%	55	Ejemplo de la invención
15	a	H ₂ SO ₄ al 2% en masa + Na ₂ SO ₄ al 15% en masa	A	6	4	HF al 5% + HNO ₃ al 1%	55	Ejemplo de la invención
16	a	Na ₂ SO ₄ al 15% en masa	A	6	4	HF al 5% + HNO ₃ al 1%	55	Ejemplo de la invención
17	a	H ₂ SO ₄ al 2% en masa	B	150	140	HF al 5% + HNO ₃ al 1%	55	Ejemplo de la invención
18	a	H ₂ SO ₄ al 2% en masa	C	60	0	HF al 5% + HNO ₃ al 1%	55	Ejemplo de la invención
19	a	H ₂ SO ₄ al 2% en masa	D	4	6	HF al 5% + HNO ₃ al 1%	55	Ejemplo de la invención
20	b	H ₂ SO ₄ al 2% en masa	A	6	4	HF al 5%	55	Ejemplo de la invención
21	b	Na ₂ SO ₄ al 15% en masa	B	150	140	HF al 5%	55	Ejemplo de la invención
22	b	H ₂ SO ₄ al 2% en masa	A	6	4	HF al 5% + HNO ₃ al 3%	55	Ejemplo de la invención
23	c	H ₂ SO ₄ al 2% en masa	A	6	4	HF al 5%	55	Ejemplo de la invención
24	d	H ₂ SO ₄ al 2% en masa	A	6	4	HF al 5% + HNO ₃ al 1%	55	Ejemplo comparativo

5 *1: Condiciones actuales (+ representa electrolización anódica y - representa electrolización catódica)

A: +2 A/dm² x 1 s → -2 A/dm² x 1 s → +2 A/dm² x 1 s → -2 A/dm² x 1 s → +2 A/dm² x 1 s

B: (+5 A/dm² x 2 s → -5 A/dm² x 2 s) x 14 veces → +5 A/dm² x 2 s

ES 2 701 408 T3

C: +2 A/dm² x 30 s

D: -2 A/dm² x 1 s → +2 A/dm² x 1 s → -2 A/dm² x 1 s → +2 A/dm² x 1 s → -2 A/dm² x 1 s

*2: % en la tabla se refiere a % en masa.

Tabla 6

5

TABLA 6

N.º de muestra	Conductividad		Durabilidad		Observaciones
	Resistencia de contacto (mΩ·cm ²)	Evaluación	Valor de resistencia de contacto tras la evaluación de la durabilidad (mΩ·cm ²)	Evaluación	
10	9,2	○: Bueno	18,4	Δ: Aceptable	Ejemplo de la invención
11	4,9	⊙: Excelente	11,9	○: Bueno	Ejemplo de la invención
12	4,0	⊙: Excelente	6,1	⊙: Excelente	Ejemplo de la invención
13	6,3	○: Bueno	9,6	⊙: Excelente	Ejemplo de la invención
14	9,4	○: Bueno	14,8	○: Bueno	Ejemplo de la invención
15	3,9	⊙: Excelente	5,9	⊙: Excelente	Ejemplo de la invención
16	4,1	⊙: Excelente	6,2	⊙: Excelente	Ejemplo de la invención
17	4,0	⊙: Excelente	6,9	⊙: Excelente	Ejemplo de la invención
18	4,1	⊙: Excelente	6,0	⊙: Excelente	Ejemplo de la invención
19	9,3	○: Bueno	17,7	Δ: Aceptable	Ejemplo de la invención
20	3,8	⊙: Excelente	7,3	⊙: Excelente	Ejemplo de la invención
21	4,0	⊙: Excelente	7,6	⊙: Excelente	Ejemplo de la invención
22	7,5	○: Bueno	9,3	⊙: Excelente	Ejemplo de la invención
23	4,4	⊙: Excelente	8,4	⊙: Excelente	Ejemplo de la invención
24	8,7	○: Bueno	131,0	X: Malo	Ejemplo comparativo

REIVINDICACIONES

1. Método para producir acero inoxidable para su uso en un separador de celda de combustible, en el que se somete acero inoxidable que contiene el 16% en masa o más de Cr a tratamiento electrolítico con al menos una de una disolución que contiene ácido incluyendo el 0,5% en masa o más de ácido sulfúrico y/o una disolución que contiene el 5% en masa o más de sulfato de sodio y después a tratamiento de inmersión en una disolución que contiene flúor, en el que la disolución que contiene flúor es ácido fluorhídrico o una mezcla de ácido nítrico y ácido fluorhídrico que tiene una concentración de ácido fluorhídrico [HF] (% en masa) y una concentración de ácido nítrico [HNO₃] (% en masa) que satisfacen la relación: $[HF] \geq 0,8 \times [HNO_3]$.
2. Método para producir acero inoxidable para su uso en un separador de celda de combustible según la reivindicación 1, en el que el tratamiento electrolítico se lleva a cabo mediante electrolización anódica o mediante una combinación de electrolización anódica y electrolización catódica; y una cantidad electrolítica anódica Q_a y una cantidad electrolítica catódica Q_c satisfacen la relación: $Q_a \geq Q_c$ que tiene la relación: $Q_c = 0$ en el caso del tratamiento electrolítico llevado a cabo solo mediante electrolización anódica.
3. Método para producir acero inoxidable para su uso en un separador de celda de combustible según la reivindicación 1 ó 2, en el que la temperatura de la disolución que contiene flúor es de 40°C o mayor.
4. Método para producir acero inoxidable para su uso en un separador de celda de combustible según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que la disolución que contiene flúor es ácido fluorhídrico o una mezcla de ácido nítrico y ácido fluorhídrico que tiene una concentración de ácido fluorhídrico [HF] (% en masa) y una concentración de ácido nítrico [HNO₃] (% en masa) que satisfacen la relación: $[HF] \geq 1,7 \times [HNO_3]$.
5. Método para producir acero inoxidable para su uso en un separador de celda de combustible según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que la disolución que contiene flúor es ácido fluorhídrico o una mezcla de ácido nítrico y ácido fluorhídrico que tiene una concentración de ácido fluorhídrico [HF] (% en masa) y una concentración de ácido nítrico [HNO₃] (% en masa) que satisfacen la relación: $[HF] \geq 5,0 \times [HNO_3]$.
6. Acero inoxidable para su uso en un separador de celda de combustible producido mediante el método para producir acero inoxidable para su uso en un separador de celda de combustible según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5.
7. Separador de celda de combustible que usa el acero inoxidable para su uso en un separador de celda de combustible según la reivindicación 6.
8. Celda de combustible que usa el separador de celda de combustible según la reivindicación 7.

FIG. 1

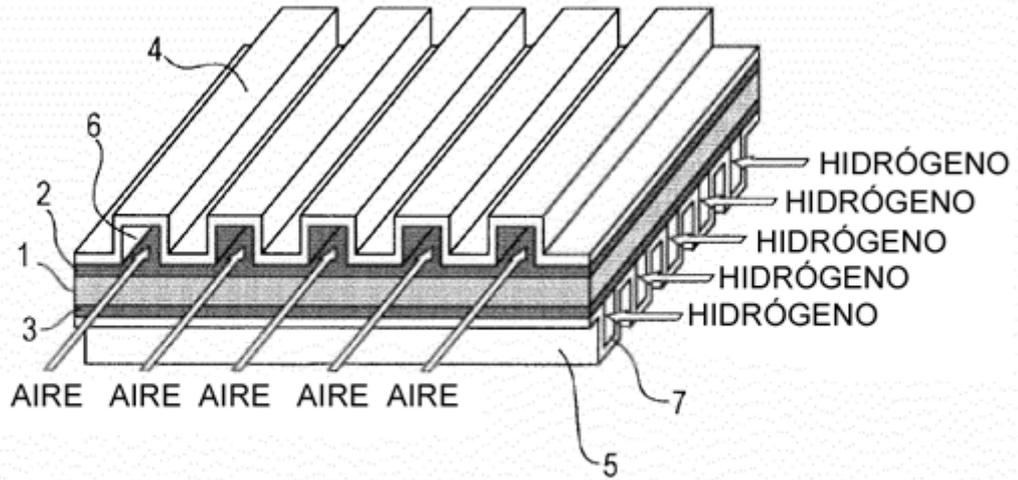


FIG. 2

